

Prüfung flüssiger Brennstoffe
Bestimmung des Vanadium- und Nickelgehaltes
Teil 7: Röntgenfluoreszenz-Analyse nach der
Fundamental-Parameter-Methode

DIN
51790-7

ICS 75.160.20

Testing of liquid fuels – Determination of vanadium and nickel content – Part 7: Analysis by Wavelength dispersive X-ray spectrometry (XRS) and Fundamental-Parameter-Method

Essais des combustibles liquides – Détermination de la teneur en vanadium et nickel – Partie 7: Analyse par fluorescence X, méthode des paramètres fondamentaux

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 642 „Röntgenfluoreszenz-Analyse nach der Fundamental-Parameter-Methode“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

DIN 51790 „Prüfung flüssiger Brennstoffe – Bestimmung des Vanadium- und Nickelgehaltes“ besteht aus:

- Teil 3: Vanadiumgehalt im Bereich 0,4 mg/kg bis 4,0 mg/kg; Bestimmung durch Nicht-flammen-Atomabsorptionsspektroskopie nach dem Veraschen
- Teil 4: Im Bereich > 1 mg/kg Massenanteil; Bestimmung durch Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) nach dem Veraschen
- Teil 6: Direkte Bestimmung durch optische Emissionsspektralanalyse mit induktiv angekoppeltem Plasma (ICP/OES)
- Teil 7: Röntgenfluoreszenz-Analyse nach der Fundamental-Parameter-Methode

Fortsetzung Seite 2 bis 6

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP im DIN

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für homogene flüssige Mineralölerzeugnisse und Brennstoffe, die Massenanteile an Vanadium im Bereich 0 mg/kg bis 500 mg/kg und Nickel im Bereich 0 mg/kg bis 100 mg/kg besitzen. Der Schwefelgehalt dieser Proben darf im Bereich von 0 % bis 3 % (Massenanteil) liegen.

Der Schwefelgehalt wird bei diesem Verfahren methodenbedingt mitbestimmt, die Ergebnisse sind verwendbar. Ist in einer Probe nur der Schwefelgehalt zu bestimmen, so kann es zweckmäßig sein, nach den einschlägigen Schwefelbestimmungsmethoden zu analysieren.

Das Verfahren ist auch auf feste Mineralölerzeugnisse oder Zusätze anwendbar, soweit sie in geeigneten organischen Lösemitteln homogen löslich sind.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 1333, *Zahlenangaben*.

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

DIN 51418-2, *Röntgenspektralanalyse – Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) – Teil 2: Begriffe und Grundlagen zur Messung, Kalibrierung und Auswertung*.

DIN 51750-1, *Prüfung von Mineralölen – Probenahme – Allgemeines*.

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

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse – Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren (ISO 4259:1992 + Cor 1:1993); Deutsche Fassung EN ISO 4259:1995*.

3 Einheit

mg/kg für Vanadium und Nickel, Massenanteil in % für Schwefel

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die zu analysierende Probe wird in einem Probengefäß der Primärstrahlung einer Röntgenröhre ausgesetzt. Die Impulsraten der dabei angeregten K_{α} -Röntgenfluoreszenz-Strahlungen sowie die Impulsraten der Untergrundstrahlungen werden gemessen.

Der Vanadium-, Nickel- und Schwefelgehalt mit Hilfe von Bezugslösungen und einer Software zur Berechnung der Korrekturkoeffizienten aus Bezugskurven ermittelt.

Das Verfahren ist unabhängig von der Art der erfassten Vanadium-, Nickel- bzw. Schwefelverbindungen, von der Zusammensetzung der Probe und der Art der Begleitelemente.

5 Geräte

- Übliches Gerät,
- wellenlängendispersives Röntgenspektrometer (siehe auch DIN 51418-1 und DIN 51418-2), das gestattet, die Impulsraten der $V-K_{\alpha}$, $Ni-K_{\alpha}$ - und $S-K_{\alpha}$ -Röntgenfluoreszenz-Strahlung zu messen,
- Software für die Anwendung der Fundamental-Parameter-Methode zur Berechnung der entsprechenden Alpha Korrekturfaktoren. (Die Software kann Teil der Gerätesoftware sein, separate Software ist ebenfalls möglich)¹⁾,
- für die Bestimmung des Vanadium-, Nickel- und Schwefelgehaltes eignet sich z. B. folgende Ausstattung des Röntgenspektrometers:

1) Über Bezugsquellen gibt Auskunft: Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, Kapstadtring 2, 22297 Hamburg.