

DIN 51829**DIN**

ICS 75.100

**Mineralölerzeugnisse –
Bestimmung von Additiv- und Abriebelementen in Schmierfetten –
Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)**

Petroleum products –
Determination of additive and wear elements in greases –
Analysis by wavelength dispersive X-ray spectrometry (XRS)

Produits pétroliers –
Détermination d'éléments d'additifs et d'abrasions en graisses –
Analyse par fluorescence X (FRX) dispersive en longueurs d'onde

Gesamtumfang 11 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 Geräte	5
5 Chemikalien	5
6 Herstellen von Borsäuretablettten	6
7 Probenahme	6
8 Probenpräparation	6
8.1 Allgemeines	6
8.2 Verwendung von Flüssigkeitsküvetten	6
8.3 Verwendung von Borsäuretablettten	6
9 Aufstellen von Bezugskurven	6
9.1 Fettstandards	6
9.2 Ermittlung der Messwerte für die Fettstandards	6
9.3 Messparameter	7
9.4 Aufstellen der Kalibriergeraden	8
10 Durchführung der Analyse	8
11 Auswertung	8
12 Angabe der Ergebnisse	8
13 Präzision	9
13.1 Allgemeines	9
13.2 Wiederholbarkeit, r	9
13.3 Vergleichbarkeit, R	9
Anhang A (informativ) Übertragung von Kalibriergeraden	10
Literaturhinweise	11

Vorwort

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

Die Angaben zur Präzision sind durch statistische Auswertung von Ringversuchsergebnissen, die in der Arbeitsgruppe im Rahmen der Erstellung dieses Dokuments erhalten wurden, ermittelt worden.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Elemente Al, Ba, Bi, Cl, Ca, Cu, Fe, Mg, Mo, Na, P, Pb, S, Si, Sn, Ti und Zn mittels der wellenlängendispersiven Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) in frischen und gebrauchten Schmierfetten fest.

Im Rahmen dieses Dokuments wurden folgende Fettmatrices untersucht:

- a) Ca-Seifenfette auf Polyalphaolefin- und Mineralölbasis;
- b) Polyharnstofffette;
- c) Li-Seifen auf Mineralöl- und Esterölbasis.

Weitere Elemente und Matrices sind analog bestimmbar, jedoch liegen für diese keine Präzisionsdaten vor.

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

3 Kurzbeschreibung

Auf Basis geeigneter Standards werden mit der wellenlängendispersiven RFA Kalibrierungen erstellt, welche zur Bestimmung von unbekannten Schmierfetten eingesetzt werden. Die zu untersuchenden Elemente sind Additive oder durch Verschmutzung und Abrieb entstandene Kontaminationen. Allgemeingültige Gehaltsangaben für Additive und Kontaminationen sind nicht möglich.

ANMERKUNG Nahezu alle Metalle, mit Ausnahme von Eisen, können als Additivelemente in Schmierfetten eingesetzt werden. Ca- und Li-Seifenfette weisen Gehalte von etwa 20 000 mg/kg Ca^{2+} bzw. Li^+ auf.

In Abhängigkeit von der Probenmenge werden zwei unterschiedliche Probenpräparationsverfahren angewendet. Neben dem üblichen Verfahren mit der Flüssigkeitsküvette wurde ein Verfahren zur Analyse geringer Probenmengen mittels Dünnschichtpräparation entwickelt (siehe Abschnitt 8).

Beide Präparationsverfahren sind nach einer Kalibrierung mit standardisierten Fetten arbeitszeitsparend und schnell, da sie langwierige Aufschlussverfahren ersetzen.