

**PRODUITS PETROLIERS
DOSAGE DU SOUFRE
SPECTROMETRIE DE FLUORESCENCE X
DISPERSIVE EN LONGUEUR D'ONDE**

Page 1/8

Cette norme REMPLACE pour étude nouvelle la norme D50 5155**AVANT-PROPOS**

La présente méthode d'essai s'appuie sur la norme NF EN ISO 14596-1998. Elle en reprend les mêmes dispositions au niveau des chapitres. En cas de litige (situation où la teneur en soufre mesurée diffère de la teneur annoncée par le fournisseur dans l'intervalle d'acceptabilité) la norme NF EN ISO 14596-1998 sera appliquée en intégralité.

Cette méthode est applicable à l'ensemble des produits pétroliers, mais elle a été créée avant tout pour le dosage du soufre en très faible teneur dans les essences et gazoles :

- la limite de quantification est = 3 ppm pour PSA / 1 seule dilution
 = 10 ppm pour l'ISO / double dilution (moins précise)

Elle permet d'évaluer l'incertitude globale de mesure associée à chaque teneur mesurée. L'incertitude de mesure n'est pas traitée dans la norme ISO.

L'épaisseur infinie qui est un paramètre fondamental de la quantification spectrométrie de fluorescence X est précisée dans la méthode PSA : elle impose la quantité minimale d'échantillon à prélever pour réaliser l'analyse. Les temps de comptage sur la raie de fluorescence S-K α et sur les fonds de part et d'autre de cette raie sont indiqués.

Les chapitres non repris par la méthode d'essai PSA sont mentionnés par l'indication suivante : « Non-repris par PSA ».

1.OBJET ET DOMAINE D'APPLICATION

Cette méthode a pour objet la détermination de la teneur en soufre dans les hydrocarbures correspondants aux coupes légères de distillation du pétrole : en particulier les gazoles et les essences.

La méthode est applicable à des produits dont la teneur en soufre est située entre 0,0003 % (m/m) et 0,0600 % (m/m). Les autres éléments n'interfèrent pas dans le domaine de concentration visé pour les produits relevant de cette méthode.

2.REFERENCE NORMATIVE

Cette méthode s'appuie sur la norme NF EN ISO 14596-1998.

3.PRINCIPE

Une prise d'essai est soumise dans une cuve d'analyse au rayonnement primaire d'un tube à rayon X.

L'échantillon émet son propre rayonnement de fluorescence ; les nombres de coups par seconde de la raie S-K α à 0,537 3 nm et du bruit de fond à 0,528 3 nm et à 0,545 nm sont mesurés. Le bruit de fond à 0,537 3 nm est alors calculé par régression polynomiale, puis la différence des comptages de la raie S-K α et du fond à 0,537 3 nm est calculée (intensité de fluorescence nette).

La teneur en soufre de l'échantillon est déterminée d'après une courbe d'étalonnage préparée à partir d'échantillons étalons de soufre.

4.PRODUITS ET REACTIFS

Nota : *Tous les réactifs utilisés doivent être de qualité pour analyses.*

4.1.HUILE BLANCHE (HUILE PARAFFINIQUE LEGERE)

Non-repris par PSA.

4.2.COMPOSES SOUFRES

4.2.1.DIBENZOTHIOPHENE (DBT)

Non-repris par PSA.

4.2.2.COMPOSE SOUFRE

Non-repris par PSA.

4.2.3.THIONAPHTENE (BENZOTHIOPHENE) – (TNA)

Non-repris par PSA.

4.3.ETALONS SOUFRES DE REFERENCE CERTIFIES

On pourra utiliser par exemple :

4.3.1.SULFURE DE DIBUTYLE (DBS) DANS DE L'HUILE BLANCHE

VHG LABS de chez SPIN -, dont la teneur en soufre est certifiée à 10000 ± 100 $\mu\text{g/g}$.

4.3.2. SULFURE DE DIBUTYLE (DBS) DANS DE L'HUILE BLANCHE

VHG LABS de chez SPIN -, dont la teneur en soufre est certifiée à 5000 ± 50 $\mu\text{g/g}$.

4.4.SOLUTION A DE ZIRCONIUM

Non-repris par PSA.

4.5.SOLUTION B

Non-repris par PSA.

4.6. ISO-OCTANE OU TRIMETHYL-2,2,4 PENTANE

5. APPAREILLAGE

5.1. SPECTROMETRE DE FLUORESCENCE X DISPERSIF EN LONGUEUR D'ONDE

Utiliser tout spectromètre respectant les caractéristiques indiquées dans le tableau ci-après.

Caractéristiques du spectromètre

COMPOSANT	CARACTERISTIQUE
Anode	Rhodium
Tension	40 kV
Courant	75 mA à 80 mA
Filtre	Néant
Collimateur	Large (550 μ m)
Cristal d'analyse	Germanium ou Pentaérythritol
Atmosphère	Hélium
Membrane de cellule	Film de polyester (mylar) ou de polypropylène, sans soufre, de 2 μ m à 6 μ m d'épaisseur
Détecteur	Détecteur proportionnel (à flux gazeux)

5.2. BALANCE ANALYTIQUE

qui permet une lecture à 0,1 mg près.

5.3. AGITATEUR

On utilisera un agitateur de flacons fermés ou un agitateur magnétique.

5.4. FLACONS

Non-repris par PSA.

5.5. FIOLES JAUGEES

de 50 ml ou 100 ml, avec bouchons rodés.

5.6. CUVES POUR L'ANALYSE DES LIQUIDES PAR SPECTROMETRIE DE FLUORESCENCE X

ainsi que des films de polyester (mylar) ou de polypropylène, sans soufre, de 2 μ m à 6 μ m d'épaisseur.

5.7. PIPETTE GILSON

ajustable de 5000 μ l ou 10000 μ l.

6. ECHANTILLONS ET ECHANTILLONNAGE

Non-repris par PSA.

7. SOLUTIONS D'ETALONNAGE

7.1. GENERALITES

Non-repris par PSA.

7.2. PREPARATION DES SOLUTIONS MERES

Non-repris par PSA.