

	DIN 51451	
ICS 75.080	Ersatz für DIN 51451:2020-02	
Prüfung von Mineralölerzeugnissen und verwandten Produkten – Infrarotspektrometrische Analyse – Allgemeine Arbeitsgrundlagen Testing of petroleum products and related products – Analysis by infrared spectrometry – General working principles Essai des produits pétroliers et produits dérivés – Analyse infrarouge – Généralités		
Gesamtumfang 20 Seiten		
DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP		

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Allgemeines	5
4.1 Theoretische Grundlagen	5
4.2 Einheiten	7
5 Geräte	7
5.1 IR-Spektrometer	7
5.1.1 Allgemeines	7
5.1.2 Mindestanforderungen	7
5.2 Küvetten	8
5.3 ATR-Zubehör (en: Attenuated Total Reflection)	9
5.4 Weitere Geräte und Hilfsmittel	9
6 Chemikalien und Prüfmittel	10
7 Probenvorbereitung	11
8 Vorbereitung der Messung	11
8.1 Geräteüberprüfung und Justierung	11
8.1.1 Spektrometer	11
8.1.2 Aufnahme eines Prüfspektrums	12
8.1.3 Bestimmung des Gerätefaktors <i>F</i>	12
8.2 Schichtdickenmessung	13
9 Durchführung	14
9.1 Allgemeines	14
9.2 Spektrenaufnahme	14
9.3 Direktmessung	14
9.4 Differenzspektrometrie	14
9.5 Suspensionstechnik	14
9.6 KBr-Pressetechnik	15
10 Auswertung	15
10.1 Qualitative Analyse	15
10.2 Quantitative Analyse	15
10.2.1 Allgemeines	15
10.2.2 Auswertung nach dem Basislinienverfahren	15
10.2.3 Auswertung anhand einer Bezugskurve	16
10.2.4 Auswertung nach dem Additionsverfahren	17
11 Angabe der Ergebnisse	17
12 Präzision	17
Anhang A (informativ) Infrarot-Spektrometer	18
A.1 Fourier-Transform-Infrarot-Spektrometer (FT-IR-Spektrometer)	18
A.2 ATR-Zubehör (en: Attenuated Total Reflection)	18
Literaturhinweise	20

Bilder

Bild 1 — Darstellung eines mittleren Infrarot-Transmissionsspektrums einer etwa 40 µm dicken Polystyrolfolie im Bereich von 4 000 cm ⁻¹ bis 400 cm ⁻¹	11
Bild 2 — Beispiel eines Transmissionsspektrums einer Polypropylenfolie mit Interferenzmuster zur Schichtdickenbestimmung	13

Bild 3 — Basislinienverfahren (Ordinate linear in Extinktion) mit zwei Signalen als Beispielen . . .	16
Bild A.1 — Wesentliche Teile eines FT-IR-Spektrometers	18
Bild A.2 — Wesentliche Teile eines ATR-Zusatzes für die IR-Spektrometrie	19

Tabellen

Tabelle 1 — Gebräuchliche Fenstermaterialien	9
Tabelle 2 — Gebräuchliche Fenstermaterialien für die ATR-Technik	9
Tabelle 3 — Absorption zur Bestimmung des Gerätefaktors F	12
Tabelle 4 — Messbereiche zur Schichtdickenmessung	13

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-06-13 AA „Molekülspektrometrie“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

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 51451:2020-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anpassung der Küvettenauswahl an aktuelle technische Möglichkeiten;
- b) redaktionelle Überarbeitungen.

Frühere Ausgaben

DIN 51451: 1988-09, 2004-09, 2020-02

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt die theoretischen und praktischen Grundlagen der Infrarotspektrometrie (IR-Spektrometrie) für die Prüfung von Erzeugnissen auf Mineralölbasis und Syntheseölbasis sowie deren Zusätze fest und enthält Festlegungen bezüglich des Messprinzips, des Aufbaus und der Funktion der Messgeräte und Auflistung von gebräuchlichen Begriffen und physikalischen Einheiten. Beispiele von Spektren unterstützen die Erläuterungen.

Dieses Dokument ist anwendbar auf die gebräuchlichen Arbeitstechniken der Infrarotspektrometrie zur qualitativen Identifizierung sowie zur halbquantitativen und quantitativen Bestimmung von Gehalten einzelner Bestandteile in Mineralölprodukten.

Ziel dieses Dokuments ist es, das Erstellen von Normen für die Prüfung spezieller Stoffgruppen mit der IR-Spektrometrie zu erleichtern, sie somit in ihrem Umfang zu reduzieren und die Arbeitstechniken für die infrarotspektrometrische Analyse (IR-Analyse) zu vereinheitlichen.

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 der Person, die das Dokument anwendet, vor der Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und die Geltung weiterer diesbezüglicher Auflagen zu prüfen.

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

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).

DIN 12880, *Elektrische Laborgeräte — Wärme- und Brutschränke*

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

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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

- DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>
- DKE-IEV: verfügbar unter <https://www.dke.de/DKE-IEV>

4 Allgemeines

4.1 Theoretische Grundlagen

Beim Durchlaufen eines transparenten, homogenen Mediums wird die Infrarot(IR)-Strahlung durch Reflexions-, Streu- und Absorptionseffekte abgeschwächt. Bei Vernachlässigung von Reflexion und Streuung wird der Zusammenhang zwischen Strahlungsabsorption und Gehalt einer einzelnen, absorbierenden Substanz in einem nicht absorbierenden Lösemittel und der durchstrahlten Schichtdicke durch das Lambert-Beer-Bouguersche Gesetz beschrieben [siehe Gleichung (1)].

$$E = \lg\left(\frac{\Phi_e}{\Phi_a}\right) = -\lg \tau = \varepsilon \cdot c \cdot d \quad (1)$$

$$\% \tau = 100 \cdot \left(\frac{\Phi_e}{\Phi_a}\right) \quad (2)$$

Dabei ist

Φ_e, Φ_a die Strahlungsleistung der in die Probe eintretenden bzw. austretenden Strahlung; in der Fachliteratur auch Intensität I_0, I genannt;

τ der spektrale Reintransmissionsgrad (en: transmittance, in der Fachliteratur und in Spektrensammlungen auch Durchlässigkeit T genannt). Bruchteil der von der Probe durchgelassenen Strahlungsleistung Φ_a bezogen auf die Strahlungsleistung Φ_e der eintretenden Strahlung; sie wird oft in Prozent angegeben, [siehe Gleichung (2)];

E die Extinktion;

ANMERKUNG Für die Extinktion E wird im internationalen Sprachgebrauch auch das Formelzeichen $A(E)$ (spektrales dekadisches Absorptionsmaß, en: absorbance) angewendet.

ε Proportionalitätskonstante (molarer dekadischer Extinktionskoeffizient) mit der Einheit m^2/mol , bezogen auf die Stoffmengenkonzentration in mol/l und die Schichtdicke in mm . Werden andere Einheiten gewünscht, wird die aus Gleichung (1) resultierende Proportionalitätskonstante ε' genannt; die für ε' resultierende Einheit ist dann anzugeben;

c Stoffmengenkonzentration des absorbierenden Stoffes, meist in der Einheit mol/l ;

d Schichtdicke (in der Probe zurückgelegte optische Weglänge), angegeben in mm .

ε ist oft stark abhängig vom gewählten Lösemittel und kann sich durch Querbeeinflussungen, z. B. Assoziation, einzelner Komponenten in der zu untersuchenden Probe ändern.

Die Gesamtextinktion $E_{\text{ges},E}$ bei gegebener Wellenlänge λ für ein Mehrkomponentengemisch setzt sich additiv aus den Beiträgen $E_{i,E}$ der Komponenten i der Mischung zusammen [siehe Gleichung (3)].

$$E_{\text{ges},E} = \sum_i E_{i,E} = d \cdot \sum_i \varepsilon_{i,E} \cdot c \quad (3)$$

Dabei ist

c Stoffmengenkonzentration des absorbierenden Stoffes, meist in der Einheit mol/l ;

d Schichtdicke (in der Probe zurückgelegte optische Weglänge), angegeben in mm ;

$E_{\text{ges},E}$ Gesamtextinktion bei gegebener Wellenlänge λ für ein Mehrkomponentengemisch;

$\varepsilon_{i,E}$ Extinktionskoeffizient mit der Einheit m^2/mol .

Durch Messen von $E_{\text{ges},E}$ bei mehreren Wellenlängen λ_i lassen sich bei Kenntnis der einzelnen Extinktionskoeffizienten $\varepsilon_{i,E}$ die Gehalte einzelner oder in günstigen Fällen auch aller Komponenten i in einem Gemisch bestimmen.