

DIN EN ISO 13032



ICS 75.160.20

Einsprüche bis 2023-07-12
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 13032:2012-06

Entwurf

**Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung niedriger Schwefelgehalte in Kraftstoffen –
Energiedispersives Röntgenfluoreszenzspektrometrierverfahren
(ISO/DIS 13032:2023);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 13032:2023**

Petroleum and related products –
Determination of low concentration of sulfur in automotive fuels –
Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometric method (ISO/DIS 13032:2023);
German and English version prEN ISO 13032:2023

Produits pétroliers –
Détermination de la teneur en soufre en faible concentration dans les carburants pour automobiles –
Méthode spectrométrique de fluorescence de rayons X dispersive en énergie
(ISO/DIS 13032:2023);
Version allemande et anglaise prEN ISO 13032:2023

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2023-05-12 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an stellungnahme@fam-hamburg.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, Große Elbstr. 131, 22767 Hamburg.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 43 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13032:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte, Kraft-, Brenn- und Schmierstoffe mit natürlichem oder synthetischem Ursprung“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN (Niederlande) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-12 AA „Röntgenfluoreszenz-Analyse“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3170	siehe	DIN EN ISO 3170
ISO 3171	siehe	DIN EN ISO 3171
ISO 4259-1	siehe	DIN EN ISO 4259-1
ISO 17034	siehe	DIN EN ISO 17034
ISO 20847	siehe	DIN EN ISO 20847

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 13032:2012-06 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Ausweitung des Anwendungsbereichs auf mit Wasserstoff behandelte Pflanzenöle (HVO), synthetische Kraftstoffe Gas-To-Liquid (GTL) und reine Fettsäuremethylester (FAME);
- b) Aktualisierung der Präzisionsangaben;
- c) redaktionelle Überarbeitung.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme*

DIN EN ISO 3171, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Automatische Probenahme aus Rohrleitungen*

DIN EN ISO 4259-1, *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 1: Bestimmung der Präzisionsdaten von Prüfverfahren*

DIN EN ISO 17034, *Allgemeine Anforderungen an die Kompetenz von Referenzmaterialherstellern*

DIN EN ISO 20847, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung des Schwefelgehaltes von Kraftstoffen für Kraftfahrzeuge — Energiedispersive Röntgenfluoreszenz-Spektrometrie*

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO 13032:2023-06

– Leerseite –

**Mineralölerzeugnisse – Bestimmung niedriger Schwefelgehalte in Kraftstoffen –
Energiedispersives Röntgenfluoreszenzspektrometrierverfahren
(ISO/DIS 13032:2023)**

Petroleum and related products – Determination of low concentration of sulfur in automotive fuels –
Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometric method (ISO/DIS 13032:2023)

Produits pétroliers – Détermination de la teneur en soufre en faible concentration dans les carburants pour automobiles – Méthode spectrométrique de fluorescence de rayons X dispersive en énergie (ISO/DIS 13032:2023)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
Einleitung	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	7
5 Chemikalien	7
5.1 Lösemittel zur Verdünnung	7
5.2 Schwefelverbindungen	7
5.3 Referenzmaterialien (CRMs)	8
5.4 Proben zur Qualitätsüberprüfung	8
6 Prüfeinrichtung	8
7 Probenahme	9
8 Vorbereitung der Messapparatur	9
8.1 Messgerät	9
8.2 Probenbecher	10
9 Kalibrierung	10
9.1 Allgemeines	10
9.2 Herstellung der Stammlösungen	10
9.3 Kalibrierlösungen	11
9.4 Durchführung der Kalibrierung	12
10 Durchführung	13
11 Berechnung	14
12 Angabe der Ergebnisse	14
13 Präzision	14
13.1 Allgemeines	14
13.2 Wiederholbarkeit, r	14
13.3 Vergleichbarkeit, R	14
14 Prüfbericht	15
Anhang A (informativ) Matrixeffekte	16
A.1 Allgemeines	16
A.2 Wahl des Lösemittels zur Verdünnung	16
A.3 Gerätebasierte Matrixanpassung	17
Anhang B (normativ) Leitfaden für die Bestimmung niedriger Schwefelgehalte	18
B.1 Probenvorbereitung	18
B.2 Messung der Proben	18
B.3 Überprüfung der Kalibrierung	18
Literaturhinweise	20

Tabellen

Tabelle 1 — Zusammensetzung der Stammlösungen in Abhängigkeit von den nominalen Schwefelgehalten	11
Tabelle 2 — Nominale Zusammensetzung der Kalibrierlösungen	12

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 13032:2023) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Mineralölerzeugnisse und verwandte Produkte, Kraft-, Brenn- und Schmierstoffe mit natürlichem oder synthetischem Ursprung“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN ISO 13032:2012 ersetzen.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungs-institut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 13032:2023 wurde von CEN als prEN ISO 13032:2023 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Directives, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Directives, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Dieses Dokument wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28, *Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources*, in Zusammenarbeit mit CEN/TC 19, *Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung* erarbeitet.

Diese zweite Ausgabe ersetzt die erste Ausgabe (ISO 13032:2012), die technisch überarbeitet wurde.

Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- Erweiterung des Anwendungsbereichs, um hydriertes Pflanzenöl (HVO, en: hydrotreated vegetable oil), synthetischen Kraftstoff aus Gas-to-Liquid-Prozessen (GTL, en: Gas To Liquid) und reines Fettsäure-Methylester (FAME, en: fatty acid methyl ester) aufzunehmen;
- Aktualisierung der Einzelheiten bezüglich Präzision.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Auflistung dieser Institute ist unter www.iso.org/members.html zu finden.

Einleitung

Dieses Dokument umfasst im Vergleich mit dem in ISO 20847 abgedeckten Anwendungsbereich insbesondere den unteren Gehaltsbereich. Durch eine Auswahl von Geräteanforderungen wird ein besseres Signal-/Rauschverhältnis für die Schwefel-K-L_{2,3}-Emission sichergestellt. Kenntnis über die allgemeine Zusammensetzung der zu untersuchenden Probe kann zum Erhalt der bestmöglichen Prüfergebnisse beitragen. Im Vergleich zur Vorgängerausgabe wurden neue Kraftstoffe in den Anwendungsbereich aufgenommen. Darüber hinaus wurden die Aussagen zu Präzision und Fehlmessungen sowie der Konzentrationsbereich auf der Grundlage von Ergebnissen eines neuen Ringversuchs aktualisiert. Davon betroffen waren Ottokraftstoff und Dieseldkraftstoffe sowie FAME-Proben.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein energiedispersives Röntgenfluoreszenzverfahren (edRFA) zur Bestimmung des Schwefelgehaltes im Bereich von 6,9 mg/kg bis 56,7 mg/kg in Ottokraftstoffen mit einem Sauerstoffgehalt von bis zu 3,7 % (Massenanteil) (einschließlich von bis zu 10 % [Volumenanteil] Ethanol) sowie in Dieselloststoffen (einschließlich jener mit einem Gehalt an Fettsäure-Methylester [FAME] von bis zu 30 % [Volumenanteil]), in synthetischen Kraftstoffen, wie z. B. hydriertes Pflanzenöl (HVO), Kraftstoffe aus Gas-to-Liquid-Prozessen (GTL) und reines FAME mit einem Schwefelgehalt im Bereich von 5,0 mg/kg bis 60,2 mg/kg, fest.

Bei der Analyse von FAME werden die entsprechenden Verfahren befolgt (5.2.6, 9.1 und 9.4.5).

Der Schwefelgehalt in anderen Produkten kann mit diesem Prüfverfahren ebenfalls untersucht werden; jedoch sind für andere als die in diesem Dokument genannten Kraftstoffe und Bereiche für den Schwefelgehalt keine Präzisionsangaben ermittelt worden.

Wegen spektraler Überlagerungen ist das in diesem Dokument festgelegte Prüfverfahren nicht auf verbleite Ottokraftstoffe oder Ottokraftstoffe mit Bleigehalten von mehr als 8 mg/kg einsetzbar. Das Prüfverfahren ist ebenfalls nicht auf Produkte oder Rohmaterialien anwendbar, die für die Elemente Blei, Silizium, Phosphor, Calcium, Kalium oder Halogenverbindungen Gehalte von mehr als 1/10 des gemessenen Schwefelgehaltes oder mehr als 10 mg/kg aufweisen, wobei der größere Wert gilt.

ANMERKUNG 1 Die IUPAC-Röntgenfluoreszenzlinien-Notation (S-K-L_{2,3}) wird in diesem Dokument verwendet; die korrespondierende Siegbahn-Röntgenfluoreszenzlinien-Notation (S K α o ρ Σ K $\alpha_{1,2}$) wird nicht weiter verwendet.

ANMERKUNG 2 Dieses Dokument basiert auf dem IP-Prüfverfahren PM DU[3], welches vom Energy Institute, London, Vereinigtes Königreich, entwickelt worden ist.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann den Einsatz gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument gibt nicht vor, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Die Anwender dieses Dokuments sind dafür verantwortlich, vor dessen Anwendung angemessene Maßnahmen zur Sicherstellung der Sicherheit und Gesundheit des Personals zu ergreifen und andere anwendbare Anforderungen für diesen Zweck zu erfüllen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 3170, *Petroleum liquids — Manual sampling*

ISO 3171, *Petroleum liquids — Automatic pipeline sampling*

ISO 17034, *General requirements for the competence of reference material producers*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>

— IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

Der zu analysierende Probenteil wird in einem Probenbecher, welcher mit einem für Röntgenstrahlung durchlässigen Probenfensterfilm ausgestattet ist, der Primärstrahlung einer Röntgenröhre ausgesetzt. Die Intensität der für Schwefel charakteristischen S-K-L_{2,3}-Röntgenfluoreszenz wird gemessen und kumulierte Anzahl der Impulse innerhalb einer gegebenen Zeit oder eine Zählrate wird mit einer Kalibrierkurve verglichen, die anhand der Referenzproben für den Schwefelgehalt erstellt wurde, die den untersuchten Bereich des Schwefelgehalts abdecken.

ANMERKUNG Die Anregungsstrahlung kann entweder direkt oder indirekt über eine polarisierende oder eine sekundäre Quelle erfolgen.

5 Chemikalien

5.1 Lösemittel zur Verdünnung

Als Referenz wird Weißöl (Paraffinum perliquidum) mit hoher Reinheit und einem Schwefelgehalt von höchstens 0,5 mg/kg verwendet. Sind jedoch nur Proben eines Matrixtyps (z. B. Ottokraftstoff) zu untersuchen, kann die Genauigkeit verbessert werden, wenn ein matrixangepasstes Lösemittel verwendet wird. Dieses sollte der zu untersuchenden Probe bezüglich Aromaten- und Sauerstoffgehalt ähnlich sein und aus hochreinen Komponenten mit weniger als 0,5 mg/kg Schwefelgehalt bestehen.

Für die Untersuchung von FAME muss der Sauerstoffgehalt an die Probenmatrix angepasst werden. Die Verwendung eines Gemisches aus Weißöl mit Methyloleat (siehe 5.2.6) oder mit organischen Säuren (siehe 5.2.7) als Lösemittel zur Verdünnung wird empfohlen.

ANMERKUNG 1 Geeignete Komponenten für ein matrixangepasstes Lösemittel zur Verdünnung sind u. a. n-Heptan, 2,2,4-Trimethylpentan, Toluol, Xylole, Ethanol, Methyl-tert.-Butylether (MTBE), Ethyl-tert.-Butylether (ETBE) oder Methyl-tert.-Amylether (TAME).

ANMERKUNG 2 Für die Untersuchung von Dieselmotoren, die FAME enthalten, kann die Genauigkeit der Ergebnisse verbessert werden, wenn eine angepasste Matrix aus einem Gemisch aus Weißöl mit Methyloleat (siehe 5.2.6) oder mit organischen Säuren verwendet wird, um den Sauerstoffgehalt und die Probenmatrix anzupassen.

5.2 Schwefelverbindungen

5.2.1 Allgemeines

Für die Herstellung von Stammlösungen zur Kalibrierung müssen Schwefelverbindungen mit bekanntem Schwefelgehalt eingesetzt werden. Die in 5.2.2 bis 5.2.5 zusammen mit ihrem nominalen Schwefelgehalt genannten Verbindungen sind geeignet. Wenn jedoch die Reinheit dieser Verbindungen geringer ist als 99 % (Massenanteil), müssen entweder die Gehalte und Arten aller Verunreinigungen bekannt sein oder stattdessen zertifizierte Referenzmaterialien (CRM, en: Certified Reference Material) (5.3) eingesetzt werden.

5.2.2 **Dibenzothiophen (DBT)**, nominaler Schwefelgehalt 17,399 % (Massenanteil); oder

5.2.3 **Dibutylsulfid (DBS)**, nominaler Schwefelgehalt 21,915 % (Massenanteil); oder

5.2.4 **Thionaphthen (Benzothiophen) (TNA)**, nominaler Schwefelgehalt 23,890 % (Massenanteil); oder

5.2.5 **Dibutyldisulfid (DBDS)**, nominaler Schwefelgehalt 35,950 % (Massenanteil).

5.2.6 **Methyloleat**, zur Verwendung als Blindlösung mit einem Schwefelgehalt kleiner als 1 mg/kg bei der Analyse von FAME. Die Blindlösung wird vor Gebrauch mit dem Spektrometer (6.1) überprüft. Dabei darf kein Schwefelsignal detektierbar sein (d. h. die Intensität muss niedriger als die Intensität für einen Schwefelgehalt von 1 mg/kg sein). Andere sauerstoffhaltige und schwefelfreie Blindlösungen, wie z. B. Oktanol, dürfen

ebenfalls eingesetzt werden. Methyloleat darf auch in Kombination mit Weißöl als matrixangepasste Basis für Dieselmotortreibstoffe, die FAME enthalten, verwendet werden.

5.2.7 Organische Säure, zur Verwendung als Blindlösung mit einem Schwefelgehalt kleiner als 1 mg/kg bei der Analyse von FAME. Die Blindlösung wird vor Gebrauch mit dem Spektrometer (6.1) überprüft. Dabei darf kein Schwefelsignal detektierbar sein (d. h. die Intensität muss niedriger als die Intensität für einen Schwefelgehalt von 1 mg/kg sein). Andere sauerstoffhaltige und schwefelfreie Blindlösungen, wie z. B. Oktanol, dürfen ebenfalls eingesetzt werden. Organische Säure kann auch in Kombination mit Weißöl als matrixangepasste Basis für Dieselmotortreibstoffe, die FAME enthalten, verwendet werden.

5.3 Referenzmaterialien (CRMs)

Zertifizierte Referenzmaterialien von Lieferanten nach ISO 17034 mit einer Reihe von Schwefelgehalten sind geeignete Alternativen zu den Kalibrierstandardlösungen auf der Basis von Verbindungen, die in 5.2.2 bis 5.2.5 für die Verwendung als Kalibrierlösungen aufgeführt sind.

5.4 Proben zur Qualitätsüberprüfung

Über längere Zeit haltbare Proben, repräsentativ bezüglich der zu untersuchenden Produkte und mit einem mit diesem Prüfverfahren festgestellten Schwefelgehalt, oder kommerziell erhältliche Proben mit zertifiziertem Messwert. Vor Gebrauch wird sichergestellt, dass das Haltbarkeitsdatum des Materials eingehalten ist.

6 Prüfeinrichtung

6.1 Energiedispersives Röntgenfluoreszenz-Messgerät

6.1.1 Geräteanforderung

Für eine Referenzprobe mit 10 mg/kg Schwefelgehalt (siehe 8.3) muss das Messgerät die Geräteanforderungen nach Gleichung (1) und Gleichung (2) erfüllen:

$$(R_s - R_b) / \sqrt{R_b} \geq 1,3 \quad (1)$$

und

$$C_V(R_s) < 5 \% \quad (2)$$

Dabei ist

R_s die Gesamtzählrate (Impulse je Sekunde) im interessierenden Schwefel-Signalbereich für einen Schwefelgehalt von 10 mg/kg in einer Schwefel-Referenzprobe;

R_b die Gesamtzählrate (Impulse je Sekunde) für den gleichen interessierenden Signalbereich in einer Nullprobe (Lösungsmittel zur Verdünnung [5.1, 5.2.6, 5.2.7 oder ein Gemisch aus einer der beiden letztgenannten Verbindungen nach 5.1]);

C_V der Koeffizient der Varianz (relative Standardabweichung¹), berechnet aus 10 Einzelmessungen für die Kalibrierlösung.

Die 10 mg/kg-Schwefel-Referenzprobe muss ein CRM (5.3) sein oder aus einer der in 5.2.2 bis 5.2.7 angegebenen Verbindungen nach den in Abschnitt 9 beschriebenen Verfahren hergestellt werden.

6.1.2 Anregungsquelle, mit ausreichend Strom bei Anodenspannungen oberhalb von 2,5 keV.

1 Der frühere Begriff „relative Standardabweichung“ wird abgelöst durch den Begriff „Koeffizient der Varianz“.

Wenn ein Röntgendetektor mit einer Auflösung von mehr als 200 eV bei 2,3 keV eingesetzt wird, müssen alle von der Anode abgegebenen Röntgenlinien eine Energie von mehr als 3,3 keV aufweisen, um eine minimierte Änderung der Hintergrundstrahlung durch Streuung der von der Anode ausgehenden Linien sicherzustellen.

6.1.3 Herausnehmbarer Probenbecher, mit einer Füllhöhe von mindestens 5 mm und ausgestattet mit einem austauschbaren und für Röntgenstrahlung durchlässigen dünnen Probenfensterfilm. Es ist wichtig, dass zur Vermeidung von Fehlmessungen Proben, Kalibrierlösungen, Referenzproben zur Qualitätsüberprüfung und Blindlösungen mit identischem Filmmaterial vermessen werden.

6.1.4 Durchlässiger Probenfensterfilm, die dünne Folie muss die notwendige Kombination aus Konsistenz sowie chemischen und physikalischen Eigenschaften aufweisen.

ANMERKUNG Die dünne Folie besteht gewöhnlich aus Polypropylen, Polyester, Polycarbonat oder anderen Materialien mit einer Dicke zwischen 2 µm und 6 µm. Es wird darauf hingewiesen, dass Polycarbonat- oder Polypropylenfolien durch Aromaten aufgelöst werden können. In diesem Fall ist es vorzuziehen, Folien aus Polyester oder anderen chemisch beständigen Materialien zu wählen. In einigen Folienarten sind möglicherweise Spuren von Silikon, Calcium und Schwefel enthalten. Deren Auswirkungen werden jedoch gewöhnlich unterdrückt, wenn Kalibrierlösungen und Proben mit derselben Foliencharge analysiert werden.

6.1.5 Röntgendetektor, mit einer Auflösung nicht höher als 800 eV bei 2,3 keV.

6.1.6 Hilfsmittel zur Unterscheidung zwischen der charakteristischen S-K-L_{2,3}-Röntgenstrahlung und anderer Röntgenstrahlung mit höherer Energie (z. B. Filter, falls erforderlich).

6.1.7 Elektronik zur Signalkonditionierung und Datenverarbeitung, mindestens geeignet für die Impulszählung in dem für das Schwefel-Signal erforderlichen Energiebereich.

6.2 Analysenwaage, fähig, auf 0,1 mg zu wägen.

6.3 Magnetrührer, mit PTFE-überzogenen Rührfischen.

6.4 Konische Enghals-Messkolben, aus Borosilicatglas. Dichtung und Stopfen, die mit der Matrix verträglich und so bemessen sind, dass der Kopfraum auf ein Mindestmaß begrenzt wird.

7 Probenahme

7.1 Sofern nicht anders festgelegt, müssen die Proben nach ISO 3170 oder ISO 3171 gezogen werden.

7.2 Proben mit leichtsiedenden Anteilen (z. B. Ottokraftstoff und Naphtha) werden in einem Kühlschrank aufbewahrt (funkenfrei).

7.3 Vor Entnahme eines Probenteils wird die Probe durch leichtes Schütteln mit der Hand durchmischt.

7.4 Vor der Analyse werden die Probenteile ruhen gelassen, bis sie wieder Umgebungstemperatur angenommen haben.

ANMERKUNG Weitere Empfehlungen zur Probenbehandlung sind in IP 558[4] (ASTM D7343[4]) enthalten.

8 Vorbereitung der Messapparatur

8.1 Messgerät

8.1.1 Das Messgerät (6.1) wird nach den Vorgaben des Herstellers eingestellt. Wo immer möglich, muss das Gerät durchgehend eingeschaltet bleiben, um eine optimale Stabilität beizubehalten.

8.1.2 Das optische System wird mit Helium (mindestens 99 % Reinheit) nach den Vorgaben des Herstellers bezüglich Spülzeit und Durchfluss gespült, um die Stabilität der Messungen sicherzustellen.