

	<p>Prüfung von Mineralölerzeugnissen</p> <p><b>Bestimmung des Siliciumgehaltes</b></p> <p>Teil 2: Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA)</p>	<p><b>DIN</b></p> <p><b>51390-2</b></p>
<p>ICS 75.100</p> <p>Deskriptoren: Mineralölerzeugnis, Siliciumgehalt, Röntgenfluoreszenzanalyse</p> <p>Testing of petroleum products – Determination of silicone content – Part 2: Analysis by wavelength dispersive X-ray spectrometry (XRS)</p> <p>Essais des produits pétroliers – Détermination de la teneur en silicone – Partie 2: Analyse par fluorescence X (FRX) dispersive en longueurs d'onde</p>		<p>Ersatz für Ausgabe 1987-08</p>
<p><b>Vorwort</b></p>		
<p>Die vorliegende Norm wurde vom Arbeitsausschuß NMP 612 "Röntgenfluoreszenz-Analyse" für den Arbeitsausschuß NMP 661 "Prüfung von Schmierölen, sonstigen Ölen und Paraffinen" im Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) im DIN ausgearbeitet.</p>		
<p>Allgemeine Angaben zur Röntgenfluoreszenz-Analyse siehe E DIN 51418-1 und E DIN 51418-2.</p>		
<p>Silicium kann in Ölproben als Silicon, als feinstverteilter Silicatstaub oder als Abrieb von Si-Al-Legierungen vorliegen. Silicone sind in Mineralöl nur in äußerst geringer Menge löslich und bilden leicht Dispersionen, die ebenso wie Staub- und Abriebanteile zur Sedimentation neigen. Es muß besonders auf die Reinheit der zu benutzenden Glasgefäße geachtet werden, da diese bei Einsatz von Laborspülautomaten wasserlösliche Silicatrete aus dem Waschmittel enthalten können. Es ist ratsam, die benötigten Glasgefäße vor Gebrauch nochmals mit Alkohol zu spülen (Silicate). Eine zusätzliche Spülung entfernt auch anhaftendes Silicon. Eine bei der Messung störende Sedimentation ist durch Viskositätserhöhung der Probe zu vermeiden oder stark zu vermindern. Am leichtesten gelingt dies durch Zusatz hochviskoser Polymerisate von Kohlenwasserstoffen, die z. B. auch als VI-Verbesserer bei Motorölen Verwendung finden.</p>		
<p><b>Änderungen</b></p>		
<p>Gegenüber der Ausgabe August 1987 wurden folgende Änderungen vorgenommen:</p>		
<p>a) Der Text wurde unter Berücksichtigung der Festlegungen in der Norm DIN 1310 und in den Normen der Reihe DIN 820 redaktionell überarbeitet.</p> <p>b) Die Verweisungen auf andere Normen wurden dem aktuellen Stand angepaßt.</p>		
<p><b>Frühere Ausgaben</b></p>		
<p>DIN 51390-2: 1987-08</p>		
<p style="text-align: right;">Fortsetzung Seite 2 bis 5</p> <p style="text-align: center;">Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e. V. Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP im DIN</p>		

## 1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für Mineralölerzeugnisse mit einem Siedebeginn über 150 °C, synthetische Schmieröle und entsprechende Zusätze, die Silicium in öllöslicher oder in homogen dispergierter Form enthalten. Die Prüfung nach dieser Norm dient zur Bestimmung des Siliciumgehaltes der genannten Stoffe mit Hilfe der Röntgenfluoreszenz-Analyse<sup>1)</sup>.

## 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.

DIN 1333

Zahlenangaben

E DIN 51418-1

Röntgenspektralanalyse – Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) – Allgemeine Begriffe und Grundlagen

E DIN 51418-2

Röntgenspektralanalyse – Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) – Begriffe und Grundlagen zur Messung, Kalibrierung und Auswertung

DIN 51750-1

Prüfung von Mineralölen – Probenahme – Teil 1: Allgemeines

DIN 51750-2

Prüfung von Mineralölen – Probenahme – Teil 2: Flüssige Stoffe

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

DAB 1996

Deutsches Arzneibuch, 11. Ausgabe 1996,

Bezugsquelle: Deutscher Apotheker-Verlag, Stuttgart, und Govi-Verlag GmbH, Frankfurt/M.

## 3 Einheit

mg/kg

## 4 Prinzip

Die Probe wird sorgfältig homogenisiert und zur Vermeidung einer Sedimentation gegebenenfalls mit einem Mittel zur Viskositätserhöhung versetzt.

Neun Massenteile der zu analysierenden Probe und ein Massenteil der Zirconium-Lösung als Bezugsstoff werden gemischt und in einem Probegefäß der Primärstrahlung einer Röntgenröhre ausgesetzt. Die Nettoimpulsraten der dabei angeregten Silicium-K<sub>α</sub>- und Zirconium-L<sub>α1</sub>-Röntgenfluoreszenz-Strahlungen werden gemessen; das Verhältnis dieser Impulsraten wird berechnet. Der Siliciumgehalt der Probe läßt sich dann aus einer mit Silicium-Bezugslösungen aufgestellten Bezugskurve ermitteln.

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

## 5 Bezeichnung

Bezeichnung des Verfahrens nach dieser Norm (02) zur Bestimmung des Siliciumgehaltes (Si) von Mineralölerzeugnissen durch Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA):

Prüfung DIN 51390 – 02 – Si – RFA

---

<sup>1)</sup> Der Siliciumgehalt kann, bei Kenntnis des Si-Gehaltes des Frischöls, in Verbindung mit anderen Elementen zur Ermittlung des Staubgehaltes bei gebrauchten Schmierstoffen dienen. Bei frischen Produkten können Rückschlüsse auf bestimmte Additivtypen gezogen werden.