Government of Canada
Gouvernement du Canada

Canadian General Standards Board
Office des normes générales du Canada

CAN/CGSB-3.0
No./N° 16.1-98

ICS 71.040.50

WITHDRAWAL

November 2005

Methods of Testing Petroleum and Associated Products

Sulphur in Gasoline by Energy Dispersive X-Ray Fluorescence Spectrometry (EDXRF)

This CGSB method is hereby withdrawn due to limited use and support for its revision.

RETRAIT

Novembre 2005

Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes

Soufre dans l'essence par spectrométrie de fluorescence X à dispersion d'énergie (EDXRF)

Cette méthode de l'ONGC est retirée par le présent avis en raison de son utilisation limitée et du manque de support pour sa révision.

Canada

Experience and excellence
Expérience et excellence
CGSB ONGC

ONGC
CGSB

Office
des normes
générales
du Canada

CAN/CGSB-3.0
Nº 16.1-98

Méthodes d'essai des produits pétroliers et produits connexes

Soufre dans l'essence par spectrométrie de fluorescence X à dispersion d'énergie (EDXRF)

Withdrawn/Retirée

Norme nationale du Canada

Canada

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 la mise à jour 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. Tournant sur la plate-forme Windows, elle est mise à jour trimestriellement. Des renseignements supplémentaires sur les produits et les services de l'ONGC sont disponibles à notre site Web — http://w3.pwgsc.gc.ca/cgsb.

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 d'hygiène 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 l'information sur la normalisation
Office des normes générales du Canada
Ottawa, 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
45, rue O'Connor
Bureau 1200
Ottawa, Ontario
K1P 6N7

Comment commander des publications de l'ONGC:

par téléphone	— (819) 956-0425 *ou* — 1-800-665-CGSB *(Canada seulement)*
par télécopieur	— (819) 956-5644
par la poste	— Centre des ventes de l'ONGC Ottawa, Canada K1A 1G6
en personne	— Place du Portage Phase III, 6B1 11, rue Laurier Hull, Québec
par courrier électronique	— cgsb@piper.pwgsc.gc.ca
sur le Web	— http://w3.pwgsc.gc.ca/cgsb

Withdrawn/Retiré

NORME NATIONALE DU CANADA

CAN/CGSB-3.0
Nº 16.1-98

MÉTHODES D'ESSAI DES PRODUITS PÉTROLIERS ET PRODUITS CONNEXES

SOUFRE DANS L'ESSENCE 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, septembre 1998, par
l'Office des normes générales du Canada
Ottawa, Canada K1A 1G6

©Ministre de Travaux publics et Services gouvernementaux Canada — 1998

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
Boulanger, P.		Ultramar Canada Ltée
Bussey, D.		SGS Canada Inc.
Cheung, P.		Shell Canada Ltée
Coble, N.D.		UOP
Giarrocco, V.		Hewlett-Packard Co.
Harris, A.G.		Revenu Canada
Hemming, C.		Défense nationale
Lalonde, P.J.		Santé Canada
Landry, A.		Inchcape Testing Services — Caleb Brett
Lau, A.		Compagnie pétrolière Impériale Ltée
Loescher, B.		Zenon Environmental Laboratories
MacMillan, E.D.		Sunoco Inc.
Pickard, A.L.		Petro-Canada
Rebus, B.		Alberta Research Council
Samiullah, M.		Sentinel Canada
Squires, B.		Manaste Inspection Quality Quantity Canada Inc.
Strigner, P.L.		Expert-conseil
Tharby, R.D.		Tharby and Associates, Consultants
Turle, R.		Environnement Canada
Yazdani, R.		Ressources naturelles Canada
Miller, P.	*Secrétaire*	Office des normes générales du Canada

Withdrawn/Retirée

Nous remercions l'Alberta Research Council de l'élaboration de la présente méthode d'essai.

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 Ottawa Canada K1A 1G6	MÉTHODES D'ESSAI DES PRODUITS PÉTROLIERS ET PRODUITS CONNEXES	CAN/CGSB-3.0
	Soufre dans l'essence par spectrométrie de fluorescence X à dispersion d'énergie (EDXRF)	**N° 16.1-98**

1. OBJET

1.1 La présente méthode d'essai s'applique au dosage du soufre total dans l'essence dans la plage de pourcentage massique allant de 0.0050 à 0.1000%, 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 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 d'hygiène et de sécurité conformes aux règlements en vigueur 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 utilisés dans la présente méthode.

2. PUBLICATIONS DE RÉFÉRENCE

2.1 La présente méthode fait référence aux publications suivantes:

2.1.1 Office des normes générales du Canada (ONGC)

CAN/CGSB-3.5 — Essence automobile sans plomb.

2.1.2 American Society for Testing and Materials (ASTM)

D 02-1007 — Manual in Determining Precision Data for ASTM Methods on Petroleum Products and Lubricants

D 1266 (Annexe A1) — Sulfur in Petroleum Products (Lamp Method)

D 5453 — Determination of Total Sulfur in Light Hydrocarbons, Motor Fuels and Oils by Ultraviolet Fluorescence

D 5623 — Sulfur Compounds in Light Petroleum Liquids by Gas Chromatography and Sulfur Selective Detection

E 691 — Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

MNL 7 — Manual on Presentation of Data and Control Chart Analysis.

2.1.3 Organisation internationale de normalisation (ISO)

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

2.2 Tout renvoi à un règlement s'entend de l'édition la plus récente. Toute référence datée renvoie à l'édition mentionnée. Sauf indication contraire de l'autorité appliquant la présente méthode, toute référence non datée 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 d'excitation émis par une source de rayons X, qui peut être un tube à rayons X ou un radio-isotope. Le rayonnement d'excitation produit des rayons X caractéristiques des éléments présents dans l'échantillon d'essence. Pour obtenir la concentration de soufre en pourcentage massique, comparer l'intensité des rayons X caractéristiques du soufre émis par l'échantillon à celle mesurée dans des étalons préparés au préalable.

3.2 La plage d'étalonnage va de 0.0001 à 0.1000% en masse de soufre. Elle s'applique à l'essence dont la concentration de soufre ne dépasse pas normalement 0.1000%.

Withdrawn/Retirée

4. SIGNIFICATION ET UTILISATION

4.1 Durant la combustion, le soufre présent dans l'essence produit des émissions de SOx et peut ainsi contribuer aux émissions de particules. Ces deux types d'émissions nuisent à la qualité de l'air. Dans certaines régions administratives, la quantité de soufre présente dans l'essence peut être restreinte pour empêcher ou limiter la pollution de l'environnement.

5. PERTURBATIONS

5.1 Les raies caractéristiques des éléments présents dans un échantillon sont à l'origine des perturbations spectrales si leur écart est inférieur à la résolution du détecteur, qui est limitée. Il en résulte un spectre où les pics se chevauchent.

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 se rencontrent 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 les caractéristiques suivantes et si les résultats obtenus lors d'essais sont équivalents pour les échantillons d'intérêt:

a. Une source de rayonnement d'excitation suffisamment énergétique au-dessus du niveau de 2.5 keV.

b. Un récipient à échantillon amovible, muni d'une fenêtre remplaçable en plastique transparent, pouvant contenir un échantillon d'au moins 5 mm d'épaisseur.

c. Un détecteur de rayons X de grande sensibilité pour la raie K-alpha du soufre, à un niveau énergétique de 2.3 keV. Le détecteur doit posséder une capacité de détection acceptable à une concentration de 50 ppm.[1]

d. Une résolution en 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.

e. Un système permettant de conditionner le signal, de traiter les données, de compter l'intensité X et de la transformer en pourcentage de soufre.

f. Un système d'affichage ou une imprimante permettant de lire directement la concentration de soufre.

6.1.1 L'analyseur doit être assez sensible pour mesurer, dans des conditions optimisées, une concentration de soufre de 0.05% en masse avec une erreur relative due à la statistique de comptage ne dépassant pas 2 (deux) pour cent.

6.2 **Balance analytique** — Une balance permettant de déterminer le poids à 0.1 mg près.

7. RÉACTIFS

7.1 **Pureté des réactifs** — Des produits chimiques de qualité réactif doivent être utilisés pour tous les essais. À moins d'indications contraires, 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.

---

[1] *La capacité de détection du détecteur à une concentration de 50 ppm est acceptable si 10 analyses consécutives d'un étalon de 50 ppm donnent un écart-type d'au plus 5 ppm.*

Withdrawn/Retirée

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

7.3 **Toluène** — De qualité ACS ou équivalente, contenant au plus 0.0001% (1 ppm) en masse de soufre.

7.4 **Iso-Octane** — De qualité ACS ou équivalente, contenant au plus 0.0001% (1 ppm) en masse de soufre.

8. ÉCHANTILLONNAGE

8.1 Les échantillons doivent être prélevés conformément aux instructions de CAN/CGSB-3.5.

9. MESURES DE SÉCURITÉ

9.1 En règle générale, les instruments commerciaux dans lesquels des radio-isotopes servent de source de rayonnement d'excitation 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 ou non en cours d'utilisation.

9.2 Les instruments dans lesquels la (les) source(s) de rayonnement d'excitation est (sont) un (des) tube(s) à rayons X doivent être blindés pour empêcher les risques d'irradiation en cours d'utilisation.

9.3 Tous les instruments doivent être utilisés de façon strictement conforme aux instructions du fabricant.

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 doit 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 forte teneur 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.[2] 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 modifier la lecture quand de faibles teneurs en soufre sont dosées. La présence de plis dans la pellicule modifie la proportion des rayons X transmis à travers celle-ci. On ne saurait trop insister sur l'importance d'utiliser une pellicule lisse et propre dans l'obtention de résultats fiables.

10.2 D'autres matériaux que les polycarbonates peuvent servir de fenêtre laissant passer les rayons X à la condition que ces derniers soient exempts d'impuretés élémentaires perturbantes.

11. ÉTALONNAGE

11.1 **Étalons certifiés** — Des étalons qui ont été certifiés par un organisme de normalisation conformément à un protocole techniquement équivalent au protocole employé par le National Institute of Science and Technology (NIST) des États-Unis pour certifier des matériaux de référence étalons peuvent être utilisés.

11.1.1 ***Étalons évalués lors d'essais interlaboratoires*** — Matières possédant une composition semblable à celle de l'échantillon à analyser par cette méthode d'essai et présentant des valeurs de référence établies suivant un protocole d'essais interlaboratoires conforme aux exigences techniques des méthodes E 691 ou D 02-1007 de l'ASTM ou de la méthode ISO 4259.[3]

Withdrawn/Retired

---

[2] *La concentration de soufre mesurée peut varier avec la durée de contact de l'échantillon/étalon avec la pellicule qui recouvre le récipient à échantillon. Pour réduire ces variations éventuelles, la durée de contact de l'échantillon/étalon avec la pellicule doit être constante et la plus courte possible.*

[3] *On peut se procurer les matières auprès de l'Alberta Research Council, Fuels and Lubricants Group, P.O. Box 8330, Postal Station F, Edmonton, Alberta T6H 5X2.*

11.1.2 ***Étalons préparés à partir de composés purs*** — Matière préparée conformément aux modes opératoires décrits au par. 11.2.

11.2 **Préparation des étalons à partir de composés purs** — Si les étalons sont préparés à partir de composés purs, la matrice de l'échantillon doit être préparée à partir d'un mélange constitué à 25% de toluène et à 75% d'iso-octane. Ces produits doivent présenter une teneur en soufre combiné inférieure à 0.0005% en masse.[3] Les étalons sont classés dans deux plages:

Plage nº 1: de 0.0001 à 0.0200% en masse de soufre

Plage nº 2: de 0.0200 à 0.1000% en masse de soufre.

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

TABLEAU 1

Concentrations cibles à utiliser pour les courbes d'étalonnage

Nº de plage	Plage de la teneur en soufre (% en masse)	Teneur en soufre (% en masse)
1	0.0001 — 0.0200	0.0001 0.0010 0.0050 0.0100 0.0200
2	0.0200 — 0.1000	0.0200 0.0350 0.0500 0.0750 0.1000

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

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

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

où:

A = masse réelle de DBS (en grammes)

B = masse réelle du mélange toluène/iso-octane (en grammes)

C = teneur en soufre du mélange toluène/iso-octane (% en masse)

D = concentration de soufre de l'étalon préparé (% en masse)

E = pourcentage de soufre (% en masse de soufre) du DBS

Pour bien étalonner l'instrument, utiliser des étalons conformes aux exigences de la section 11 et les valeurs nominales données au tableau 1.

11.4 **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 3, où sont indiqués les étalons recommandés de contrôle de la qualité.) Les étalons préparés conformément aux indications du par. 11.2, ainsi que tout étalon certifié approprié préparé conformément au par. 11.1, peuvent servir d'étalons de

Withdrawn/Retirée

contrôle de la qualité. Les échantillons de contrôle peuvent être des étalons présentant une teneur en soufre voisine de celle mesurée habituellement lors d'une utilisation normale de cette méthode d'essai, ou des portions d'échantillons préparées à partir d'un lot plus gros d'une matière représentative de celle normalement observée tant du point de vue de la composition que de la teneur en soufre. Il est recommandé de se servir d'au moins un échantillon témoin du dernier genre. Les échantillons doivent 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 diagrammes de contrôle.[4]

TABLEAU 2

Concentrations cibles de soufre recommandées pour les étalons, tableau de préparation[5 et 6]

N° de plage	Teneur en soufre (% en masse)	Masse de toluène/iso-octane (grammes)	Masse de DBS (grammes)
1	0.0001	50.0000	0.0000
	0.0010	50.0000	0.0021
	0.0050	50.0000	0.0112
	0.0100	50.0000	0.0226
	0.0200	50.0000	0.0454
2	0.0200	50.0000	0.0454
	0.0350	50.0000	0.0797
	0.0500	50.0000	0.1141
	0.0750	50.0000	0.1714
	0.1000	50.0000	0.2289

TABLEAU 3

Étalons de contrôle de la qualité recommandés

N° de plage	Plage de teneur en soufre (% en masse)	Teneur en soufre (% en masse)
1	0.0001 — 0.0200	0.0025
		0.0075
		0.0125
		0.0175
2	0.0200 — 0.1000	0.0250
		0.0450
		0.0675
		0.0800

[4] Manuel de référence 7 de l'ASTM, Manual on Presentation of Data and Control Chart Analysis, section 3, «Control Charts for Individuals».

[5] Peser une masse de DBS qui soit le plus près possible de la masse 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 pour fins d'étalonnage.*

[6] Il ne faut pas présumer que la concentration massique de soufre du mélange toluène/iso-octane est 0.0000%. Consulter votre fournisseur pour connaître la concentration exacte de soufre ou mettre le mélange toluène/iso-octane à l'essai selon la méthode D 5453, D 5623 ou D 1266 de l'ASTM (annexe A1). Si le mélange toluène/iso-octane utilisé pour la préparation des étalons renferme du soufre, ajouter cette valeur à la teneur en soufre des étalons préparés, calculée au moyen de l'équation fournie au par. 11.3.

Withdrawn/Retirée

11.4.1 Comme il est recommandé de jeter la portion d'étalon qui a servi à l'essai après les mesures, il est donc recommandé, pour un usage quotidien, de se servir des étalons préparés les moins coûteux ou d'étalons de contrôle de la qualité préparés. (Voir les recommandations faites aux tableaux 3 et 4 sur le choix et la préparation des étalons de contrôle de la qualité.)

TABLEAU 4

Étalons de contrôle de la qualité proposés, tableau de préparation[5 et 6]

N° de plage	Teneur en soufre (% en masse)	Masse de toluène/ iso-octane (grammes)	Masse de DBS (grammes)
1	0.0025	50.0000	0.0055
	0.0075	50.0000	0.0169
	0.0125	50.0000	0.0283
	0.0175	50.0000	0.0397
2	0.0250	50.0000	0.0569
	0.0450	50.0000	0.1026
	0.0675	50.0000	0.1542
	0.0800	50.0000	0.1829

11.5 **Stockage des étalons** — Stocker les étalons au frais et à l'obscurité dans des bouteilles en verre foncées (brunes) fermées hermétiquement et munies d'un capuchon revêtu en téflon. Après une période prolongée de stockage, agiter chaque étalon dans sa bouteille avant de l'utiliser. L'étalon à analyser doit être exempt de bulles d'air. Jeter les étalons qui présentent des traces de sédimentation, de séparation de 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 afin de maintenir une stabilité optimale.)

13. MODE OPÉRATOIRE

13.1 Préparer le récipient à échantillon (cellule à échantillon) de la façon décrite à la section 10 et le remplir d'échantillon jusqu'à ce qu'il en contienne une épaisseur 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 des échantillons.

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 tracer une courbe d'étalonnage comportant 5 ou 6 points dans chaque plage.

13.3 **Contrôle de la sensibilité** — Immédiatement après l'étalonnage dans une plage de concentrations donnée, analyser trois fois l'étalon certifié approprié. Consigner 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 stabilité de l'instrument se vérifie au moyen d'étalons de contrôle de la qualité. Ces étalons de contrôle de la qualité doivent être préparés par les mêmes techniques que celles utilisées pour préparer les étalons servant à l'étalonnage. Une pratique industrielle acceptée pour déterminer la stabilité du processus de mesure et de l'instrument est l'utilisation de diagrammes de contrôle avec les résultats obtenus lors d'essais sur des matières de

Withdrawn/Retirée

contrôle de la qualité, comme s'il s'agissait d'échantillons de production normaux. Dans ce processus, les limites de contrôle sont produites à partir de données tirées du diagramme de contrôle.[7]

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

TABLEAU 5

Temps de comptage pour le dosage du soufre

Plage de teneurs en soufre (% en masse)	Temps de comptage (secondes)
0.0001 — 0.1000	200 — 300

14. RÉSULTATS

14.1 Exprimer les résultats en pourcentage massique à 0.0001% près.

15. PRÉCISION ET BIAIS

15.1 **Précision** — La précision de cette méthode d'essai, qui est mesurée par analyse statistique des résultats d'essais interlaboratoires, est la suivante:

15.1.1 ***Répétabilité*** — La différence entre les résultats obtenus pour des matières 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.

Répétabilité $(r) = 0.0046(S + 0.0009)^{0.25}$

où:

S = % en masse de soufre

15.1.2 ***Reproductibilité*** — La différence entre deux résultats uniques indépendants obtenus pour des matières 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.

Reproductibilité $(R) = 0.0138(S + 0.0009)^{0.25}$

où:

S = % en masse de soufre

15.2 **Biais** — Aucun énoncé relatif au biais n'est donné, car il n'existe aucune matière de référence acceptée qui convienne à la détermination du biais de cette méthode d'essai.

Withdrawn/Retirée

---

[7] *Voici les principaux facteurs à considérer 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. *Importance de la qualité mesurée*
3. *Stabilité du système et rendement de précision établis basés sur des données historiques*
4. *Exigences relatives à la méthode utilisée par le système de mesure analytique*
5. *Obligations contractuelles/réglementaires*
6. *Économie d'entreprise*
7. *Conception de l'instrument.*

16. REMARQUES

16.1 Publication connexe

16.1.1 Office des normes générales du Canada (ONGC)

CAN/CGSB-3.0 Nº 16.0 —Soufre dans le carburant diesel par spectrométrie de fluorescence X à dispersion d'énergie (EDXRF).

16.2 Sources de diffusion des publications de référence

16.2.1 Les publications mentionnées aux al. 2.1.1 et 16.1.1 sont diffusées par l'Office des normes générales du Canada, Centre des ventes, Ottawa, Canada K1A 1G6. Téléphone (819) 956-0425 ou 1-800-665-CGSB (au Canada seulement). Télécopieur (819) 956-5644.

16.2.2 Les publications mentionnées à l'al. 2.1.2 sont diffusées par l'American Society for Testing and Materials, 100 Barr Harbor Drive, West Conshohocken, PA 19428-2959, U.S.A., ou par le Centre canadien d'information globale (al. 16.2.3).

16.2.3 La publication mentionnée à l'al. 2.1.3 est diffusée par le Centre canadien d'information globale, 240, rue Catherine, bureau 305, Ottawa, Ontario K2P 2G8. Téléphone (613) 237-4250 ou 1-800-854-7179. Télécopieur (613) 237-4251.

Withdrawn/Retired