

	Prüfung von Schmierstoffen Bestimmung des Borgehaltes Teil 2: Direkte Bestimmung durch optische Emissionsspektralanalyse mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES)	DIN 51443-2
ICS 75.100 Testing of lubricants – Determination of boron content – Part 2: Direct determination by optical emission spectral analysis with inductively coupled plasma (ICP OES) Essais des lubrifiants – Détermination de la teneur en bore – Partie 2: Détermination directe par spectrométrie d'émission optique à plasma induit par haute fréquence (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. Es ist vorgesehen DIN 51443:1992-05 zu überarbeiten und als DIN 51443-1 neu herauszugeben. 1 Anwendungsbereich Das Verfahren ist anwendbar auf Mineralöle, synthetische Öle und entsprechende Zusätze, die Bor in ölgelöster Form als Additiv enthalten. Das Verfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung des Gehaltes an Bor mit Massenanteilen von 10 mg/kg bis 100 mg/kg in den genannten Stoffen mit Hilfe der ICP OES. Das Verfahren ist anwendbar auf die Bestimmung des Borgehaltes von Additiven nach entsprechender Verdünnung. Der Borgehalt lässt Rückschlüsse auf die dem Stoff zugesetzte Wirkstoffmenge zu. Fortsetzung Seite 2 bis 4 Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V. Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP im DIN		

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 (einschließlich Änderungen).

DIN 1333, *Zahlenangaben*.

DIN 12036, *Laborgeräte aus Glas — Enghals-Standflaschen mit Kegelschliff und Stopfen*.

DIN 12664-1, *Laborgeräte aus Glas — Messkolben mit einer Marke — Messkolben mit Bördelband, Kegelhülse und Kegelschliffverbindung*.

E DIN 51008-1, *Optische Atomemissionsspektalanalyse (OES) — Teil 1: Systeme mit Funken und Glimmentladungen*.

DIN 51008-2, *Optische Emissionsspektalanalyse (OES) — Systeme mit Flammen und Plasmen*.

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

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

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 (ISO 4259:1992 + Cor 1:1993); Deutsche Fassung EN ISO 4259:1995*.

3 Prinzip

Der Gehalt an Bor wird als Massenanteil in Milligramm je Kilogramm mit Hilfe eines ICP OES-Spektrometers bestimmt. Die Probe wird mit einem organischen Lösemittel im Verhältnis etwa 1:10 verdünnt. Die Lösung wird zur Bestimmung des Gehaltes an Bor direkt in das ICP OES-Spektrometer eingesprüht. Verglichen wird mit Bezugslösungen, die aus einer Stammlösung öllöslicher Bor-Verbindungen in dem verwendeten Lösemittel bestehen.

4 Geräte und Prüfmittel

4.1 ICP OES-Spektrometer

Geeignet sind ICP OES-Spektrometer (Simultan- oder Sequenz-Spektrometer), ausgerüstet für die Analyse organischer Flüssigkeiten mit einem Hochfrequenzgenerator und einem für organische Lösemittel geeigneten Zerstäuber.

4.2 Laborgeräte

Alle verwendeten Geräte müssen sorgfältig gereinigt sein. Sie dürfen an den Flächen, die mit den Lösungen in Berührung kommen, nicht mit der Hand angefasst werden.

- 100 ml Standardflasche aus braunem Glas mit Schraubdeckel, z. B. Standflasche DIN 12036-E 250-G.
- Analysenwaage, z. B. elektronische Waage mit Tara-Ausgleich auf 0,1 mg ablesbar.
- 100 ml Messkolben, z. B. nach DIN 12664-1.

5 Chemikalien

5.1 Organisches Verdünnungsmittel, wie z. B. Leuchtpetroleum oder Testbenzin (Siedebereich etwa 150 °C bis 200 °C).

5.2 Weißöl mit einer kinematischen Viskosität von etwa 33 mm²/s bei 20 °C, z. B. Paraffinum subliquidum^{*)}.

5.3 Bor-Standard 5 000 mg/kg Boranteil, öllöslich^{*)}.

5.4 Stabilisator

5.5 Argon in Druckgasflasche mit einem Massenanteil $w(\text{Ar}) > 99,998 \%$ (Ar 4.8).

^{*)} Über Bezugsquellen gibt Auskunft: Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, Kapstadtring 2, 22297 Hamburg