

Prüfung von Schmierstoffen
Bestimmung des Molybdängehaltes von Schmierölen
 Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)

DIN
51 379
 Teil 2

Testing of lubricants; Determination of molybdenum content of lubricating oils; Analysis by wavelength dispersive X-ray spectrometry (XRS)

Ersatz für Ausgabe 01.82

Essais des lubrifiants; Détermination de la teneur en molybdène des huiles lubrifiantes; Analyse par fluorescence X (FRX) dispersive en longueurs d'onde

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für homogene flüssige Mineralölerzeugnisse, die Molybdän in öllöslicher Form oder Molybdändisulfid in suspendierter Form mit Massenanteilen an Molybdän von 0,002 % bis 0,1 % enthalten.

2 Zweck

Das Verfahren nach dieser Norm dient der Bestimmung des Gehaltes an Molybdän, ermittelt als Massenanteil in %, der im Abschnitt 1 genannten Stoffe.

Der Molybdängehalt wird, gegebenenfalls im Zusammenhang mit anderen Eigenschaften, zur Kennzeichnung dieser Mineralölerzeugnisse benötigt.

3 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die zu analysierende Probe und eine Zirconiumlösung als Bezugsstoff (innerer Standard) werden in einem vorgegebenen Massenverhältnis sorgfältig gemischt und in einem Probegefäß der Primärstrahlung einer Röntgenröhre ausgesetzt. Die Impulsraten der angeregten Mo-K_α- und der dabei miterfaßten Zr-K_β-Röntgenfluoreszenz-Strahlung und der Zr-K_α-Röntgenfluoreszenz-Strahlung sowie die Impulsrate einer Untergrundstrahlung werden gemessen; das Verhältnis dieser Impulsraten wird berechnet. Der Molybdängehalt der Probe läßt sich dann aus einer mit Molybdän-Bezugslösungen aufgestellten Bezugskurve ermitteln.

Das Verfahren ist weitgehend unabhängig von der Zusammensetzung der Probe und der Art der Begleitelemente.

4 Bezeichnung des Verfahrens

Bezeichnung des Verfahrens nach dieser Norm (02) zur Bestimmung des Molybdängehaltes von Schmierölen nach der wellenlängendispersiven Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA):

Prüfung DIN 51 379 - 02 — RFA

5 Geräte und Prüfmittel

Übliches Laboratoriumsgerät und zusätzlich die Geräte und Prüfmittel nach Abschnitt 5.1 bis Abschnitt 5.5.

5.1 Wellenlängendispersives Röntgenspektrometer (siehe auch DIN 51418), das gestattet, die Impulsraten von Mo-K_α- und Zr-K_α-Röntgenfluoreszenz-Strahlungen zu messen.

Für die Bestimmung des Molybdängehaltes eignet sich z. B. folgende Ausstattung des Röntgenspektrometers:

Röntgenröhre:

Anode: Chrom, Rhodium

Spannung: mindestens 50 kV

Stromstärke: mindestens 20 mA

Kollimator: eng (160 µm)

Analysator-Kristall: Lithiumfluorid-Kristall

Detektor: Szintillationszähler mit Impulshöhen-Analysator

Strahlengang: Luft oder Helium

5.2 Waage mit einem Skalenteilungswert von 0,1 mg

5.3 Rührvorrichtung, beheizbar

5.4 Becher, z. B. nach DIN 12 331

5.5 Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen, z. B. nach DIN 12 387

6 Chemikalien

6.1 Paraffinum subliquidum (DAB 9)¹⁾

6.2 Organische Molybdänverbindung mit genau bekanntem Molybdängehalt²⁾.

6.3 Zirconium-Octoat mit einem Massenanteil an Zirconium von 12 bis 18 % oder eine andere öllösliche organische Zirconium-Verbindung²⁾.

6.4 2-Ethylhexansäure, rein²⁾.

¹⁾ DAB 9: Deutsches Arzneibuch, 9. Ausgabe 1987

²⁾ Über Bezugsquellen gibt Auskunft:
 DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse im
 DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Burggrafen-
 straße 6, 1000 Berlin 30.

Fortsetzung Seite 2 und 3

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
 Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Jede Art der Vervielfältigung, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Berlin, gestattet.