

DIN EN 14538



ICS 67.200.10

Einsprüche bis 2024-03-19
Vorgesehen als Ersatz für
DIN EN 14538:2006-09

Entwurf

**Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen –
Fettsäure-Methylester (FAME) –
Bestimmung des Ca-, K-, Mg- und Na-Gehaltes durch optische
Emissionsspektralanalyse mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES);
Deutsche und Englische Fassung prEN 14538:2024**

Fat and oil derivatives –
Fatty acid methyl ester (FAME) –
Determination of Ca, Mg, Na, K and P content by optical emission spectral analysis with
inductively coupled plasma (ICP OES);
German and English version prEN 14538:2024

Produits dérivés des corps gras –
Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) –
Détermination de la teneur en Ca, K, Mg et Na par spectrométrie d'émission optique avec
plasma à couplage inductif (ICP OES);
Version allemande et anglaise prEN 14538:2024

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-01-19 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an stellungnahme@fam-hamburg.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, Große Elbstr. 131, 22767 Hamburg.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 25 Seiten

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

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14538:2024) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 062-06-11 AA „Atomspektrometrie“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

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

Änderungen

Gegenüber DIN EN 14538:2006-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Aktualisierung der Präzision für Ca, Mg, Na und K nach der statistischen Auswertung neuer Ringversuchsdaten nach EN ISO 4259-1;
- b) Aufnahme der Bestimmung des P-Gehaltes mit Präzisionswerten aus der statistischen Auswertung neuer Ringversuchsdaten nach EN ISO 4259-1;
- c) Ergänzung des Abschnitts 3 „Begriffe“ und entsprechende Anpassung der Nummerierung der folgenden Abschnitte;
- d) Ergänzung von Literaturhinweisen.

Erzeugnisse aus pflanzlichen und tierischen Fetten und Ölen – Fettsäure-Methylester (FAME) – Bestimmung des Ca-, K-, Mg- und Na-Gehaltes durch optische Emissionsspektralanalyse mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES)

Fat and oil derivatives – Fatty acid methyl ester (FAME) – Determination of Ca, Mg, Na, K and P content by optical emission spectral analysis with inductively coupled plasma (ICP OES)

Produits dérivés des corps gras – Esters méthyliques d'acides gras (EMAG) – Détermination de la teneur en Ca, K, Mg et Na par spectrométrie d'émission optique avec plasma à couplage inductif (ICP OES)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Kurzbeschreibung	5
5 Chemikalien	5
6 Prüfgeräte	5
7 Probenahme	6
8 Herstellen der Kalibrierlösungen und der Nulllösung	7
8.1 Allgemeines	7
8.2 Kalibrierlösungen	7
8.3 Kalibrierkontrolllösung	7
9 Kalibrierung	8
9.1 Allgemeines	8
9.2 Kalibrierung	8
9.3 Überprüfung der Kalibrierung	8
10 Probenanalyse	8
10.1 Probenvorbereitung	8
10.2 Herstellung von hochkonzentrierten Proben	8
10.3 Messung	9
11 Berechnung	9
12 Angabe der Ergebnisse	9
13 Präzision	9
13.1 Allgemeines	9
13.2 Wiederholbarkeit, r	9
13.3 Vergleichbarkeit, R	10
14 Prüfbericht	10
Literaturhinweise	11

Tabellen

Tabelle 1 — Anwendungsbereiche für jedes Element	4
Tabelle 2 — Empfohlene Wellenlängen	6
Tabelle 3 — Kalibrierlösungen	7
Tabelle 4 — Kalibrierkontrolllösung	7
Tabelle 5 — Präzisionsdaten, r und R	10

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN 14538:2024) wurde vom Technischen Komitee CEN/TC 19 „Gasförmige und flüssige Kraft- und Brennstoffe, Schmierstoffe und verwandte Produkte aus Erdöl und mit biologischem oder synthetischem Ursprung“ erarbeitet, dessen Sekretariat von NEN gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur CEN-Umfrage vorgelegt.

Dieses Dokument wird EN 14538:2006 ersetzen.

prEN 14538:2024 beinhaltet die folgenden wesentlichen technischen Änderungen im Vergleich zu EN 14538:2006:

- Aktualisierung der Details der Präzision für Ca, Mg, Na und K nach der statistischen Auswertung neuer Ringversuchsdaten [1] in Übereinstimmung mit EN ISO 4259-1 [2];
- Aufnahme der Bestimmung des P-Gehaltes mit Details der Präzision aus der statistischen Auswertung neuer Ringversuchsdaten [1] in Übereinstimmung mit EN ISO 4259-1 [2];
- Ergänzung von Abschnitt 3 „Begriffe“ und entsprechend neue Benummerung der anderen Abschnitte;
- Ergänzung eines Abschnitts „Literaturhinweise“ mit zwei Verweisungen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur direkten Bestimmung der Seifebilder Calcium (Ca), Magnesium (Mg), Natrium (Na), Kalium (K) sowie Phosphor (P) in Fettsäure-Methylester (FAME, en: fatty acid methyl esters) mittels ICP OES fest.

Die Konzentrationen jeder Komponente oder der Kombinationen von Komponenten, für die dieses Verfahren anwendbar ist, sind in Tabelle 1 angegeben.

Tabelle 1 — Anwendungsbereiche für jedes Element

Element	Anwendungsbereich mg/kg
Ca	0,31 bis 5,44
Mg	0,31 bis 4,57
Na	0,43 bis 4,98
K	0,59 bis 5,34
P	0,97 bis 5,00
Ca + Mg	0,53 bis 9,40
Na + K	1,05 bis 9,94
Ca + Mg + Na + K	1,42 bis 19,35

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung der Person, die das Dokument anwendet, vor der Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz zu ergreifen, und die Geltung weiterer diesbezüglicher Auflagen zu prüfen.

ANMERKUNG Für die Zwecke dieses Dokuments wird zur Angabe des Volumenanteils φ einer Substanz der Ausdruck „% (V/V)“ verwendet.

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).

EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme (ISO 3170)*

3 Begriffe

In diesem Dokument werden keine Begriffe aufgeführt.

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

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

4 Kurzbeschreibung

Eine genau abgewogene Menge einer FAME-Probe wird auf mindestens 1 + 1 mit Kerosin verdünnt. Diese Lösung wird direkt in das Plasma eines ICP-OES-Spektrometers eingebracht. Der Analytgehalt wird durch den Vergleich mit Kalibrierlösungen bestimmt. Es wird der Gehalt von Calcium, Magnesium, Natrium, Kalium und Phosphor angegeben.

ANMERKUNG 1 Es kann ein interner Standard verwendet werden, um Viskositätsauswirkungen zu korrigieren.

ANMERKUNG 2 Alle Beispiele in diesem Dokument werden für eine Verdünnung der Proben von 1 + 2 mit Kerosin berechnet.

5 Chemikalien

5.1 Destillierter FAME, der weniger als 0,05 mg/kg Analytelemente enthält (es muss überprüft werden, ob irgendwelche Peaks erkennbar sind).

ANMERKUNG Es sind einige handelsübliche FAME-Blindproben mit Zertifikat auf dem Markt erhältlich.

5.2 Kerosin, Siedebereich zwischen 145 °C und 250 °C, das weniger als 0,05 mg/kg Analytelemente enthält (es muss überprüft werden, ob irgendwelche Peaks erkennbar sind).

ANMERKUNG Im Falle eines instabilen Plasmas oder im Falle besonderer Laboranforderungen kann Kerosin durch andere geeignete Lösemittel ersetzt werden, vorausgesetzt, dass sie frei von Analyten sind.

5.3 Element-Standardlösungen (Ca, Mg, Na, K, P), gelöst in Öl, z. B. mit jeweils 1 000 mg/kg je Element. Diese sind als Einzelelement- oder Mehrelement-Standardlösungen verfügbar.

5.4 Intermediärer Arbeitsstandard (jeweils 20 mg/kg) von Calcium, Magnesium, Natrium, Kalium, Phosphor.

Etwa 0,4 g jeder Element-Standardlösung (5.3) müssen auf 0,1 g in eine 50-ml-Flasche (6.1) genau eingewogen werden. Destillierter FAME (5.1) muss bis zu einer Gesamtmasse von etwa 20,0 g auf 0,1 g hinzugegeben werden. Unter Berücksichtigung der exakten Einwaagen müssen die genauen Konzentrationen des intermediären Arbeitsstandards berechnet werden.

ANMERKUNG Es sind einige handelsübliche Mehrelement-Standardlösungen auf dem Markt erhältlich.

5.5 Argon, mit einer Reinheit von mindestens $w(\text{Ar}) = 99,996\%$ (V/V).

Geringe Mengen an Sauerstoff dürfen dem Argongasstrom zugefügt werden (30 ml/min bis 100 ml/min), um Kohlenstoffablagerungen im Bereich der Plasmafackel zu verhindern.

ANMERKUNG Beim Hinzufügen von Sauerstoff ist es wichtig, zu beachten, dass die Empfindlichkeit im UV-Bereich stark reduziert ist (z. B. P 177 nm). Daher könnte es bei älteren Geräten notwendig sein, die Proben einmal mit (für Na und K) und einmal ohne (für P) die Zugabe von Sauerstoff zu analysieren.

6 Prüfgeräte

Handelsübliche Labor- und Glasgeräte, in Verbindung mit dem Folgenden:

6.1 30-ml- oder 50-ml-Flaschen mit Verschluss, vorzugsweise aus PP, LDPE, HDPE oder Polytetrafluorethylen (PTFE), FEP oder PFA.

Um eine Verunreinigung mit Phosphor aus den Phosphaten zu vermeiden, die in den zum Auswaschen der Flaschen verwendeten Reinigungsmitteln enthalten sind, müssen die Flaschen mindestens zweimal mit einer Salzsäurelösung (etwa 5 mol/l) gespült werden. Anschließend müssen sie mit destilliertem Wasser gespült und

dann getrocknet werden. Um eine Verunreinigung der zu prüfenden Proben zu vermeiden, sollten alle Lösungen in Kunststoffflaschen hergestellt werden. Oberflächen, die mit den Lösungen in Kontakt kommen können, sollten nicht mit der Hand berührt werden.

6.2 Analysenwaage, mit der Fähigkeit zur Anzeige auf 0,1 mg.

6.3 ICP-OES-Spektrometer

6.3.1 Allgemeines

Simultan- und gleichermaßen geeignetes Sequenz-ICP-OES-Spektrometer, ausgestattet für die Analyse organischer Flüssigkeiten, mit einem Hochfrequenzgenerator mit 27 MHz oder 40 MHz und einem für organische Lösemittel geeignetem Zerstäuber. Zum Einbringen der Probe in den Zerstäuber ist die Verwendung einer Förderpumpe erforderlich. Die Pumpenleitungen müssen für organische Flüssigkeiten geeignet sein. Sowohl die Inbetriebnahme als auch das Arbeiten mit dem ICP-OES-Spektrometer müssen nach der Bedienungsanleitung des Herstellers erfolgen.

Es wird empfohlen, ein ICP-OES-Spektrometer mit einer vertikalen Fackel und einer Beobachtung in Querrichtung (oder einer Beobachtung in zweifacher Querrichtung) zu verwenden, um die Bildung von Kohlenstoffrückständen an der Schnittstelle zu vermeiden und Matrixinterferenz durch die Anwesenheit von Kohlenstoff im Plasma zu minimieren.

Die Oberflächen, die mit den Arbeitslösungen in Kontakt kommen könnten, dürfen nicht berührt werden. Die Verwendung von Glasgeräten sollte vermieden werden, da Natrium erwiesenermaßen vom Glas auf den FAME übertragen wird.

ANMERKUNG Die Kalibrierkontrolllösung (CCS) kann verwendet werden, um die richtige Arbeitsweise der Geräte zu überprüfen.

6.3.2 Empfohlene Wellenlängen

Die empfohlenen Wellenlängen sind in Tabelle 2 angegeben. Wellenlängen sind als Linien im Vakuum oder als Linien in Luft (in Klammern) in Übereinstimmung mit den Angaben der verschiedenen Hersteller von ICP-Spektrometern angegeben.

Tabelle 2 — Empfohlene Wellenlängen

Element	Wellenlänge [nm]			
Ca	396,85	393,37	315,89	422,67
Mg	279,55	285,21	280,27	
Na	588,99	589,59		
K	766,49	769,89		
P	213,62	178,3	177,5	

Da die Höhe des Hintergrundsignals stark von den spektralen Strukturen abhängt, die von der Beschaffenheit der Probe und ihrer Herkunft verursacht werden, sind nur die Nettointensitäten aufzuzeichnen. Um das Rauschen so niedrig wie möglich zu halten, müssen Messsignal und Hintergrundsignal gleichzeitig gemessen werden.

7 Probenahme

Proben sind entsprechend dem in EN ISO 3170 beschriebenen Verfahren für die Probenahme von Dieselmotorkraftstoff zu entnehmen. Es werden Flaschen aus Kunststoff (Polyethylen [PE] oder Fluorethylenpropylen [FEP]) oder Epoxidharz-beschichtete Metallbehälter benötigt.