

DIN 51399-1



ICS 75.100

Ersatz für
DIN 51399-1:2009-01

**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 20 Seiten

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



Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	6
4 Kurzbeschreibung	6
5 Geräte	6
5.1 Atomemissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES)	6
5.2 Laborgeräte	9
6 Chemikalien	9
7 Probenahme	10
8 Kalibrierung des ICP OES-Spektrometers	10
9 Verfahren ohne internen Standard	10
9.1 Aufstellen der Bezugskurven	10
9.1.1 Bezugslösungen	10
9.1.2 Kalibrierlösungen	12
9.1.3 Null-Lösung	12
9.1.4 Aufstellung der Kalibriergeraden	12
9.2 Probenvorbereitung	12
9.3 Durchführung	12
9.4 Auswertung	13
10 Verfahren mit internem Standard	13
10.1 Lösung des internen Standards (Verdünnungslösung)	13
10.2 Bezugslösungen	14
10.3 Kalibrierlösungen	14
10.4 Null-Lösung	14
10.5 Aufstellen der Kalibriergeraden – Variante A	14
10.6 Aufstellung der Kalibriergeraden – Variante B	15
10.7 Probenvorbereitung	15
10.8 Durchführung	16
11 Auswertung	16
12 Angabe der Ergebnisse	17
13 Präzision	17
13.1 Wiederholbarkeit, r	17
13.2 Vergleichbarkeit, R	17
14 Prüfbericht	19
Literaturhinweise	20

Vorwort

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

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

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Änderungen

Gegenüber DIN 51399-1:2009-01 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anpassung des Anwendungsbereichs;
- b) Aufnahme von Präzisionsdaten aus Ringversuchen;
- c) Überarbeitung der normativen Verweisungen;
- d) redaktionelle Überarbeitung.

Frühere Ausgaben

DIN 51399-1: 2009-01

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung der in ungebrauchten und gebrauchten Mineralölen 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, Lithium, Eisen, Silicium, Schwefel, Mangan, Molybdän, Kupfer, Phosphor, Bor, Aluminium, Zinn, Blei, Nickel, Titan, Vanadium, Chrom, Wolfram und Zirkonium.

Die Konzentrationsbereiche, für die die Präzisionsangaben dieser Norm ermittelt wurden, sind in Tabelle 9 und Tabelle 10 aufgelistet.

Die Bestimmung ist anwendbar für alle Mineralöle. Die Bestimmung erfolgt mit Hilfe der optischen Emissionsspektrometrie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES). Diese Prüfung wird als bevorzugtes Verfahren empfohlen, wenn eine große Anzahl von Elementen, die in den in Tabelle 1 gelisteten Konzentrationsbereichen vorliegen, gleichzeitig in einem Mineralöl bestimmt werden soll. Für die Messung der Konzentration von Einzelementen stehen in der Regel andere Normen zur Verfügung, die die speziellen Bedingungen für die Bestimmung dieser Elemente genauer definieren.

Bei Ringversuchen zur Elementgehaltsbestimmung, sowohl direkt als auch aus der veraschten Probe, hat sich gezeigt, dass Verunreinigungen durch Partikel bei üblichen ungebrauchten und gebrauchten Ölen nicht zu Problemen bei der Messung führen. Trotzdem wird darauf hingewiesen, dass größere Partikel (bei Eisen ab etwa 1 µm Durchmesser) zu Verfälschungen in den Ergebnissen führen können; in solchen Fällen muss die Probe nach DIN 51460-1, DIN 51460-2 oder DIN 51460-3 verascht werden.

Die Elemente Aluminium und Silicium liegen häufig in unlöslicher Form vor und neigen während der Messung zum Sedimentieren. Daher müssen diese Elemente bei sequentiell arbeitenden Spektrometern als erstes gemessen werden. Bei den Elementen Bor und Schwefel müssen aufgrund hoher Verschleppungsgefahr ausreichend lange Spülzeiten nach jedem Probenwechsel sichergestellt werden.

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

Elementgehalte außerhalb des Anwendungsbereiches können bei entsprechender Anpassung der Verdünnung und der Kalibrierstandards gemessen werden.

ANMERKUNG Für die Zwecke dieses Dokuments wird zur Angabe des Massenanteils einer Substanz der Ausdruck „% (m/m)“ und für den Volumenanteil einer Substanz der Ausdruck „% (V/V)“ verwendet.

Tabelle 1 — Typische Elementkonzentrationen in ungebrauchten und gebrauchten Mineralölen

Element	Messbereich mg/kg
Schwefel	50 bis 10 000
Calcium	50 bis 6 000
Magnesium	5 bis 2 500
Zink	50 bis 2 000
Barium	100 bis 2 000
Phosphor	50 bis 2 500
Bor	10 bis 2 500
Aluminium	1 bis 200
Blei	1 bis 200
Chrom	1 bis 200
Eisen	1 bis 1 000
Kalium	1 bis 100
Kupfer	1 bis 200
Lithium	1 bis 100
Mangan	1 bis 100
Molybdän	1 bis 500
Natrium	1 bis 200
Nickel	1 bis 200
Silicium	1 bis 200
Titan	1 bis 200
Vanadium	1 bis 200
Wolfram	1 bis 100
Zinn	1 bis 200
Zirkonium	1 bis 100

WARNUNG — Die Anwendung dieser Norm kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieser Norm, vor ihrer Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und dafür Sorge zu tragen, dass behördliche und gesetzliche Maßnahmen eingehalten werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 1333, *Zahlenangaben*

DIN 51008-2, *Optische Emissionsspektrometrie (OES) — Teil 2: Begriffe für Systeme mit Flammen und Plasmen*

DIN 51460-1, *Prüfung von Mineralölerzeugnissen — Verfahren zur Probenvorbereitung — Teil 1: Mikrowellenunterstützter Druckaufschluss*

DIN 51460-2, *Prüfung von Mineralölerzeugnissen — Verfahren zur Probenvorbereitung — Teil 2: Veraschen/Oxidasche*

DIN 51460-3, *Prüfung von Mineralölerzeugnissen — Verfahren zur Probenvorbereitung — Teil 3: Druckloser Aufschluss mit Mineralsäuren*

DIN 51574, *Prüfung von Schmierstoffen — Probenahme von Schmierölen aus Verbrennungskraftmaschinen*

DIN 51750-1, *Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Teil 1: Allgemeines*

DIN 51750-2, *Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Teil 2: Flüssige Stoffe*

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 51008-2.

4 Kurzbeschreibung

Die zu untersuchende Probe wird mit Hilfe eines geeigneten ICP OES-Spektrometers (5.1) bestimmt. Die zu untersuchende Probe wird mit einem organischen Lösungsmittel verdünnt und direkt dem ICP OES-Spektrometer zugeführt. Das Verdünnungsverhältnis beträgt mindestens 1+9 (*m/m*). Dabei muss für die Probendosierung eine Förderpumpe verwendet werden. Der Elementgehalt wird durch Vergleich mit entsprechenden Bezugslösungen bestimmt.

Ein interner Standard (z. B. Y, Sc oder Co) kann eingesetzt werden. Dabei verbessert sich in der Regel die Präzision des Messverfahrens, da Matrix-Einflüsse (z. B. Viskosität) korrigiert werden.

5 Geräte

5.1 Atomemissionsspektrometer mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES)

Es ist erforderlich, ein ICP OES-Spektrometer, das für die Analyse organischer Flüssigkeiten ausgerüstet und geeignet ist, zu verwenden.

Die unter Abschnitt 13 genannten Präzisionsdaten wurden ausschließlich mit simultanen ICP OES-Spektrometern ermittelt. Sequentiell arbeitende ICP OES-Spektrometer können ebenfalls eingesetzt werden, wenn die Präzisionsdaten dieser Norm eingehalten werden können.

Zur Einhaltung der Präzision ist die Verwendung einer Förderpumpe für die Probendosierung zum Zerstäuber erforderlich. Dazu muss das Spektrometer in der Lage sein, bei den in den Tabellen 2 und 3 genannten Wellenlängen störungsfrei zu messen. Da die Höhe des spektralen Untergrunds von der Zusammensetzung der Probe beeinflusst werden kann, muss immer mit Nettointensitäten (Untergrundkorrektur) gearbeitet werden.