

DIN 51627-5

ICS 75.160.20

Einsprüche bis 2009-07-09

Entwurf**Kraftstoffe für Kraftfahrzeuge –
Prüfverfahren –****Teil 5: Direkte Bestimmung von Spurenelementen in Dieselkraftstoff und
Mischungen von Dieselkraftstoff mit bis zu 20 % (V/V)
Fettsäuremethylester (FAME) durch optische Emissionsspektralanalyse
mit induktiv gekoppelten Plasma (ICP OES)**

Automotive Fuels –

Test methods –

Part 5: Direct determination of trace elements in diesel fuels and blends of Diesel fuel with FAME contents of up to 20 % (V/V) by inductively coupled plasma optical emission spectroscopy (ICP OES)

Carburants pour automobiles –

Méthodes d'essai –

Partie 5: Détermination directe des éléments traces dans les carburants diesel et mélanges de carburants diesels avec 20 % (V/V) d'ester méthylique d'acide gras par spectrométrie d'émission avec plasma à couplage inductif (ICP OES)

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2009-03-09 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise als Datei per E-Mail an stellungnahme@fam-hamburg.de in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, 22205 Hamburg, Postfach 60 05 49 (Hausanschrift: Überseering 40, 22297 Hamburg).

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevante Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 14 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	7
7 Bezugslösungen	7
7.1 Allgemeines	7
7.2 Herstellung der Bezugslösungen	7
7.3 Herstellung der Verdünnungs-Lösung mit Referenzelement (Interne-Standard-Lösung)	8
7.4 Herstellung der Kalibrier- und Kontroll-Lösung	8
8 Kalibrierung	9
8.1 Allgemeines	9
8.2 Aufstellen der Kalibrierkurven	9
8.3 Überprüfung der Kalibrierung	10
9 Analyse der Proben	11
9.1 Probenvorbereitung	11
9.2 Durchführung	11
10 Auswertung	12
11 Angabe des Ergebnisses	12
12 Präzision	12
12.1 Allgemeines	12
12.2 Wiederholbarkeit, r	12
12.3 Vergleichbarkeit, R	13
13 Prüfbericht	13
Literaturhinweise	14

Vorwort

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

Die Angaben für die Präzision werden durch statistische Auswertung der Ergebnisse von Ringversuchen des FAM ermittelt.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur direkten Bestimmung von Elementspuren in Dieseldieselkraftstoff und Mischungen von Dieseldieselkraftstoff mit bis zu 20 % (V/V) Fettsäuremethylester (FAME) durch optische Emissionsspektalanalyse mit induktiv gekoppelten Plasma (ICP OES) fest, die in öllöslicher Form vorliegen können.

Das Verfahren umfasst die folgenden Elemente:

Aluminium, Barium, Blei, Calcium, Cer, Chrom, Eisen, Kalium, Kupfer, Mangan, Magnesium, Molybdän, Natrium, Nickel, Phosphor, Silizium, Zink, und Zinn.

ANMERKUNG Andere Mitteldestillate können nach diesem Prüfverfahren in gleicher Weise untersucht werden.

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 1042, *Laborgeräte aus Glas — Meßkolben*

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 gewogener Probenteil wird mit Kerosin oder einem anderen geeigneten Lösungsmittel im Verhältnis 1:2 verdünnt und anschließend zur Analyse direkt in das Plasma des simultanen oder geeigneten Sequenz-ICP OES Spektrometers eingesprüht. Für Vergleichszwecke und zur Kalibration werden Kalibrierlösungen verwendet, welche die zu untersuchenden Elemente in bekannten Gehalten im Bereich von 0,1 mg/kg bis 5 mg/kg enthalten.

Da die Menge des Probenaaerosols 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 weniger Aerosol. Da in diesem Fall sowohl weniger von dem Referenzelement als auch vom Analyt im Plasma ankommt, können solche Transporteekte über ein Referenzelement korrigiert werden.

4 Chemikalien

Es dürfen nur Chemikalien mit bekanntem hohen Reinheitsgrad verwendet werden, sofern sie nicht durch eine andere Art spezifiziert sind.

4.1 Lösemittel, Kerosin, z. B. Siedebereich 175 °C bis 250 °C oder Siedegrenzenbenzin, z. B. Siedebereich 155 °C bis 195 °C

WARNUNG — Lösemittel sind entzündlich und gesundheitsschädlich!

4.2 Element-Stammlösungen

4.2.1 Element-Stammlösungen, gelöst in Öl, mit z. B. 500 mg/kg „S21+K Multielementstandard“¹⁾.

4.2.2 Einzel-Element-Stammlösungen der zu untersuchenden Elemente, gelöst in Öl, mit z. B. 500 mg/kg¹⁾.

4.2.3 Einzel-Element-Stammlösungen als Interner Standard, gelöst in Öl, mit z. B. 1 000 mg/kg Yttrium, Cobalt oder Scandium¹⁾.

Die Eignung dieser Elemente als Interner Standard (Element/Spektrallinie) ist vorher zu überprüfen und sicherzustellen.

4.3 Weißöl, mit einer zur untersuchenden Probe vergleichbaren kinematischen Viskosität von etwa 1,5 mm²/s bis 6,0 mm²/s bei 40 °C, z. B. Paraffinum subliquidum oder Neutralöl ISO VG 5¹⁾.

4.4 Ethylhexansäure, zur Analyse

4.5 Argon, mit einem Massenanteil von mindestens $w(\text{Ar}) \geq 99,996 \%$.

ANMERKUNG Um Kohlenstoffablagerungen im Bereich der Plasma-Fackel zu vermeiden, können dem Argon-Gasstrom kleine Sauerstoffmengen mittels eines Dosierventils zugegeben werden. Die Benutzung von Argongas mit kleinen Sauerstoffanteilen ist ebenfalls zulässig.

5 Geräte

5.1 Laborgeräte

5.1.1 Allgemeines

Da es sich bei dieser Bestimmung um Spurenanalytik handelt, müssen alle Gefäße sorgfältig gereinigt werden. Um lösliche Verunreinigungen zu beseitigen, sollten Glasgefäße mit verdünnter Salpetersäure gereinigt werden und danach für mindestens 2 Tage mit deionisiertem Wasser gefüllt werden.

5.1.2 Glasgeräte, z. B. Bechergläser, Messkolben 20 ml, 50 ml und 500 ml mit Graduierung und Verschluss nach DIN EN ISO 1042.

5.1.3 Probengefäße, z. B. 100-ml-Flaschen mit Schraubverschluss aus HDPE.

ANMERKUNG 1 Um die Verunreinigung der Messlösungen möglichst gering zu halten, wird empfohlen, alle Lösungen in Polyethylenflaschen (HDPE oder PTFE, PFA, FEP) anzusetzen. Die Oberflächen, die mit den Messlösungen in Berührung kommen können, sollten nicht mit der Hand angefasst werden.

ANMERKUNG 2 Alternativ sind auch Glasgefäße nutzbar, sofern Natrium, Aluminium oder Silizium nicht bestimmt werden müssen.

1) Über Bezugsquellen gibt Auskunft: Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, Überseering 40, 22297 Hamburg