

Prüfung von Schmierstoffen
Bestimmung des Borgehaltes von Schmierölen
Direkte Bestimmung durch Atomabsorptionsspektrometrie (AAS)

DIN
51 443

Testing of lubricants; Determination of the boron content in lubricating oils; Direct determination by atomic absorption spectrometry (AAS)
Essais des lubrifiants; Détermination de la teneur en bore des huiles lubrifiantes; Détermination directe par spectrométrie d'absorption atomique (AAS)

Allgemeine Angaben zur Analyse mittels Atomabsorptionsspektrometrie siehe auch DIN 51 401 Teil 1 und Teil 2.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für ungebrauchte und gebrauchte Schmieröle, die Massenanteile an Bor von 50 bis 500 mg/kg enthalten.

Liegen höhere Gehalte an Bor vor, so müssen die Proben entsprechend verdünnt werden.

2 Zweck

Das Verfahren nach dieser Norm dient der Bestimmung des Borgehaltes der in Abschnitt 1 genannten Schmieröle mit Hilfe der Atomabsorptionsspektrometrie (AAS).

3 Einheit

mg/kg, angegeben durch die Zusammensetzungsgröße Massenanteil

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Probe wird mit Testbenzin verdünnt und zur Bestimmung des Bors direkt in die Acetylen-Distickstoffoxid-Flamme des Atomabsorptionsspektrometers eingespeist.

Verglichen wird mit Bezugslösungen, die aus Stammlösungen einer öllöslichen organischen Borverbindung, gelöst in Testbenzin, bestehen.

Anmerkung: Bei Syntheserzeugnissen, die nicht auf Mineralölbasis beruhen, oder Mischungen aus beiden, ist statt Testbenzin aufgrund der besseren Löslichkeit Isobutylmethylketon zu verwenden.

5 Geräte und Prüfmittel

5.1 Atomabsorptionsspektrometer (AAS)

Siehe auch DIN 51 401 Teil 1 und Teil 2

Geeignet sind Geräte, die eine exakte Absorptionsmessung der Analyselinie Bor bei 249,7 nm in Verdünnungen mit Testbenzin oder Isobutylmethylketon ermöglichen.

Anmerkung: In höheren Gehaltsbereichen kann auch bei Wellenlängen geringerer Empfindlichkeit gemessen werden (siehe Angaben des Geräteherstellers).

Das AAS-Gerät muß geeignet sein, die Analysenlinien für Bor im Extinktionsbereich 0,01 bis 0,05 zu messen.

5.2 Laborgeräte

Alle verwendeten Laborgeräte müssen sorgfältig gereinigt sein. Sie dürfen an den Flächen, die mit den Probelösungen in Berührung kommen, nicht mit der Hand angefaßt werden.

Neue Laborgeräte aus Glas sind mit destilliertem Wasser zu füllen und vor Gebrauch zwei Tage stehen zu lassen, damit lösliche Bestandteile entfernt werden.

- 250-ml-Erlenmeyerkolben, z. B. Kolben DIN 12 387 — E 250 ANS 29, mit Stopfen aus Kunststoff, z. B. Stopfen DIN 12 254 — K 29/32
- 250-ml-Enghals-Standflasche mit Kegelschliff und Stopfen aus braunem Glas, z. B. Standflasche DIN 12 036 — G-E 250
- 25-ml-Bürette mit seitlichem Hahn, z. B. Bürette DIN 12 700 — SGAS 25-005
- 50-ml-Bürette mit seitlichem Hahn, z. B. Bürette DIN 12 700 — SGAS 50-01
- Analysenwaage, Höchstlast 200 g, ablesbar auf 0,1 mg

Fortsetzung Seite 2 bis 4

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

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

5.3 Prüfmittel

- Testbenzin¹⁾, mit einem Aromatengehalt von etwa 18 % Volumenanteilen und einem Siedebeginn über 150 °C und einem Siedepunkt unter 230 °C, z. B. Testbenzin DIN 51 632-4.

Das Testbenzin darf keine Verfärbung der Flamme des Atomabsorptionsspektrometers hervorrufen.

Vor Gebrauch ist das Testbenzin durch einen Faltenfilter zu filtrieren.

- Isobutylmethylketon, zur Synthese
- Weißöl mit einer kinematischen Viskosität von etwa 250 mm²/s bei 20 °C, z. B. Paraffinum subliquidum DAB 9²⁾
- Xylol zur Analyse
- Distickstoffoxid (Lachgas) in Druckgasflasche
- Acetylen in Druckgasflasche
- Borstandard, öllöslich
- Bor-Stammlösungen, die wie folgt herzustellen sind:
Fünf Stammlösungen werden durch Lösen des Borstandards entsprechend den Angaben in Tabelle 1 in Weißöl unter Zusatz von Xylol hergestellt.

Tabelle 1. Stammlösungen Nr 1 bis Nr 5

Stammlösung Nr	1	2	3	4	5
Massenanteil Bor mg/kg	100	200	300	400	500

In die gewogene 250-ml-Enghals-Standflasche wägt man die laut Herstellerangabe berechnete Masse des Borstandards auf 0,1 mg ein. Dazu gibt man 5 ml Xylol und 20 g Weißöl. Anschließend wird der Borstandard unter Erwärmen bei max. 50 °C gelöst. Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur von 18 bis 28 °C füllt man mit Weißöl auf 100 g auf.

Die Stammlösungen werden in Flaschen aus braunem Glas aufbewahrt. Sie sind etwa 3 Monate haltbar.

Anmerkung: Bezugssubstanzen, die in Öl gelöst vorliegen, können direkt verdünnt werden.

6 Probenahme

Nach DIN 51 750 Teil 1 und Teil 2 bzw. nach DIN 51 574.

Die Proben sind in Polyethylengefäße abzufüllen. Vor Gebrauch sind die Gefäße gründlich zu reinigen und zu trocknen.

7 Aufstellen der Bor-Bezugskurve

7.1 Bezugslösungen und Null-Lösung

7.1.1 Null-Lösung

Als Null-Lösung wird Testbenzin verwendet.

7.1.2 Bezugslösungen

Die Bezugslösungen sind so herzustellen, daß mit den vorliegenden Borgehalten jeweils die Extinktionsbereiche 0,01 bis 0,05 gut überdeckt werden können. Wichtig ist, daß die Bezugskurven im Arbeitsbereich möglichst geradlinig verlaufen, andernfalls ist entsprechend zu verdünnen.

Anmerkung: Die Verdünnungsverhältnisse von Bezugs- und Probenlösungen müssen immer gleich sein.

Je nach Gerätetyp werden in einem 250-ml-Erlenmeyerkolben 1 bis 3 g der Stammlösung auf 0,1 mg eingewogen. Aus der 50-ml-Bürette läßt man das zum Verdünnen notwendige Volumen Null-Lösung zulaufen und schüttelt gut durch.

7.2 Einstellen des AAS-Gerätes

Das AAS-Gerät wird nach der Betriebsanleitung des Herstellers in Betrieb genommen. Nach Zünden der Gasflamme und Einregeln der optimalen Flammenhöhe läßt man das AAS-Gerät unter Ansaugen der für die Verdünnung der Bezugs- und Probenlösungen verwendeten Null-Lösung 10 min „einbrennen“.

Erst nach dieser Einbrenndauer darf mit dem Einsprühen der Bezugslösungen begonnen werden. Als erstes wird die Null-Lösung eingesprüht und die Skalenanzeige auf den Nullwert eingeregelt. Anschließend werden die Bezugslösungen nacheinander in steigender und fallender Gehaltsfolge gemessen. Dabei beginnt man mit steigender Gehaltsfolge. Die Messung einschließlich der Nullpunktbestimmung müssen etwa fünfmal wiederholt werden. Die Absorption wird für Bor bei einer Wellenlänge von 249,7 nm gemessen. Aus den Ergebnissen erhält man die Bezugskurve über die Abhängigkeit des Borgehaltes von der Extinktion.

Anmerkung: Sofern die Anzeige als Absorption in % erfolgt, müssen die entsprechenden Extinktionswerte für das Aufstellen der Bezugskurve vorab berechnet werden.

8 Vorbereitung

In dem 250-ml-Erlenmeyerkolben wägt man 1 bis 3 g der Probe auf 0,1 mg ein und verdünnt, wie in Abschnitt 7.1.2 beschrieben, mit der Null-Lösung.

9 Durchführung

Für die Bestimmung wird das nach Abschnitt 7.2 eingestellte AAS-Gerät verwendet.

Die Bezugs- und Probenlösungen müssen am selben Tag angesetzt und gemessen werden. Die Messungen werden nach folgendem Schema durchgeführt:

- Einregeln des Nullwertes mit Hilfe der Null-Lösung
 - Messen der Bezugslösung mit dem kleinsten Borgehalt
 - Messen der Bezugslösung mit einem mittleren Borgehalt
 - Messen der Bezugslösung mit dem größten Borgehalt
 - Messen der Probenlösungen
 - Messen der Probenlösungen
 - Messen der Bezugslösung mit dem größten Borgehalt
 - Messen der Bezugslösung mit einem mittleren Borgehalt
 - Messen der Bezugslösung mit dem kleinsten Borgehalt
 - Kontrollieren des Nullwertes mit Hilfe der Null-Lösung
- Die Messungen a) bis j) sind zweimal auszuführen. Aus den jeweils zusammengehörenden Einzelwerten ist das arithmetische Mittel zu bilden.

In den Pausen sowie zwischen der Eingabe der Bezugs- und Probenlösungen muß laufend die Null-Lösung versprüht werden, damit konstante Bedingungen erhalten bleiben.

Anmerkung 1: Bei Verwendung eines anderen organischen Lösemittels ist zu berücksichtigen, daß das Lösemittel etwa $\frac{1}{3}$ oder mehr des Brennstoffes

¹⁾ Über die Bezugsquellen gibt Auskunft: DIN Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., Burggrafstraße 6, 1000 Berlin 30.

²⁾ DAB 9: Deutsches Arzneibuch, 9. Ausgabe, 1986