

DIN 51399-1



ICS 75.100

**Prüfung von Schmierölen –
Bestimmung der Elementgehalte aus Additiven, Abrieb und sonstigen
Verunreinigungen –
Teil 1: Direkte Bestimmung durch optische Emissionsspektralanalyse
mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES)**

Testing of lubricants –

Determination of elements content in additives, wear and other contaminations –

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

Essai des huiles lubrifiantes –

Détermination de teneur des éléments d'additifs, d'usure et d'autres impuretés –

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

Gesamtumfang 13 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	5
3 Kurzbeschreibung	5
4 Geräte	5
4.1 Atomemissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES)	5
4.2 Laborgeräte	8
5 Chemikalien	8
6 Aufstellen der Bezugskurven	8
6.1 Bezugslösungen	8
6.2 Kalibrierlösungen	10
6.3 Null-Lösung	10
6.4 Aufstellen der Kalibriergeraden	10
7 Einstellen des ICP OES-Spektrometers	10
8 Probenvorbereitung	10
9 Durchführung	11
10 Auswertung	11
11 Angabe der Ergebnisse	11
12 Präzision	11
12.1 Wiederholbarkeit, r	12
12.2 Vergleichbarkeit, R	12
13 Prüfbericht	12
Literaturhinweise	13

Vorwort

Dieses Dokument wurde von den Arbeitsausschüssen NA 062-06-11 AA „Atomspektrometrie“ und NA 062-06-63 AA „Gebrauchtöl-Untersuchungen“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Die Angaben für die Präzision sind durch statistische Auswertung der Ergebnisse von Ringversuchen, die im FAM durchgeführt wurden, ermittelt worden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung der in ungebrauchten und gebrauchten Mineralöle aufgelisteten Elemente fest, die aus dem Additivanteil, aus dem Abrieb oder aus Verunreinigungen stammen können. Es handelt sich hierbei insbesondere um die Elemente:

Barium, Calcium, Magnesium, Zink, Natrium, Kalium, Eisen, Silizium, Schwefel, Molybdän, Kupfer, Phosphor, Bor, Aluminium, Zinn, Blei, Nickel und Chrom.

Die Bestimmung ist anwendbar für alle Mineralöle. Die Bestimmung erfolgt mit Hilfe der Atomspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES). Diese Prüfung wird als bevorzugtes Verfahren empfohlen, wenn eine große Anzahl von Elementen gleichzeitig in einem Mineralöl bestimmt werden soll. Zur Lösung spezifischer Fragestellungen stehen dagegen in der Regel andere Normen zur Verfügung, welche die speziellen Belange dieser Elemente genauer definieren.

ANMERKUNG 1 Bei Ringversuchen zur Elementgehaltsbestimmung direkt und aus der veraschten Probe hat sich gezeigt, dass es bei üblichen ungebrauchten und gebrauchten Ölen keine Probleme durch zu große Partikel bei den Verunreinigungen gibt. Trotzdem wird darauf hingewiesen, dass größere Partikel (bei Eisen ab etwa $> 1 \mu\text{m}$ Durchmesser) zu Verfälschungen in den Ergebnissen führen können. Dann sollte die Probe nach DIN 51460-1 verascht werden.

ANMERKUNG 2 Die Elemente Aluminium und Silizium liegen häufig in unlöslicher Form vor und neigen während der Messung zum Sedimentieren. Daher sollten die Elemente Aluminium und Silizium bei sequentiell arbeitenden Spektrometern als erstes gemessen werden. Bei den Elementen Bor und Schwefel sollten ausreichend lange Spülzeiten nach jedem Probenwechsel sichergestellt werden. Die Standardlösungen für das Element Bor sollten messtätiglich angesetzt werden.

ANMERKUNG 3 Weitere Elemente können nach dieser Norm auch bestimmt werden. Die Kalibrierkurven sollten dann entsprechend angepasst werden. Präzisionsdaten für nicht in dieser Norm explizit genannte Elemente liegen jedoch nicht vor. Die im Regelfall in Mineralölen vorkommenden Elemente sind in Tabelle 1 aufgeführt.

Tabelle 1

Element	Typische Elementkonzentrationen mg/kg
Barium	10 bis 2 000
Calcium	500 bis 6 000
Magnesium	50 bis 2 500
Zink	200 bis 2 000
Natrium	10 bis 200
Kalium	10 bis 100
Eisen	1 bis 1 000
Silizium	5 bis 200
Schwefel	50 bis 10 000
Molybdän	1 bis 200
Kupfer	1 bis 200
Phosphor	100 bis 2 500
Bor	100 bis 2 500
Aluminium	1 bis 200