

DIN 51769-10

ICS 75.160.20

Entwurf

Einsprüche bis 2012-08-02
Vorgesehen als Ersatz für
die 1995-03 zurückgezogene
Norm
DIN 51769-10:1981-10

**Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung niedriger Bleigehalte in Kraftstoffen –
Teil 10: Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)**

Petroleum products –
Determination of low lead contents in gasolines –
Part 10: Wavelength-dispersive-X-ray fluorescence analysis (XRF)

Produits pétroliers –
Détermination des faibles teneurs en plomb total dans les carburants –
Partie 10: Méthode par fluorescence X dispersive en longueur d'onde

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2012-03-12 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 oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de, sofern dort wiedergegeben;
- 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 relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 12 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	4
5 Geräte	5
6 Probennahme	5
7 Kalibrierlösungen	6
7.1 Herstellung der Bleibezugslösungen	6
7.2 Lagerung und Stabilität der Kalibrierlösungen	6
8 Einstellungen	6
8.1 Messparameter	6
8.2 Optimierung	6
8.3 Spektrometer-Überprüfung	6
9 Kalibrierung	6
9.1 Allgemeines	6
9.2 Aufstellen der Kalibrierkurve	7
9.3 Messdauer	8
9.4 Überprüfung	9
10 Durchführung	9
11 Auswertung	9
12 Angabe der Ergebnisse	9
13 Präzision	9
13.1 Allgemeines	9
13.2 Wiederholbarkeit, r	9
13.3 Vergleichbarkeit, R	9
14 Prüfbericht	9
Anhang A (normativ) Interferenzen und Matrixeffekte	11
Literaturhinweise	12

Vorwort

Dieser Norm-Entwurf wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-06-12 AA „Röntgenfluoreszenz-Analyse“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

DIN 51769 Mineralölerzeugnisse besteht aus:

- Teil 6: Bestimmung des Bleigehaltes (Gesamtblei) von Ottokraftstoffen mit einer Massenkonzentration an Blei über 25 mg/l — Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)
- Teil 9: Bestimmung des Bleigehaltes (Gesamtblei) von flüssigen Mineralöl-Kohlenwasserstoffen mit einem Massenanteil an Blei von 50 bis 1 000 µg/kg, Iodmonochloridaufschluss — Extraktion mit Dithizon und photometrische Endbestimmung des Bleidithizonats
- Teil 10: Bestimmung niedriger Bleigehalte in Kraftstoffen — Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)

Dieser Norm-Entwurf leistet einen Beitrag zur Förderung der Europäischen Normung. Er unterscheidet sich von DIN EN 13723:2002-10 in folgenden Punkten:

- a) im Unterschied zu DIN EN 13723:2002-10 handelt es sich bei E DIN 51769-10 um ein RFA-Verfahren ohne internen Standard;
- b) gegenüber DIN EN 13723:2002-10 wird bei E DIN 51769-10 die Bestimmungsgrenze auf 1 mg/l abgesenkt; zur Bestimmung der Präzisionsdaten ist ein Ringversuch derzeit in Vorbereitung;
- c) im Rahmen des Ringversuches wird auch geprüft, ob sich nach diesem Verfahren auch die Elemente Mn und Fe im geforderten Konzentrationsbereich bestimmen lassen.

Änderungen

Gegenüber der 1995-03 zurückgezogenen DIN 51769-10:1981-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anwendungsbereich und Kurzbeschreibung überarbeitet: Bestimmung von Kraftstoffen statt Schmierstoffen; und
- b) Bestimmung des Bleigehaltes bis 25 mg/l mittels wellenlängendispersiver Röntgenfluoreszenz-Analyse statt Atomabsorptionsspektroskopie (AAS).

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für flüssige Kraftstoffe mit einem Blei-Gehalt von 1 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 dieses Dokuments kann den Einsatz gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument gibt nicht vor, alle mit seiner Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Der Anwender dieses Dokuments ist dafür verantwortlich, vorher angemessene Maßnahmen im Hinblick auf Sicherheit und Gesundheit zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

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 EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probennahme*

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

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren*

3 Kurzbeschreibung

Die zu analysierende Probe wird in einem Probengefäß (Probenküvette) der Primärstrahlung einer Röntgenröhre ausgesetzt.

Die Zählraten der Pb-L_{α1}-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.

4 Chemikalien

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

4.1 2,2,4-Trimethylpentan (Isooctan)

4.2 Toluol

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

4.4 Bleibis(2-ethylhexanoat) oder ein zertifizierter Blei-Referenzstandard