

DIN EN ISO 20884

ICS 75.080; 75.160.30

Einsprüche bis 2018-11-14
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN ISO 20884:2011-07

Entwurf

**Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung des Schwefelgehaltes in Kraftstoffen –
Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Spektrometrie
(ISO/DIS 20884:2018);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO 20884:2018**

Petroleum products –
Determination of sulfur content of automotive fuels –
Wavelength-dispersive X-ray fluorescence spectrometry (ISO/DIS 20884:2018);
German and English version prEN ISO 20884:2018

Produits pétroliers –
Détermination de la teneur en soufre des carburants pour automobiles –
Spectrométrie de fluorescence de rayons X dispersive en longueur d'onde
(ISO/DIS 20884:2018);
Version allemande et anglaise prEN ISO 20884:2018

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2018-09-14 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 in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49, Überseering 40, 22297 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 27 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 20884:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources“ 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 062-06-84 AA „Gemeinschaftsausschuss NA 062-06-42 AA/NA 062-06-61 AA“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses 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 internationalen 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 14596	siehe	DIN EN ISO 14596

Änderungen

Gegenüber DIN EN ISO 20884:2011-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Anwendungsbereich wurde erweitert und beinhaltet jetzt auch hydriertes Pflanzenöl (en: hydrotreated vegetable oil, HVO) und den synthetischen Kraftstoff GTL (en: Gas To Liquid);
- b) für Geräte mit monochromatischer Anregung wurden spezielle Verfahrensschritte aufgenommen.

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 14596, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung des Schwefelgehaltes — Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse*

**Mineralölerzeugnisse — Bestimmung des Schwefelgehaltes in
Kraftstoffen — Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Spektrometrie
(ISO/DIS 20884:2018)**

Produits pétroliers — Détermination de la teneur en soufre des carburants pour automobiles — Spectrométrie de fluorescence de rayons X dispersive en longueur d'onde (ISO/DIS 20884:2018)

Petroleum products — Determination of sulfur content of automotive fuels — Wavelength-dispersive X-ray fluorescence spectrometry (ISO/DIS 20884:2018)

ICS:

Deskriptoren:

Dokument-Typ: Europäische Norm
Dokument-Untertyp:
Dokumentstufe: parallele Umfrage
Dokumentsprache: D

STD Version 2.9d

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Reagenzien	6
6 Prüfeinrichtung	6
7 Probenahme	6
8 Kalibrierlösungen	7
8.1 Blindlösung	7
8.2 Stammlösung	7
8.3 Kalibrierlösungen	7
8.4 Lagerung und Stabilität der Kalibrierlösungen	8
9 Einstellungen	8
9.1 Messparameter	8
9.2 Optimierung	8
9.3 Spektrometer-Überprüfung	8
10 Kalibrierung	8
10.1 Allgemeines	8
10.2 Kalibrierlösungen	8
10.3 Kalibrierkurven	9
10.4 Überprüfung	9
11 Durchführung	10
11.1 Proben mit Schwefelgehalten zwischen 5 mg/kg und 60 mg/kg	10
11.2 Proben mit Schwefelgehalten zwischen 60 mg/kg und 500 mg/kg	10
12 Angabe der Ergebnisse	10
13 Präzision	10
13.1 Allgemeines	10
13.2 Wiederholbarkeit, r	11
13.3 Vergleichbarkeit, R	11
14 Prüfbericht	11
Anhang A (normativ) Interferenzen und Matrixeffekte	12
Literaturhinweise	13

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO 20884:2018) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum and related products, fuels and lubricants from natural or synthetic sources“ 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 20884:2011 ersetzen.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/DIS 20884:2018 wurde von CEN als prEN ISO 20884:2018 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsorganisationen (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 Themen 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-Direktiven, 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-Direktiven, 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.

Eine Erläuterung zum freiwilligen Charakter von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT) berücksichtigt, enthält der folgende Link: 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*, erarbeitet.

Diese dritte Ausgabe ersetzt die zweite Ausgabe (ISO 20884:2011), die technisch überarbeitet wurde nach einem neuen Ringversuch, durchgeführt von CEN/TC 19/WG 27, *Elemental analysis*, wobei das Verfahren der Präzision bestätigt wurde. Die wesentlichen Änderungen im Vergleich zur Vorgängerausgabe sind folgende:

- der Anwendungsbereich wurde erweitert und umfasst nun mit Wasserstoff behandelten Pflanzenkraftstoff (HVO, en: Hydrotreated Vegetable Oil) und sythetischen Gasverlüssigungskraftstoff (GTL, en: Gas To Liquid);
- für Geräte, welche monochromatische Strahlung für die Anregung einsetzen, wurden spezifische Prozessschritte aufgenommen.

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.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, vor der Anwendung dieser Norm geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren der wellenlängendispersiven Röntgenfluoreszenz-Analyse (wdRFA) zur Bestimmung des Schwefelgehaltes von flüssigen, homogenen Kraftstoffen von 5 mg/kg bis 500 mg/kg mit einem Sauerstoffgehalt von höchstens 3,7 % (*m/m*) fest. Der Produktbereich umfasst Dieselmotorkraftstoffe mit bis zu etwa 30 % (*V/V*) Fettsäuremethylester (FAME) und Ottomotorkraftstoffe mit bis zu 10 % (*V/V*) Ethanol sowie synthetische Kraftstoffe, wie z. B. mit Wasserstoff behandelten Pflanzenkraftstoff (HVO) und Gasverflüssigungskraftstoff (GTL) mit Schwefelgehalten im Bereich von 5 mg/kg bis 45 mg/kg.

ANMERKUNG 1 Schwefelgehalte höher 500 mg/kg können nach Verdünnung der Probe bestimmt werden. Die Präzision wurde jedoch nicht für verdünnte Proben ermittelt.

Produkte mit höherem Sauerstoffgehalt zeigen erhebliche Matrixeffekte, z. B. Biodiesel [Fettsäuremethylester (FAME)]. Biodiesel kann trotzdem analysiert werden, wenn die entsprechenden Verfahren befolgt werden (siehe 5.3 und 8.1).

Dieses Prüfverfahren darf zur Analyse anderer Produkte angewendet werden. Allerdings sind für andere als die hier genannten Produkte keine Präzisionsdaten in diesem Dokument festgelegt worden.

ANMERKUNG 2 Für die Zwecke dieses Dokuments wird zur Angabe des Massenanteils μ einer Substanz der Ausdruck „% (*m/m*)“ und für den Volumenanteil φ einer Substanz der Ausdruck „% (*V/V*)“ verwendet.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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*

3 Begriffe

Es werden keine Begriffe in diesem Dokument angegeben.

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

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

4 Kurzbeschreibung

Die zu analysierende Probe wird in einer Probenküvette der Primärstrahlung einer Röntgenröhre ausgesetzt. Die Zählraten der SK-L_{2,3}-Röntgenfluoreszenz und, wo erforderlich, die Zählrate der Untergrundstrahlung werden gemessen. Der Schwefelgehalt der Probe wird aus einer für den maßgebenden Messbereich definierten Kalibrierkurve bestimmt.

ANMERKUNG In diesem Dokument wird die IUPAC-Notierung für die Röntgenfluoreszenzlinien (SK-L_{2,3}) verwendet; die entsprechende Siegbahn-Notierung ist S-K α .

5 Reagenzien

5.1 Dibutylsulfid, mit einem nominalen Schwefelgehalt von 21,92 % (m/m) oder **Dibutyldisulfid** mit einem nominalen Schwefelgehalt von 35,95 % (m/m) zur Verwendung als Kalibriersubstanz für Schwefel.

Wegen der Flüchtigkeit dieser Verbindungen sollte sorgsam vorgegangen werden (siehe Anhang A).

5.2 Weißöl (Paraffinum perliquidum), zur Verwendung als Blindlösung, hochrein, mit einem Schwefelgehalt < 1 mg/kg. Die Blindlösung muss vor Gebrauch mit dem Spektrometer (6.1) überprüft werden. Dabei darf kein Schwefelsignal detektierbar sein.

5.3 Methyloleat, zur Verwendung als Blindlösung beim Analysieren von FAME, mit einem Schwefelgehalt < 1 mg/kg. Die Blindlösung muss vor Gebrauch mit dem Spektrometer (6.1) überprüft werden. Dabei darf kein Schwefelsignal detektierbar sein (d. h., die Intensität muss niedriger als die Intensität für einen Schwefelgehalt von 1 mg/kg sein). Andere geeignete sauerstoffhaltige und schwefelfreie Blindlösungen, wie z. B. Oktanol, können ebenfalls eingesetzt werden.

6 Prüfeinrichtung

6.1 Wellenlängendispersives Röntgenfluoreszenzspektrometer, mit dem die Zählraten der S K-L_{2,3}-Röntgenfluoreszenzstrahlung und der Untergrundstrahlung gemessen werden können.

Einige Geräte verwenden zur Anregung monochromatische Strahlung, wodurch eine eigene niedrige Untergrundstrahlung erzeugt wird; bei Verwendung eines solchen Geräts muss die Untergrundstrahlung nicht ermittelt werden. Die Mindestanforderungen an das Spektrometer sind in Tabelle 1 aufgeführt.

6.2 Analysenwaage, mit einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

7 Probenahme

Sofern nicht anders festgelegt, muss die Probennahme den Verfahren nach ISO 3170 oder ISO 3171 entsprechen.

Tabelle 1 — Spektrometeranforderungen

Bauteil	Polychromatische Anregung	Monochromatische Anregung
Anode	Rhodium, Scandium oder Chrom	Rhodium, Scandium, Chrom oder Titan
Spannung ^a	Mindestens 30 kV	Mindestens 30 kV
Strom ^a	Mindestens 50 mA	Mindestens 0,1 mA
Kollimator oder Optik	Grobkollimator	Monochromator
Analysatorkristall	Germanium, Pentaerythrit oder Graphit	Germanium, Pentaerythrit oder Graphit
Optischer Pfad ^b	Vakuum oder Helium	Vakuum oder Helium
Probenbecherfenster ^c	Polyesterfolie, höchstens 4 µm	Polyesterfolie, höchstens 4 µm
Detektor	Proportionalzähler mit Pulshöhenanalysator	Proportionalzähler mit Einkanaldiskriminator
Wellenlängen	S K-L _{2,3} bei 0,537 3 nm Untergrundstrahlung bei 0,545 nm	S K-L _{2,3} bei 0,537 3 nm

^a Es dürfen auch Systeme mit niedrigerer Leistung verwendet werden, sofern validiert worden ist, dass sie die in Abschnitt 13 festgelegten Präzisionsanforderungen erfüllen.

^b In Geräten, die Vakuum verwenden, wird die Probe nicht direkt dem Vakuum des optischen Pfades ausgesetzt, sondern durch ein zweites Fenster separiert.

^c Polyesterfolie ist gegenüber Polycarbonatfolie zu bevorzugen, da Proben mit einem sehr hohen Anteil an Aromaten Polycarbonatfolie auflösen können. Zudem können einige Folienarten Spuren von Silikon, Calcium und Schwefel enthalten. Diese Effekte sollten jedoch ausgeschlossen werden, wenn Proben und Kalibrierlösungen unter Verwendung derselben Foliencharge analysiert werden. Es ist wichtig, dass Proben, Standardlösungen und Blindproben zur Vermeidung von Abweichungen unter Verwendung derselben Foliencharge analysiert werden. Andere Materialien können ebenfalls als Probenbecherfenster verwendet werden, wenn sie mindestens die genannten oder bessere Eigenschaften bezüglich Absorptionsfähigkeit, Reinheit und Stabilität aufweisen.

8 Kalibrierlösungen

8.1 Blindlösung

Als Blindlösung wird Weißöl (5.2) verwendet.

Beim Analysieren von FAME wird eine Blindlösung nach 4.3 verwendet, um potenzielle Matrixeffekte auf ein Mindestmaß zu beschränken.

8.2 Stammlösung

Eine Menge der erforderlichen Kalibriersubstanz (5.1) wird auf 0,1 mg abgewogen und mit Blindlösung (5.2 bzw. bei Bedarf 5.3) bei Raumtemperatur so weit verdünnt, dass eine Stammlösung mit einem (auf 1 mg/kg) genau bekannten Schwefelgehalt von etwa 1 000 mg/kg erhalten wird.

Aufgrund der Flüchtigkeit der Kalibriersubstanz sollte mit Vorsicht gearbeitet werden (siehe Anhang A).

8.3 Kalibrierlösungen

Eine geeignete Menge Stammlösung (8.2) wird auf 0,1 mg in Flaschen abgewogen und mit Blindlösung (5.2 bzw. bei Bedarf 5.3) so weit verdünnt, dass man unter Rühren bei Raumtemperatur Standardlösungen mit Schwefelgehalten nach den Tabellen 2 und 3 erhält. Die Schwefelgehalte in den Kalibrierlösungen werden in Milligramm je Kilogramm auf 0,1 mg/kg gerundet angegeben.

Tabelle 2 — Kalibrierlösungen — Niedriger Schwefelbereich

Zahl		Schwefelgehalt mg/kg
Blindlösung	0	0,0
	2,1	5,0
	2,2	10,0
	2,3	25,0
	2,4	50,0

Tabelle 3 — Kalibrierlösungen — Hoher Schwefelbereich

Zahl		Schwefelgehalt mg/kg
Blindlösung	0	0,0
	3,1	50,0
	3,2	100,0
	3,3	200,0
	3,4	350,0
	3,5	500,0