

	DIN 51852-3	
ICS 27.020; 71.100.45 Kühlmittel für Verbrennungsmotoren – Prüfverfahren – Teil 3: Direkte Bestimmung der Elementgehalte aus Additiven und Verunreinigungen durch optische Emissionsspektralanalyse mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES) Coolants for internal combustion engines – Test methods – Part 3: Direct determination of element contents from additives and impurities by optical emission spectral analysis with inductively coupled plasma (ICP OES) Liquide de refroidissement pour les moteurs à combustion interne – Méthodes d’essais – Partie 3: Détermination directe du contenu en additives et en impuretés par spectroscopie d’émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP OES) Gesamtumfang 16 Seiten DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP		

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	5
5 Geräte	5
5.1 Atomemissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES)	5
5.2 Laborgeräte	7
6 Chemikalien	8
7 Probenahme	8
8 Aufstellen der Bezugskurven	9
8.1 Bezugslösungen	9
8.2 Kalibrierlösungen und Kalibrierkontrolllösungen	11
8.3 Aufstellen der Kalibriergeraden	11
8.4 Überprüfen der Kalibrierung	12
9 Einstellen des ICP OES-Spektrometers	12
10 Probenvorbereitung	12
10.1 Allgemeines	12
10.2 Probenmessung	12
11 Durchführung	13
12 Auswertung	13
13 Angabe der Ergebnisse	14
14 Präzision	14
14.1 Allgemeines	14
14.2 Wiederholbarkeit, <i>r</i>	14
14.3 Vergleichbarkeit, <i>R</i>	14
15 Prüfbericht	15
Literaturhinweise	16

Tabellen

Tabelle 1 — Konzentrationsbereiche	4
Tabelle 2 — Übersicht über empfohlene Analysenlinien und potenzielle Interferenzen — Abrieb/Verunreinigungen	6
Tabelle 3 — Empfohlene Wellenlängen für die Messung eines Elements als interner Standard . .	7
Tabelle 4 — Mögliche Elemente in einer Multielement-Standardstammlösung	8
Tabelle 5 — Herstellungsbeispiel der Bezugslösungen	9
Tabelle 6 — Analyt-Konzentrationen der Bezugslösungen	10
Tabelle 7 — Wiederholbarkeit und Vergleichbarkeit — Analyt	14

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitskreis NA 062-06-63-01 AK „Kühlmittel für Verbrennungsmotoren – Prüfmethoden“ des Arbeitsausschuss NA 062-06-63 AA „Gebrauchtöluntersuchung“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Die Angaben für die Präzision sind durch statistische Auswertung der Ergebnisse von Ringversuchen, die im FAM durchgeführt wurden, ermittelt worden.

DIN 51852, *Kühlmittel für Verbrennungsmotoren — Prüfverfahren* besteht aus den folgenden Teilen:

- *Teil 1: Allgemeines*¹
- *Teil 2: Probenahme*
- *Teil 3: Direkte Bestimmung der Elementgehalte aus Additiven und Verunreinigungen durch optische Emissionsspektralanalyse mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES)*

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.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

¹ Aktuell in Erarbeitung.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung der in ungebrauchten und gebrauchten Kühlmitteln aufgelisteten Elemente fest, die aus dem Additivanteil, aus dem Abrieb oder aus Verunreinigungen stammen können. Es handelt sich hierbei insbesondere um die Elemente:

Calcium, Magnesium, Zink, Natrium, Kalium, Eisen, Silizium, Mangan, Molybdän, Nickel, Kupfer, Phosphor, Schwefel, Strontium, Bor, Aluminium, Blei und Chrom.

Die Bestimmung ist anwendbar für alle Kühlmittel. Die Bestimmung erfolgt mit Hilfe der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES). Die in Tabelle 1 gelisteten Konzentrationsbereiche können bestimmt werden.

Höhere und geringere Konzentrationen können durch Anpassung des Verdünnungsverhältnisses gemessen werden.

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.

Tabelle 1 — Konzentrationsbereiche

Element	Typische Elementkonzentrationen mg/kg
Aluminium	1 bis 100
Bor	10 bis 2 500
Blei	1 bis 100
Calcium	1 bis 100
Chrom	1 bis 100
Eisen	1 bis 100
Kalium	10 bis 10 000
Kupfer	1 bis 100
Magnesium	1 bis 100
Mangan	1 bis 100
Molybdän	10 bis 1 000
Natrium	100 bis 10 000
Nickel	1 bis 100
Phosphor	1 bis 100
Schwefel	1 bis 500
Silizium	10 bis 1 000
Strontium	1 bis 100
Zink	1 bis 100

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument gibt nicht vor, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, vor ihrer Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Prüfpersonals zu ergreifen, zu überprüfen, inwieweit hierzu gesetzliche Anforderungen bestehen, und diese zu erfüllen.

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 1333, *Zahlenangaben*

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

DIN 51852-2, *Kühlmittel für Verbrennungsmotoren — Prüfverfahren — Teil 2: Probenahme*

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

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 51008-2.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>
- DKE-IEV: verfügbar unter <https://www.dke.de/DKE-IEV>

4 Kurzbeschreibung

Die zu untersuchende Probe wird mit Hilfe eines geeigneten ICP OES-Spektrometers (5.1) bestimmt. Die zu untersuchende Probe wird mit Wasser verdünnt und direkt dem ICP OES-Spektrometer zugeführt. Bewährt hat sich ein Verdünnungsverhältnis von 1 + 1 bis 1 + 19. Dabei muss für die Probendosierung eine Förderpumpe verwendet werden. Der Elementgehalt wird durch Vergleich mit entsprechenden Bezugslösungen bestimmt.

5 Geräte

5.1 Atomemissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES)

Es muss ein ICP OES-Spektrometer, das für die Analyse von Kühlmitteln ausgerüstet und geeignet ist, verwendet werden.

Das optische ICP-Emissionsspektrometer besteht aus einem Probenzuführungssystem, dem Plasma (als Anregungs-/Emissionsquelle), einer Plasmafackel, einem optischen System, einem Detektor und einem Computersystem.

Typische ICP-OES-Instrumente weisen eine Vielzahl von Konfigurationen auf, und für eine bessere Stabilität bei hoher Matrix und Empfindlichkeit sind folgende Faktoren zu berücksichtigen: einstellbare Gasflusssteuerung, wählbare Analysewellenlängen, optische Auflösung, wählbare Ansicht (von der Seite (radiale Ansicht) oder von beiden Seiten (doppelte radiale Ansicht) oder von der zentralen symmetrischen Achse des Plasmas [axiale Ansicht]), gleichzeitige Erfassung von Spektren und Untergrundkorrektur von Spektren.

Zur Einhaltung der Präzision muss eine Förderpumpe für die Probendosierung zum Zerstäuber verwendet werden. Dazu muss das Spektrometer in der Lage sein, bei den in Tabelle 2 genannten Wellenlängen störungsfrei zu messen. Da die Höhe des spektralen Untergrunds von der Zusammensetzung der Probe beeinflusst werden kann, muss immer mit Nettointensitäten (Untergrundkorrektur) gearbeitet werden.

Tabelle 2 gibt Auskunft über empfohlene Wellenlängen.