

Prüfung von Mineralölerzeugnissen
Bestimmung des Gehaltes ausgewählter Spurenelemente

Teil 1: Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) nach spezifischen
 Veraschungs- und Aufschlussverfahren

DIN
51429-1

ICS 75.080; 75.100

Testing of petroleum products — Determination of selected trace elements — Part 1: Atomic absorption spectrometry after specific incineration and digestion methods

Essais des produits pétroliers — Détermination des éléments sélectionnés en trace quantités — Partie 1: Spectrométrie d'absorption atomique après incinération et digestion spécifique

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 611 „Atomspektrometrie“ (Obmann Dipl.-Ing. S. H. Kägler, Buxtehude) im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Die Wiederholbarkeit und die Vergleichbarkeit der Ergebnisse für mehrere Elemente, bestimmt nach diesem Prüfverfahren, werden z. Z. durch Ringversuche ermittelt, die bisher nur für Cd abgeschlossen sind. Daher ist z. Z. in dieser Norm nur die Bestimmung von Cadmium enthalten. Die Bestimmung weiterer Spurenelemente soll ebenfalls in dieser Norm festgelegt werden, sobald die Ringversuche abgeschlossen sind.

Allgemeine Angaben zur Analyse mittels Atomabsorptionsspektrometrie siehe auch DIN 51401-1 und DIN 51401-2

Reihe DIN 51429 „Prüfung von Mineralölerzeugnissen — Bestimmung des Gehaltes ausgewählter Spurenelemente“ besteht aus:

– Teil 1: Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) nach spezifischen Veraschungs- und Aufschlussverfahren

Weitere Teile sind in Vorbereitung.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für Mineralölprodukte und Rohöle, die in Abhängigkeit von ihrer Genese ein oder mehrere Spurenelemente im Bereich einiger $\mu\text{g}/\text{kg}$ Massenanteile enthalten können. Sie legt ein Verfahren zur Bestimmung des Gehaltes ausgewählter Spurenelemente (z. Z. Cd) mittels Atomabsorptionsspektrometrie nach speziellen Veraschungs- und Aufschlussverfahren fest.

ANMERKUNG: Der Gehalt an Nickel und Vanadium in Mineralölprodukten liegt vielfach im Bereich von einigen mg/kg Massenanteile, deren Bestimmung in anderen Normen festgelegt wurde.

nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 1333
Zahlenangaben

DIN 12700
Laborgeräte aus Glas — Büretten

DIN 51401-1
Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) — Begriffe

DIN 51401-2
Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) — Aufbau von Atomabsorptionsspektrometern

DIN 51750-1
Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Allgemeines

DIN 51750-2
Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Flüssige Stoffe

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen

Fortsetzung Seite 2 bis 4

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
 Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP im DIN

DIN EN ISO 1042

Laborgeräte aus Glas — Messkolben (ISO 1042 : 1998);
Deutsche Fassung EN ISO 1042 : 1999

DIN EN ISO 4259

Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung
der Werte für die Präzision von Prüfverfahren
(ISO 4259 : 1992 + Cor 1 : 1993); Deutsche Fassung
EN ISO 4259 : 1995

3 Einheit

$\mu\text{g}/\text{kg}$

4 Prinzip

Der Gehalt an Spurenelementen wird mit Hilfe der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) mittels Ofentechnik oder, z. B. bei der Bestimmung von Quecksilber oder Arsen, mittels Kaltdampftechnik, bzw. Hydridtechnik als Endbestimmungsverfahren ermittelt. Die Aufbereitung der Proben erfolgt elementspezifisch, z. B. nach einer festgelegten Veraschungstechnik mit anschließendem Aufschluß oder einer anderen Weiterbehandlung der veraschten Probe. Für jedes einzelne Element, z. Z. Cadmium (Cd), wird die Probenaufbereitung mit Angabe aller erforderlichen Einzelheiten festgelegt.

Verglichen wird mit Bezugslösungen, die aus Stammlösungen wasserlöslicher Elementverbindungen in salz- oder schwefelsaurem Wasser bestehen. Für die Kaltdampf- und Hydridtechnik werden Sonderregelungen beschrieben.

Bei jedem Bestimmungsverfahren ist die Ermittlung des Blindwertes vorgeschrieben, bei dem das Analysenverfahren exakt nach Vorschrift, jedoch ohne Einwägen der Probe durchgeführt wird.

5 Geräte

- Atomabsorptionsspektrometer (AAS)
(Siehe auch DIN 51401-1 und DIN 51401-2)

Geeignet sind Monochromatorgeräte mit zusätzlicher Einrichtung, z. B. für die Atomisierung im Graphitrohrfen, die eine exakte Absorptionsmessung der für die zu bestimmenden Elemente angegebenen Analysenlinien, z. B. in wäßrigen Lösungen, ermöglichen.

- Platintiegel, etwa 30 ml Volumen;
- Tiegelzange mit Platinspitzen;
- Heizplatte;
- Infrarotstrahler;
- Muffelofen, auf eine Temperatur von 550 °C regelbar;
- Bürette, nach DIN 12700 mit 2 ml Nennvolumen;
- 100-ml- bzw. 200-ml-Messkolben, z. B. nach DIN EN ISO 1042;
- Probenaufgabegerät, z. B. Kolbenhubpipette mit Spitzen und einem Volumen von 20 μl ;
- Analysenwaage, ablesbar auf 0,1 mg.

Alle verwendeten Geräte müssen sorgfältig gereinigt sein.

6 Chemikalien

Alle Chemikalien müssen dem Reinheitsgrad „suprapur“ entsprechen, sie dürfen die zu bestimmenden Elemente nur im Bereich $< 1 \mu\text{g}/\text{kg}$ enthalten. Es ist ausschließlich Wasser entsprechend der Qualität von ultrareinem

Wasser zu verwenden (z. B. doppeltdestilliert), das die zu bestimmenden Elemente lediglich in Konzentrationen $< 1 \mu\text{g}/\text{kg}$ enthält.

- Schwefelsäure, konzentriert;
- Salzsäure, 0,1 mol/l;
- Cadmiumstandard, wasserlöslich, zur Herstellung einer wässrigen Cd-Stammlösung mit einer Massenkonzentration von 1 000 $\mu\text{g}/\text{l}$;
- Argon oder Stickstoff in Druckgasflaschen.

7 Probenahme

Nach DIN 51750-1 und DIN 51750-2.

Die Proben müssen in saubere Gefäße eingefüllt werden, die auch im Massenanteilsbereich $< 1 \mu\text{g}/\text{kg}$ frei sein müssen von den zu bestimmenden Elementen.

8 Aufstellen der Elementbezugskurven

8.1 Bezugslösungen und Null-Lösung für die Cd-Bestimmung

8.1.1 Bezugslösungen

Von der Cadmium-Stammlösung werden Bezugslösungen hergestellt, indem jeweils in einen 200-ml-Messkolben die Mengen nach Tabelle 1 aus einer Bürette hinzugegeben werden und mit der verwendeten verdünnten Säure zur Marke aufgefüllt werden. Die Bezugslösungen müssen für jede Bestimmung frisch angesetzt werden.

Tabelle 1: Bezugslösungen

Verwendete Menge Cadmium-Stammlösung in ml	0,1	0,5	1,0	1,5	2,0
Erhaltene Bezugslösung mit einer Massenkonzentration von ng/20 μl	0,01	0,05	0,10	0,15	0,20

8.1.2 Null-Lösung

Wässrige, saure Lösung mit den Mengen an Säure, wie sie auch in der Probenlösung vorliegt.

8.2 Einstellen des Atomabsorptionsspektrometers (AAS)

Das Atomabsorptionsspektrometer wird nach der Betriebsanleitung des Herstellers in Betrieb genommen.

Es wird eine Cadmium-Hohlkathodenlampe oder elektrodenlose Entladungslampe für Cadmium eingesetzt und die Wellenlänge von 228,8 nm ausgewählt. Das Einschalten eines Untergrundkompensators ist erforderlich.

ANMERKUNG 1: Die Untergrundkompensation kann mit einem Deuteriumkompensator oder auch durch Ausnutzen des Zeeman-Effektes erfolgen.

Nach Einbau z. B. eines Graphitrohres werden Cd-Hohlkathodenlampe und Graphitrohrhalterung auf optimale Energieausbeute justiert.