

	Prüfung von Mineralölen und Brennstoffen Bestimmung des Schwefelgehaltes (Gesamtschwefel) Teil 2: Verbrennung nach Grote-Krekeler; acidimetrische Titration; gravimetrische Bestimmung	DIN 51400-2
ICS 75.160.20	<p data-bbox="1241 253 1489 309">Ersatz für DIN 51400-2:1978-02</p> <p data-bbox="225 315 1142 400">Testing of mineral oils and fuels – Determination of sulfur content (total sulfur) – Part 2: Combustion according to Grote-Krekeler; acidimetric titration; gravimetric determination</p> <p data-bbox="225 439 1106 524">Essais des huiles minérales et des combustibles – Dosage du soufre (soufre total) – Partie 3: Combustion d'après Grote-Krekeler; titrage acidimétrique; détermination gravimétrique</p> <p data-bbox="225 584 344 611">Vorwort</p> <p data-bbox="225 633 1489 719">Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 642 "Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen" im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.</p> <p data-bbox="225 741 1489 797">DIN 51400 "Prüfung von Mineralölen und Brennstoffen – Bestimmung des Schwefelgehaltes (Gesamtschwefel)" besteht aus:</p> <ul data-bbox="225 815 1489 1151" style="list-style-type: none">– Teil 1: Allgemeine Arbeitsgrundlagen– Teil 2: Verbrennung nach Grote-Krekeler, acidimetrische Titration, gravimetrische Bestimmung– Teil 3: Verbrennung nach Schöniger, Thorin-Sulfonazo-III-Titration– Teil 4: Verbrennung nach dem Lingener Verfahren; Visuelle Titration, Trübungtitration– Teil 7: Mikrocoulometrische Bestimmung, oxidatives Verfahren– Teil 10: Direkte Bestimmung durch optische Emissionsspektralanalyse (ICP OES)– Teil 11: Schwefelgehalt im Bereich von 5 mg/kg bis 500 mg/kg, Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz- Analyse (RFA) <p data-bbox="225 1189 376 1216">Änderungen</p> <p data-bbox="225 1238 1134 1265">Gegenüber DIN 51400-2:1978-02 wurden folgende Änderungen vorgenommen:</p> <ul data-bbox="225 1283 1489 1417" style="list-style-type: none">a) Die Angaben zur Präzision wurden aufgenommen;b) Der Inhalt wurde unter Berücksichtigung der Festlegungen in den Normen DIN 1310, DIN 51400-1 und den Normen der Reihe DIN 820 sachlich und redaktionell überarbeitet. Die Zitierung anderer Normen wurde dem aktuellen Stand angepasst. <p data-bbox="225 1458 451 1485">Frühere Ausgaben</p> <p data-bbox="225 1507 683 1563">DIN 51768: 1956-03, 1957-11, 1968-03; DIN 51400-2: 1978-02</p> <p data-bbox="1201 1787 1489 1814" style="text-align: right;">Fortsetzung Seite 2 bis 9</p> <p data-bbox="360 1944 1353 2000" style="text-align: center;">Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP</p>	

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für Mineralöl-Kohlenwasserstoffe und verwandte Mineralölerzeugnisse. Die Erzeugnisse dürfen gasförmig, flüssig oder fest sein.

Bei der Verbrennung von Erzeugnissen mit Zusatzstoffen ist zu berücksichtigen, dass in der zurückbleibenden Asche glühbeständiges Sulfat, z. B. BaSO₄, in der Endbestimmung nicht erfasst wird. Der Schwefelgehalt der Asche ist gegebenenfalls gesondert zu bestimmen.

Ebenso können Zusatzstoffe, die Phosphor oder Halogene enthalten oder säurebildende Oxide beim Verbrennen liefern, zu falschen Ergebnissen für den Schwefelgehalt führen. Stickstoffgehalte unter einem Massenanteil von 1 % beeinflussen die Bestimmung nur geringfügig.

Enthält die Probe außer Schwefel nur noch Chlor und keine weiteren Begleitkomponenten, so kann der Chlorgehalt maßanalytisch bestimmt und bei der Berechnung des Schwefelgehaltes berücksichtigt werden.

Das Verfahren ist am günstigsten anwendbar für Erzeugnisse mit einem Massenanteil an Schwefel zwischen 0,1 % bis 5,0 %. Es können aber auch Massenanteile an Schwefel zwischen 0,1 % und 0,01 % bestimmt werden, wenn an Stelle der in 6.1 und 6.2 beschriebenen Verfahren die Thorin-Titration nach DIN EN 24260 durchgeführt wird.

ANMERKUNG Das Verbrennungsgerät nach 5.1.1 kann auch zur Bestimmung des Gehaltes an Selen, Halogenen und Kohlenwasserstoffen benutzt werden. Näheres siehe [2] und [4].

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.

DIN 12252, *Laborgeräte aus Glas – Stopfen mit Kegelschliff.*

DIN 12331, *Laborgeräte aus Glas – Becher – Hohe Form.*

DIN 12332, *Laborgeräte aus Glas – Becher – Niedrige Form.*

DIN 12385, *Laborgeräte aus Glas – Erlenmeyerkolben – Weithalsig.*

DIN 12387, *Laborgeräte aus Glas – Erlenmeyerkolben mit Kegelhülse, Kegel 1 : 10.*

DIN 12480, *Laborgeräte aus Glas – Dreihals- und Zweihalsflaschen (Woulffsche Flaschen).*

DIN 12500, *Laborgeräte aus Glas – Trockentürme.*

DIN 12541-1, *Laborgeräte aus Glas – Einweg-Kegelhähne.*

DIN 12596, *Laborgeräte aus Glas – Gas-Waschflaschen – Form nach Drechsel.*

DIN 12700-3, *Laborgeräte aus Glas – Büretten mit seitlichem Hahn.*

DIN 12700-5, *Laborgeräte aus Glas – Büretten auf Vorratsflasche, Nullpunkteinstellung durch Abhebern (Büretten nach Pellet).*

DIN 51400-1, *Prüfung von Mineralölen und Brennstoffen – Bestimmung des Schwefelgehaltes (Gesamtschwefel) – Allgemeine Arbeitsunterlagen.*

DIN 51400-3, *Prüfung von Mineralölen und Brennstoffen – Bestimmung des Schwefelgehaltes (Gesamtschwefel) – Teil 3: Verbrennung nach Schöniger – Thorin-Sulfanazo-III-Titration.*

DIN 51400-4, *Prüfung von Mineralölen und Brennstoffen – Bestimmung des Schwefelgehaltes (Gesamtschwefel) – Verbrennung nach dem Lingener Verfahren – Visuelle Titration – Trübungstitration.*

DIN 51610, *Prüfung von Flüssiggasen – Probenahme.*

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.*

DIN EN ISO 14596, *Mineralölerzeugnisse – Bestimmung des Schwefelgehaltes – Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (ISO 14596:1998); Deutsche Fassung EN ISO 14596:1998.*

DIN EN 24260, *Mineralölerzeugnisse und Kohlenwasserstoffe – Bestimmung des Schwefelgehaltes – Verbrennung nach Wickbold (ISO 4260:1987); Deutsche Fassung EN 24260:1994.*

DIN EN ISO 8754, *Mineralölerzeugnisse – Bestimmung des Schwefelgehaltes – Energiedispersives Röntgenfluoreszenz-Verfahren (ISO 8754:1992); Deutsche Fassung EN ISO 8754:1995.*

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Gasförmige oder verdampfte Proben werden im Luftstrom rückschlaggesichert hinter einer in einem Verbrennungsrohr aus Kieselglas¹⁾ eingeschmolzenen Filterplatte – ebenfalls aus Kieselglas – verbrannt. Die Verbrennungsgase werden durch eine Absorptionsvorlage mit Filterplatte gesaugt, die mit Wasserstoffperoxidlösung beschickt ist. Dabei werden die Schwefeloxide unter Umwandlung in Schwefelsäure absorbiert. In der Absorptionslösung werden die Sulfat-Ionen je nach Art der in der Probe enthaltenen Zusatzstoffe maßanalytisch oder gravimetrisch bestimmt.

ANMERKUNG Untersuchungen an Erzeugnissen mit Zusatzstoffen haben ergeben, dass der als glühbeständiges Sulfat in der Asche zurückgehaltene Massenanteil an Schwefel nach bisherigen Untersuchungen stets unter 0,05 % liegt. In Erzeugnissen, die dem Brenner nach dem Verdampfen aus flüssiger Phase, z. B. Flüssiggas, zugeführt werden, wird nur der flüchtige Schwefel erfasst.

4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens nach dieser Norm (02) zur Bestimmung des Schwefelgehaltes (Gesamtschwefel) durch Verbrennung nach Grote-Krekeler.

Prüfung DIN 51400-02

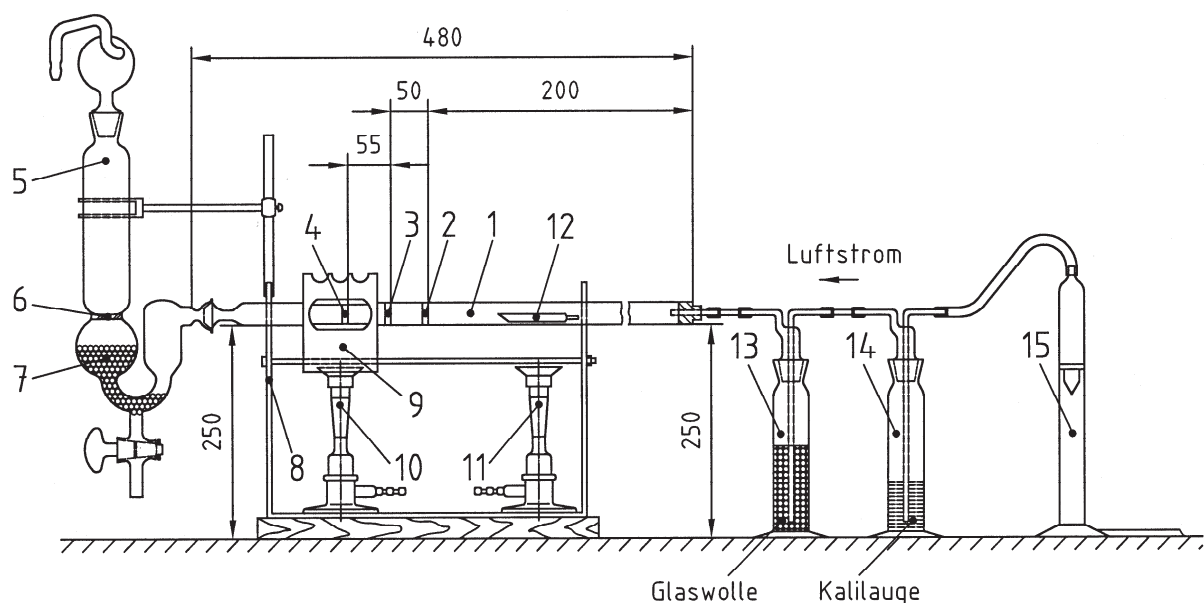


Bild 1 — Schematischer Aufbau des Verbrennungsgerätes nach Grote-Krekeler

5 Verbrennen der Probe und Aufbereiten der Absorptionslösung

5.1 Geräte

5.1.1 Verbrennungsgerät nach Grote-Krekeler

siehe Bild 1

5.1.1.1 Verbrennungsrohr

Das Verbrennungsrohr (1) besitzt etwa in seiner Mitte eine klare Blende (2) mit einem Loch von 5 mm Durchmesser, die zum vollständigen Durchmischen der zu verbrennenden Gase oder Dämpfe mit der Verbrennungsluft dient und ein Weiterlaufen flüssiger Probeanteile zur ersten Filterplatte (3) hin verhindert. In der Hälfte des Verbrennungsrohres (1), das mit der Absorptionsvorlage (5) verbunden wird, befinden sich zwei 55 mm voneinander entfernt eingeschmolzene Filterplatten (3 und 4) mit einem größten Porendurchmesser von 90 µm bis 150 µm. Die Filterplatte (3) verhindert ein Rückschlagen der sich hinter ihr entzündenden Flamme. Die Filterplatte (4) wirkt katalytisch auf die Verbrennung und hält auch durch partielle Verbrennung entstandene Rußteilchen zurück.

1) Kieselglas wurde bisher auch Quarzglas genannt.