

Prüfung von Schmierstoffen

Bestimmung von Abriebelementen

Teil 1: Direkte Bestimmung durch optische Emissionsspektroanalyse mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES)

DIN**51396-1**

ICS 75.100

Testing of lubricants — Determination of wear elements —

Part 1: Direct determination by optical emission spectral analysis with inductively coupled plasma (ICP OES)

Essai des lubrifiants — Détermination des éléments d'usure —

Partie 1: Détermination directe par spectrométrie d'émission optique avec plasma (ICP OES)

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuß AA 611 „Atomspektrometrie“ im Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Allgemeine Angaben zur Analyse mittels Atomemissionsspektroskopie siehe auch E DIN 51008-1 und DIN 51008-2. DIN 51396 „Prüfung von Schmierstoffen — Bestimmung von Abriebelementen“ besteht aus:

- Teil 1: Direkte Bestimmung durch optische Emissionsspektroanalyse mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES)
- Teil 2: Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)
- Teil 3: Bestimmung von Chrom mittels Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für gebrauchte Schmieröle, die Abriebelemente enthalten können.

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung des Gehaltes z. B. an Eisen, Kupfer, Blei, Silicium, Zinn, Chrom und Aluminium von gebrauchten Schmierölen mit Hilfe der Atomemissionsspektrometrie. Der Gehalt an den obigen Elementen läßt Rückschlüsse auf mechanischen und chemischen Verschleiß in Aggregaten zu.

Diese Norm gilt für eine Teilchengröße des Abriebs, die 1 µm nicht überschreitet. Aus allen vorliegenden Untersuchungen geht hervor, daß die Teilchengröße in gebrauchten Schmierölen, ausgenommen die Erstbefüllungen, dieser Bedingung entspricht. Bei einer Teilchengröße > 1 µm muß eine Veraschung der Probe erfolgen.

ANMERKUNG: Die Elemente Al und Si liegen häufig in unlöslicher Form vor und neigen während der Messung zum Sedimentieren. Daher sind die Elemente Al und Si bei sequentiell arbeitenden Spektrometern als erste zu messen.

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 12664-1

Laborgeräte aus Glas — Meßkolben mit einer Marke — Meßkolben mit Bördelband, Kegelhülse und Kegelschliffverbindung

E DIN 51008-1

Optische Atomemissionsspektroanalyse (OES) — Teil 1: Systeme mit Funken und Glimmentladungen

DIN 51008-2

Optische Emissionsspektroanalyse (OES) — Systeme mit Flammen und Plasmen

DIN 51574

Prüfung von Schmierstoffen — Probenahme von Schmierölen aus Verbrennungskraftmaschinen

DIN 51750-1

Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Allgemeines

DIN 51750-2

Prüfung von Mineralölen — Probenahme — 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

DIN ISO 3310-1

Analysensiebe — Anforderungen und Prüfungen — Analysensiebe mit Metalldrahtgewebe; Identisch mit ISO 3310-1 : 1990

DAB 10

Deutsches Arzneibuch, 10. Ausgabe 1991 mit 1. Nachtrag 1992

Fortsetzung Seite 2 und 3

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

3 Einheit

mg/kg

4 Prinzip

Die Probe wird mit einem organischen Lösemittel im Verhältnis von etwa 1 : 10 verdünnt und direkt in das ICP-Spektrometer eingesprüht. Der Gehalt an Fe, Cu, Pb, Si, Sn, Cr und Al wird durch Vergleich mit Bezugslösungen ermittelt.

5 Geräte und Prüfmittel

5.1 ICP OES-Spektrometer (die Elemente: siehe DIN 51008-2)

Geeignet sind ICP OES-Spektrometer (Simultan- oder Sequenzgeräte), die für die Analyse organischer Flüssigkeiten ausgerüstet sind.

Bewährt haben sich folgende Analysenlinien für die Elemente

Eisen	bei 259,94 nm
Kupfer	bei 324,75 nm
Blei	bei 283,31 nm*) und 220,35 nm
Silicium	bei 288,16 nm
Zinn	bei 284,00 nm*) und 189,99 nm
Chrom	bei 267,72 nm
Aluminium	bei 308,22 nm

ANMERKUNG: Bei hohen Eisengehalten in der Probe (z. B. 100 mg/kg) werden die mit Sternchen gekennzeichneten Analysenlinien gestört.

5.2 Laboratoriumsgeräte

- Glasgeräte: 25-ml-Meßkolben, z. B. nach DIN 12664-1;
- Drahtsiebboden, z. B. nach DIN ISO 3310-1.

6 Chemikalien

6.1 Weißöl mit einer kinematischen Viskosität von etwa 33 mm²/s bei 20 °C (oder höher viskoses Öl bei höher viskosen Proben), z. B. Paraffinum liquidum DAB 10.

6.2 Organisches Lösemittel¹⁾ mit einem Aromatengehalt von etwa 20 % Volumenanteil, z. B. Testbenzin.

6.3 Argon in Druckgasflasche mit einem Massenanteil $w(\text{Ar}) = 99,996\%$.

6.4 Fe-, Cu-, Pb-, Si-, Sn-, Cr-, Al-Einzelement-Standard, mit 5000 mg/kg des jeweiligen Elementes, öllöslich.

ANMERKUNG: Multielementstandards sind ebenfalls zulässig.

6.5 Stabilisator¹⁾, z. B. 2-Ethylhexansäure zur Analyse.

7 Probenahme

Nach DIN 51750-1 und DIN 51750-2 bzw. nach DIN 51574.

8 Aufstellen der Bezugskurven

8.1 Bezugslösungen

Aus den Einzelementstandards werden Bezugslösungen im angegebenen Konzentrationsbereich eines jeden Elements hergestellt. (Es werden z. B. 2 g Einzelementstandard mit 35,4 g Weißöl verdünnt, unter Zusatz

von 1,2 g/100 g Stabilisator.) In einem 25-ml-Meßkolben werden 2,5 g Bezugslösung auf 0,01 g eingewogen und mit Lösemittel verdünnt. Im ICP OES-Spektrometer wird diese Probe direkt bei den angegebenen Wellenlängen gemessen und entsprechende Bezugskurven werden ermittelt.

8.2 Null-Lösung

Als Null-Lösung dient eine Probe von 2,5 g Weißöl in 25 ml Lösemittel.

9 Einstellen des ICP OES-Spektrometers

Das Spektrometer wird nach der Betriebsanleitung des Herstellers in Betrieb genommen.

10 Vorbereitung

Die zu untersuchende Probe wird auf 60 °C erwärmt und auf einer Schüttelmaschine homogenisiert und durch den Drahtsiebboden gegossen, um grobe Teilchen > 50 µm auszuschneiden. In einem 25-ml-Meßkolben werden 2,5 g der Probe auf 0,01 g eingewogen und mit Lösemittel verdünnt.

11 Durchführung

Die Messung wird in Übereinstimmung mit der jeweiligen Gerätebeschreibung durchgeführt.

Spektrale Interferenzen durch weitere im Gebrauchtöl möglicherweise vorliegende Elemente, wie z. B. Cr zu Al oder Cr zu Si, sind bei der Bestimmung der Abtriebelemente zu berücksichtigen.

12 Auswertung

Erfolgt die Berechnung der Elementgehalte nicht durch den Online-Rechner des Spektrometers, werden die Massenanteile der Proben an Eisen $w(\text{Fe})$, Kupfer $w(\text{Cu})$, Blei $w(\text{Pb})$, Silicium $w(\text{Si})$, Zinn $w(\text{Sn})$, Chrom $w(\text{Cr})$ und Aluminium $w(\text{Al})$ in mg/kg nach folgender allgemeiner Zahlenwertgleichung berechnet:

$w(\text{Fe}), w(\text{Cu}), w(\text{Pb}), w(\text{Si}), w(\text{Sn}), w(\text{Cr}), w(\text{Al})$

$$= \frac{E \cdot a \cdot v}{E' \cdot m_E}$$

Dabei ist:

E die Emission der Probenlösung für das jeweilige Element;

E' die Emission der Bezugslösung, deren Emission der Probenlösung für das jeweilige Element am nächsten liegt;

$w(\text{Fe}), w(\text{Cu}), w(\text{Pb}), w(\text{Si}), w(\text{Sn}), w(\text{Cr}), w(\text{Al})$ der Massenanteil an Eisen, Kupfer, Blei, Silicium, Zinn, Chrom bzw. Aluminium, in mg/kg;

a der Eisen-, Kupfer-, Blei-, Silicium-, Zinn-, Chrom- bzw. Aluminiumgehalt der Bezugslösung, in mg/kg, deren Emission der Probenlösung am nächsten liegt;

m_E die Einwaage der Probe, in g;

v Volumen der verdünnten Lösung, in ml.

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