

Schwefel, Autofahren und Analytik

Jochen Vogl¹, Thomas Linsinger², Wolfgang Pritzkow¹ und Steve Wood³

¹ Bundesanstalt für Materialforschung und -prüfung, Unter den Eichen 87, 12205 Berlin

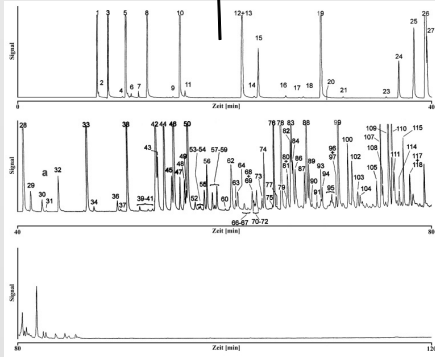
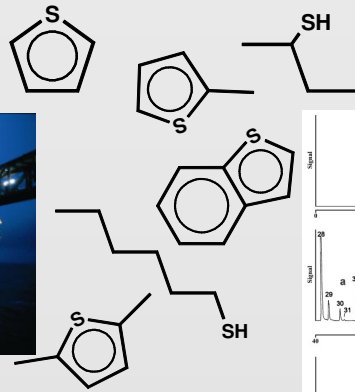
² Institute for Reference Materials and Measurements, Retieseweg, B-2440 Geel

³ LGC Ltd., Queens Road, Teddington, Middlesex TW11 0LY, UK



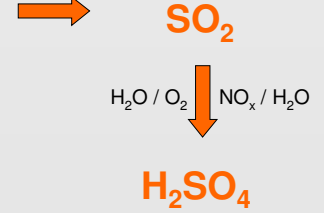
Rohöle enthalten durchschnittlich 1,8 % an Kohlenwasserstoffe gebundenen Schwefel:

- ▶ Kolumbien & Mexiko ≥ 3,1 % Schwefel
- ▶ Norwegen & Nordsee ≤ 0,3 % Schwefel



GC-AED- Chromatogramm einer Benzinprobe [1]

Verbrennung



Dieselfahrzeug, Passat 1.9 TDI
 Ø -Verbrauch: 6 Liter / 100 km,
 Fahrstrecke 30.000 km (~ 1 a)

Grenzwert DE
 ~ 14 g S
 ~ 22 mL H₂SO₄

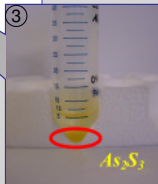
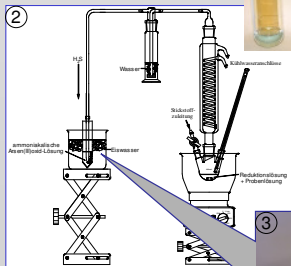
Grenzwert USA
 ~ 675 g S
 ~ 1,1 L H₂SO₄

Grenzwerte



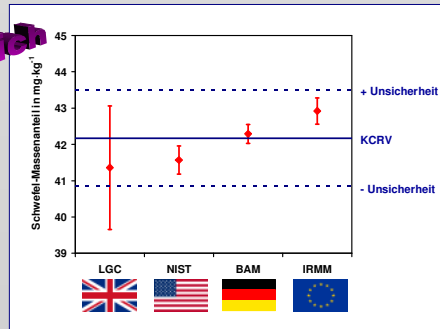
Referenzverfahren

- ▶ IDMS: Spiken mit ³⁴S
- ▶ Hochdruckverascher HPA (1)
- ▶ Reduktion von SO₄²⁻ zu H₂S (2)
- ▶ Ausfällen als As₂S₃ (3)
- ▶ TIMS-Messung als AsS⁺ (4)



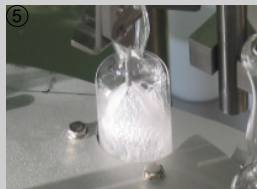
Region	Schwefel-Grenzwert in mg·kg ⁻¹	
	Diesel	Benzin
Jahr 2005		
EU	50	50
DE	10	10
USA	500	300
Jahr 2007		
EU	50	50
DE	10	10
USA	15	15

Vergleich

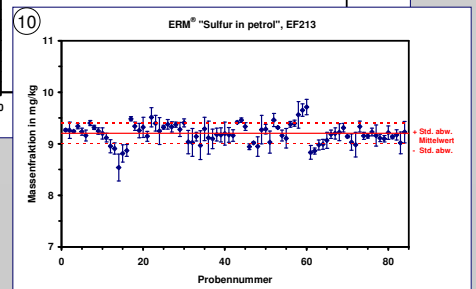
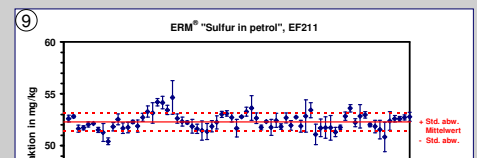


CCQM „Key Comparison“ K35 „Low sulfur in fuel“: Es handelt sich hierbei um eine Vergleichsmessung zw. den Nationalen Metrologischen Instituten auf höchstem metrologischen Niveau. Alle Teilnehmer wendeten die IDMS an, entweder in Verbindung mit ICP-MS (LGC, IRMM) oder in Verbindung mit TIMS (NIST, BAM). Erzielte Gesamtunsicherheit: 3% (k=2). [2,3]

Referenzmaterial



- ▶ Europäisches Referenzmaterial, ERM® „Schwefel in Benzin“, je 3000 Stück
- ▶ S-Konzentrationen: 10, 20 & 50 mg/kg
- ▶ Abfüllung in Glasampullen (5)
- ▶ Kühlung in flüssigem Stickstoff (6)
- ▶ Abschmelzen der Glasampullen (7)
- ▶ Etikettieren der Glasampullen (8)
- ▶ Homogenitätsstudie: Verbrennung mit anschließender UV-Fluoreszenz
- ▶ ERM EF211, Std. abw.: 1,6 % (9)
- ▶ ERM EF213, Std. abw.: 2,1 % (10)
- ▶ Jeder Meßpunkt ist ein Mittelwert aus 5 Wiederholungsmessungen



Referenzen:

- [1] Stumpf A, Tolvaj K, Juhász M, Journal of Chromatography A 819 (1998) 67-74
 [2] Pritzkow W, Vogl J, Köppen R, Journal of International Mass Spectrometry 242 (2005) 309-318
 [3] BIPM-Homepage: <http://kcdb.bipm.org>, Kategorie: Appendix B, Stichwort: K35

