

ICS 75.100

**Prüfung von Schmierstoffen –
Gebrauchtfett-Analytik –
Anforderungen und Prüfverfahren**

Testing of lubricants –
Analysis of used greases –
Requirements and test methods

Essai de lubrifiants –
Analyse de graisses usées –
Exigences et méthodes d'essai

Zur Erstellung einer DIN SPEC können verschiedene Verfahrensweisen herangezogen werden:
Das vorliegende Dokument wurde nach den Verfahrensregeln eines Fachberichts erstellt.

Gesamtumfang 30 Seiten

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Verweisungen	5
3 Symbole und Abkürzungen	7
4 Ausfallmechanismen	7
5 Probenahme	8
6 Prüfverfahren	8
Anhang A (informativ) Leitlinie zur Probenahme von Schmierfetten aus Wälzlagerungen	9
A.1 Anwendungsbereich.....	9
A.2 Geräte.....	9
A.3 Vorbereitung der Probennahme.....	10
A.4 Probenahme	11
A.5 Probenversand	11
Anhang B (informativ) Probenbegleitschein	12
Anhang C (informativ) Prüfung von Gebrauchtschmierfetten — Untersuchungsverfahren — Analysenmethoden — Kurzbeschreibung.....	13
C.1 Additivbestimmung	13
C.2 Basisöl-Gehalt	14
C.3 Basisöl-Viskosität	15
C.4 Elementanalyse	16
C.5 Feste Fremdstoffe	19
C.6 Infrarotspektroskopische Analyse.....	20
C.7 Konsistenz	21
C.8 Korrosionsschutz.....	22
C.9 Neutralisationszahl des extrahierten Basisöls	23
C.10 Ölabscheidung	23
C.11 Optische Prüfung	24
C.12 PQ-Index.....	24
C.13 Rheologische Eigenschaften	25
C.14 Thermische Analysen.....	28
C.15 Wasserbestimmung.....	28
Literaturhinweise.....	30

Vorwort

Dieser Fachbericht wurde vom Arbeitskreis „Gebrauchtschmierfette“ des Arbeitsausschusses NA 062-06-52 AA „Schmierfette: Anforderungen und Prüfung“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

In diesem Dokument werden die Ausfallmechanismen von Schmierfetten beschrieben und verschiedenste Untersuchungsverfahren aufgeführt, die für die laboranalytische Untersuchung von Gebrauchtschmierfettproben verwendet werden können.

Dieses Dokument beruht auf dem Kenntnisstand zur Zeit der Veröffentlichung, es wird jedoch eine Überarbeitung erfordern, wenn einige der genannten Prüfnormen überarbeitet und verschiedene Ringversuche durchgeführt wurden.

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.

Einleitung

Schmierfette werden vielseitig eingesetzt und sorgen dafür, dass Aggregate und Maschinenteile wie z. B. Wälzlager und Zahnräder ihre Funktion erfüllen können. Ihre Aufgabe ist es, die Bauteilreibung zu reduzieren, Verschleiß zu verhindern und vor Korrosion zu schützen.

Verschiedene Einwirkungen auf das Schmierfett führen zu Veränderungen und Alterung des Schmierstoffs. Anhaltend hohe Gebrauchstemperaturen beschleunigen die Oxidation von Schmierfettbestandteilen, was unter anderem Additivveränderungen und Versäuerung hervorruft. Dies verändert die Schmiereigenschaften und kann zu möglichen Angriffen auf Metalle, Kunststoffe und Dichtungswerkstoffe führen.

Für eine vorbeugende Instandhaltung eines gefetteten Maschinenelementes ist es daher wichtig, den Zustand des Schmierfettes durch Probenahme und anschließende Laborprüfung zu beurteilen. Durch Erfahrung und Trendanalysen können dann Aussagen über Restlebensdauer des Schmierstoffs getroffen werden, so dass die Instandhaltung vorab geplant werden kann.

Bei ungeplanten Maschinenausfällen kann die Analyse des eingesetzten Schmierstoffs Information über mögliche Ursachen, wie Einfluss von Wasser oder Eintritt von festen Fremdstoffen liefern.

1 Anwendungsbereich

Dieser Fachbericht gilt für die Probenahme und Untersuchung von gebrauchten Schmierfetten aus Bauteilen mit Fokus auf Wälzlager.

Bei Schmierstoffen in anderen Maschinenelementen kann die beschriebene Vorgehensweise abweichen. Die Probenahme, der Probenbegleitschein und die Untersuchungen können aber teilweise auf andere Maschinenelemente bezogen werden.

2 Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. 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 10964, *Sensorische Prüfverfahren — Einfach beschreibende Prüfung*

DIN 51008-1, *Optische Emissionsspektrometrie (OES) — Teil 1: Begriffe für Systeme mit Funken und Niederdruckentladungen*

DIN 51405, *Prüfung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen, verwandten Flüssigkeiten und Lösemitteln für Lacke und Anstrichstoffe — Gaschromatographische Analyse — Allgemeine Arbeitsgrundlagen*

DIN 51418-1, *Röntgenspektralanalyse- Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) — Teil 1: Allgemeine Begriffe und Grundlagen*

DIN 51418-2, *Röntgenspektralanalyse- Röntgenemissions- und Röntgenfluoreszenz-Analyse (RFA) — Teil 2: Begriffe und Grundlagen zur Messung, Kalibrierung und Auswertung*

DIN 51425, *Prüfung von Mineralöl-Kohlenwasserstoffen und verwandten Stoffen — Hochdruckflüssigchromatographische Analyse — Allgemeine Arbeitsgrundlagen*

DIN 51429-1, *Prüfung von Mineralölerzeugnissen — Bestimmung des Gehaltes ausgewählter Spurenelemente — Teil 1: Atomabsorptionsspektrometrie (AAS) nach spezifischen Veraschungs- und Aufschlussverfahren*

DIN 51451, *Prüfung von Mineralölerzeugnissen und verwandten Produkten — Infrarotspektrometrische Analyse — Allgemeine Arbeitsgrundlagen*

DIN 51460-1, *Prüfung von Mineralölerzeugnissen — Verfahren zur Probenvorbereitung — Teil 1: Mikrowellenunterstützter Druckaufschluss*

DIN 51659-1, *Schmierstoffe — Prüfverfahren — Teil 1: Bestimmung der kinematischen Viskosität von gebrauchten Schmierölen mittels Glaskapillarviskosimeter*

DIN 51659-2, *Schmierstoffe — Prüfverfahren — Teil 2: Bestimmung der kinematischen Viskosität von gebrauchten Schmierölen mittels Stabinger-Viskosimeter*

DIN 51659-3, *Schmierstoffe — Prüfverfahren — Teil 3: Bestimmung der kinematischen Viskosität von gebrauchten Schmierölen mittels Houillon-Viskosimeter*

DIN 51777, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung des Wassergehaltes durch Titration nach Karl Fischer*

DIN 51802, *Prüfung von Schmierstoffen — Prüfung von Schmierfetten auf korrosionsverhindernde Eigenschaften — SKF-Emcor-Verfahren*

DIN 51810-1, *Prüfung von Schmierstoffen — Bestimmung der Scherviskosität von Schmierfetten mit dem Rotationsviskosimeter — Teil 1: Messsystem Kegel/Platte*

DIN 51810-2, *Prüfung von Schmierstoffen — Prüfung der rheologischen Eigenschaften von Schmierfetten — Teil 2: Bestimmung der Fließgrenze mit dem Oszillationsrheometer und dem Messsystem Platte/Platte*

DIN 51811, *Prüfung von Schmierstoffen — Prüfung der Korrosionswirkung von Schmierfetten auf Kupfer — Kupferstreifenprüfung*

DIN 51813, *Prüfung von Schmierstoffen — Bestimmung des Gehaltes an festen Stoffen in Schmierfetten — Teilchengrößen über 25 µm*

DIN 51817, *Prüfung von Schmierstoffen — Bestimmung der Ölabscheidung aus Schmierfetten unter statischen Bedingungen*

DIN 51820, *Prüfung von Schmierstoffen — Infrarotspektrometrische Analyse von Schmierfetten — Aufnahme und Auswertung von Infrarotspektren*

DIN 51829, *Mineralölerzeugnisse — Bestimmung von Additiv- und Abriebelementen in Schmierfetten — Wellenlängendispersive Röntgenfluoreszenz-Analyse*

DIN 53019-1, *Viskosimetrie — Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern — Teil 1: Grundlagen und Messgeometrie*

DIN 53019-2, *Viskosimetrie — Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern — Teil 2: Viskosimeterkalibrierung und Ermittlung der Messunsicherheit*

DIN 53019-3, *Viskosimetrie — Messung von Viskositäten und Fließkurven mit Rotationsviskosimetern — Teil 3: Messabweichungen und Korrekturen*

DIN EN ISO 11885, *Wasserbeschaffenheit — Bestimmung von ausgewählten Elementen durch induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES)*

DIN ISO 2137, *Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe — Bestimmung der Konuspenetration von Schmierfetten und Petrolatum*

DIN ISO 2176, *Mineralölerzeugnisse — Schmierfette — Bestimmung des Tropfpunktes*

DIN ISO 3733, *Mineralölerzeugnisse und bituminöse Bindemittel — Bestimmung des Wassergehaltes — Destillationsverfahren*

DIN ISO 6618, *Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe — Bestimmung von Säure- oder Basenzahl — Farbindikator-Titration*

ASTM D 5483, *Standard Test Method for Oxidation Induction Time of Lubricating Greases by Pressure Differential Scanning Calorimetry*

ASTM D 6595, *Standard Test Method for Determination of Wear Metals and Contaminants in Used Lubricating Oils or Used Hydraulic Fluids by Rotating Disc Electrode Atomic Emission Spectrometry*

ASTM D 7042, *Standard Test Method for Dynamic Viscosity and Density of Liquids by Stabinger Viscometer (and the Calculation of Kinematic Viscosity)*

ASTM D 7527, *Standard Test Method for Measurement of Antioxidant Content in Lubricating Greases by Linear Sweep Voltametry*

ASTM D 7740, *Standard Practice for Optimization, Calibration, and Validation of Atomic Absorption Spectrometry for Metal Analysis of Petroleum Products and Lubricants*

FED-STD-791D¹⁾, *Methode 3005.4 Dirt Content of Grease*

IP 396²⁾, *Determination of dropping point of lubricating grease — Automatic apparatus method*

SEB 181322, *Tribotechnik — Prüfung von Schmierstoffen — Bestimmung von festen Stoffen in Ölen, Fetten und Kühlschmierstoffen mittels Membranfiltration*

1) Herausgegeben von U.S. General Services Administration. Erhältlich über den AuslandsNormen-Service der Beuth-Verlag GmbH (Telefon: +49 30 2601-2361, Telefax: +49 30 2601-1801, E-Mail: international@beuth.de)

2) Herausgegeben von Energy Institute 61 New Cavendish Street London W1G 7AR, UK. Erhältlich über den AuslandsNormen-Service der Beuth-Verlag GmbH (Telefon: +49 30 2601-2361, Telefax: +49 30 2601-1801, E-Mail: international@beuth.de)

3 Symbole und Abkürzungen

AAS	Atomabsorptionsspektroskopie
AES	Atomemissionsspektroskopie
AK	Arbeitskreis
DMSO	Dimethylsulfoxid
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
FED-STD	Federal Standard
FTIR	Fourier Transform Infrarot Spektroskopie
GC	Gaschromatographie
HPLC	High performance liquid chromatography (Hochleistungsflüssigkeitschromatographie)
ICP OES	Induktiv gekoppeltes Plasma — Optische Emissionsspektroskopie
KFL	Karl-Fischer-Lösung
OES	Optische Emissionsspektralanalyse
PBT	Polybutylenterephthalat
PDSC	Pressurized Differential Scanning Calorimetry
PE	Polyethylen
PET	Polyethylenerephthalat
PP	Polypropylen
PQ-Index	Particle Quantification-Index
PTFE	Polytetrafluorethylen
PV	Prüfvorschrift von Volkswagen AG
RFA	Röntgen-Fluoreszenz-Analyse
wd	wellenlängendispersiv

4 Ausfallmechanismen

Um die nach der Laboruntersuchung des Gebrauchtvettes erzielten Ergebnisse richtig interpretieren zu können, sind die Ausfall-Mechanismen beim Versagen des Schmiervettes heranzuziehen.

Praxisergebnisse und Untersuchungen von Schmiervetten aus Prüfstandsläufen haben gezeigt, dass ein Lagerausfall als Folge eines Schmierfettversagens bei folgenden Vorgängen eintreten kann:

- hoher Ölverlust z. B. durch: erhöhte Temperatur, Zerstörung der Verdickerstruktur durch übermäßige Scherung und daher höhere Ausblutneigung;
- Umsetzung und Zersetzung von Additiven und Oxidation;
- Veränderung der Schmierfettkonsistenz;
- Verunreinigung durch feste Fremdstoffe und Eintritt von Fremdmedien wie Reinigungsflüssigkeiten, Fremdschmierstoff oder Wasser.

5 Probenahme

Eine repräsentative Probenahme des Gebrauchtfettes ist Voraussetzung für die richtige Interpretation und eine aussagefähige Schlussfolgerung aus den laboranalytisch ermittelten Ergebnissen.

Wichtig für die Probenahme sind neben der Handhabung die entsprechenden Probenwerkzeuge, Probenbehälter und die möglichen Entnahmestellen. Auch eine vollständige Dokumentation der Proben und der Entnahme sind essentiell für die Interpretation der Laborergebnisse und Einleitung von geeigneten Maßnahmen wie Schmierstoffwechsel.

Eine Leitlinie zur korrekten Probennahme ist unter Anhang A zu finden.

Anhang B beinhaltet ein Formblatt eines Probenbegleitscheines.

6 Prüfverfahren

Je nach Hintergrund und Zweck der Untersuchung von Gebrauchtfettproben können unterschiedliche spezifische Prüfungen erforderlich sein.

Umfangreiche Prüfungen können wichtige Informationen liefern, sind aber auch teilweise zeit- und kostenintensiv. Zudem sind in den meisten Fällen nur geringe Fettmengen für Prüfungen verfügbar.

Bei relativ kleinen Fettmengen werden oft folgende Eigenschaften und Merkmale untersucht:

- Visuelle Betrachtung nach Farbe, Aussehen, Struktur;
- Infrarot-Analyse zwecks Identifikation, Alterung, Fremdmedieneintritt;
- Ermittlung fester Fremdstoffe;
- Bestimmung des Grundölgehalts;
- Ermittlung des Wassergehaltes.

In Anhang C sind neben den oben genannten Untersuchungen noch weitere Verfahren zur Prüfung von Gebrauchtschmierfetten mit dem Zweck der Untersuchung, einer Kurzbeschreibung, den zugehörigen Normen und der üblicherweise benötigten Fettmenge genannt.

Anhang A (informativ)

Leitlinie zur Probenahme von Schmierfetten aus Wälzlagerungen

A.1 Anwendungsbereich

Diese Leitlinie gilt für die Entnahme von Gebrauchtfettproben aus Wälzlagerungen. Sie ist auch anwendbar für die Probenahme aus anderen Bauteilen.

Durch diese Leitlinie soll sichergestellt werden, dass repräsentative Fettproben entnommen werden, die für eine aussagefähige Analyse geeignet sind.

A.2 Geräte

A.2.1 Probenahmewerkzeug

Geeignet sind Spatel und Schaber aus rostfreiem Metall oder auch Kunststoff. Bei Metallwerkzeugen sollten die Kanten abgerundet sein. Werkzeuge aus Kunststoff müssen gegenüber Schmierfetten beständig sein. Saugfähige oder fasernde Materialien dürfen nicht verwendet werden. Andere geeignete Probenahmeverrichtungen können z. B. Spritze oder Schlauch sein (siehe Bild A.1 und Bild A.2).



Bild A.1 — Entnahmewerkzeug – Spatel aus verschiedenen Materialien (Metall, Kunststoff)

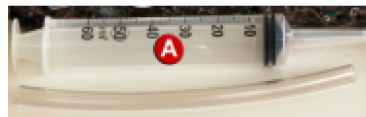


Bild A.2 — Entnahmewerkzeug – Spritze (A) und Schlauch