

Prüfung von Mineralölerzeugnissen

Bestimmung des gebundenen Stickstoffs

Verbrennungsverfahren mit Chemolumineszenz-Detektor

DIN**51444**

ICS 75.080

Testing of petroleum products — Determination of nitrogen — Oxidative combustion method with chemiluminescence detector

Produits pétroliers — Dosage de l'azote total — Méthode par combustion et détection par chemiluminescence

Fortsetzung Seite 2 bis 7

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Vorwort

Die vorliegende Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 642 „Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

1 Anwendungsbereich

Das Verfahren nach dieser Norm ist anwendbar für flüssige Mineralölerzeugnisse in einem Siedebereich von etwa 50 °C bis 400 °C und Viskositäten zwischen etwa 0,2 mm²/s und 10 mm²/s bei Raumtemperatur; es ist direkt anwendbar bei Gehalten an gebundenem Stickstoff von etwa 0,3 mg/kg bis etwa 300 mg/kg. Proben mit höheren Stickstoffgehalten müssen vor der Bestimmung entsprechend verdünnt werden.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren (ISO 4259:1992 + Cor 1:1993); Deutsche Fassung EN ISO 4259:1995.*

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Probe wird in einen Trägergasstrom (Edelgas oder Edelgas/Sauerstoff-Mischung) injiziert, verdampft, und in eine Hochtemperaturzone befördert. Dort wird der gebundene Stickstoff mit Sauerstoff zu Stickstoffmonoxid (NO) umgesetzt. Das NO wird mit Ozon zum angeregten Stickstoffdioxid (NO₂) umgesetzt. Das angeregte NO₂ emittiert Licht, welches durch einen Photomultiplier detektiert wird. Das resultierende Signal ist ein Maß für den Stickstoffgehalt der Probe.

4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens nach dieser Norm zur Bestimmung von gebundenem Stickstoff durch Endbestimmung mittels Chemolumineszenz:

Prüfung DIN 51444

5 Geräte

5.1 Prüfgerät

5.1.1 Aufbau des Prüfgerätes

Der grundsätzliche, schematische Aufbau des Prüfgerätes ist in Bild 1 schematisch dargestellt.

5.1.2 Ofen

Der Ofen muss eine Temperatur halten, die ausreicht, um die gesamte Probe zu verdampfen und den gebundenen Stickstoff zu NO zu oxidieren. Die Ofentemperatur richtet sich nach den Angaben des Geräteherstellers.

5.1.3 Verbrennungsrohr

Das Verbrennungsrohr ist aus Quarzglas. Es ist so gefertigt, dass die Probe in einer Trägergasatmosphäre verdampft bzw. pyrolysiert und mit Sauerstoff zur Verbrennung gebracht wird (siehe Abschnitt 3). Die Oxidationszone muss groß genug sein, um eine vollständige Oxidation der Probe sicherzustellen. Der Rohreingang ist z. B. mit einem Septum verschlossen; andere Verbrennungsrohre sind zulässig, wenn durch ihren Einsatz die Präzision des Verfahrens nicht verschlechtert wird.

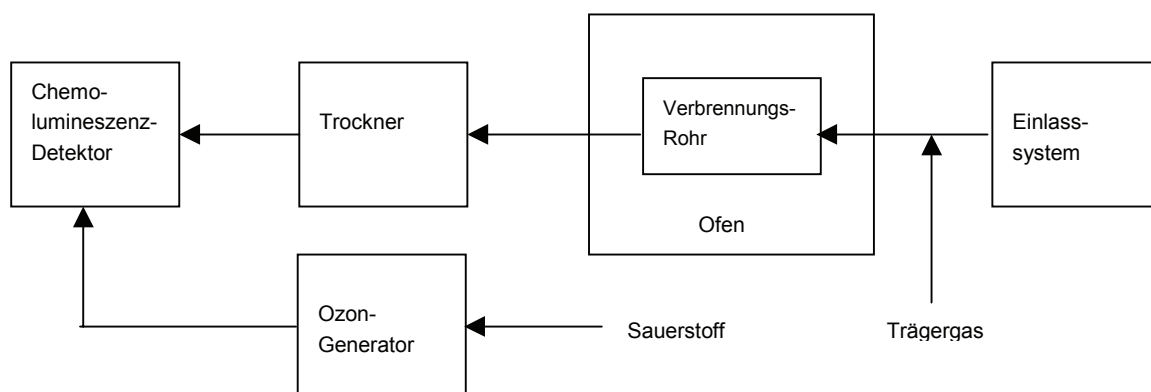


Bild 1 — Grundsätzlicher Aufbau des Prüfgerätes

5.1.4 Trockner

Die Reaktionsprodukte enthalten Wasserdampf, der zum Schutz des Detektors vor der Messung entfernt werden muss. Dies kann durch ein chemisches Trocknungsmittel, durch einen Permeationstrockner oder beides kombiniert geschehen.

5.1.5 Chemolumineszenz-Detektor

Der Detektor muss in der Lage sein, das emittierte Licht aus der Reaktion von NO und Ozon zu messen.