

Prüfung von Mineralölerzeugnissen  
Bestimmung des Bleigehaltes (Gesamtlei) von Ottokraftstoffen  
mit einer Massenkonzentration an Blei über 25 mg/l  
Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)

**DIN**  
**51 769**  
Teil 6

Ersatz für Ausgabe 08.82

Testing of petroleum products; Determination of the lead content (total lead) of gasolines with a mass concentration of lead above 25 mg/l; Analysis by wavelength dispersive X-ray spectrometry (XRS)

Essais des produits pétroliers; Dosage du plomb (plomb totale) dans les carburants dont la concentration de masse en plomb est plus de 25 mg/l; Analyse par fluorescence X (FRX), dispersive en longueur d'onde

Zusammenhang mit der von der American Society for Testing and Materials (ASTM) bzw. vom Institute of Petroleum (IP) herausgegebenen ASTM D 2599-87 bzw. IP 228/85, siehe Erläuterungen.

### 1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für Ottokraftstoffe.

Die allgemeinen Arbeitsgrundlagen nach DIN 51 769 Teil 1 sind zu berücksichtigen.

### 2 Zweck

Das Verfahren nach dieser Norm dient der Bestimmung des Bleigehaltes von Ottokraftstoffen, die eine Massenkonzentration von Blei über 25 mg/l aufweisen.

Der Bleigehalt wird gegebenenfalls im Zusammenhang mit anderen Eigenschaften zur Kennzeichnung von Ottokraftstoffen benötigt.

### 3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Fünf Volumenteile der zu analysierenden Probe und ein Volumenteil einer Bismut-Lösung als Bezugsstoff (innerer Standard) werden sorgfältig gemischt und in einem Probengefäß der Primärstrahlung einer Röntgenröhre ausgesetzt. Die Impulsraten der dabei angeregten Pb-L<sub>α1</sub>- und Bi-L<sub>α1</sub>-Röntgenfluoreszenz-Strahlungen werden gemessen; das Verhältnis dieser Impulsraten wird berechnet. Der Bleigehalt der Probe läßt sich dann als Massenkonzentration aus einer mit Blei-Bezugslösungen aufgestellten Bezugskurve ermitteln. Das Verfahren ist weitgehend unabhängig von der Art der erfaßten Bleiverbindungen, der Zusammensetzung der Probe und der Art der Begleitelemente.

### 4 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens nach DIN 51 769 Teil 6 (06) zur Bestimmung einer Massenkonzentration an Blei (Gesamtlei) über 25 mg/l durch wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA):

Prüfung DIN 51 769 - 06 - RFA

### 5 Geräte

— **Wellenlängendispersives Röntgenspektrometer** (siehe auch DIN 51 418), das gestattet, die Impulsraten von Pb-L<sub>α1</sub>- und Bi-L<sub>α1</sub>-Röntgenfluoreszenz Strahlungen zu messen.

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

Röntgenröhre:

Anode: Molybdän, Rhodium, Chrom, Wolfram oder Gold

Spannung: mindestens 50 kV

Stromstärke: mindestens 20 mA

Kollimator: eng

Analysator-Kristall: Lithiumfluorid-Kristall

Detektor: Scintillationszähler mit Impulshöhen-Analysator

Strahlengang: Luft oder Helium

- **25-ml-Vollpipette**, z. B. DIN 12 690 - VPA 10, eichfähig
- **25-ml-Bürette** mit einem Skaleneinteilungswert von 0,05 ml, z. B. Bürette DIN 12 700 - SGA 25-005
- **50-ml-Meßkolben**, z. B. Meßkolben DIN 12 664 - MSA 50

### 6 Chemikalien

- **Isooctan, rein**
- **Reintoluol** nach DIN 51 633
- **Petroleum** DIN 51 636 - A
- **Blei-2-ethylhexoat**<sup>1)</sup>, rein, oder eine andere öllösliche organische Bleiverbindung mit genau bekanntem Bleigehalt
- **Triphenylbismut**<sup>1)</sup>, **Bismut-2-ethylhexoat, rein**<sup>1)</sup> oder eine andere reine, öllösliche organische Bismutverbindung

<sup>1)</sup> Über die Bezugsquellen gibt Auskunft: DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse im DIN, Burggrafenstraße 6, 1000 Berlin 30.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

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

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.

### — 2-Ethylhexansäure

- **Blei-Stammlösung** mit einer Massenkonzentration an Blei  $\beta$ (Pb) von 1000 mg/l, die wie folgt herzustellen ist:

Die erforderliche Menge Blei-2-ethylhexoat wird in Isooctan, Reintoluol oder einer Mischung aus beiden gelöst.

Die Blei-Stammlösung muß in dunklen Flaschen im Kühlschrank aufbewahrt und vor jeder Wiederverwendung nach längerem Stehen kontrolliert werden.

- **Bismut-Lösung** mit einer Massenkonzentration an Bismut  $\beta$ (Bi) von 800 mg/l, die wie folgt herzustellen ist:

Die erforderliche Menge Triphenylbismut oder Bismut-2-ethylhexoat wird mit Zusatz von 5 % 2-Ethylhexansäure in Petroleum gelöst. Die Bismut-Lösung ist vor Feuchtigkeit zu schützen. In gut verschlossenen dunklen Flaschen ist sie mehrere Monate haltbar. Vor jedem Gebrauch ist die Lösung auf ihre Verwendbarkeit zu prüfen und im Zweifelsfalle zu erneuern.

## 7 Probenahme

Siehe DIN 51769 Teil 1

## 8 Aufstellen der Bezugskurve

### 8.1 Blei-Bezugslösungen

Die Blei-Stammlösung wird mit Isooctan, Reintoluol oder einer Mischung aus beiden so verdünnt, daß Blei-Bezugslösungen mit Massenkonzentrationen an Blei von 25; 50; 100; 250; 500; 750; 1000 mg/l erhalten werden.

Diese Blei-Bezugslösungen müssen vor der Verwendung Raumtemperatur von 18 bis 28°C angenommen haben. Sie sollen in dunklen Flaschen im Kühlschrank aufbewahrt werden.

### 8.2 Mischung der Blei-Bezugslösungen mit Bismut-Lösung

**8.2.1** Fünf Volumenteile, z. B. 25 ml, jeder Blei-Bezugslösung werden sorgfältig mit einem Volumenteil der auf Raumtemperatur von 18 bis 28°C gebrachten Bismut-Lösung gemischt.

**8.2.2** Diese Mischungen werden in das Probegefäß gefüllt und nacheinander der Strahlung der Röntgenröhre ausgesetzt. Die Impulsraten  $I_{Pb}$  und  $I_{Bi}$  der angeregten Pb- $L_{\alpha 1}$ -Röntgenfluoreszenz-Strahlung von 0,1175 nm bzw. der Bi- $L_{\alpha 1}$ -Röntgenfluoreszenz-Strahlung von 0,1144 nm werden gemessen. Die Meßtechnik ist so zu wählen, daß für die Bi- $L_{\alpha 1}$ -Linie mindestens 40 000 Impulse während der gesamten Meßdauer gezählt werden.

Das Impulsratenverhältnis  $R^2$ )

$$R = \frac{I_{Pb}}{I_{Bi}}$$

wird berechnet.

**8.2.3** Das Impulsratenverhältnis  $R$  der einzelnen mit Bismut versetzten Blei-Bezugslösungen wird in Abhängigkeit vom Bleigehalt der jeweiligen Blei-Bezugslösung als Bezugskurve aufgetragen. Diese Bezugskurve muß in regelmäßigen Abständen, mindestens halbjährlich, überprüft werden.

## 9 Durchführung

**9.1** Fünf Volumenteile, z. B. 25 ml, der zu analysierenden Probe werden mit einem Volumenteil der Bismut-Lösung sorgfältig gemischt; beide Volumenteile müssen vorher Raumtemperatur von 18 bis 28°C haben. Für diese Mischung wird das Impulsratenverhältnis  $R$  nach Abschnitt 8.2.2 bestimmt.

**9.2** Die gesuchte Massenkonzentration an Blei der Probe in mg/l ist für das berechnete Impulsratenverhältnis  $R$  aus der Bezugskurve zu entnehmen.

## 10 Angabe des Ergebnisses

Der Bleigehalt ist unter Beachtung von DIN 51769 Teil 1 als Massenkonzentration in mg/l auf 10 mg/l gerundet anzugeben.

Beispiel:

Bestimmung einer Massenkonzentration an Blei (Gesamtlei) von 150 mg/l durch wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) nach DIN 51769 Teil 6 (06):

**Gesamtlei DIN 51769 —06 —150 mg/l —RFA**

## 11 Präzision des Verfahrens

Nach DIN 51848 Teil 1, Teil 2 und Teil 3

Zum Beurteilen der Ergebnisse werden folgende Merkmale benutzt:

### Wiederholbarkeit

(ein Beobachter, ein Gerät)

Werden von einem Beobachter zwei Ergebnisse als Massenkonzentration unter Wiederholbedingungen ermittelt, so werden beide Ergebnisse als annehmbar und normgerecht betrachtet, wenn sie sich um nicht mehr als 10 mg/l unterscheiden.

### Vergleichbarkeit

(verschiedene Beobachter, verschiedene Geräte)

Wird in zwei verschiedenen Laboratorien je ein Ergebnis als Massenkonzentration unter Vergleichbedingungen ermittelt, so werden beide Ergebnisse als annehmbar und normgerecht betrachtet, wenn sie sich um nicht mehr als 20 mg/l unterscheiden.

<sup>2)</sup> Bei Bleigehalten unter 100 mg/l kann durch zusätzliche Untergrundmessung die Präzision der Bestimmung verbessert werden, siehe Erläuterungen.