

DIN 51460-3

ICS 75.080

**Prüfung von Mineralölerzeugnissen –
Verfahren zur Probenvorbereitung –
Teil 3: Druckloser Aufschluss mit Mineralsäuren**

Testing of petroleum products –
Method for sample preparation –
Part 3: Unpressurized digestion with mineral acids

Essais des produits pétroliers –
Procédé de préparation des échantillons –
Partie 3: Digestion sans pression par des acides minéraux

Gesamtumfang 11 Seiten

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Geräte.....	5
4.1 Allgemeines	5
4.2 Aufschluss mit konvektiver Erwärmung	5
4.3 Aufschluss mit Mikrowellenunterstützung zur Wärmezufuhr	5
4.4 Sonstige Laborgeräte.....	5
5 Chemikalien.....	5
5.1 Allgemeines	5
5.2 Lösemittel.....	5
5.3 Elementstandard	5
5.4 Aufschlussreagenzien	5
6 Probenahme	6
7 Durchführung.....	6
7.1 Allgemeine Hinweise zum Säureaufschluss.....	6
7.2 Besonderheiten bei der Anwendung.....	6
7.3 Einwaage eines Probenteils.....	6
7.4 Zugabe der Aufschlussreagenzien.....	7
7.5 Ablauf des drucklosen Aufschlusses.....	8
8 Endbestimmung	9
Anhang A (normativ) Ermittlung der Wiederfindungsrate zum drucklosen Aufschluss.....	10
A.1 Allgemeines	10
A.2 Herstellen der Kontrollprobe	10
A.3 Berechnung der Wiederfindungsrate	10
Literaturhinweise.....	11

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom NA 062-06-11 AA „Atomspektrometrie“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP) erstellt.

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

DIN 51460 *Prüfung von Mineralölerzeugnissen — Verfahren zur Probenvorbereitung* besteht aus:

- *Teil 1: Mikrowellenunterstützter Druckaufschluss*
- *Teil 2: Veraschen/Oxidasche*
- *Teil 3: Druckloser Aufschluss mit Mineralsäuren*

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zum Probenaufschluss für Elementbestimmungen mit Hilfe der ICP OES, ICP-MS, AAS oder RFA fest. Dieses Verfahren ist anwendbar für ungebrauchte Mineralölprodukte, Altöle, wassermischbare Kühlschmierstoffe und deren Emulsionen, Rohöle, Öle aus der Lebensmittelindustrie, Ölschlamm, Schmierfette, Teer, Pech und für andere hochviskose, ölartige Verbindungen, die aschebildende Elemente im Konzentrationsbereich ab etwa 0,1 mg/kg enthalten.

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.

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor ihrer Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Maßnahmen eingehalten werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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 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 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme*

DIN ISO 3448, *Flüssige Industrie-Schmierstoffe — ISO-Viskositätsklassifikation*

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

3 Kurzbeschreibung

Die Aufbereitung der Proben erfolgt durch einen drucklosen Aufschluss mit Mineralsäuren. Dieser Aufschluss kann mit konvektiver Erhitzung oder in einer Apparatur mittels Mikrowelleneinwirkung erfolgen. Das so aufbereitete Probenmaterial ist für die quantitative Bestimmung der verschiedenen zu untersuchenden Elemente, insbesondere mittels Atomspektrometrie, geeignet.

Im Bedarfsfall ist zur Ermittlung der Vollständigkeit der Probenaufbereitung die Wiederfindungsrate anhand einer Standard-Addition erforderlich (siehe Anhang A).