

DIN ISO 10478

ICS 75.160.20

**Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung von Aluminium und Silizium in Kraft- und Brennstoffen –
Verfahren der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv
gekoppeltem Plasma und der Atomabsorptionsspektrometrie
(ISO 10478:1994)**

Petroleum products –

Determination of aluminium and silicon in fuel oils –

Inductively coupled plasma emission and atomic absorption spectroscopy methods
(ISO 10478:1994)

Produits pétroliers –

Détermination de l'aluminium et du silicium dans les combustibles –

Méthodes par spectroscopie d'émission à plasma induit et spectroscopie d'absorption
atomique (ISO 10478:1994)

Gesamtumfang 14 Seiten

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

Inhalt

	Seite
Nationales Vorwort.....	3
Nationaler Anhang NA (informativ) Literaturhinweise	3
1 Anwendungsbereich.....	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Reagenzien.....	5
5 Geräte.....	6
6 Probenvorbereitung.....	7
7 Prüfverfahren	7
7.1 Prüfmenge	7
7.2 Vorbereitung der Prüflösung	7
7.3 Vorbereitung der Blindlösung.....	8
7.4 Vorbereitung der Kalibrierlösungen.....	8
7.5 Einstellung und Bedienung des Atomemissionsspektrometers mit induktiv gekoppeltem Plasma.....	9
7.6 Einstellung und Betrieb des Atomabsorptionsspektrometers.....	10
8 Berechnung.....	12
9 Angabe der Ergebnisse	12
10 Präzision	13
10.1 Präzisionsdaten für Ergebnisse, die mittels optischer Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma bestimmt wurden	13
10.2 Präzisionsdaten für Ergebnisse, die mittels Atomabsorptionsspektrometrie bestimmt wurden	13
11 Prüfbericht.....	14

Nationales Vorwort

Dieses Dokument enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 10478:1994, die im Technischen Komitee ISO/TC 28 „Petroleum products and related products of synthetic or biological origin“ (Sekretariat: NEN, Niederlande) ausgearbeitet wurde.

Das zuständige nationale Gremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-34 AA „Anforderungen an Heizöle und Schifffahrtbrennstoffe“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN [und/oder DKE] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Für die Zwecke dieses Dokuments wird zur Angabe des Massenanteils einer Substanz der Ausdruck „% (m/m)“ verwendet.

Für die in diesem Dokument zitierten internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 648	siehe DIN EN ISO 648
ISO 1042	siehe DIN EN ISO 1042
ISO 3696	siehe DIN ISO 3696
ISO 3819	siehe DIN EN ISO 3819
ISO 4788	siehe DIN EN ISO 4788

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 648, *Laborgeräte aus Glas — Vollpipetten*

DIN EN ISO 1042, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben*

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

DIN EN ISO 3819, *Laborgeräte aus Glas — Becher*

DIN EN ISO 4788, *Laborgeräte aus Glas — Messzylinder und Mischzylinder*

Mineralölerzeugnisse — Bestimmung von Aluminium und Silizium in Kraft- und Brennstoffen — Verfahren der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma und der Atomabsorptionsspektrometrie

WARNUNG — Die Anwendung dieser Internationalen Norm kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm beansprucht nicht, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Der Anwender dieser Norm ist dafür verantwortlich, vorher angemessene Maßnahmen in Hinblick auf den Arbeitsschutz einzuleiten und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Aluminium- und Siliziumgehalts in Kraft- und Brennstoffen mit Konzentrationen zwischen 5 mg/kg und 150 mg/kg für Aluminium und zwischen 10 mg/kg und 250 mg/kg für Silizium durch die optische Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma und die Atomabsorptionsspektrometrie fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Normen enthalten Festlegungen, die durch Bezugnahme Bestandteile dieser Internationalen Norm sind. Die angegebenen Ausgaben waren beim Erscheinen dieser Norm gültig. Da Normen von Zeit zu Zeit überarbeitet werden, wird den Anwendern dieser Norm empfohlen, immer auf die jeweils neueste Fassung der unten angegebenen Normen zurückzugreifen. IEC- und ISO-Mitglieder haben Verzeichnisse der jeweils gültigen Ausgabe der Internationalen Norm.

ISO 648:1977, *Laboratory glassware — One-mark pipettes*

ISO 835-2:1981, *Laboratory glassware — Graduated pipettes — Part 2: Pipettes for which no waiting time is specified*

ISO 1042:1983, *Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks*

ISO 3696:1987, *Water for analytical laboratory use — Specification and test methods*

ISO 3819:1985, *Laboratory glassware — Beakers*

ISO 4788:1980, *Laboratory glassware — Graduated measuring cylinders*

3 Kurzbeschreibung

Eine abgewogene Menge der homogenisierten Probe wird in einer sauberen Platinschale erhitzt, das brennbare Material durch Verbrennen entfernt und der Kohlenstoff zum Schluss durch Erhitzen in einem Muffelofen bei einer Temperatur von $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ entfernt. Der Rückstand wird mit einem Dilithiumtetraborat-/Lithiumfluorid-Flussmittel aufgeschmolzen, das aufgeschmolzene Gemisch in einer Lösung aus Weinsäure und Salzsäure aufgeschlossen und mit Wasser auf das gewünschte Volumen verdünnt.

Die Lösung wird entweder in das Plasma eines Emissionsspektrometers mit induktiv gekoppeltem Plasma (en: inductively coupled plasma emission spectrometer, ICPES) gesaugt, wobei die Emissionsstrahlung der Resonanzlängen von Aluminium/Silizium gemessen und mit der von Standard-Kalibrierlösungen verglichen wird, oder sie wird in die Flamme eines Atomabsorptionsspektrometers (AAS) gesaugt, wobei die Absorption der Resonanzstrahlung des Aluminiums/Siliziums gemessen und mit der von Standardkalibrierlösungen verglichen wird.

4 Reagenzien

Bei der Analyse sind nur Reagenzien mit bekannter analytischer Reinheit zu verwenden, sowie nur Wasser mit einem Reinheitsgrad von mindestens 3 wie in ISO 3696 festgelegt.

4.1 Kaliumhydrogensulfat, (KHSO_4), aufgeschmolzener Feststoff.

4.2 Flussmittel, Gemisch aus 90 % (m/m) Dilitiumtetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) und 10 % (m/m) Lithiumfluorid (LiF).

4.3 Propan-2-ol.

4.4 Toluol.

4.5 Toluol/Propan-2-ol-Gemisch (1 + 1).

Ein Volumenanteil Toluol wird mit einem Volumenanteil Propan-2-ol vermischt.

4.6 Salzsäure, konzentriert, 36 % (m/m).

4.6.1 Salzsäurelösung (1 + 1).

Ein Volumenanteil Salzsäure (4.6) wird mit einem Volumenanteil Wasser vermischt.

4.6.2 Salzsäurelösung (1 + 2).

Ein Volumenanteil Salzsäure (4.6) wird mit zwei Volumenanteilen Wasser vermischt.

4.7 Weinsäure

4.7.1 Weinsäure/Salzsäure-Lösung.

5 g Weinsäure werden in etwa 500 ml Wasser und 40 ml Salzsäure (4.6) gelöst. Die Lösung wird mit Wasser auf 1 000 ml verdünnt.

4.8 Standardlösungen

4.8.1 Aluminiumstandardlösungen

Entweder wird eine vorgefertigte, handelsübliche Aluminium-Standardlösung verwendet (1 000 mg/l), oder die Standardlösung wird hergestellt, indem in einem 400-ml-Becherglas (5.12) 1,000 g metallisches Aluminium (Draht, 99,99 % Reinheit) unter vorsichtigem Erhitzen in 50 ml Salzsäure (4.6) aufgelöst werden. Nachdem die Lösung abgekühlt ist, wird sie in einen Messkolben (5.8) umgefüllt und mit Wasser quantitativ auf 1 000 ml verdünnt.