

DIN 51810-4



ICS 75.100

**Prüfung von Schmierstoffen –
Bestimmung der Konsistenz von metallverseiften Schmierfetten mit dem
Oszillationsrheometer und dem Messsystem Kegel/Platte**

Testing of lubricants –

Determination of the consistency of metal saponified lubricating greases using an oscillatory rheometer with a cone/plate system

Essais des lubrifiants – Détermination de la consistance des graisses lubrifiantes saponifiées à base de métal avec le rhéomètre oscillant par la méthode cône et plateau

Gesamtumfang 17 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	4
4 Symbole und Abkürzungen	5
5 Kurzbeschreibung	5
6 Chemikalien und Hilfsmittel	5
7 Geräte	5
7.1 Oszillationsrheometer	5
7.2 Messsystem Kegel/Platte	5
7.3 Temperiereinrichtung	6
8 Probenahme	6
9 Vorbereitung	6
9.1 Reinigung des Messsystems	6
9.2 Schmierfettprobe	6
10 Durchführung	6
10.1 Temperierung	6
10.2 Messspalteinstellung und Befüllung des Messsystems Kegel/Platte	6
10.3 Messung	7
11 Auswertung	7
12 Angabe der Ergebnisse	10
13 Präzision	11
13.1 Allgemeines	11
13.2 Wiederholbarkeit (r)	11
13.3 Vergleichbarkeit (R)	11
14 Prüfbericht	11
Anhang A (informativ) Erläuterung und Herleitung des Faktors 0,071	12
Literaturhinweise	17

Bilder

Bild 1 — Graphische Darstellung der Datenauftragung	8
Bild 2 — Graphische Darstellung der Auswertung; die Einzeichnung der Ausgleichsgerade erfolgte händisch	9
Bild 3 — Graphische Darstellung der Auswertung der ermittelten Daten die Einzeichnung der Ausgleichsgerade erfolgte mit Hilfe eines Tabellenkalkulationsprogramms	10
Bild A.1 — Korrelation zwischen gemessener Walkpenetration τ_0	15

Tabellen

Tabelle 1 — Symbole	5
Tabelle 2 — Amplitudenversuch mit Vorgabe der Scherdeformation (en: strain sweep)	7
Tabelle A.1 — Graphische Darstellung des Auswertevorgangs in einem Tabellen-Kalkulationsprogramm	12
Tabelle A.2 — NLGI-Klassen und ihre dazugehörenden Walkpenetrationen	16

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-06-52 AA „Schmierfette: Anforderungen und Prüfung“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

DIN 51810 besteht unter dem allgemeinen Titel *Prüfung von Schmierstoffen* aus den folgenden Teilen:

- *Teil 1: Prüfung der rheologischen Eigenschaften von Schmierfetten — Bestimmung der Scherviskosität mit dem Rotationsviskosimeter und dem Messsystem Kegel/Platte*
- *Teil 2: Prüfung der rheologischen Eigenschaften von Schmierfetten — Bestimmung der Fließgrenze mit dem Oszillationsrheometer und dem Messsystem Platte/Platte*
- *Teil 3: Prüfung der rheologischen Eigenschaften von Schmierfetten — Bestimmung der Fließgrenze mit der Kippstabmethode*
- *Teil 4: Bestimmung der Konsistenz von metallverseiften Schmierfetten mit dem Oszillationsrheometer und dem Messsystem Kegel/Platte*

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur Bestimmung der Konsistenz und Zuordnung zu einer NLGI-Klasse von metallverseiften Schmierfetten (Lithium-, Lithium-Calcium-Seifen sowie Lithium- und Calciumkomplex-Seifen), bevorzugt der NLGI-Klassen 00, 0, 1, 2, 3 nach DIN 51818, mittels Oszillationsrheometer fest.

Fette anderer NLGI-Klassen sind zulässig, allerdings sind die Präzisionsdaten in Abschnitt 13 für solche Fette nicht anwendbar.

ANMERKUNG NLGI: National Lubricating Grease Institute.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN EN ISO 4259-1, *Mineralölerzeugnisse — Präzision von Messverfahren und Ergebnissen — Teil 1: Bestimmung der Präzisionsdaten von Prüfverfahren*

DIN SPEC 51458, *Prüfung von Schmierstoffen — Gebraucht fett-Analytik — Anforderungen und Prüfverfahren*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

— DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>

— DKE-IEV: verfügbar unter <http://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1 Scherdeformation

γ
durch tangentiale Auslenkung erzeugte Deformation der Probe

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Scherdeformation γ ist dimensionslos. Oftmals wird sie in Prozent (%) angegeben, wobei gilt: 100 % = 1.

3.2 Verlustmodul

G''
Komponente der Schubspannung, die zur Scherdeformation eine Phasenverschiebung von $\delta = \pi/2 = 90^\circ$ aufweist

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Verlustmodul beschreibt den viskosen Anteil des viskoelastischen Verhaltens der Messprobe und wird in Pa angegeben.

[QUELLE: DIN 51810-2:2017-04, Begriff 3.4]

3.3 Schubspannung

τ
Quotient aus tangential wirkender Kraft und Fläche

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Schubspannung τ hat die Einheit Pascal (Pa).

3.4

Schergeschwindigkeit

$\dot{\gamma}$

zeitliche Änderung der Scherdeformation

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$ hat die Einheit reziproke Sekunden (s^{-1}).

4 Symbole und Abkürzungen

Die Symbole sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

Tabelle 1 — Symbole

Formelzeichen	Benennung	Einheit
$\tau_{\text{berechnet}}$	Schubspannung, berechnet aus dem Verlustmodul	Pa
τ_0	Schubspannung, bei Schergeschwindigkeit 0 s^{-1}	Pa
$\dot{\gamma}_{\text{berechnet}}$	Schergeschwindigkeit, berechnet aus der Scherdeformation	s^{-1}
γ	Scherdeformation	%
G''	Verlustmodul	Pa
τ	Schubspannung	Pa
$\dot{\gamma}$	Schergeschwindigkeit	s^{-1}

5 Kurzbeschreibung

Eine Schmierfettprobe wird über einen Oszillationsversuch mit dem Kegel/Platte-Messsystem bei einer konstanten Temperatur von 25 °C geprüft. Dabei wird das folgende Verfahren angewendet (siehe auch 10.3).

Der Verlustmodul wird in Abhängigkeit der Scherdeformation bestimmt. Aus diesen Werten können wiederum die Walkpenetration und die NLGI-Klasse bestimmt werden.

6 Chemikalien und Hilfsmittel

Lösemittel, geeignet für die rückstandsfreie Reinigung der Geräte.

7 Geräte

Übliche Laboreinrichtung und Glasgeräte einschließlich Folgendem:

7.1 Oszillationsrheometer

Verwendet wird ein luftgelagertes Oszillationsrheometer mit Kegel/Platte-Messsystem.

7.2 Messsystem Kegel/Platte

Es ist ein Messsystem mit einem Kegeldurchmesser von 25 mm und 1° notwendig. Das Messsystem muss auf $\pm 0,1 \text{ °C}$ temperierbar sein.

7.3 Temperiereinrichtung

Die Temperatur der Messprobe muss bei Versuchsbeginn auf $\pm 0,1$ °C regelbar sein.

8 Probenahme

Die Probenahme muss nach DIN SPEC 51458 durchgeführt werden.

9 Vorbereitung

9.1 Reinigung des Messsystems

Vor Beginn der Prüfung müssen der Kegel und die Platte mit einem geeigneten Lösemittel rückstandsfrei gereinigt und anschließend getrocknet werden.

9.2 Schmierfettprobe

Um Messfehler durch vorhandene Luftblasen im Schmierfett weitgehend auszuschalten, ist es fallweise erforderlich, das zu prüfende Schmierfett zu entlüften. Dies geschieht durch Aufstreichen auf eine Glasplatte und anschließendes Entlüften in einem Vakuum-Exsikkator.

Vor Entnahme der Schmierfettprobe aus der Mitte des Vorratsgefäßes muss auf Homogenität geachtet werden. Fallweise kann ein Durchmischen des Schmierfettes vor der Probenahme erforderlich sein, insbesondere, wenn sich Öl abgesondert hat.

ANMERKUNG Das rheologische Verhalten von Fetten ist meist stark von der Vorgeschichte abhängig. Die Lagerung über Wochen und Monate kann das Fett verändern. Das Fett wird unter anderem fester durch Ausbluten von Öl.

10 Durchführung

10.1 Temperierung

Die Temperatur der Messanordnung muss bei Versuchsbeginn 25 °C betragen.

10.2 Messspalteinstellung und Befüllung des Messsystems Kegel/Platte

Nach erfolgter Temperierung muss der Nullpunkt (bezogen auf den Abstand zwischen Kegel und Platte) eingestellt werden (von Hand oder automatisch mit Hilfe eines geeigneten Messprogramms).

Es ist wichtig, dass der Abstand bei der Prüftemperatur eingestellt wird, da die thermische Ausdehnung des Messsystems den Messspalt beeinflusst.

Mit einem Spatel muss eine ausreichende Menge Schmierfett (mit kleinem Überschuss) luftblasenfrei mittig auf die Platte aufgetragen werden. Die erforderliche Menge an Schmierfett muss der Gebrauchsanweisung des Messsystems entnommen werden. Die Probe darf vor dem Absenken des Kegels nicht manuell auf der Platte verteilt werden, sondern wird beim Anfahren des Messspaltes automatisch verteilt. Zur korrekten Spaltbefüllung muss zunächst ein Messspalt von 20 % über dem finalen Messspalt angefahren werden (diese Position ist oftmals vom Gerätehersteller vorgegeben sog. Trimmposition). Dann muss der am Kegel-/Plattenrand überschüssige Schmierstoff abgestreift werden (siehe DIN 51810-1). Anschließend muss der Messspalt (vorgegeben vom Gerätehersteller) angefahren werden. Der gerätespezifische Abstand zwischen Kegel und Platte beeinflusst das Messergebnis ganz wesentlich und ist deshalb sorgfältig einzustellen.

WICHTIG — Für den Fall, dass die maximale Teilchengröße größer als 1 / 10 des Messspaltes ist, kann eine Beschädigung des Messsystems nicht ausgeschlossen werden. Bei einem Kegel/Platte-Messsystem mit einem Kegeldurchmesser von 25 mm, 1° und dem daraus resultierenden Messspalt von 50 µm, entspricht dies einer Teilchengröße von etwa 5 µm).