

DIN 51460-1

ICS 75.080; 75.100

**Prüfung von Mineralölerzeugnissen –
Verfahren zur Probenvorbereitung –
Teil 1: Mikrowellenunterstützter Druckaufschluss**

Testing of petroleum products –
Method for sample preparation –
Part 1: Microwave incineration

Essais des produits pétroliers –
Procédé de préparation des échantillons –
Partie 1: Digestion assistée par microondes

Gesamtumfang 8 Seiten

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

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-06-11 AA „Atomspektrometrie“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Anstelle der Bezeichnung „Mikrowellen Veraschung und Aufschluss“ wird der exakte Begriff „Mikrowellen-unterstützter Druckaufschluss“ verwendet.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zum Probenaufschluss für Elementbestimmungen mit Hilfe der Atom-spektrometrie fest für ungebrauchte Mineralölprodukte, Altöle, wassermischbare Kühlschmierstoffe sowie deren Emulsionen, Rohöle, Öl aus der Lebensmittelindustrie, Ölschlamm, Schmierfette, Teer, Pech und andere hochviskose, öltartige Verbindungen, die in Abhängigkeit von ihrer Herkunft ein oder mehrere Elemente im Bereich von etwa 1 mg/kg oder darüber enthalten können.

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).

DIN 1333, *Zahlenangaben*

DIN 51008-2, *Optische Emissionsspektrometrie (OES) — Teil 2: Begriffe für Systeme mit Flammen und Plasmen*

DIN 51401-1, *Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) — Teil 1: Begriffe*

DIN 51418-1, *Röntgenspektralanalyse Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) — Teil 1: Allgemeine Begriffe und Grundlagen*

DIN 51519, *Schmierstoffe — ISO-Viskositätsklassifikation für flüssige Industrie-Schmierstoffe*

DIN 51574, *Prüfung von Schmierstoffen — Probenahme von Schmierölen aus Verbrennungskraftmaschinen*

DIN 51750-1, *Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Teil 1: Allgemeines*

DIN 51750-2, *Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Teil 2: Flüssige Stoffe*

DIN EN ISO 385, *Laborgeräte aus Glas — Büretten*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben*

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme*

DIN EN ISO 3696, *Wasser für analytische Zwecke — Anforderungen und Prüfungen*

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren*

DIN EN ISO 11885, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von 33 Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie*

European Pharmacopoeia, Deutscher Apotheker Verlag, Stuttgart, 5. Auflage, 2005

3 Einheit

mg/kg (siehe Anhang A)

4 Kurzbeschreibung

Die Aufbereitung der Proben erfolgt durch den mikrowellenunterstützten Druckaufschluss (siehe Abschnitt 8) in einem geschlossenen System. Das so aufbereitete Probenmaterial ist für die Endbestimmung der verschiedenen zu untersuchenden Elemente, insbesondere mittels Atomspektrometrie, geeignet.

Im Bedarfsfall ist zur Ermittlung der Vollständigkeit der Probenaufbereitung die Wiederfindungsrate anhand eines internen Standards erforderlich (siehe Anhang A).

5 Geräte

5.1 Allgemeines

Alle verwendeten Geräte müssen sorgfältig gereinigt sein.

5.2 Mikrowellenunterstütztes Druckaufschlusssystem

Das Aufschlussgerät muss für den entstehenden Reaktionsdruck geeignet und zugelassen sein. Haushalts-Mikrowellengeräte dürfen für den hier beschriebenen Druckaufschluss nicht verwendet werden. Die mikrowellenunterstützten Hochdruck-Aufschlusssysteme müssen in der Lage sein, mindestens 75 bar geregelten Arbeitsdruck bei einem Behältervolumen von 50 ml und mindestens 37,5 bar geregelten Arbeitsdruck bei einem Behältervolumen von 100 ml zu widerstehen.

ANMERKUNG Dieser hohe Arbeitsdruck ist notwendig, damit Temperaturen von 200 °C bis 250 °C in der Probe erreicht werden. Wird diese Temperatur unterschritten, besteht die Gefahr der unvollständigen Mineralisierung.

5.3 hochdruckbeständiges Aufschlussgefäß

aus synthetischem Quarz oder temperatur- und druckbeständigem Kunststoff (in der Regel Fluorpolymere, z. B. TFM oder PFA), etwa 100 ml Inhalt.

5.4 Sonstige Laborgeräte

- Kolbenhubbürette nach DIN EN ISO 385;
- geeignete Vorrichtung zum Abbau der elektrostatischen Ladung der Aufschlussgefäße;
- Analysenwaage, ablesbar auf 0,1 mg.