

Prüfung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen und ähnlichen Erzeugnissen
Bestimmung des Chlor- und Bromgehaltes
 Energiedispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse mit Kleinspektrometern

DIN
51 577
 Teil 4

Testing of mineral oil hydrocarbons and similar products; Determination of chlorine and bromine content; Analysis by energy dispersive X-ray spectrometry with low cost instruments

Essais des huiles minérales et des produits similaires; Détermination de la teneur en chlore et brome; Analyse par fluorescence X dispersive en énergie avec des instruments à coût bas

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für homogene flüssige Mineralölerzeugnisse, synthetische Öle und entsprechende Zusätze, soweit sie in geeigneten organischen Lösemitteln löslich sind, und für homogene Altölproben, die Massenanteile an Chlor von 500 bis 3000 mg/kg und an Brom von 500 bis 1000 mg/kg enthalten.

Der Chlor- bzw. Bromgehalt wird, gegebenenfalls im Zusammenhang mit anderen Eigenschaften, zur Kennzeichnung dieser Erzeugnisse benötigt.

2 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die zu analysierende Probe wird homogenisiert. Ein repräsentativer Teil dieser Probe wird in einem Probehäufel einer primären Röntgenstrahlung, z.B. aus einer radioaktiven Quelle oder einer Niederleistungsröhre, ausgesetzt. Die Impulsraten der dabei angeregten Röntgenfluoreszenz-Strahlungen und der jeweiligen Untergrundstrahlung werden gemessen. Die Netto-Impulsraten dieser Strahlungen werden berechnet. Der Chlor- bzw. der Bromgehalt der Probe läßt sich dann aus einer mit Chlor- bzw. Brom-Bezugsproben aufgestellten Bezugskurve als Massenanteil in mg/kg ermitteln. Das Verfahren ist abhängig von der Zusammensetzung der Probe und der Art der Begleitelemente. Die Bezugsproben müssen eine ähnliche Zusammensetzung wie die der zu messenden Proben haben. Störelemente, wie z.B. Schwefel, Blei und Calcium, müssen von dem verwendeten Meßgerät erkannt und deren Einfluß mittels einer geeigneten Rechner-Software korrigiert werden.

3 Geräte

Übliches Laboratoriumsgerät und zusätzlich die folgenden genannten Geräte:

- Energiedispersives Röntgenfluoreszenz-Kleinspektrometer (siehe auch DIN 51 418), das gestattet, die Impulsraten von Cl-K_{α} - und Br-K_{α} -Röntgenfluoreszenz-Strahlungen zu messen.

Für die Bestimmung eignet sich z.B. folgende Ausstattung des Röntgenspektrometers:

Röntgenstrahlungsquelle:

für Chlor: ^{55}Fe -Radionuklid

für Brom: ^{109}Cd -, ^{241}Am -, ^{244}Cm - oder ^{238}Pu -Radionuklid

Alternativ für Chlor und Brom: geeignete Niederleistungsröhren

Detektorsystem:

Metallfilterpaar und/oder einfacher Impulshöhen-diskriminator, zusätzlich Gas-Proportionalzähler oder Halbleiterdetektor

— Rechner mit geeigneter Software zur Korrektur des Einflusses von Untergrundstrahlung und Störelementen

— Waage mit einem Skalenwert von 0,1 mg

— Rührvorrichtung

— 25-ml-Erlenmeyerkolben mit Kegelhülse, z.B. Kolben DIN 12 387 — E 25 ANS 19

4 Chemikalien

Bezugsproben mit bekanntem Chlor- und Bromgehalt, deren Matrix derjenigen der zu untersuchenden Probe ähnlich ist.

Herstellung:

Geeignete Proben werden mit anderen Analysenverfahren, z.B. mit wellenlängendispersiver Röntgenfluoreszenz-Analyse nach DIN 51 577 Teil 2 bzw. Teil 3 analysiert. Die so hergestellten Bezugsproben sind mindestens jährlich zu überprüfen.

5 Probenahme

Nach DIN 51 750 Teil 1 und Teil 2

6 Aufstellen der Bezugskurven

Eine größere Anzahl, mindestens jedoch sieben, dieser nach Abschnitt 4 erhaltenen Bezugsproben mit Massenanteilen $w(\text{Cl})$ im Bereich von 500 bis 3000 mg/kg und

Fortsetzung Seite 2 und 3

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