

DIN 51769-12



ICS 75.160.20

**Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung niedriger Bleigehalte in Kraftstoffen –
Teil 12: Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)**

Petroleum products –
Determination of low lead contents in gasolines –
Part 12: Wavelength-dispersive-X-ray fluorescence analysis (XRF)

Produits pétroliers –
Détermination des faibles teneurs en plomb total dans les carburants –
Partie 12: Méthode par fluorescence X dispersive en longueur d'onde

Gesamtumfang 12 Seiten

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	4
5 Chemikalien	4
6 Geräte	5
7 Probennahme	5
8 Kalibrierlösungen	6
8.1 Herstellung der Bleibezugslösungen	6
8.2 Lagerung und Stabilität der Kalibrierlösungen	6
9 Einstellungen	6
9.1 Messparameter	6
9.2 Optimierung	6
9.3 Spektrometer-Überprüfung	6
10 Kalibrierung	7
10.1 Aufstellen der Kalibrierkurve	7
10.1.1 Allgemeines	7
10.1.2 Bei Verwendung des LiF200	7
10.1.3 Bei Verwendung des LiF220	8
10.2 Messdauer	8
10.3 Überprüfung	9
11 Durchführung	9
12 Auswertung	9
13 Angabe der Ergebnisse	9
14 Präzision	9
14.1 Allgemeines	9
14.2 Wiederholbarkeit	10
14.3 Vergleichbarkeit	10
15 Prüfbericht	10
Anhang A (normativ) Interferenzen, Matrixeffekte und Hinweise	11
Literaturhinweise	12

Tabellen

Tabelle 1 — Spektrometer-Anforderungen	5
--	---

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-06-12 AA „Röntgenfluoreszenz-Analyse“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschuss 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.

Dieses Dokument leistet einen Beitrag zur Förderung der Europäischen Normung. Es unterscheidet sich zu DIN EN 13723 in folgenden Punkten:

- a) im Unterschied zu DIN EN 13723 handelt es sich bei DIN 51769-12 um ein RFA-Verfahren ohne internen Standard;
- b) gegenüber DIN EN 13723 wird bei DIN 51769-12 die Bestimmungsgrenze auf 3 mg/l abgesenkt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung niedriger Bleigehalte in Kraftstoffen mittels wellenlängendispersiver Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) fest. Dieses Dokument gilt für flüssige Kraftstoffe mit einem Bleigehalt von 3 mg/l bis 25 mg/l.

ANMERKUNG Für die Zwecke dieses Dokuments wird zur Angabe des Volumenanteils 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 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 51418-1, *Röntgenspektralanalyse — Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) — Teil 1: Allgemeine Begriffe und Grundlagen*

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

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 51418-1.

4 Kurzbeschreibung

Die zu analysierende Probe wird in einem Probengefäß (Probenküvette) der Primärstrahlung einer Röntgenröhre ausgesetzt. Die Zählraten der Pb- $L_{\alpha 1}$ -Röntgenfluoreszenz und die Zählraten der Untergrundstrahlung bei zwei Untergrundmesspunkten werden gemessen. Die Bleikonzentration der Probe wird aus einer vorab mit Blei-Kalibrierstandards und einer Nulllösung aufgestellten Bezugskurve ermittelt.

Bezüglich Interferenzen und Matrixeffekte ist Anhang A zu beachten.

5 Chemikalien

Sofern nicht anders festgelegt, dürfen nur Chemikalien mit bekanntem analytischen Reinheitsgrad verwendet werden.

5.1 2,2,4-Trimethylpentan (Isooctan).

5.2 Toluol.

5.3 Nulllösung, Gemisch aus 50 % (V/V) 2,2,4-Trimethylpentan und 50 % (V/V) Toluol.

5.4 Blei-bis(2-ethylhexanoat) oder ein geeigneter Blei-Referenzstandard.