

---

---

**Нефтепродукты. Определение  
содержания серы в топливе для  
двигателей внутреннего сгорания.  
Рентгеновская флуоресцентная  
спектрометрия на основе  
энергетической дисперсии**

*Petroleum products – Determination of sulfur content of automotive fuels –  
Energy-dispersive X-ray fluorescence spectrometry*

[ISO 20847:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R  
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава ISO



Ссылочный номер  
ISO 20847:2004(R)

**Отказ от ответственности при работе в PDF**

Настоящий файл PDF может содержать интегрированные шрифты. В соответствии с условиями лицензирования, принятыми фирмой Adobe, этот файл можно распечатать или смотреть на экране, но его нельзя изменить, пока не будет получена лицензия на интегрированные шрифты и они не будут установлены на компьютере, на котором ведется редактирование. В случае загрузки настоящего файла заинтересованные стороны принимают на себя ответственность за соблюдение лицензионных условий фирмы Adobe. Центральный секретариат ISO не несет никакой ответственности в этом отношении.

Adobe - торговый знак фирмы Adobe Systems Incorporated.

Подробности, относящиеся к программным продуктам, использованные для создания настоящего файла PDF, можно найти в рубрике General Info файла; параметры создания PDF были оптимизированы для печати. Были приняты во внимание все меры предосторожности с тем, чтобы обеспечить пригодность настоящего файла для использования комитетами-членами ISO. В редких случаях возникновения проблемы, связанной со сказанным выше, просьба проинформировать Центральный секретариат по адресу, приведенному ниже.

**iTeh STANDARD PREVIEW**  
**(standards.iteh.ai)**

ISO 20847:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004>



**ДОКУМЕНТ ОХРАНЯЕТСЯ АВТОРСКИМ ПРАВОМ**

© ISO 2004

Если не указано иное, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия ISO, которое должно быть получено после запроса о разрешении, направленного по адресу, приведенному ниже, или в комитет-член ISO в стране запрашивающей стороны.

ISO copyright office  
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20  
Tel. + 41 22 749 01 11  
Fax + 41 22 734 09 47  
E-mail [copyright@iso.org](mailto:copyright@iso.org)  
Web [www.iso.org](http://www.iso.org)

Опубликовано в Швейцарии

## Содержание

Страница

Предисловие .....	iv
Введение .....	v
1 Область применения .....	1
2 Нормативные ссылки .....	1
3 Принцип .....	1
4 Реактивы и материалы.....	2
5 Аппаратура.....	2
6 Отбор проб и обращение с пробами .....	3
7 Подготовка аппаратуры .....	3
8 Калибровка .....	4
9 Методика .....	6
10 Расчет .....	6
11 Выражение результатов .....	7
12 Сходимость.....	7
13 Протокол испытания.....	7
Приложение А (информативное) Помехи .....	8
Приложение В (информативное) Рекомендации по измерению низкого содержания серы (менее чем 100 мг/кг) .....	10
Библиография.....	11

## Предисловие

ISO (Международная организация по стандартизации) представляет собой всемирную федерацию, состоящую из национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по разработке международных стандартов обычно ведется Техническими комитетами ISO. Каждый комитет-член, заинтересованный в теме, для решения которой образован данный технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, правительственные и неправительственные, поддерживающие связь с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Международные стандарты разрабатываются в соответствии с правилами, установленными в Части 2 Директив ISO/IEC.

Основное назначение технических комитетов заключается в разработке международных стандартов. Проекты международных стандартов, принятые Техническими комитетами, направляются комитетам-членам на голосование. Для их опубликования в качестве международных стандартов требуется одобрение не менее 75 % комитетов-членов, участвовавших в голосовании.

Внимание обращается на тот факт, что отдельные элементы данного документа могут составлять предмет патентных прав. ISO не несет ответственность за идентификацию каких-либо или всех подобных патентных прав.

Международный стандарт ISO 20847 был разработан Техническим комитетом ISO/TC 28, *Нефтепродукты и смазочные материалы*.

[ISO 20847:2004](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004>

## Введение

Настоящий международный стандарт, в частности, распространяется на нижнюю часть диапазона концентрации, рассмотренного в ISO 8754 (см. [3] в Библиографии), который охватывает значения содержания серы от 0,01 % по массе до 5,00 % по массе. Путем ограничения типа прибора можно получить более точное отношение сигнал-фон для К-эмиссии серы, и путем использования калибровочных стандартов с совпадающей матрицей или других средств корректировки матрицы (см. описание, приведенное ниже) можно повысить точность и сходимость результатов для проб, имеющих различные значения отношения масс С:Н и содержания кислорода. Для получения наилучших результатов испытания целесообразно знать общий химический состав анализируемой пробы.

Там где не используется согласование матриц и где известно или может быть определено отношение масс С:Н пробы, точность можно повысить, используя уравнение, приведенное в А.2.2, для корректировки полученного результата по отношению масс С:Н калибровочных стандартов, т.е. контрольного масляного разбавителя (4.1).

Некоторые приборы имеют систему отдельного измерения рассеянного излучения от рентгеновской трубки, и в А.2.3 приводится информация в виде примечаний по использованию этого рассеянного излучения для компенсации матричных эффектов в испытываемой пробе.

iTeh STANDARD PREVIEW  
(standards.iteh.ai)

ISO 20847:2004

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/747e8c3d-4665-48fa-9c44-821325e8bd96/iso-20847-2004>



# Нефтепродукты. Определение содержания серы в топливе для двигателей внутреннего сгорания. Рентгеновская флуоресцентная спектрометрия на основе энергетической дисперсии

**ВНИМАНИЕ** – Применение положений настоящего международного стандарта может включать работу с опасными материалами, операциями и оборудованием. Данный стандарт не ставит цели рассмотреть все проблемы безопасности, связанные с его применением. Пользователю данного стандарта вменяется в обязанность установление соответствующих мер предосторожности и охраны здоровья и определение пригодности нормативных ограничений перед его применением.

## 1 Область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает метод испытания посредством рентгеновской флуоресценции с применением энергетической дисперсии (EDXRF) для определения содержания серы в автомобильных бензинах, включая содержащие до 2,7 % кислорода по массе, и в дизельных топливах, включая содержащие до 5 % по объему метилового эфира жирных кислот (FAME) с содержанием в них серы от 30 мг/кг до 500 мг/кг. В соответствии с настоящим методом испытания можно анализировать другие продукты и определять другие параметры содержания серы; однако, данных по сходимости результатов в отношении продуктов, отличных от указанных типов топлива для двигателей внутреннего сгорания, и в отношении результатов, выходящих за рамки заданного диапазона, не были установлены для настоящего международного стандарта. По причине перекрытия спектров настоящий международный стандарт не распространяется на этилированный автомобильный бензин, неэтилированный бензин, содержащий от 8 мг/кг калия до 20 мг/кг калия, или на продукты и исходные материалы, содержащие свинец, кремний, фосфор, кальций, калий или галоидные соединения в концентрациях, превышающих одну десятую концентрации измеренной серы.

**ПРИМЕЧАНИЕ** В настоящем международном стандарте термины «% по массе» и «% по объему» используются для выражения массовой доли и объемной доли материала соответственно.

## 2 Нормативные ссылки

Нижеследующие документы являются обязательными для применения данного документа. Для датированных ссылок действительно только указанное издание. В случае недатированных ссылок используется последняя редакция документа, на который дается ссылка.

ISO 3170:2004, *Нефтепродукты жидкие. Ручной отбор проб*

ISO 3171:1988, *Нефтепродукты жидкие. Автоматический отбор проб из трубопроводов*

## 3 Принцип

Помещают испытываемую порцию в чашке с окошком, прозрачным для рентгеновских лучей, на пути следования луча возбуждающего излучения от рентгеновской трубки. Измеряют интенсивность характеристического рентгеновского излучения серы K и число суммарных единичных импульсов (единиц счета) сравнивают с калибровочной кривой, построенной на основании стандартных растворов с известным содержанием серы, охватывающих исследуемый диапазон.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Возбуждающее излучение может быть прямым или направленным через вторичную мишень.

## 4 Реактивы и материалы

### 4.1 Масло-разбавитель

**4.1.1** Эталонное масло-разбавитель представляет собой прозрачное масло (светлое парафиновое масло) высокой степени чистоты с максимальным содержанием серы 1 мг/кг. Однако если анализируется только один тип матрицы (например, автомобильный бензин), точность результатов можно повысить, используя совпадающий с матрицей разбавитель. Эти разбавители должны примерно соответствовать содержанию ароматических веществ и кислорода в анализируемом материале и должны состоять из компонентов высокой степени чистоты с содержанием серы менее чем 1 мг/кг.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Соответствующие компоненты для разбавителя с совпадающей матрицей включают гептан, 2,2,4-триметилпентан, толуол, ксилолы, этанол, метил-трет-бутиловый эфир (MTBE), этил-трет-бутиловый эфир (ETBE), третичный амилметиловый эфир (TAME) и метиловый эфир жирной кислоты (FAME).

**4.1.2** В отношении анализа дизельного топлива, содержащего FAME более чем 5 % по объему, должен использоваться масляный разбавитель с согласованной матрицей из белого (вазелинового) масла и FAME.

### 4.2 Соединения серы

#### 4.2.1 Общие положения

Для приготовления первичных эталонов должны использоваться соединения серы с известным содержанием серы. Целесообразно использование соединений, приведенных в 4.2.2 – 4.2.5, для которых указано номинальное содержание серы. В тех случаях, где чистота этих соединений составляет менее 99 % по массе, либо концентрация и характер всех примесей должны быть известны, либо следует использовать аттестованные стандартные образцы (вещества).

**4.2.2 Дибензотиофен (DBT)**, с номинальным содержанием серы 17,399 % по массе.

**4.2.3 Дибутилсульфид (DBS)**, с номинальным содержанием серы 21,915 % по массе. ~~14-~~

**4.2.4 Тионафтен (Бензотиофен) (TNA)**, с номинальным содержанием серы 23,890 % по массе.

**4.2.5 Дибутилдисульфид (DBDS)**, с номинальным содержанием серы 35,950 % по массе.

### 4.3 Стандартные образцы

Аттестованные стандартные образцы (CRM) от аккредитованных поставщиков, содержащие определенный диапазон концентраций серы, являются приемлемыми альтернативами соединениям, перечисленным в 4.2, для использования в качестве калибровочных стандартов.

### 4.4 Пробы контроля качества

Устойчивые пробы, представительные для анализируемых материалов, содержание серы в которых определено с помощью настоящего метода испытания за достаточно продолжительный период времени, или имеющиеся в продаже с указанным справочным значением. Перед использованием такого материала необходимо убедиться, что срок его хранения не истек.

## 5 Аппаратура

### 5.1 Рентгеноспектральный флуоресцентный анализатор с применением метода энергетической дисперсии

**5.1.1 Рентгеноспектральный флуоресцентный анализатор с применением метода энергетической дисперсии**, имеющий средства для измерения и вычитания фона для получения значений интенсивности чистой серы.



Прибор должен обеспечивать измерение содержания серы в концентрациях 50 мг/кг с погрешностью вследствие статистики счета 3 % относительного среднего квадратического отклонения (RSD) максимум.

**5.1.2 Источник рентгеновского возбуждения**, имеющий значительный поток рентгеновской энергии выше 2,5 кэВ.

**5.1.3 Съёмная чашка для пробы**, обеспечивающая глубину пробы не меньше чем 5 мм и оснащенная сменной пленкой, прозрачной для рентгеновских лучей.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Прозрачная пленка обычно является полиэфирной или поликарбонатной и имеет толщину от 2 мкм до 6 мкм. Предпочтительной является полиэфирная пленка, так как пробы с очень высоким содержанием ароматических веществ способны растворять поликарбонатную пленку. В полиэфирной пленке могут присутствовать следы кальция, однако, любые эффекты абсорбции или увеличения будут полностью исключены, когда пробы и эталоны анализируют с помощью одного и того же материала. Для исключения систематической ошибки важно, чтобы пробы, эталоны и холостые растворы измерялись с использованием пленки одной партии.

**5.1.4 Рентгеновский детектор**, с высокой чувствительностью и разрешающей способностью, не превышающей 800 эВ при 2,3 кэВ.

**5.1.5 Средство выделения характеристическим рентгеновским излучением серы К из других рентгеновских излучений более высокой энергии** (например, фильтры).

**5.1.6 Электронные средства кондиционирования сигнала и обработки данных**, включая функции подсчета импульсов и минимум две энергетических области (для коррекции фонового рентгеновского излучения). Когда не используется матричное согласование проб и эталонов, прибор также должен обеспечивать измерение энергетической области, соответствующей рассеянному излучению, и использовать данное измерение для компенсации матричных эффектов (см. Приложение А). Последнее измерение может также использоваться в качестве второй энергетической области, установленной выше, и применяться для вычисления фона.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Различия в соотношении углерод-водород или в содержании кислорода между пробами и эталонами могут вызвать матричные эффекты, которые обусловят появление систематической ошибки в результатах анализа.

**5.2 Аналитические весы**, одночашечные и двухчашечные, обеспечивающие взвешивание с точностью до 0,1 мг.

**5.3 Смеситель**, магнитный смеситель с лопастями, покрытыми ПТФЭ (PTFE).

**5.4 Колбы**, вместимостью 100 мл, с узким горлышком, конические, изготовленные из боросиликатного стекла.

## 6 Отбор проб и обращение с пробами

**6.1** Если особо не оговаривается, пробы следует отбирать в соответствии с методиками, описанными в ISO 3170 или ISO 3171.

**6.2** Пробы, в которых содержатся легкие фракции (например, автомобильный бензин и нефтя), хранят в холодильнике.

**6.3** Пробы перемешивают, осторожно встряхивая рукой, перед взятием порции для испытания.

**6.4** Перед проведением анализа дают порциям для испытания отстояться для достижения ими комнатной температуры.

## 7 Подготовка аппаратуры

### 7.1 Анализатор

**7.1.1** Анализатор (5.1) налаживают в соответствии с инструкциями изготовителя. Где это

представляется возможным, прибор должен оставаться постоянно включенным с целью обеспечения оптимальной стабильности.

**7.1.2** Оптическую систему чистят гелием (99 % чистоты), следуя рекомендациям изготовителя, в течение минимального периода продувки для обеспечения стабильности измерений.

## 7.2 Чашки для пробы

Рекомендуется использовать одноразовые чашки. Если одноразовые чашки не используются, то перед использованием их тщательно промывают соответствующим растворителем и высушивают. Одноразовые чашки повторно использовать нельзя. Для каждого ряда проверок и анализа проб используют материал для окошка в чашке, взятый от одной и той же партии (см. Примечание к 5.1.3). Манипуляции с материалом окошка следует свести к абсолютному минимуму.

**ПРИМЕЧАНИЕ** Различия в толщине материала окна между партиями или даже наличие следов, оставленных от прикосновения пальцами, могут отрицательно повлиять на полученные результаты.

При проведении измерений веществ с низкими концентрациями серы (< 100 мг/кг), следуют рекомендациям, приведенным в Приложении В.

## 8 Калибровка

### 8.1 Общие положения

В качестве основы для приготовления двух первичных калибровочных стандартов используют аттестованные стандартные образцы (4.3) или первичные эталоны, приготовленные из соединений серы (4.2), растворенных в масляном разбавителе (4.1).

### 8.2 Приготовление первичных эталонов

**8.2.1** Готовят два первичных эталона с содержанием серы приблизительно 5000 мг/кг и 1000 мг/кг.

**8.2.2** Берут навеску с точностью до 0,1 мг, соответствующее количество масляного разбавителя (4.1) (см. Таблицу 1), в колбе (5.4) и добавляют соответствующее количество выбранного соединения серы (4.2) или аттестованного стандартного образца (вещества) (4.3), взвешенного с точностью до 0,1 мг. Тщательно перемешивают содержимое колбы при комнатной температуре, используя для этого смеситель (5.3).

**Таблица 1 — Химический состав первичных эталонов на основе номинального содержания серы**

Приблизительное содержание серы мг/кг	Белое масло г	DBT (4.2.2) г	DBS (4.2.3) г	TNA (4.2.4) г
1 000	50,0	0,29	0,23	0,21
5 000	50,0	1,48	1,17	1,07

**8.2.3** Рассчитывают содержание серы в разбавителе масла,  $w_S$  в миллиграммах на килограмм с точностью до третьего знака после запятой в каждом отдельном случае, из значений масляного разбавителя и соединения серы, используя следующую формулу:

$$w_S = 10\,000 \times \frac{m_S w_{Sc}}{m_S + m_w}$$

где

$m_S$  масса соединения серы, выраженная в граммах (г);

$w_{Sc}$  содержание серы в соединении, выраженное в проценте по массе;

$m_w$  масса белого масла, выраженная в граммах (г);