

DIN 51627-6

ICS 75.160.20

**Kraftstoffe für Kraftfahrzeuge –
Prüfverfahren –****Teil 6: Direkte Bestimmung von Spurenelementen in Pflanzenölen durch
optische Emissionsspektralanalyse mit induktiv gekoppeltem Plasma
(ICP OES)**

Automotive Fuels –

Test methods –

Part 6: Direct determination of trace elements in vegetable oils by inductively coupled
plasma optical emission spectroscopy (ICP OES)

Carburants pour automobiles –

Méthodes d'essai –

Partie 6: Détermination directe des éléments traces dans les huiles végétales par
spectrométrie d'émission avec plasma à couplage inductif (ICP OES)

Gesamtumfang 12 Seiten

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

Inhalt

Seite

Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Chemikalien	5
5 Geräte	5
6 Probenahme	6
7 Herstellen der Bezugs-, Kalibrier- und Null-Lösungen	7
7.1 Allgemeines	7
7.2 Interner Standard 100 mg/kg	7
7.3 Herstellung einer 10 mg/kg Zwischenverdünnung	7
7.4 Null-Lösung	7
7.5 Kalibrierlösung, mit einem nominalen Elementgehalt von 0,3 mg/kg	7
7.6 Kalibrierlösung, mit einem nominalen Elementgehalt von 1 mg/kg	7
7.7 Kalibrierlösung, mit einem nominalen Elementgehalt von 3 mg/kg	8
7.8 Kontroll-Lösung, mit einem Elementgehalt von 0,2 mg/kg	8
8 Kalibrierung	8
8.1 Allgemeines	8
8.2 Aufstellen der Kalibrierkurven	8
9 Analyse der Proben	10
9.1 Probenvorbereitung	10
9.2 Durchführung der Bestimmung	10
9.3 Auswertung	10
10 Angabe des Ergebnisses	11
11 Präzision	11
11.1 Allgemeines	11
11.2 Wiederholbarkeit, r	11
11.3 Vergleichbarkeit, R	11
12 Prüfbericht	11
Literaturhinweise	12

Vorwort

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

DIN 51627 *Kraftstoffe für Kraftfahrzeuge* — *Prüfverfahren* besteht aus

- *Teil 3: Gaschromatographische Bestimmung der Gehalte an Alkoholen, Ethern und Ottokraftstoff in Ethanolkraftstoff*
- *Teil 4: Bestimmung der elektrischen Leitfähigkeit in Ethanolkraftstoff* (wird demnächst ersetzt durch DIN EN 15938)
- *Teil 5: Direkte Bestimmung von Spurenelementen in Dieseldieselkraftstoff und Mischungen von Dieseldieselkraftstoff mit bis zu 20 % (V/V) Fettsäuremethylester (FAME) durch optische Emissionsspektralanalyse mit induktiv gekoppelten Plasma (ICP OES)*
- *Teil 6: Direkte Bestimmung von Spurenelementen in Pflanzenölen durch optische Emissionsspektralanalyse mit induktiv gekoppelten Plasma (ICP OES)*

ANMERKUNG Die Normen der Normenreihe DIN 51627 haben untereinander keinen Bezug. Die Normenreihe dient der Veröffentlichung von Nationalen Normen als ersten Schritt zu einer Europäischen Norm.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur direkten Bestimmung von Spurengehalten von Calcium, Magnesium und Phosphor in Pflanzenölen durch optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES) im Bereich von etwa 0,1 mg/kg bis etwa 10 mg/kg fest. Durch eine höhere Verdünnung der Probe kann der Arbeitsbereich nach oben erweitert werden, wenn nachgewiesen wird, dass die Verdünnungsschritte keine zusätzlichen Messfehler bewirken.

ANMERKUNG Diese Elemente sind Bestandteile der Pflanzenöle. Sie haben einen signifikanten Einfluss auf den Motorenbetrieb und vorhandene Abgasnachbehandlungssysteme wie SCR-Systeme (selective catalytic reduction), Partikeloxdationskatalysator oder Dieselpartikelfilter.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Verfahrens kann den Einsatz gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm gibt nicht vor, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Der Anwender dieser Norm ist dafür verantwortlich, vorher angemessene Maßnahmen zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

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

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

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

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

DIN EN ISO 3171, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Automatische Probenahme aus Rohrleitungen*

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

3 Kurzbeschreibung

Ein genau eingewogener Probenteil wird mit Kerosin oder einem anderen geeigneten Lösungsmittel im Verhältnis 3 auf 10 verdünnt und anschließend zur Analyse direkt in das Plasma des ICP OES Spektrometers (5.3) eingesprüht. Für Vergleichszwecke und zur Kalibration werden Kalibrierlösungen verwendet, welche die zu untersuchenden Elemente in bekannten Gehalten im Anwendungsbereich enthalten.

Da die Menge des Probenaerosols von der Dichte und der Viskosität der jeweiligen Probe abhängt, muss ein Referenzelement eingesetzt werden, welches diesen Effekt korrigiert.

ANMERKUNG Die Probe wird mittels einer peristaltischen Pumpe in einen Zerstäuber gepumpt. In der Sprühkammer werden die größeren Tröpfchen der zerstäubten Probe abgeschieden. Nur ein kleiner Anteil der zerstäubten Probe gelangt in das Plasma. Die Dichte und die Viskosität beeinflusst die Bildung des Aerosols, so entsteht bei niedriger Viskosität mehr Aerosol. Da in diesem Fall sowohl mehr von dem Referenzelement als auch vom Analyt im Plasma ankommt, können solche Transporte effekte über ein Referenzelement korrigiert werden.