Government of Canada | Gouvernement du Canada

Canadian General Standards Board | Office des normes générales du Canada

CAN/CGSB-3.0
No./N° 16.0-2004

ICS 71.040.50

WITHDRAWAL

October 2011

Methods of testing petroleum and associated products Sulphur in diesel fuel and similar middle distillates by energy dispersive X-ray fluorescence spectrometry (EDXRF)

This National Standard of Canada is hereby withdrawn due to limited use and support for its revision.

The Standards Council of Canada requires that accredited Standards Development Organizations, such as the CGSB, regularly review a consensus Standard to determine whether to re-approve, revise or withdraw. The review cycle is normally five years from the publication date of the latest edition of the Standard.

The information contained in the Standard was originally developed pursuant to a voluntary standards development initiative of the CGSB. The information contained therein may no longer represent the most current, reliable, and/or available information on this subject. CGSB hereby disclaims any and all claims, representation or warranty of scientific validity, or technical accuracy implied or expressed respecting the information therein contained. The CGSB shall not take responsibility nor be held liable for any errors, omissions, inaccuracies or any other liabilities that may

RETRAIT

Octobre 2011

Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes Soufre dans le carburant diesel et les distillats moyens similaires par spectrométrie de fluorescence X à dispersion d'énergie (EDXRF)

Cette Norme nationale du Canada est retirée par le présent avis en raison de son utilisation limitée et du manque de support pour sa révision.

Le Conseil canadien des normes exige que les organismes accrédités d'élaboration de normes, tel que l'ONGC, effectue régulièrement un examen des normes consensuelles afin de déterminer s'il y a lieu d'en renouveler l'approbation, de les réviser ou de les retirer. Le cycle d'examen d'une norme est généralement de cinq ans à partir de la date de publication de la dernière édition de celle-ci.

L'information contenue dans la norme a été élaborée initialement en vertu d'une initiative volontaire d'élaboration de normes de l'ONGC. Elle peut ne plus représenter l'information disponible et/ou l'information la plus actuelle ou la plus fiable à ce sujet. L'ONGC décline par la présente toute responsabilité à l'égard de toute affirmation, déclaration ou garantie de validité scientifique ou d'exactitude technique implicite ou explicite relative à l'information contenue dans la norme. L'ONGC n'assumera aucune responsabilité et ne sera pas tenu responsable quant à toute

arise from the provision or subsequent use of such information. This Standard is to be referred to for archival purposes only as the content has been repealed as of the date on this withdrawal notice.

Archived copies of withdrawn standards for historic or archival purposes are still available from the CGSB Sales Centre by telephone at 819-956-0425 or 1-800-665-2472, by fax at 819-956-5740, by Internet at www.tpsgc-pwgsc.gc.ca/ongc-cgsb/, by e-mail at ncr.CGSB-ONGC@tpsgc-pwgsc.gc.ca or by mail at Sales Centre, Canadian General Standards Board, 11 Laurier Street, Gatineau, Canada K1A 1G6.

erreur, omission, inexactitude ou autre conséquence pouvant découler de la fourniture ou de l'utilisation subséquente de cette information. Cette norme doit être consultée à des fins archivistiques seulement puisque son contenu a été révoqué à la date du présent avis de retrait.

Des copies archivées des normes retirées peuvent être obtenues à des fins historiques ou archivistiques auprès du Centre des ventes de l'ONGC. Il suffit d'en faire la demande par téléphone au 819-956-0425 ou 1-800-665-2472, par télécopieur au 819-956-5740, par Internet à : www.tpsgc-pwgsc.gc.ca/ongc-cgsb/, par courriel à ncr.CGSB-ONGC@tpsgc-pwgsc.gc.ca, ou par courrier adressé au Centre des ventes, Office des normes générales du Canada, 11, rue Laurier, Gatineau, Canada K1A 1G6.

Gouvernement du Canada
Office des normes générales du Canada

Government of Canada
Canadian General Standards Board

CAN/CGSB-3.0
N° 16.0-2004

Remplace CAN/CGSB-3.0
N° 16.0-95

Withdrawn/Retirée

Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes

Soufre dans le carburant diesel et les distillats moyens similaires par spectrométrie de fluorescence X à dispersion d'énergie (EDXRF)

ICS 71.040.50

Norme nationale du Canada

Canada

Expérience et excellence
Experience and excellence
ONGC CGSB

La présente Norme nationale du Canada a été élaborée sous les auspices de l'OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA (ONGC), qui est un organisme relevant de Travaux publics et Services gouvernementaux Canada. L'ONGC participe à la production de normes facultatives dans une gamme étendue de domaines, par l'entremise de ses comités des normes qui se prononcent par consensus. Les comités des normes sont composés de représentants des groupes intéressés aux normes à l'étude, notamment les fabricants, les consommateurs et autres utilisateurs, les détaillants, les gouvernements, les institutions d'enseignement, les associations techniques, professionnelles et commerciales ainsi que les organismes de recherche et d'essai. Chaque norme est élaborée avec l'accord de tous les représentants.

Le Conseil canadien des normes a conféré à l'ONGC le titre d'organisme d'élaboration de normes nationales. En conséquence, les normes que l'Office élabore et soumet à titre de Normes nationales du Canada se conforment aux critères et procédures établis à cette fin par le Conseil canadien des normes. Outre la publication de normes nationales, l'ONGC rédige également des normes visant des besoins particuliers, à la demande de plusieurs organismes tant du secteur privé que du secteur public. Les normes de l'ONGC et les normes nationales de l'ONGC sont conformes aux politiques énoncées dans le Manuel des politiques pour l'élaboration et le réexamen des normes de l'ONGC.

Étant donné l'évolution technique, les normes de l'ONGC font l'objet de révisions périodiques. Toutes les suggestions susceptibles d'en améliorer la teneur sont accueillies avec grand intérêt et portées à l'attention des comités des normes concernés. Les changements apportés aux normes font l'objet de modificatifs distincts ou sont incorporés dans les nouvelles éditions des normes.

Une liste à jour des normes de l'ONGC comprenant des renseignements sur les normes récentes et les derniers modificatifs parus, et sur la façon de se les procurer figure au Catalogue de l'ONGC publié chaque année. Cette publication peut également être obtenue sur demande, sans frais. Une version électronique, ECAT, est également disponible. Des renseignements supplémentaires sur les produits et les services de l'ONGC sont disponibles à notre site Web — www.ongc-cgsb.gc.ca.

Même si l'objet de la présente norme précise l'application première que l'on peut en faire, il faut cependant remarquer qu'il incombe à l'utilisateur, au tout premier chef, de décider si la norme peut servir aux fins qu'il envisage.

La mise à l'essai et l'évaluation d'un produit en regard de la présente norme peuvent nécessiter l'emploi de matériaux ou d'équipement susceptibles d'être dangereux. Le présent document n'entend pas traiter de tous les aspects liés à la sécurité de son utilisation. Il appartient à l'usager de la norme de se renseigner auprès des autorités compétentes et d'adopter des pratiques de santé et de sécurité conformes aux règlements applicables avant de l'utiliser. L'ONGC n'assume ni n'accepte aucune responsabilité pour les blessures ou les dommages qui pourraient survenir pendant les essais, peu importe l'endroit où ceux-ci sont effectués.

Il faut noter qu'il est possible que certains éléments de la présente norme canadienne soient assujettis à des droits conférés à un brevet. L'ONGC ne peut être tenu responsable de nommer un ou tous les droits conférés à un brevet. Les utilisateurs de la norme sont informés de façon personnelle qu'il leur revient entièrement de déterminer la validité des droits conférés à un brevet.

Pour de plus amples renseignements sur l'ONGC, ses services et les normes en général, prière de communiquer avec:

Le Gestionnaire
Division de la normalisation stratégique
Office des normes générales du Canada
Gatineau, Canada
K1A 1G6

Le CONSEIL CANADIEN DES NORMES est l'organisme de coordination du Système national de normes, une fédération d'organismes indépendants et autonomes qui travaillent au développement et à l'amélioration de la normalisation volontaire dans l'intérêt national.

Les principaux buts du Conseil sont d'encourager et de promouvoir la normalisation volontaire comme moyen d'améliorer l'économie nationale, d'améliorer la santé, la sécurité et le bien-être du public, d'aider et de protéger le consommateur, de faciliter le commerce national et international et de favoriser la coopération internationale dans le domaine de la normalisation.

Une Norme nationale du Canada est une norme, approuvée par le Conseil canadien des normes, qui reflète une entente raisonnable parmi les points de vue d'un certain nombre de personnes compétentes dont les intérêts réunis forment, au degré le plus élevé possible, une représentation équilibrée des producteurs, utilisateurs, consommateurs et d'autres personnes intéressées, selon le domaine envisagé. Il s'agit généralement d'une norme qui peut apporter une contribution appréciable, en temps opportun, à l'intérêt national.

L'approbation d'une norme en tant que Norme nationale du Canada indique qu'elle est conforme aux critères et méthodes établis par le Conseil canadien des normes. L'approbation ne porte pas sur l'aspect technique de la norme; cet aspect demeure la responsabilité de l'organisme d'élaboration de normes accrédité.

Il est recommandé aux personnes qui ont besoin de normes de se servir des Normes nationales du Canada lorsque la chose est possible. Ces normes font l'objet d'examens périodiques; c'est pourquoi il est recommandé aux utilisateurs de se procurer l'édition la plus récente de la norme auprès de l'organisme qui l'a préparée.

La responsabilité d'approuver les Normes nationales du Canada incombe au:

Conseil canadien des normes
270, rue Albert
Bureau 200
Ottawa (Ontario)
K1P 6N7

Comment commander des publications de l'ONGC:

par téléphone	— (819) 956-0425 *ou* — 1-800-665-2472
par télécopieur	— (819) 956-5644
par la poste	— Centre des ventes de l'ONGC Gatineau, Canada K1A 1G6
en personne	— Place du Portage Phase III, 6B1 11, rue Laurier Gatineau (Québec)
par courrier électronique	— ncr.cgsb-ongc@tpsgc.gc.ca
sur le Web	— www.ongc-cgsb.gc.ca

www.noran.com/Retire

NORME NATIONALE DU CANADA

CAN/CGSB-3.0
N° 16.0-2004

Remplace CAN/CGSB-3.0
N° 16.0-95

MÉTHODES D'ESSAI DES PRODUITS PÉTROLIERS ET PRODUITS CONNEXES

SOUFRE DANS LE CARBURANT DIESEL ET LES DISTILLATS MOYENS SIMILAIRES PAR SPECTROMÉTRIE DE FLUORESCENCE X À DISPERSION D'ÉNERGIE (EDXRF)

Withdrawn/Retirée

Préparée par
l'Office des normes générales du Canada

Approuvée par le
Conseil canadien des normes

Publiée, juillet 2004, par
l'Office des normes générales du Canada
Gatineau, Canada K1A 1G6

© SA MAJESTÉ LA REINE DU CHEF DU CANADA,
représentée par le ministre des Travaux publics et des Services gouvernementaux,
le ministre responsable de l'Office des normes générales du Canada (2004).

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite d'aucune manière sans la permission préalable de l'éditeur.

OFFICE DES NORMES GÉNÉRALES DU CANADA

COMITÉ DES MÉTHODES D'ESSAI DES PRODUITS PÉTROLIERS

(Composition à la date d'approbation)

Lee, S.W.	*Président*	Ressources naturelles Canada
Arciszewski, J.		Betzdearborn Inc.
Chantal, P.		Santé Canada
Coble, N.D.		Expert-conseil
Gaudet, N.		Défense nationale
Heakes, J.		Shell Canada Ltd.
Jacula, T.		Maxxam Analytics Inc.
Loescher, B.		Philip Analytical Services
McGetrick, J.		BP Oil
Pickard, A.L.		Petro-Canada
Porter, S.		Sunoco Inc.
Rebus, B.		Alberta Research Council
Samiullah, M.		Sentinel Canada
Tharby, R.D.		Tharby and Associates, Consultants
Turle, R.		Environnement Canada
Newman, M.	*Secrétaire*	Office des normes générales du Canada

Withdrawn/Retirée

Nous remercions le Bureau de la traduction de Travaux publics et Services gouvernementaux Canada de la traduction de la présente Norme nationale du Canada.

Norme nationale du Canada

ONGC Gatineau Canada K1A 1G6	**MÉTHODES D'ESSAI DES PRODUITS PÉTROLIERS ET PRODUITS CONNEXES**	**CAN/CGSB-3.0**
	Soufre dans le carburant diesel et les distillats moyens similaires par spectrométrie de fluorescence X à dispersion d'énergie (EDXRF)	**N° 16.0-2004**

Remplace CAN/CGSB-3.0
N° 16.0-95

Withdrawn/Retirée

1. OBJET

1.1 La présente méthode d'essai s'applique au dosage du soufre total dans le carburant diesel et les distillats moyens similaires comme le kérosène et le carburant aviation dans la plage de pourcentage massique de 0.010 à 0.500% (100 à 5000 mg/kg), par spectrométrie de fluorescence X à dispersion d'énergie.

1.2 La mise à l'essai et l'évaluation d'un produit en regard de la présente méthode peuvent nécessiter l'emploi de matériaux et (ou) d'équipement susceptibles d'être dangereux. Le présent document n'entend pas traiter de tous les aspects liés à la sécurité de son utilisation. Il appartient à l'usager de la méthode de se renseigner auprès des autorités compétentes et d'adopter des pratiques de santé et de sécurité conformes aux règlements applicables avant de l'utiliser. Prière de consulter les fiches techniques santé-sécurité (FTSS) du fabricant en ce qui a trait aux exigences relatives aux produits chimiques spécifiques utilisées dans la présente méthode.

2. PUBLICATIONS DE RÉFÉRENCE

2.1 La présente méthode fait référence aux publications suivantes:

2.1.1 ASTM International

RR D02:1007 Vol. 5.03 1998 — Manual in Determining Precision Data for ASTM Methods on Petroleum Products and Lubricants

RR D02:1418 — Round Robin Data for ASTM D4294, Standard Test Method for Sulfur in Petroleum Products by Energy-Dispersive X-Ray Fluorescence Spectroscopy

D4057 — Standard Practice for Manual Sampling of Petroleum and Petroleum Products

D4177 — Standard Practice for Automatic Sampling of Petroleum and Petroleum Products

D5854 — Standard Practice for Mixing and Handling of Liquid Samples of Petroleum and Petroleum Products

D6299 — Standard Practice for Applying Statistical Quality Assurance Techniques to Evaluate Analytical Measurement System Performance

D6300 — Standard Practice for Determination of Precision and Bias Data for Use in Test Methods for Petroleum Products and Lubricants

E691 — Standard Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method.

2.1.2 Organisation internationale de normalisation (ISO)

ISO 4259 — Produits pétroliers — Détermination et application des valeurs de fidélité relatives aux méthodes d'essai.

2.2 Toute référence datée dans la présente méthode renvoie à l'édition mentionnée. Sauf indication contraire de l'autorité appliquant la présente méthode, toute référence non datée dans cette dernière renvoie à l'édition la plus récente. Les sources de diffusion sont indiquées dans la section intitulée Remarques.

3. SOMMAIRE DE LA MÉTHODE D'ESSAI

3.1 Transvaser l'échantillon de liquide à analyser dans un récipient à échantillon comportant une fenêtre transparente. Placer le récipient sur le trajet d'un rayonnement excitant émis par une source de rayons X, qui peut être un tube à

rayons X ou un radio-isotope. Le rayonnement excitant produit des rayons X caractéristiques des éléments présents dans l'échantillon de carburant. Pour obtenir la concentration de soufre en pourcentage massique, comparer l'intensité du rayonnement X caractéristique du soufre émis par l'échantillon à celle mesurée dans des étalons préparés au préalable.

3.2 La plage d'étalonnage va de 0.010 à 0.500% de soufre en masse. Elle s'applique au carburant diesel et aux distillats moyens similaires, comme le kérosène et le carburant aviation, dont la concentration en soufre ne dépasse pas 0.500% en masse.

4. PORTÉE ET UTILISATION

4.1 Durant la combustion, la présence de soufre dans le carburant entraîne des émissions de SOx et peut occasionner des émissions de particules. Ces deux types d'émissions contribuent à la dégradation de la qualité de l'air. Dans certaines régions administratives, la quantité de soufre présente dans le carburant peut être limitée pour empêcher ou réduire la pollution de l'environnement.

5. PERTURBATIONS

5.1 Les raies caractéristiques des éléments présents dans un échantillon causent des perturbations spectrales si leur écart est inférieur à la résolution du détecteur, qui est limitée. Les raies donnent donc un spectre où les pics se chevauchent. Des perturbations spectrales sont prévues pour les éléments mentionnés au par. 5.4. Suivre les instructions données dans le manuel du fabricant pour compenser les perturbations.

5.2 La variation de la concentration des éléments dans un échantillon introduit des effets de matrice en influant directement sur l'absorption des rayons X et en faisant changer l'intensité mesurée pour chacun des éléments. Les perturbations de ce type, qui sont observées dans tous les dosages par fluorescence X, n'ont aucun rapport avec les perturbations spectrales.

5.3 Les instruments actuels permettent de compenser ces deux types de perturbations par l'utilisation de logiciels intégrés de séparation des pics et de correction par régression multiple pour les divers éléments.

5.4 Les échantillons contenant des additifs tels les métaux lourds, les plomb-alkyles, etc., peuvent perturber le dosage du soufre. Les éléments comme le silicium, le phosphore, le calcium, le potassium et les halogénures causent aussi des perturbations si leur concentration est supérieure à un dixième de la concentration de soufre mesurée.

6. APPAREILLAGE

6.1 **Analyseur de fluorescence X à dispersion d'énergie** — Un spectromètre de fluorescence X à dispersion d'énergie est utilisable s'il comporte au moins l'équipement suivant et si les résultats obtenus lors d'essais sont équivalents pour les échantillons d'intérêt:

a. Une source de rayonnement excitant émettant suffisamment d'énergie au dessus du niveau de 2.5 keV.

b. Un récipient à échantillon amovible, muni d'une fenêtre transparente en plastique et dans lequel la hauteur de l'échantillon atteint au moins 5 mm.

c. Un détecteur de rayons X de grande sensibilité pour la raie K-alpha du soufre, à un niveau d'énergie de 2.3 keV.

d. Une résolution d'énergie permettant de distinguer entre le rayonnement K-alpha du soufre et les rayons X émis par d'autres éléments. Il est possible, entre autres au moyen de filtres, d'empêcher les rayons X étrangers d'atteindre le détecteur, donc d'améliorer sa résolution.

e. Des dispositifs électroniques de conditionnement du signal et de traitement des données, dont le comptage de l'intensité X et sa transformation en pourcentage massique de soufre.

f. Un affichage ou une imprimante permettant de lire directement le résultat du comptage des rayons X ou de la concentration de soufre.

6.1.1 L'écart-type relatif pour la statistisque de comptage à une concentration massique de soufre de 0.050% doit être inférieur à 2%.

6.2 **Balance analytique** — Une balance permettant de peser une masse à 0.1 mg près.

Withdrawn/Retirée

7. RÉACTIFS

7.1 **Pureté des réactifs** — Des produits chimiques de qualité réactif doivent être utilisés pour tous les essais. Sauf indication contraire, tous les réactifs doivent être conformes aux spécifications du Committee on Analytical Reagents de l'American Chemical Society lorsque de telles spécifications existent. Des produits d'une autre qualité peuvent être utilisés à la condition d'être assez purs pour ne pas diminuer la justesse de l'analyse.

7.2 **Sulfure de di-n-butyle (DBS)** — Obtenir l'analyse du lot de DBS et calculer le pourcentage massique réel de soufre total.

7.3 **Huile minérale** — Une huile, comme l'huile blanche, dont la viscosité est semblable à celle d'un carburant diesel, de qualité ACS ou contenant moins de 0.0020% en masse (20 ppm) de soufre.

8. ÉCHANTILLONNAGE

8.1 Le prélèvement des échantillons doit se faire conformément aux instructions données dans D4057, D4177 et D5854 de l'ASTM, suivant le cas.

9. MESURES DE SÉCURITÉ

9.1 En règle générale, les instruments commerciaux dans lesquels des radio-isotopes servent de source de rayonnement excitant sont construits conformément aux normes internationales de sécurité en matière de rayonnement et ne devraient donc poser aucun danger imminent d'irradiation, qu'ils soient en cours d'utilisation ou non.

9.2 Les instruments dans lesquels la ou les sources d'excitation sont un ou des tubes à rayons X doivent être blindés pour empêcher les risques d'irradiation pendant leur fonctionnement (mise sous tension).

9.3 Tous les instruments devraient fonctionner de façon strictement conforme aux instructions du fabricant pour assurer leur sécurité.

10. PRÉPARATION DES RÉCIPIENTS À ÉCHANTILLON

10.1 Les récipients à échantillon doivent être propres et secs avant de pouvoir être utilisés. Chaque fois que c'est possible, il est fortement recommandé de se servir de récipients jetables. Le matériau dont se compose la fenêtre du récipient devrait absorber le moins possible le rayonnement X du soufre; habituellement, la fenêtre est une pellicule de polycarbonate ou de polyester d'une épaisseur de 6 µm. Les échantillons à fortes teneurs en composés aromatiques réagissent avec ces pellicules. Il est donc essentiel de remplacer la fenêtre après chaque mesure et lorsque l'échantillon demeure dans le récipient pendant une période prolongée.[1] Éviter de toucher l'intérieur du récipient à échantillon ou la portion de la fenêtre qui est exposée aux rayons X. L'huile laissée par les empreintes digitales peut perturber la lecture quand de faibles teneurs en soufre sont dosées. La présence de plis dans la pellicule modifie la proportion des rayons X émis par le soufre qui est transmise. Il est impossible de trop insister sur l'importance d'utiliser une pellicule lisse et propre pour que les résultats obtenus soient fiables.

10.2 D'autres matériaux que les polycarbonates peuvent servir de fenêtre laissant passer les rayons X à la condition de ne pas contenir d'impuretés.

11. ÉTALONNAGE

11.1 **Solutions étalons certifiées** — Il est possible de se servir de solutions certifiées par une organisation de normalisation conformément à un protocole équivalent, du point de vue technique, à celui qui est suivi par le National Institute of Science and Technology (NIST) des É.-U. pour la certification des matériaux de référence étalons.

11.1.1 ***Mise à l'essai d'étalons interlaboratoires*** — Matériau dont la composition est similaire à celle de l'échantillon devant être mis à l'essai selon la présente méthode d'essai et dont les valeurs de référence sont établies

---

[1] *La concentration de soufre mesurée peut varier selon le temps de contact entre l'échantillon/étalon et la pellicule qui recouvre le récipient à échantillon. Pour réduire ces variations éventuelles, le temps de contact entre l'échantillon/étalon et la pellicule doit être le plus court possible et constant.*

Withdrawn/Retirée

conformément à un protocole d'essai interlaboratoire répondant aux exigences techniques de l'ASTM E691, RR D02:1007, D6300 ou de l'ISO 4259.

11.1.2 ***Solutions étalons préparées à partir de composés purs*** — Matériau préparé conformément aux procédures décrites au par. 11.2.

11.2 **Préparation des solutions étalons** (à partir de composés purs) — Préparer la matrice de l'échantillon à partir d'une huile minérale légère pure. Les solutions étalons doivent couvrir deux plages:

Plage nº 1: de 0.000 à 0.100% de soufre massique
Plage nº 2: de 0.100 à 0.500% de soufre massique.

Les concentrations cibles des deux plages d'étalonnage sont données au tableau 1.

TABLEAU 1

Concentrations cibles recommandées pour les solutions étalons

Nº de plage	Plage de teneur en soufre (% massique)	Teneur en soufre (% massique)
1	0.000 - 0.100	0.0000 0.0100 0.0300 0.0500 0.0700 0.1000
2	0.100 - 0.500	0.1000 0.2000 0.3000 0.4000 0.5000

Remarque: *Voir les masses proposées au tableau 2 pour la préparation des étalons.*

11.3 **Calculs** — Pour calculer la concentration exacte des étalons préparés, se servir de l'équation suivante:

$D = [(A \times E) + (B \times C)] / (A + B)$

où:

A = masse réelle de DBS ajouté (grammes)
B = masse réelle d'huile minérale utilisée (grammes)
C = teneur en soufre de l'huile minérale (% massique)
D = concentration de soufre de l'étalon préparé (% massique)
E = pourcentage de soufre dans le DBS (% massique)

Pour un bon étalonnage de l'instrument, il faudrait se servir d'étalons conformes aux exigences de la section 11 et des valeurs nominales indiquées au tableau 1.

11.4 **Stockage des étalons** — Stocker les étalons à la noirceur dans une pièce fraîche et dans des bouteilles en verre foncées (ambrées), fermées hermétiquement et munies d'un capuchon revêtu de téflon. Après une période prolongée de stockage, agiter la bouteille de stockage de chacun des étalons avant de s'en servir. L'étalon doit être exempt de bulles d'air avant d'être analysé. Jeter les étalons qui présentent un signe quelconque de sédimentation, de séparation des phases ou de décoloration.

12. PRÉPARATION DE L'INSTRUMENT

12.1 Régler l'instrument conformément aux instructions du fabricant. (Il est recommandé, chaque fois qu'il est possible de le faire, de laisser l'instrument allumé en continu afin de maintenir une stabilité optimale.)

Withdrawn/Retirée

TABLEAU 2

Concentrations cibles de soufre recommandées pour les solutions étalons, tableau de préparation[2, 3, 4, 5]

N° de plage	Teneur en soufre (% massique)	Masse d'huile minérale (grammes)[6]	Masse de DBS (grammes)
1	0.000	50.00	0.0000
	0.010	50.00	0.0229
	0.030	50.00	0.0686
	0.050	50.00	0.1144
	0.070	50.00	0.1603
	0.099	50.00	0.2224
2	0.100	50.00	0.2293
	0.200	50.00	0.4607
	0.300	50.00	0.6942
	0.400	50.00	0.9298
	0.500	50.00	1.1677

13. MODE OPÉRATOIRE

13.1 Préparer le récipient à échantillon (cellule à échantillon) de la façon décrite à la section 10 et le remplir de la solution échantillon jusqu'à une hauteur d'au moins 5 mm. Laisser un espace libre suffisant. Prévoir un évent du côté opposé à la fenêtre pour empêcher qu'elle ne s'arque durant l'analyse d'un échantillon volatil.

13.2 **Étalonnage de l'instrument** — En suivant les instructions du fabricant, étalonner l'instrument sur chacune des deux plages indiquées au tableau 1. L'étalonnage comprend un réglage de l'instrument de façon à enregistrer l'intensité nette des rayons X émis par le soufre, puis l'analyse d'étalons connus. Analyser chaque étalon trois fois en choisissant un temps de comptage compris entre 200 et 300 s. Se servir des valeurs moyennes pour établir une courbe d'étalonnage comportant 6 ou 7 points de données dans chaque plage.

13.3 **Contrôle de la sensibilité** — Immédiatement après l'étalonnage dans une plage de concentration donnée, analyser trois fois l'étalon certifié approprié. Inscrire chacun des résultats et leur moyenne. Se servir de la valeur moyenne obtenue comme référence pour toute analyse ultérieure avec cette courbe d'étalonnage.

13.3.1 La vérification de la stabilité des instruments se fait au moyen d'étalons de contrôle de la qualité. Ces étalons de contrôle de la qualité doivent être préparés selon les mêmes techniques servant à la préparation des solutions d'étalonnage. D'après une pratique établie de l'industrie visant à déterminer la stabilité des processus de mesure, des tableaux de contrôle sont utilisés d'après les résultats découlant des essais des matériaux de contrôle de la qualité comme s'ils constituaient des échantillons de production normaux servant à vérifier la stabilité des instruments.

Withdrawn/Retiré

---

[2] *Les calculs du tableau 2 sont basés sur une valeur de 21.91% (massique) de soufre dans le sulfure de di-n-butyle (DBS) et une valeur <0.000 % (massique) de soufre dans l'huile minérale utilisée.*

[3] *Si l'huile minérale utilisée pour la préparation des étalons renferme du soufre, inclure cette valeur dans l'équation pour calculer la teneur en soufre des étalons préparés.*

[4] *Peser une masse de DBS qui soit le plus près possible de celle recommandée. Il est important que la masse exacte soit connue, de sorte que la concentration exacte de l'étalon préparé puisse être calculée et introduite dans l'instrument aux fins d'étalonnage.*

[5] *Il est possible de se servir d'un étalon certifié solide, mais il faut cependant s'assurer que son orientation demeure constante.*

[6] *Il ne faut pas présumer que la concentration massique de soufre de l'huile minérale est de 0.0000%. Consulter le fabricant pour connaître la concentration exacte ou la mettre à l'essai selon une méthode de dosage de faibles concentrations de soufre.*

Dans le cadre de ce processus, les limites du contrôle sont définies en fonction des données des tableaux de contrôle.[7]

13.4 **Analyse d'échantillons inconnus** — Remplir le récipient à échantillon de la solution échantillon jusqu'à une hauteur d'au moins 5 mm. S'assurer qu'il n'y a aucune bulle d'air entre la fenêtre et le liquide échantillon. Analyser chaque échantillon trois fois (voir le tableau 3 où sont indiqués les temps de comptage recommandés pour le type précis d'instrument utilisé). Faire la moyenne des teneurs en soufre obtenues pour l'échantillon inconnu.

TABLEAU 3

Temps de comptage pour le dosage du soufre

Plage de teneur en soufre (% massique)	Temps de comptage (secondes)
Instruments à source tube	
de 0.000 à 0.100 de 0.100 à 0.500	de 200 à 300 100
Instruments à source isotopique	
de 0.000 à 0.100 de 0.100 à 0.500	300 de 100 à 200

14. RÉSULTATS

14.1 Rapporter les résultats en pourcentage massique à 0.001% près selon la plage de pourcentage massique de soufre de 0.010 à 0.500%.

14.2 Les résultats relatifs à la teneur en soufre peuvent être rapportés en unités de milligrammes par kilogramme, communément appelées parties par million en masse.

14.2.1 Si les unités de milligrammes par kilogramme sont voulues pour la teneur en soufre, rapporter les résultats à 10 mg/kg près selon la plage de 100 à 5000 mg/kg.

14.2.2 Pour convertir les résultats relatifs à la teneur en soufre d'un pourcentage massique en milligrammes par kilogramme, multiplier un résultat de pourcentage massique par 10 000.

15. CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

15.1 Confirmer la performance de la méthode d'essai en analysant un échantillon de contrôle de la qualité (CQ) qui est stable et représentatif de l'échantillon visé. Lorsque les protocoles de contrôle et d'assurance de la qualité sont déjà établis à l'installation d'essai, ils peuvent servir à confirmer la fiabilité des résultats d'essai. Si de tels protocoles ne sont pas établis à l'installation d'essai, l'annexe A peut être utilisée pour effectuer cette fonction.

15.2 **Étalons de contrôle de la qualité** — Plusieurs autres étalons (étalons de contrôle de la qualité), dont la concentration de soufre est différente de ceux du tableau 1, peuvent s'avérer utiles. (Consulter le tableau 4 où sont indiqués les étalons recommandés de contrôle de la qualité.) Les solutions étalons préparées conformément aux indications du par. 11.2, ainsi que tout étalon certifié approprié préparé selon le par. 11.1, peuvent servir d'étalons de contrôle de la qualité. Les échantillons de contrôle peuvent être des solutions étalons ayant des teneurs en soufre voisines de celles constatées habituellement lors d'une utilisation normale de cette méthode d'essai, ou des portions

[7] *Voici les principaux facteurs à prendre en compte lors de la détermination de la fréquence des essais des échantillons de contrôle de la qualité:*

1. *Facteur d'utilisation du système de mesure analytique*
2. *Caractère critique du facteur qualité mesuré*
3. *Stabilité et précision du système établies en fonction des données antérieures*
4. *Mesure analytique, exigences de la méthode du système*
5. *Obligations contractuelles/réglementaires*
6. *Économie d'entreprise*
7. *Conception de l'instrument.*

Withdrawn/Retirée

d'échantillons préparées à partir d'un plus grand lot de matériaux représentatifs de ceux normalement utilisés, tant du point du vue de la composition que de la teneur en soufre. Il est recommandé de se servir d'au moins un échantillon de contrôle du dernier genre. Les échantillons devraient être conservés dans un endroit approprié à un stockage à long terme sans dégradation. L'analyse des résultats obtenus pour ces échantillons peut se faire par la technique des tableaux de contrôle.[7] Il est recommandé de jeter la portion d'échantillon qui a servi à l'essai après les mesures. (Voir les recommandations faites aux tableaux 4 et 5 sur le choix et la préparation des étalons de contrôle de la qualité.)

TABLEAU 4

Étalons de contrôle de la qualité recommandés

N° de plage	Plage de teneur en soufre (% massique)	Teneur en soufre (% massique)
1	0.010 - 0.100	0.0150 0.0450 0.0600 0.0800
2	0.100 - 0.500	0.1500 0.3500

TABLEAU 5

Étalons de contrôle de la qualité proposés, tableau de préparation[2, 3, 4, 5]

N° de plage	Teneur en soufre (% massique)	Masse d'huile minérale (grammes)[6]	Masse de DBS (grammes)
1	0.015 0.045 0.060 0.080	50.00 50.00 50.00 50.00	0.0343 0.1029 0.1373 0.1833
2	0.150 0.350	50.00 50.00	0.3447 0.8117

16. PRÉCISION ET BIAIS

16.1 **Précision** — La précision de cette méthode d'essai, qui est mesurée par analyse statistique des résultats d'essais interlaboratoires sur le carburant diesel, est la suivante:[8]

16.1.1 ***Répétabilité*** — La différence entre les résultats obtenus pour des matériaux d'essai identiques par un même analyste lors d'essais successifs faits dans les mêmes conditions devrait, à long terme et dans une application normale et correcte de la méthode d'essai, dépasser les valeurs suivantes seulement dans un cas sur vingt (tableau 6).

Répétabilité $(r) = 0.011(S^{0.5})$

où:

S = % massique de soufre

16.1.2 ***Reproductibilité*** — La différence entre deux résultats uniques indépendants obtenus pour des matériaux d'essai identiques par des analystes différents lors d'essais faits dans des laboratoires différents devrait, à long terme, dépasser les valeurs suivantes seulement dans un cas sur vingt (voir le tableau 6).

[8] *Lors de la détermination de la précision de la présente méthode, seuls le carburant diesel a été utilisé; par conséquent, l'énoncé de précision ne s'applique pas à des distillats moyens similaires comme le kérosène et le carburant aviation.*

Withdrawn/Retirée

Reproductibilité (R) = $0.031(S^{0.5})$

où:

S = % massique de soufre

16.2 **Biais** — Huit matériaux de référence NIST ont fait l'objet d'une étude interlaboratoire ASTM. Les biais et les valeurs certifiés sont indiqués au tableau 7. Des données justificatives peuvent être obtenues auprès d'ASTM Headquarters. Demander le Research Report RR D02:1418.

TABLEAU 6

Répétabilité et reproductibilité

Teneur en soufre (% massique)	Répétabilité (r) (+/- % massique de soufre)	Reproductibilité (R) (+/- % massique de soufre)
0.010	0.0011	0.0031
0.020	0.0016	0.0044
0.030	0.0019	0.0054
0.040	0.0022	0.0062
0.050	0.0025	0.0069
0.060	0.0027	0.0076
0.070	0.0029	0.0082
0.080	0.0031	0.0088
0.090	0.0032	0.0093
0.100	0.0035	0.0098
0.150	0.0043	0.0120
0.200	0.0049	0.0139
0.300	0.0060	0.0170
0.400	0.0070	0.0196
0.500	0.0078	0.0219

TABLEAU 7

Biais

Norme NIST	Teneur en soufre (% massique)	Biais	Important
SRM 1616a	0.0146	0.0009	Non
SRM 2724a	0.0430	0.0008	Non
SRM 1617a	0.173	0.0003	Non
SRM 1623c	0.381	-0.0119	Oui
SRM 1621e	0.948	-0.0198	Non
SRM 2717	3.02	0.0072	Non

17. REMARQUES

17.1 Publications connexes

17.1.1 Office des normes générales du Canada (ONGC)

CAN/CGSB-3.0 N° 16.1 — Soufre dans l'essence par spectrométrie de fluorescence X à dispersion d'énergie (EDXRF).

17.1.2 ASTM International

D4294 — Standard Test Method for Sulfur in Petroleum Products by Energy-Dispersive X-Ray Fluorescence Spectroscopy.

Withdrawn/Retired

17.2 **Sources de diffusion des publications de référence**

Les adresses suivantes étaient valides à la date de publication.

17.2.1 Les publications mentionnées à l'al. 17.1.1 sont diffusées par l'Office des normes générales du Canada, Centre des ventes, Gatineau Canada K1A 1G6. Téléphone (819) 956-0425 ou 1-800-665-2472. Télécopieur (819) 956-5644. Courriel ncr.cgsb-ongc@tpsgc.gc.ca. Site Web www.ongc-cgsb.gc.ca.

17.2.2 Les publications mentionnées aux al. 2.1.1 et 17.1.2 sont diffusées par ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428-2959, U.S.A., téléphone (610) 832-9585, télécopieur (610) 832-9555, site Web www.astm.org, ou par IHS Canada (al. 17.2.3).

17.2.3 La publication mentionnée à l'al. 2.1.2 est diffusée par IHS Canada, 1, promenade Antares, bureau 200, Ottawa (Ontario) Canada K2E 8C4. Téléphone (613) 237-4250 ou 1-800-854-7179. Télécopieur (613) 237-4251. Courriel gic@ihscanada.ca.

Withdrawn/Retirée

ANNEXE A

(La présente annexe ne constitue pas une partie obligatoire de la norme.)

A1. CONTRÔLE DE LA QUALITÉ

A1.1 Confirmer la performance de l'instrument ou de la méthode d'essai en analysant un échantillon de contrôle de la qualité (CQ) étant, si possible, représentatif des échantillons habituellement analysés.

A1.2 Avant de vérifier le processus de mesure, l'usager de la méthode doit déterminer la valeur moyenne et les limites de contrôle de l'échantillon de CQ.[A1, A2, A3]

A1.3 Consigner les résultats relatifs au CQ et procéder à une analyse, au moyen de tableaux de contrôle ou de techniques équivalentes du point de vue statistique, afin de vérifier le contrôle statistique de l'ensemble du processus d'essai.[A1, A2, A3] Lorsque des données inhabituelles sont décelées, une enquête devrait être entreprise pour en déterminer la cause profonde. Les résultats de cette enquête peuvent, le cas échéant, entraîner le réétalonnage de l'instrument.

A1.4 En l'absence d'exigences explicites dans la méthode d'essai, la fréquence des essais de CQ dépend de l'importance du facteur qualité mesuré, de la stabilité démontrée du processus d'essai et des exigences des clients. Habituellement, un échantillon de CQ devrait être analysé chaque jour d'essai par échantillonnage systématique. La fréquence des CQ devrait être augmentée si une grande quantité d'échantillons sont systématiquement analysés. Toutefois, lorsqu'il est démontré que les essais font l'objet d'un contrôle statistique, la fréquence des essais de CQ peut être réduite. La précision des échantillons de CQ devrait être vérifiée périodiquement par rapport à la précision de la méthode de l'ASTM afin d'assurer la qualité des données.[A2]

A1.5 Il est recommandé, si possible, que le type d'échantillon de CQ qui est régulièrement mis à l'essai soit représentatif des échantillons habituellement analysés. Des matériaux de CQ en quantité amplement suffisante devraient être disponibles pour la période d'utilisation prévue et doivent être homogènes et stables dans les conditions d'entreposage prévues.

Voir les notes en bas de page ci-dessous pour plus de renseignements sur les techniques relatives au CQ et aux tableaux de contrôle.

Withdrawn/Retired

[A1] *ASTM D6299 Applying SQA Techniques to Evaluate Analytical System Performance.*

[A2] *ASTM MNL7A: Manual on Presentation of Data Control Chart Analysis, 7th ed., Section 3: Control Chart for Individuals.*

[A3] *ASTM DXXXX TQA in the Petroleum and Lubricant Testing Laboratories (actuellement en voie d'élaboration).*

Withdrawn/Retirée