

Prüfung von Mineralölen
**Bestimmung des Phosphorgehaltes von Schmierölen
und Schmieröl-Wirkstoffen**
Teil 2: Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)

DIN
51363-2

ICS 75.100

Ersatz für
DIN 51363-2:1987-09

Testing of petroleum products — Determination of phosphorus content of lubricating oils and additives — Part 2: Analysis by wavelength dispersive X-ray spectrometry (XRS)

Essais des huiles minerales — Dosage du phosphore dans les huiles lubrifiantes et les additifs — Partie 2: Analyse par fluorescence X (FRX) dispersive en longueurs d'onde

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 612 „Röntgenfluoreszenz-Analyse“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

DIN 51363 „Prüfung von Mineralölen — Bestimmung des Phosphorgehaltes von Schmierölen und Schmieröl-Wirkstoffen“ besteht aus:

- Teil 2: Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)
- Teil 3: Direkte Bestimmung durch optische Emissionsspektalanalyse mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP OES)

Änderungen

Gegenüber DIN 51363-2:1987-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Anwendungsbereich der Norm präzisiert auf Phosphorgehalte im Bereich von 0,001 g/100 g bis 1,0 g/100 g;
- b) Durchführung geringfügig geändert;
- c) Probenbecherfolie und Überprüfung der Folie aufgenommen;
- d) Prüfbericht festgelegt;
- e) Norm redaktionell überarbeitet und Verweise aktualisiert.

Frühere Ausgaben

DIN 51363-2: 1980-11, 1987-09

Fortsetzung Seite 2 bis 6

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Prüfverfahren zur Bestimmung des Phosphorgehaltes in homogenen, flüssigen Mineralölerzeugnissen mit einem Siedebeginn über 150 °C, sowie in synthetischen Ölen und in entsprechenden Zusätzen, die Phosphor in öllöslicher Form enthalten, fest.

Das Prüfverfahren ist geeignet zur Bestimmung des Phosphorgehaltes im Bereich von 0,001 g/100 g bis 1,0 g/100 g. Höhere Gehalte können nach entsprechender Verdünnung ebenfalls bestimmt werden. Die in dieser Norm angegebenen Präzisionsdaten gelten jedoch nur für den Bereich oberhalb einschließlich 0,005 g/100 g.

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

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

DIN EN ISO 3170, *Flüssige Mineralölerzeugnisse — Manuelle Probenahme (ISO 3170:1988 einschließlich Änderung 1:1998); Deutsche Fassung EN ISO 3170:1998*.

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 Kurzbeschreibung

Zehn Massenteile der zu analysierenden Probe und ein Massenteil Zirconium-Lösung als Bezugstoff werden sorgfältig gemischt und in einem Probengefäß der Primärstrahlung einer Röntgenröhre ausgesetzt. Die Impulsraten der dabei angeregten Phosphor- K_{α} - (0,615 5 nm) und Zircon- $L_{\alpha 1}$ - (0,607 0 nm)-Röntgenfluoreszenz-Strahlungen werden gemessen; das Verhältnis dieser Impulsraten wird berechnet. Der Phosphorgehalt der Probe als Massenanteil in g/100 g lässt sich dann aus einer mit Phosphor-Bezugslösungen aufgestellten Bezugskurve ermitteln. Das Verfahren ist weitgehend unabhängig von der Art der erfassten Phosphorverbindungen, von der Zusammensetzung der Probe und der Art der Begleitelemente.

ANMERKUNG Dieses Verfahren ist nicht anwendbar, wenn bei Zugabe des internen Standards Ausfällungen auftreten, wie es z. B. bei Polyglykolen auftreten kann. In diesen Fällen kann versucht werden, die Ausfällungen durch weiteres Verdünnen oder durch Zugabe eines Lösevermittlers, z. B. Xylol, zu vermeiden.

4 Geräte

4.1 Allgemeines

Über die übliche Laborausstattung hinaus, werden die im Folgenden angegebenen Laborgeräte benötigt.

4.2 Wellenlängendispersives Röntgenspektrometer, das gestattet, die Impulsraten der in Abschnitt 3 genannten Röntgenfluoreszenz-Strahlungen zu messen. Für die Bestimmung des Phosphorgehaltes eignet sich z. B. folgende Ausstattung des Röntgenspektrometers:

Anode:	Chrom, Rhodium, Scandium
Spannung:	mindestens 50 kV