

Prüfung von Schmierstoffen
Bestimmung des Molybdängehaltes
 Teil 3: Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)

DIN
51379-3

ICS 75.100

Ersatz für Ausgabe 1985-07

Testing of lubricants – Determination of the molybdenum content –
 Part 3: Atomic absorption spectrometry (AAS)

Essais des lubrifiants – Détermination de la teneur en molybdenum –
 Partie 3: Spectrométrie d'absorption atomique (AAS)

Vorwort

Die vorliegende Norm wurde vom Arbeitsausschuß NMP 611 "Atomspektrometrie" für den Arbeitsausschuß NMP 661 "Prüfung von Schmierölen, sonstigen Ölen und Paraffinen" und dem Arbeitsausschuß NMP 662 "Prüfung von Schmierfetten" im Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Die Angaben für die Präzision wurden durch statistische Auswertung der Ergebnisse von Ringversuchen ermittelt.

Bei der Überarbeitung der DIN 51379-2 : 1990-11 wird der Haupttitel entsprechend geändert.

DIN 51379 "Prüfung von Schmierstoffen – Bestimmung des Molybdängehaltes von Schmierölen" besteht aus:

Teil 2: Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)

Teil 3: Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)

Änderungen

Gegenüber der Ausgabe Juli 1985 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Anwendungsbereich wurde auf Schmierfette erweitert und der Haupttitel angepaßt;
- b) der Text wurde unter Berücksichtigung der Festlegungen der Normen der Reihe DIN 820 sachlich und redaktionell überarbeitet. Die normativen Verweisungen wurden dem aktuellen Stand angepaßt;
- c) Normbezeichnung entfallen.

Frühere Ausgaben

DIN 51379: 1985-07

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für Schmieröle, Schmierfette und entsprechende Zusätze, die Molybdän(IV)-sulfid enthalten.

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 1333

Zahlenangaben

DIN 12331

Laborgeräte aus Glas – Becher

Fortsetzung Seite 2 bis 4

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

DIN 12664-1

Laborgeräte aus Glas – Meßkolben mit einer Marke – Teil 1: Meßkolben mit Bördelrand, Kegelhülse und Kegelschliffverbindung

DIN 12700-6

Laborgeräte aus Glas – Teil 6: Büretten, Mikrobüretten

DIN 51401-1

Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) – Teil 1: Begriffe

DIN 51750-1

Prüfung von Mineralölen – Probenahme – Teil 1: Allgemeines

DIN 51750-2

Prüfung von Mineralölen – Probenahme – Teil 2: Flüssige Stoffe

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 Prinzip

Der Gehalt an Molybdän wird mit Hilfe der Atomabsorptionsspektrometrie bestimmt. Die Probe wird verascht und mit Kaliumdisulfat aufgeschlossen. Die wäßrige Lösung der Schmelze wird zur Bestimmung des Molybdäns in die Flamme des Atomabsorptionsspektrometers eingespeist. Verglichen wird mit Bezugslösungen, die aus einer wasserlöslichen Molybdänverbindung hergestellt werden.

4 Geräte

4.1 Atomabsorptionsspektrometer

(AAS-Geräte siehe auch DIN 51401-1)

Geeignet sind Monochromator- und Filtergeräte, die eine exakte Absorptionsmessung der Molybdän-Analysenlinie bei 313,3 nm ermöglichen.

Um im optimalen Extinktionsbereich von 0,1 bis 0,5 messen zu können, liegt bei Verwendung der Distickstoff-monooxid-Acetylen-Flamme der für eine Vielzahl von Geräten geeignete Bereich bei einer Massenkonzentration an Molybdän von 5 mg/l bis 50 mg/l Meßlösung. Bei AAS-Geräten mit höherer Empfindlichkeit muß entsprechend weiter verdünnt werden.

4.2 Platintiegel, etwa 25 ml Volumen und etwa 35 mm Durchmesser

4.3 Muffelofen, elektrisch beheizbar und auf eine Temperatur von $(550 \pm 25)^\circ\text{C}$ regelbar.

4.4 Meßkolben

- 50-ml-Meßkolben, z. B. Meßkolben DIN 12664 – MS A 50
- 100-ml-Meßkolben, z. B. Meßkolben DIN 12664 – MS A 100
- 1-l-Meßkolben, z. B. Meßkolben DIN 12664 – MS A 1000

4.5 250-ml-Becher, z. B. Becher DIN 12331 – H 250

4.6 Analysenwaage, ablesbar auf 0,1 mg

4.7 5-ml-Mikrobürette, z. B. Bürette DIN 12700 – NE GK 5-002

5 Chemikalien

Alle Chemikalien müssen dem Reinheitsgrad "zur Analyse" entsprechen. Es ist ausschließlich molybdänfreies Wasser entsprechend der Qualität von bidestilliertem Wasser zu verwenden.

5.1 Kaliumdisulfat ($\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_7$)

5.2 Schwefelsäure, mit einer Stoffmengenkonzentration $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4) = 1 \text{ mol/l}$

5.3 Molybdänstandard, wasserlöslich ¹⁾

¹⁾ Über die Bezugsquellen gibt Auskunft: Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP im DIN, Kapstadtring 2, 22297 Hamburg.