

DIN 51399-2

DIN

ICS 75.100

**Prüfung von Schmierölen –
Bestimmung der Elementgehalte aus Additiven, Abrieb und sonstigen
Verunreinigungen –
Teil 2: Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)**

Testing of lubricants –

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

Part 2: Wavelength dispersive X-ray fluorescence spectrometry (XRF)

Essai des huiles lubrifiantes –

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

Partie 2: Spectrométrie de fluorescence de rayons X (XRF) dispersive en longueurs d'onde

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	4
3 Kurzbeschreibung	4
4 Chemikalien und Hilfsstoffe	4
5 Geräte.....	5
6 Probenahme	7
7 Aufstellung der Kalibrierkurven	7
7.1 Angaben zum Fundamentalparameter-Verfahren	7
7.2 Herstellen der Kalibrierlösungen	7
7.3 Messung der Impulsraten	7
7.4 Kalibrierkurven.....	8
7.4.1 Möglichkeit A.....	8
7.4.2 Möglichkeit B.....	9
8 Durchführung	9
8.1 Überprüfung	9
8.2 Messung	10
9 Angabe der Ergebnisse.....	10
10 Präzision des Verfahrens.....	10
10.1 Allgemeines	10
10.2 Wiederholbarkeit.....	10
10.3 Vergleichbarkeit.....	10
Anhang A (informativ) Informationen zum Fundamentalparameter-Verfahren	12
Literaturhinweise	13

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-06-12 AA „Röntgenfluoreszenz-Analyse“ und vom Arbeitsausschuss NA 062-06-63 AA „Gebrauchtöluntersuchungen“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

DIN 51399 *Prüfung von Schmierölen — Bestimmung der Elementgehalte aus Additiven, Abrieb und sonstigen Verunreinigungen* besteht aus:

- *Teil 1: Direkte Bestimmung durch optische Emissionsspektralanalyse mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-OES)*
- *Teil 2: Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)*

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Ermittlung des Gehaltes von Elementen in Schmierölen, die aus dem Additivanteil, aus dem Abrieb oder aus Verunreinigungen stammen können, fest. Es handelt sich hierbei insbesondere um die Additivelemente Barium, Calcium, Magnesium, Phosphor, Schwefel, Molybdän und Zink und die Abrieb- bzw. Verunreinigungselemente Aluminium, Blei, Chlor, Chrom, Eisen, Kalium, Kupfer, Natrium, Nickel, Silicium und Zinn.

Das Verfahren nach diesem Dokument dient zur Ermittlung des Gehaltes der o. g. Elemente in ungebrauchten und gebrauchten Ölen mit Hilfe der Röntgenfluoreszenzanalyse (RFA). Alle Elementgehalte sind wichtig, um wechselnde (Absorptions-) Einflüsse der Matrix durch und bei Verwendung des Fundamentalparameter-Verfahrens (FP-Verfahren) zu berücksichtigen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente 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 51574, *Prüfung von Schmierstoffen — Probenahme von Schmierölen aus Verbrennungskraftmaschinen*

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren*

DAB 2006, *Deutsches Arzneibuch; Ausgabe 2006¹⁾ Kurzbeschreibung*

3 Kurzbeschreibung

Vor der Analyse muss die Probe homogenisiert werden. Dazu hat es sich bewährt, die Probe auf 60 °C zu erwärmen und anschließend mindestens 1 Minute kräftig zu schütteln. Die homogenisierte Probe ist dann möglichst umgehend in einem Probegefäß der Primärstrahlung einer Röntgenröhre auszusetzen.

Die Impulsraten der dabei angeregten Röntgenfluoreszenz-Strahlung sowie die Impulsraten der Untergrundstrahlung werden gemessen. Der Zusammenhang zwischen Impulsraten und Konzentrationen (Kalibrierung) wird mit einer Software berechnet, die Interelementeffekte (Matrixeffekte) auf Basis von Fundamentalparametern kompensiert (FP-Verfahren). Die Gehalte an Elementen in mg/kg sowie der Additivelemente und Schwefel in % (m/m) lassen sich dann unter Anwendung dieser Kalibrierung ermitteln.

Das Verfahren ist weitgehend unabhängig von der Art der erfassten Verbindungen, von der Zusammensetzung der Probe und der Art der Begleitelemente. Nicht berücksichtigte Sauerstoffanteile über einem Massenanteil von 5 % können zu Minderbefunden führen.

4 Chemikalien und Hilfsstoffe

4.1 Allgemeines

Es muss sichergestellt sein, dass die Standards nur bekannte Gehalte der anderen zu messenden Elemente enthalten und dass der Gehalt an weiteren Elementen (z. B. die Matrix $C_xH_yO_z$ selbst (siehe hierzu auch Abschnitt 7), S in sulfonatischen Standards und von Abschnitt 1 abweichende Additivelemente) bekannt ist, um bei der Fundamentalparameter-Verfahren berücksichtigt werden zu können.

1) Zu beziehen durch: Deutscher Apotheker-Verlag, Stuttgart oder Govi-Verlag GmbH, Frankfurt/Main.