

DIN ISO 10478

ICS 75.160.20

Einsprüche bis 2015-06-03

Entwurf

**Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung von Aluminium und Silicium in Kraft- und Brennstoffen –
Verfahren der optischen Emissionsspektralanalyse mit induktiv
angekoppeltem Plasma und der Atomabsorptionsspektrometrie
(ISO 10478:1994);
Text Deutsch und Englisch**

Petroleum products –
Determination of aluminium and silicon in fuel oils –
Inductively coupled plasma emission and atomic absorption spectroscopy methods
(ISO 10478:1994);
Text in German and English

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);
Texte en allemand et anglais

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-04-03 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 online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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 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 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 23 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 Grundsatz	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 Leerwertlösung	8
7.4 Vorbereitung der Kalibrierlösungen	8
7.4.1 Aluminium	8
7.4.2 Silicium	8
7.4.3 Lagerung	8
7.5 Einstellung und Bedienung des Atomemissionsspektrometers mit induktiv angekoppeltem Plasma	9
7.5.1 Allgemeines	9
7.5.2 Peristaltische Pumpe	9
7.5.3 ICP-Anregungsquelle	9
7.5.4 Ermittlung der Wellenlänge	9
7.5.5 Parameter der Bedienung	9
7.5.6 Kalibrierkurve	9
7.5.7 Analyse der Prüflösung	9
7.6 Einstellung und Bedienung des Atomabsorptionsspektrometers	10
7.6.1 Allgemeines	10
7.6.2 Einstellungen für Aluminium	10
7.6.3 Einstellungen für Silicium	10
7.6.4 Kalibrierkurve	11
7.6.5 Analyse der Probelösung	11
8 Berechnung	12
9 Darstellung der Ergebnisse	12
10 Präzision	12
10.1 Präzisionsdaten für Ergebnisse, die mittels optischer Emissionsspektralanalyse mit induktiv angekoppeltem Plasma gewonnen wurden	12
10.1.1 Wiederholbarkeit, r	12
10.1.2 Vergleichspräzision, R	13
10.2 Präzisionsdaten für Ergebnisse, die mittels Atomabsorptionsspektrometrie gewonnen wurden	13
10.2.1 Wiederholbarkeit, r	13
10.2.2 Vergleichspräzision, R	13
11 Prüfbericht	13

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 Schifffahrtsbrennstoffe“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP).

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

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung des ISO 10478 entsprechend der diesbezüglich durch ISO erteilten Erlaubnis beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen ISO-Text.

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 Silicium in Kraft- und Brennstoffen — Verfahren der optischen Emissionsspektralanalyse mit induktiv angekoppeltem Plasma und der Atomabsorptionsspektrometrie

WARNUNG — Die Anwendung dieser Internationalen Norm kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm gibt nicht vor, 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 Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung von Aluminium- und Siliciumanteilen in Kraft- und Brennstoffen mit Konzentrationen von 5 mg/kg bis 150 mg/kg für Aluminium und von 10 mg/kg bis 250 mg/kg für Silicium durch die optische Emissionsspektralanalyse mit induktiv angekoppeltem Plasma und die Atomabsorptionsspektrometrie fest.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, 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).

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 Grundsatz

Eine abgewogene Menge der homogenisierten Probe wird in einem sterilen Platinbecken 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 Dillithiumtetraborat-/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 angekoppeltem Plasma (en: inductively coupled plasma emission spectrometer, ICPES) gesaugt und die Emissionsstrahlung der Resonanzlinien von Aluminium/Silicium ermittelt und mit der einer normierten Kalibrierlösungen verglichen, oder in die Flamme eines Atomabsorptionsspektrometers (AAS) gesaugt und die Absorption der Resonanzstrahlung des Aluminium/Silicium ermittelt und mit der von Standardkalibrierlösungen verglichen.

4 Reagenzien

Bei der Analyse sind nur Reagenzien zu verwenden, die als analytische Reagenzien anerkannt sind sowie Wasser mit einem Reinheitsgrad von mindestens 3 wie in ISO 3696 angegeben.

4.1 Kaliumhydrogensulfat, (KHSO₄), aufgeschmolzener Feststoff.

4.2 Flussmittel, Gemisch aus Dilitiumtetraborat (Li₂B₄O₇) mit einem Massenanteil von 90 % und Lithiumfluorid (LiF) mit einem Massenanteil von 10 %.

4.3 Propan-2-ol

4.4 Toluol

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

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

4.6 Salzsäure, konzentriert, mit einem Massenanteil von 36 %.

4.6.1 Salzsäurelösung (1 + 1)

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

4.6.2 Salzsäurelösung (1 + 2)

Ein Teil Salzsäure (4.6) wird mit zwei Teilen Wasser vermischt.

4.7 Weinsäure

4.7.1 Weinsäure/Salzsäure-Lösung

5 g Weinsäure werden in etwa 500 ml Wasser aufgelöst, das 40 ml Salzsäure (4.6) enthält. Die Lösung wird mit Wasser auf 1 000 ml verdünnt.

4.8 Standardlösungen

4.8.1 Aluminiumstandardlösungen

Es wird entweder eine vorgefertigte, käuflich zu erwerbende Aluminiumstandardlösung verwendet (1 000 mg/l) oder selbst eine hergestellt, indem in einem Becherglas mit einem Fassungsvermögen von 400 ml (5.12) 1,000 g Aluminiummetall (Draht, 99,99 % Reinheit) unter vorsichtiger Erhitzung 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.

4.8.2 Siliciumstandardlösungen

Es wird entweder eine vorgefertigte, käuflich zu erwerbende Siliciumstandardlösung verwendet (1 000 mg/l) oder selbst eine hergestellt, indem unter gleichmäßiger Erhitzung mit Rotglut 2,140 g Siliciumdioxid (99,99 % Reinheit) mit 8 g Natriumhydroxid in einem Zirkoniumtiegel mit einem straff sitzenden Deckel (5.2) verschmolzen werden, bis eine klare Schmelze entstanden ist. Nach dem Abkühlen wird die erstarrte Schmelze in einem Becherglas mit einem Fassungsvermögen von 400 ml (5.12) in 100 ml einer wässrigen Salzsäurelösung (4.6.2) aufgelöst. Nachdem die Lösung abgekühlt ist, wird sie in einen Messkolben (5.8) umgefüllt, mit Wasser quantitativ auf 1 000 ml verdünnt und zur langfristigen Lagerung anschließend unverzüglich in eine Kunststoffflasche (5.14) umgefüllt.

5 Geräte

Es sind die unter 5.1 bis 5.15 beschriebenen Laborutensilien und -geräte zu verwenden. Alle Laborgeräte aus Glas werden sorgfältig mit heißer Salzsäure gereinigt (4.6.1) und gründlich mit Wasser abgespült, um jegliche Verunreinigungen zu beseitigen.

5.1 Platinbecken, 100 ml Fassungsvermögen, mit flüssigem Kaliumhydrogensulfat (4.1) reinigen.

ANMERKUNG 1 Es wird folgende Reinigungstechnik empfohlen: 5 g Kaliumhydrogensulfat (4.1) werden in das Becken gegeben und 5 Minuten lang in einem Muffelofen bei $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ oder über einem Bunsenbrenner erhitzt. Nach dem Abkühlen wird das Platinbecken mit destilliertem oder deionisiertem Wasser ausgespült.

5.2 Zirkoniumtiegel, mit straff sitzendem Zirkoniumdeckel, 30 ml bis 50 ml Fassungsvermögen.

5.3 Mischer, nicht belüftender, schnelllaufender Schermischer.

5.4 Elektrischer Ofen, der eine konstante Temperatur zwischen 50 °C und 60 °C aufrecht erhalten kann.

5.5 Elektrischer Muffelofen, der konstante Temperaturen zwischen $550\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ und $925\text{ °C} \pm 25\text{ °C}$ aufrecht erhalten kann; möglichst mit Öffnungen an Vorder- und Rückseite für eine langsame, natürliche Luftdurchströmung.

5.6 Elektrische Kochplatte, mit oder ohne Magnetrührer.

5.7 Spektrometer

5.7.1 Atomemissionsspektrometer mit induktiv angekoppeltem Plasma

Es ist entweder ein Sequenzspektrometer oder ein Simultanspektrometer zu verwenden, das über eine ICP-Fackel und einen HF-Generator zur Erzeugung und Aufrechterhaltung des Plasmas verfügt.

5.7.2 Atomabsorptionsspektrometer

Es ist ein Messgerät zu verwenden, das über eine modulierte Hohlkathodenlampe oder eine andere Quelle für modulierte Resonanzstrahlung von Aluminium/Silicium, einen Dickstickstoffoxid- (Lachgas)/Acetylen-Brenner und einen Lichtdetektor sowie ein geeignetes Mess- und Anzeigesystem verfügt. Die Skala der Absorption oder Lichtintensität muss linear, oder bei den Konzentrationseinheiten mit der Kurvenkorrektur direkt sein.

5.8 Messkolben, 100 ml und 1 000 ml, Klasse A nach ISO 1042.

5.9 Pipetten, 1 ml, 2 ml, 5 ml, 10 ml, 20 ml und 25 ml, Klasse A nach ISO 648.

5.10 Pipetten, 1 ml und 2 ml mit Skalenteilungswerten von 0,1 ml, nach ISO 835-2.

5.11 Messzylinder, 10 ml, 25 ml, 50 ml und 100 ml mit Skalenteilungswerten nach ISO 4788.

5.12 Becherglas, 400 ml, weite Form, nach ISO 3819.

5.13 Filtrierpapier, „aschefrei“, mit einem Glührückstand mit einem Massenanteil von maximal 0,01 %.

5.14 Kunststoffflaschen, leeres Kunststoff-Neumaterial, das für die langfristige Lagerung von 100 ml und 1 000 ml wässriger Säurelösungen geeignet ist.

5.15 Waage, mit auf 0,2 mg genauer Anzeige.

6 Probenvorbereitung

Die Probe muss gründlich homogenisiert werden, bevor die Prüfmenge genommen wird. Der Probenbehälter wird bei einer Temperatur zwischen 50 °C und 60 °C in einen Ofen gestellt und erst wieder herausgenommen, wenn die Probe bei dieser Temperatur vollständig geschmolzen ist und eine gleichmäßige, zähflüssige Konsistenz angenommen hat. Der Mischerstab (5.3) wird so weit in die Probe getaucht, bis der Abstand zwischen Kopf des Stabes und Behälterboden etwa 5 mm beträgt. Die Probe wird etwa 5 Minuten homogenisiert. Bei Flüssigproben, die mehrere Monate ruhig standen, wird ein Kunststoffstab verwendet, um am Boden des Probebehälters befindliche Ablagerungen vor der Homogenisierung aufzulösen.

ANMERKUNG 2 Ergebnisse, die nicht unter Befolgung dieses Homogenisierungsverfahrens gewonnen wurden, sind ungültig.

7 Prüfverfahren

7.1 Prüfmenge

Die Masse der von der Probe (Abschnitt 6) entnommenen Prüfmenge muss zwischen 20 g und 50 g betragen und möglichst etwa 1,3 mg Aluminium enthalten.

ANMERKUNG 3 Die Masse der angegebenen Prüfmenge auf Grundlage des Aluminiumgehaltes ist für die Siliciumbestimmung ebenfalls ausreichend, da in Kraft- und Brennstoffen gewöhnlich beide Elemente zusammen vorkommen.

7.2 Vorbereitung der Prüflösung

7.2.1 Unmittelbar nach der Homogenisierung wird die Prüfmenge von der homogenisierten Probe in das gewogene Platinbecken (5.1) umgefüllt und das Becken mit Inhalt anschließend erneut auf das nächste 0,1 g gewogen, um die Masse der verwendeten Prüfmenge zu ermitteln.

Das Becken wird samt Inhalt mit einem Bunsenbrenner vorsichtig erwärmt, bis sich die Probe entzündet. Der Inhalt des Beckens wird weiterhin einer Temperatur ausgesetzt, die dazu führt, dass der größte Teil des brennbaren Materials entfernt wird und nur Kohlenstoff und Asche zurückbleiben.

ANMERKUNG 4 Wenn die Probe erhebliche Mengen an Feuchtigkeit enthält, kann es durch Schaumbildung zu einem Verlust der Probe kommen.

7.2.2 Wenn es zu Schaumbildung kommt, muss die Probe verworfen und eine neue Probe verwendet werden, die vor der Erhitzung mit 1 ml bis 2 ml Propan-2-ol versetzt wird. Wenn die Schaumbildung dadurch nicht ausreichend vermindert wurde, ist eine weitere, neue Prüfmenge mit 10 ml eines Toluol-/ Propan-2-ol-Gemischs (4.5) zu versetzen und gründlich zu durchmischen. Mehrere Streifen aschefreien Filtrierpapiers (5.13) werden in das Gemisch gehalten und das Gemisch vorsichtig erwärmt (wenn das Papier zu brennen beginnt, wurde der größte Teil der Feuchtigkeit aus der Probe entfernt).

7.2.3 Das Becken mit Inhalt wird in den auf 550 °C ± 25 °C vorgeheizten Muffelofen (5.5) gestellt. Die Temperatur des Muffelofens darf nicht verändert werden, bis der Kohlenstoff vollständig entfernt wurde und nur Asche als Rückstand bleibt.

ANMERKUNG 5 Es kann erforderlich sein, die Probe über Nacht zu erhitzen.

7.2.4 Das Becken wird auf Raumtemperatur abgekühlt, der Inhalt mit 0,4 g des Flussmittels (4.2) versetzt und mit der Asche vermischt. Das Becken mit Inhalt wird 5 Minuten lang in einen auf 925 °C ± 25 °C vorgeheizten Muffelofen gestellt. Danach wird das Becken herausgenommen und sichergestellt, dass das Flussmittel mit der Asche in Berührung kommt. Das Becken wird bei 925 °C ± 25 °C weitere 10 Minuten lang in den Muffelofen gestellt.