

S4 EXPLORER

CALCIUM- UND ZINK-ANALYSE NACH DIN 51391-2

Einleitung

DIN 51391-2^[1] beschreibt die Bestimmung des Gehaltes (Massenanteil in g/100g, im folgenden %(m/m)) an Additivelementen (Ba, Ca, Cu und Zn) in Schmierstoffen mit wellenlängendispersiver Röntgenfluoreszenzanalyse (WD-RFA). Wegen der gesunkenen Bedeutung der Additivelemente Cu und Ba werden hier Untersuchungen zu Calcium und Zink vorgestellt, für die auch Vergleichsdaten aus Ringversuchen vorliegen.

Da es sich bei den Proben um unterschiedlichst additivierte Arten von Ölen handeln kann, ist für einen derart weit gefaßten Anwendungsbereich eine Matrixkorrektur unumgänglich. Diese wird nach DIN 51391-2 durch Verwendung eines internen Standards durchgeführt. Dabei wird das Intensitätsverhältnis von Analyt zu internem Standard gegen die Konzentration des Analyten kalibriert. Da (Matrix-)Unterschiede zwischen den Standardproben und realen Proben sowie eine Gerätedrift beide Messungen (Analyt und interner Standard) gleichermaßen beeinflussen, ist der Quotient aus beiden um derartige Effekte bereinigt und somit nur von der Quantität des Analyten abhängig. Daher darf der interne Standard in der Probe selbst nicht enthalten sein, muß für einen gleichen Response auf Störungen eine Fluoreszenzlinie in der Nähe des Analyten aufweisen und sollte vom Analyten nicht merklich angeregt werden (und dessen Signal somit abhängig vom Konzentrationsverhältnis schwächen). Für Calcium wird dies optimal erfüllt durch Sn L α . Im Falle von Zink ist zunächst Kupfer als interner Standard genannt. Da Kupfer allerdings als Additivelement und in gebrauchten Ölen als Abriebelement in der Probe vorhanden sein kann, ist eine alternative Verwendung von Cobalt als interner Standard beschrieben.



Probenpräparation Calciumbestimmung

Zur Herstellung der Kalibrier- bzw. Probenlösungen werden jeweils $20,00 \pm 0,01$ g der Standardlösung bzw. Probe mit $2,00 \pm 0,01$ g einer ca. 11,7%igen Sn-Lösung eingewogen und durch Rühren homogenisiert.

Jeweils $5,0 \pm 0,1$ g dieser Lösung wurden in Flüssigkeitsbecher ($\varnothing_{\text{innen}} 3,5$ cm) eingewogen, die mit Prolene[®]-Folie der Dicke $4 \mu\text{m}$ bespannt waren. Die Probe wurde zu einem Dichtigkeitstest 30 s auf ein Drucker- oder Wägepapier gestellt und anschließend direkt vermessen.

Meßparameter Calciumbestimmung

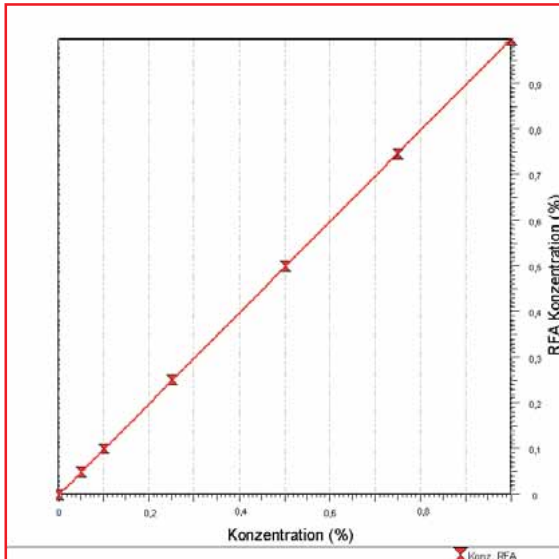
Die Daten wurden mit folgenden Meßparametern erhalten:

Anode	Rhodium
Spannung	50 kV
Strom	20 mA
Kollimator	0,23°
Kristall	LIF200
Ca-Linienposition	113,122°
Meßzeit	24 s
Sn-Linienposition	126,788°
Meßzeit	24 s
Detektor	Proportionalzähler mit Pulshöhenanalyse
Diskriminatorfenster	45 - 155%
Strahlengang	Helium (mit Vakuumschieber)
Meßzellenfenster	4 µm Prolene®

Der geringen Flüchtigkeit von Ölen entsprechend wird der Helium-Modus mit reduziertem Druck angewendet.

Kalibrierung Calciumbestimmung

Die normgerechte Kalibrierung verwendet einen internen Standard. Daher wird in der folgenden Grafik nicht eine Intensität, sondern die nach RFA-Kalibrierung erhaltene Konzentration "RFA Konzentration" gegen die nach Präparation berechnete Konzentration "Konzentration" aufgetragen (Konzentrationen in %(m/m)):



Konz. Sollwert	Konz. RFA	abs. Abw.	zählstat. Abw.	NWG*
0,000	0,000	0,000	0,0001	3
0,050	0,050	0,000	0,0002	3
0,100	0,101	0,001	0,0003	3
0,250	0,252	0,002	0,0004	3
0,500	0,501	0,001	0,0006	3
0,750	0,745	-0,005	0,0007	3
1,000	0,996	-0,004	0,0008	3

Die Kalibrierung läßt sich wie folgt zusammenfassen (Konzentrationen in %(m/m)):

Konzentrationsbereich	0,000 - 1,000
Anzahl Standards	7
Intensitätsmodell	Bruttointensitäten
Kalibriermodell	interner Standard Sn
Regression minimiert	relativer Fehler
Mittlere Regressionsstreuung	0,0029
Zählstatistische Abweichung	≤0,0008
Nachweisgrenze NWG* (3 σ, 24 s)	0,0003

* Nachweisgrenze
$$NWG = \frac{3}{m} \cdot \sqrt{\frac{I_{Ugr}}{t_{Ugr}}}$$

- m Empfindlichkeit S-Kalibrierung [cps/%(m/m)]
- I_{Bgr} Zählrate an der Untergrundposition [cps]
- t_{Bgr} Zählzeit an der Untergrundposition [s]

Richtigkeit Calciumbestimmung

Zur Kontrolle der Richtigkeit der Kalibrierung wurden zunächst DIN Ringversuchsproben analysiert. Die Ergebnisse inklusive zugehörigem DIN R/√2-Bereich sind in der folgenden Tabelle aufgeführt (Konzentrationen in %(m/m)):

Probe	Konzentration	DIN R/√2-Bereich	
MO381	0,400	0,386 - 0,414	✓
MO382	0,140	0,126 - 0,154	✓
MO401	0,230	0,218 - 0,247	✓
MO402	0,287	0,275 - 0,303	✓
MO Motoröl			

Alle Ergebnisse liegen innerhalb des aus dem jeweiligen Ringversuch ermittelten DIN R/√2-Bereichs.

Wiederholbarkeit Calciumbestimmung

Nach der Richtigkeit der Analyse wurde auch ihre Wiederholbarkeit an der Ringversuchsprobe MO381 überprüft. Normgerecht darf bei einer Konzentration von 0,400%(m/m) die Differenz zweier aufeinanderfolgender Ergebnisse nur in einem von 20 Fällen einen Wert von 0,01%(m/m) übersteigen. Um nun die reine Gerätestabilität unabhängig von Präparationseffekten zu zeigen, wurde eine einmal präparierte Probe ausreichenden Volumens zu den Stabilitätsmessungen herangezogen. In der folgenden Tabelle sind die entsprechenden Messungen und Differenzen vorgestellt (n = 20; Konzentrationen in %(m/m)):

Datum	Konzentration	Differenz
23.07.2004 08:19	0,4003	
23.07.2004 08:21	0,4014	0,0011
23.07.2004 08:23	0,3988	-0,0026
23.07.2004 08:25	0,4002	0,0014
23.07.2004 08:27	0,4009	0,0007
23.07.2004 08:29	0,4009	0,0000
23.07.2004 08:31	0,4012	0,0003
23.07.2004 08:33	0,4009	-0,0003
23.07.2004 08:35	0,4003	-0,0006
23.07.2004 08:37	0,4004	0,0001
23.07.2004 08:39	0,3995	-0,0009
23.07.2004 08:41	0,4005	0,0010
23.07.2004 08:44	0,3997	-0,0008
23.07.2004 08:46	0,4003	-0,0006
23.07.2004 08:48	0,4004	0,0001
23.07.2004 08:50	0,4019	0,0015
23.07.2004 08:52	0,4011	-0,0008
23.07.2004 08:54	0,3999	-0,0012
23.07.2004 08:56	0,4001	0,0002
23.07.2004 08:58	0,4004	0,0003
<hr/>		
Mittelwert	0,4005	
<hr/>		
Mittlere abs. Std.abw.	0,0007	
<hr/>		
Minimum	0,3988	0,0000
<hr/>		
Maximum	0,4019	0,0026
<hr/>		
Spanne	0,0031	
<hr/>		
Maximale Differenz der Norm		0,0100

Sowohl die aus Messungen ermittelte mittlere wie auch die maximale Abweichung zweier aufeinanderfolgender Messungen liegen weit unterhalb des in der Norm spezifizierten Wertes.

Diese Werte demonstrieren die hervorragende Kurzzeitstabilität des S4 EXPLORER. Um eine Langzeitstabilität zu ermitteln, wurde die Probe MO381 über die Dauer von 53 Tagen analysiert. Die Ergebnisse werden in der folgenden Tabelle angegeben (n = 14; Konzentrationen in %(m/m)):

Datum	Konzentration	Differenz
23.07.2004 08:19	0,4003	
26.07.2004 10:34	0,3992	-0,0011
27.07.2004 08:15	0,4020	0,0028
28.07.2004 09:16	0,3986	-0,0034
29.07.2004 08:15	0,4006	0,0020
30.07.2004 08:25	0,4005	-0,0001
02.08.2004 08:21	0,4014	0,0009
03.08.2004 08:11	0,4015	0,0001
04.08.2004 08:28	0,4013	-0,0002
05.08.2004 09:18	0,4017	0,0004
06.08.2004 08:15	0,4002	-0,0015
09.08.2004 10:38	0,4009	0,0007
27.08.2004 08:42	0,4003	-0,0006
15.09.2004 11:34	0,4006	0,0003
<hr/>		
Mittelwert	0,4007	
<hr/>		
Mittlere abs. Std.abw.	0,0009	
<hr/>		
Minimum	0,3986	0,0001
<hr/>		
Maximum	0,4020	0,0034
<hr/>		
Spanne	0,0034	
<hr/>		
Maximale Differenz der Norm		0,0100

Selbst über eine Dauer von 53 Tagen werden fast identische Parameter erreicht wie bei den Messungen zur Kurzzeit-Wiederholbarkeit. Spanne (0,0031%(m/m) bzw. 0,0034%(m/m)) und mittlere absolute Abweichung (0,0007%(m/m) bzw. 0,0009%(m/m)) sind nahezu identisch und liegen weit unterhalb des in der Norm spezifizierten Wertes. Somit kann man auch für jeweils einzeln präparierte Proben von einer Einhaltung der Normwiederholbarkeit ausgehen, was auch den Erfahrungen der Ringversuche in den letzten Jahren entspricht.

Diese hervorragende Stabilität des S4 EXPLORER wird erreicht durch die Anwendung eines Vakuumabschlusses zwischen Proben- und Spektrometerkammer. Er bedingt, daß der Moduswechsel zwischen Luft (beim Probentausch) und Helium (bei der Messung) in dem kleinen Volumen der abgeschotteten Probenkammer schnell und vollständig erfolgt und garantiert somit eine hohe Stabilität vom Beginn der Messung an.

Probenpräparation Zinkbestimmung

Zur Herstellung der Kalibrier- bzw. Probenlösungen werden jeweils $20,00 \pm 0,01$ g der Standardlösung bzw. Probe mit $2,00 \pm 0,01$ g einer ca. 1%igen Cu- oder Co-Lösung eingewogen und durch Rühren homogenisiert.

Jeweils $5,0 \pm 0,1$ g dieser Lösung wurden in Flüssigkeitsbecher ($\varnothing_{\text{innen}} 3,5$ cm) eingewogen, die mit Prolene®-Folie der Dicke $4 \mu\text{m}$ bespannt waren. Die Probe wurde zu einem Dichtigkeitstest 30 s auf ein Drucker- oder Wägepapier gestellt und anschließend direkt vermessen.

Meßparameter Zinkbestimmung

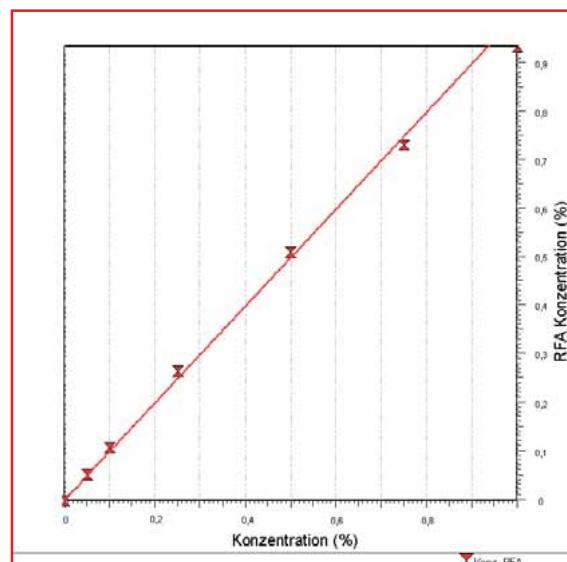
Die Daten wurden mit folgenden Meßparametern erhalten:

Anode	Rhodium
Spannung	50 kV
Strom	10 mA
Primärstrahlfilter	800 μm Al
Kollimator	0,23°
Kristall	LIF200
Zn-Linienposition	41,818°
Meßzeit	20 s
Untergrundposition	46,500°
Meßzeit	20 s
Co-Linienposition	52,818°
Meßzeit	20 s
Cu-Linienposition	45,050°
Meßzeit	20 s
Detektor	Scintillationszähler mit Pulshöhenanalyse
Diskriminatorfenster	30 - 180%
Strahlengang	Helium (mit Vakuumschieber)
Meßzellenfenster	4 μm Prolene®

Auch hier wird der Helium-Modus mit reduziertem Druck angewendet.

Kalibrierung Zinkbestimmung

Für die Zink-Bestimmung wird in der Praxis häufig Cobalt als interner Standard eingesetzt, da das in der Norm ebenfalls genannte Kupfer als Abrieb-element in Gebrauchtölen und selten auch als Additivelement vorkommen kann. Da der Bezug der Intensitäten auf einen internen Standard nur dann funktioniert, wenn das entsprechende Element selbst nicht in der Probe enthalten ist, birgt die Verwendung von Co weniger Gefahr in sich. In folgender Grafik und Tabelle ist wie bei allen Kalibrierungen unter Verwendung eines internen Standards die durch die RFA-Kalibrierung erhaltene Konzentration gegen die Sollkonzentration aufgetragen (Konzentrationen in % (m/m)):



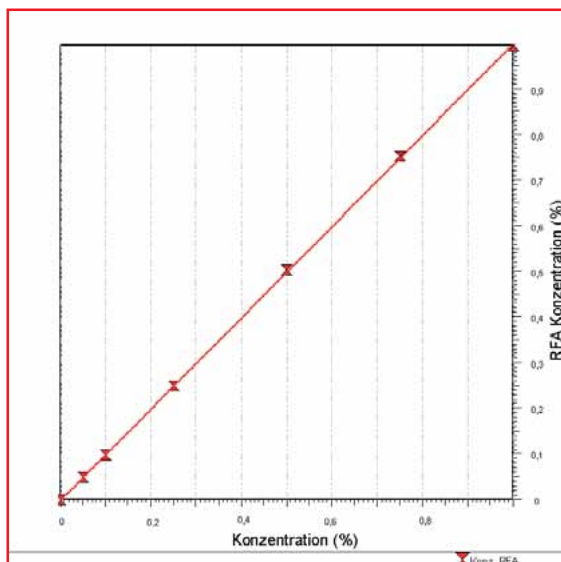
Konz. Sollwert	Konz. RFA	abs. Abw.	zählstat. Abw.	NWG
0,0000	-0,0034	-0,0034	0,0000	3
0,0500	0,0522	0,0022	0,0001	3
0,1000	0,1071	0,0071	0,0002	3
0,2500	0,2642	0,0142	0,0003	3
0,4997	0,5099	0,0102	0,0004	3
0,7498	0,7312	-0,0186	0,0005	3
1,0000	0,9333	-0,0667	0,0006	3

Die Kalibrierung läßt sich wie folgt zusammenfassen (Konzentrationen in % (m/m)):

Konzentrationsbereich	0,000 - 1,000
Anzahl Standards	7
Intensitätsmodell	Nettointensitäten
Kalibriermodell	interner Standard Co
Regression minimiert	relativer Fehler
Mittlere Regressionsstreuung	0,029
Zählstatistische Abweichung	$\leq 0,0006$
Nachweisgrenze NWG (3 σ , 20 s)	0,0003

Wie aus diesen Daten hervorgeht, gelingt es im Falle einer Zinkkalibrierung mit Kobalt als internem Standard nicht, eine lineare Kalibrierfunktion zu erhalten. Eine entsprechende Zinkkalibrierung ohne Bezug auf den internen Standard Kobalt ist wegen der zunehmenden Absorption der Zinklinie durch den ansteigenden Zinkgehalt in der Probe noch stärker gekrümmt. Dennoch ist die Krümmung der Kurve bei Bezug auf die Kobaltintensität zwar kleiner als ohne internen Standard, aber im Gegensatz zu anderen Normen gelingt die Linearisierung der Kalibrierfunktion nur unvollständig, die mittlere Regressionsstreuung ist mit 0,029%(m/m) zu groß.

Bei Verwendung eines quadratischen Kalibriermodells verbessert sich dies signifikant:



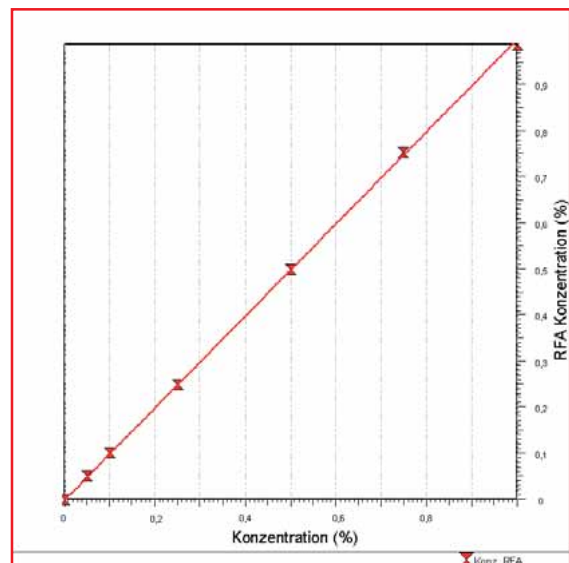
Konz. Sollwert	Konz. RFA	abs. Abw.	zählstat. Abw.	NWG
0,0000	0,0003	0,0003	0,0000	2
0,0500	0,0496	-0,0004	0,0001	2
0,1000	0,0995	-0,0005	0,0002	2
0,2500	0,2496	-0,0004	0,0003	2
0,4997	0,5036	0,0039	0,0004	2
0,7498	0,7520	0,0022	0,0005	2
1,0000	0,9943	-0,0057	0,0006	3

Die Kalibrierung läßt sich wie folgt zusammenfassen (Konzentrationen in %(m/m)):

Konzentrationsbereich	0,000 – 1,000
Anzahl Standards	7
Intensitätsmodell	Nettointensitäten
Kalibriermodell	interner Standard Co, quadratisch
Regression minimiert	relativer Fehler
Mittlere Regressionsstreuung	0,003
Zählstatistische Abweichung	≤0,0006
Nachweisgrenze (3 σ, 20 s)	0,0002

Der Grund für die unvollständige Matrixkorrektur bei Einsatz von Kobalt als internem Standard liegt in der Verletzung der Bedingungen für seine Anwendung. Kobalt ist zwar selbst nicht in den Standardproben enthalten, aber die Kobaltlinie wird merklich durch die Zinklinie angeregt. Dadurch wird die Zinkintensität geschwächt und die Kobaltintensität verstärkt. Berücksichtigt man nun die Tatsache, daß die Kobaltkonzentration konstant ist, die Zinkkonzentration der Standardproben aber ansteigt, ergibt sich eine Kalibrierfunktion, die mit zunehmender Analytkonzentration in immer größerem Maße von einer Geraden nach unten abweicht. Da das Ausmaß der Abweichung von der Analytkonzentration abhängt, kompensiert die Verwendung einer quadratischen Kalibrierung diesen Effekt.

Die Verwendung von Kupfer als internem Standard sollte diesen Effekt nicht oder in kleinerem Ausmaß zeigen, da die Kupferlinie schlechter von der Zinkfluoreszenz angeregt wird als die Kobaltlinie. Die entsprechende Kalibrierung ist in folgender Grafik und Tabelle dargestellt:



Konz. Sollwert	Konz. RFA	abs. Abw.	zählstat. Abw.	NWG
0,0000	-0,0006	-0,0006	0,0000	6
0,0500	0,0504	0,0004	0,0001	6
0,0997	0,1015	0,0018	0,0002	6
0,2499	0,2502	0,0003	0,0003	6
0,4996	0,5001	0,0005	0,0004	6
0,7485	0,7525	0,0040	0,0005	6
1,0000	0,9866	-0,0134	0,0006	6

Bei Verwendung von Kupfer als internem Standard ist die Matrixkorrektur und somit die Linearisierung der Kalibrierfunktion weit besser als bei Kobalt. Lediglich die Probe mit dem höchsten Zinkgehalt zeigt eine leichte Abweichung nach unten. Die Kalibrierung läßt sich wie folgt zusammenfassen (Konzentrationen in %(m/m)):

Konzentrationsbereich	0,000 – 1,000
Anzahl Standards	7
Intensitätsmodell	Nettointensitäten
Kalibriermodell	interner Standard Cu
Regression minimiert	relativer Fehler
Mittlere Regressionsstreuung	0,006
Zählstatistische Abweichung	≤0,0006
Nachweisgrenze (3 σ, 20 s)	0,0006

Theoretisch ist also die Verwendung von Kupfer als internem Standard für die Zinkbestimmung der Verwendung von Kobalt vorzuziehen, da die Sekundär-anregung des internen Standards durch den Analyten sehr viel geringer ausfällt. In der Praxis jedoch wird oft die Gefahr eines Kupfereigengehaltes der Probe höher eingeschätzt, weshalb häufig eine quadratische Kalibrierung mit Kobalt als internem Standard zur Anwendung kommt. Daher wurden auch die folgenden Messungen zur Richtigkeit und Wiederholbarkeit mit letzterem Modell ausgewertet.

Richtigkeit Zinkbestimmung

Zur Kontrolle der Richtigkeit der Kalibrierung wurden auch für die Zinkbestimmung zunächst DIN Ringversuchsproben analysiert. Die Ergebnisse und die zugehörigen DIN R/√2-Bereiche sind in der folgenden Tabelle aufgeführt (Konzentrationen in %(m/m)):

Probe	Konzentration	DIN R/√2-Bereich	
MO381	0,126	0,117 - 0,131	✓
MO382	0,139	0,131 - 0,145	✓
MO401	0,142	0,130 - 0,151	✓
MO402	0,133	0,121 - 0,138	✓
MO Motoröl			

Auch für die Zinkbestimmung liegen alle Ergebnisse innerhalb des aus dem jeweiligen Ringversuch ermittelten DIN R/√2-Bereichs.

Wiederholbarkeit Zinkbestimmung

Nach der Richtigkeit der Analyse wurde auch für die Zinkbestimmung die Wiederholbarkeit der Analysen an der Ringversuchsprobe MO382 überprüft. Normgerecht darf bei einer Konzentration von 0,139%(m/m) die Differenz zweier aufeinanderfolgender Ergebnisse nur in einem von 20 Fällen einen Wert von 0,005%(m/m) übersteigen. Um nun die reine Gerätestabilität unabhängig von Präparationseffekten zu zeigen, wurde eine einmal präparierte Probe ausreichenden Volumens zu den Stabilitätsmessungen herangezogen. In der folgenden Tabelle sind die entsprechenden Messungen und Differenzen vorgestellt (n = 20; Konzentrationen in %(m/m)):

Datum	Konzentration	Differenz
23.07.2004 09:16	0,1380	
23.07.2004 09:18	0,1388	0,0008
23.07.2004 09:20	0,1389	0,0001
23.07.2004 09:23	0,1376	-0,0013
23.07.2004 09:25	0,1382	0,0006
23.07.2004 09:27	0,1388	0,0006
23.07.2004 09:30	0,1395	0,0007
23.07.2004 09:32	0,1380	-0,0015
23.07.2004 09:34	0,1384	0,0004
23.07.2004 09:36	0,1389	0,0005
23.07.2004 09:39	0,1394	0,0005
23.07.2004 09:41	0,1393	-0,0001
23.07.2004 09:43	0,1387	-0,0006
23.07.2004 09:45	0,1384	-0,0003
23.07.2004 09:48	0,1380	-0,0004
23.07.2004 09:50	0,1380	0,0000
23.07.2004 09:52	0,1386	0,0006
23.07.2004 09:55	0,1385	-0,0001
23.07.2004 09:57	0,1378	-0,0007
23.07.2004 09:59	0,1389	0,0011
<hr/>		
Mittelwert	0,1385	
<hr/>		
Mittlere abs. Std.abw.	0,0005	
<hr/>		
Minimum	0,1376	0,0001
<hr/>		
Maximum	0,1395	0,0015
<hr/>		
Spanne	0,0019	
<hr/>		
Maximale Differenz der Norm		0,0050

Wiederum liegt der aus den Messungen ermittelte Maximalwert für die Differenzen wie auch die mittlere Abweichung zweier aufeinanderfolgender Messungen für die Zinkbestimmung weit unterhalb des in der Norm vorgegebenen Limits.

In der folgenden Tabelle ist die Langzeitstabilität (53 Tage) des S4 EXPLORER dargestellt (n = 14; Konzentrationen in %(m/m)):

Datum	Konzentration	Differenz
23.07.2004 09:16	0,1380	
26.07.2004 10:41	0,1386	0,0006
27.07.2004 08:17	0,1375	-0,0011
28.07.2004 09:19	0,1394	0,0019
29.07.2004 08:19	0,1386	-0,0008
30.07.2004 08:28	0,1395	0,0009
02.08.2004 08:23	0,1392	-0,0003
03.08.2004 08:14	0,1380	-0,0012
04.08.2004 08:31	0,1390	0,0010
05.08.2004 09:23	0,1381	-0,0009
06.08.2004 08:18	0,1387	0,0006
09.08.2004 10:41	0,1386	-0,0001
27.08.2004 08:45	0,1380	-0,0006
15.09.2004 11:37	0,1393	0,0013
<hr/>		
Mittelwert	0,1386	
<hr/>		
Mittlere abs. Std.abw.	0,0006	
<hr/>		
Minimum	0,1375	0,0001
<hr/>		
Maximum	0,1395	0,0019
<hr/>		
Spanne	0,0020	
<hr/>		
Maximale Differenz der Norm		0,0050

Auch für die Zinkbestimmung werden bei einer Dauer von 53 Tagen vergleichbare Parameter erhalten. Spanne (0,0019 bzw. 0,0020%(m/m)) und mittlere absolute Abweichung (0,0005%(m/m) bzw. 0,0006 %(m/m)) sind nahezu identisch, und auch die maximalen Abweichungen zweier Ergebnisse liegen deutlich unterhalb des in der Norm spezifizierten Wertes.

Zusammenfassung

Das S4 EXPLORER ermöglicht bei einer Maximalleistung von 1 kW Calcium- und Zinkanalysen nach DIN 51391-2 in einer Qualität, die der von 4 kW-Geräten in keiner Weise nachsteht. Durch die Optimierung der Leistung auf 1 kW und die Entwicklung des abgeschmolzenen Proportionalzählers Pro4 kann diese Qualität auch in Laborumgebungen erreicht werden, in denen kein Kühlwasser und kein Detektorgas zur Verfügung steht.

Die Richtigkeit der Ca- und Zn-Bestimmung wurde durch Analysen von DIN Ringversuchsproben bestätigt. Alle zur Verfügung stehenden Proben wurden analysiert, und der anspruchsvolle DIN R/ $\sqrt{2}$ -Bereich wurde stets getroffen.

Die bei Kurzzeitstabilitätsmessungen (~ 45 Min) ermittelten Differenzen zweier aufeinanderfolgender Ca- bzw. Zn-Ergebnisse aus derselben Probe sowie die entsprechenden mittleren Abweichungen lagen alle weit unterhalb des nach Norm maximal zulässigen Wertes.

Auch bei Langzeitstabilitätsmessungen (53 Tage) wurden für beide Elemente dieselben hervorragenden Parameter erhalten.

Im Falle der Zinkbestimmung wurde die Verwendung von Kupfer oder Kobalt als internem Standard verglichen. Kupfer zeigt die besseren Matrixkorrektureigenschaften, wird aber in der Praxis seltener eingesetzt, da es als Abriebelement in der Gebrauchtlölanalyse und selten als Additiv in der Probe vorkommen kann, was seine Verwendung als interner Standard ausschließt. Kobalt dagegen wird in der Praxis nicht in typischen Proben erwartet, die Kobaltlinie wird aber von der Zinkfluoreszenzlinie (sekundär-)angeregt. Dies führt dazu, daß die Kalibrierung trotz Verwendung von Kobalt als internem Standard quadratisch vorgenommen werden muß.

Literatur

- [1] DIN 51391 Teil 2 (1994-03) Prüfung von Schmierstoffen – Bestimmung des Gehaltes an Additivelementen – wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenzanalyse;
Beuth Verlag GmbH, Berlin

Das Bild auf Seite 1 wurde freundlicherweise von der ARAL AG zur Verfügung gestellt.

Prolene[®] ist ein eingetragenes Warenzeichen der Firma Chemplex Industries Inc.

Autor:
Arnd Bühler, Bruker AXS GmbH, Karlsruhe

BRUKER AXS GMBH
OESTLICHE RHEINBRUECKENSTR. 49
D-76187 KARLSRUHE
GERMANY
TEL. (+49) (721) 595-2888
FAX (+49) (721) 595-4587
EMAIL info@bruker-axs.de
www.bruker-axs.de

BRUKER AXS, INC.
5465 EAST CHERYL PARKWAY
MADISON, WI 53711-5373
USA
TEL. (+1) (800) 234-XRAY
TEL. (+1) (608) 276-3000
FAX (+1) (608) 276-3006
EMAIL info@bruker-axs.com
www.bruker-axs.com