

DIN 51830-2



ICS 75.100

Einsprüche bis 2024-09-19

Entwurf

**Prüfung von Schmierfetten –
Bestimmung der Oxidationsbeständigkeit von Schmierfetten –
Teil 2: Ermittlung der temperaturabhängigen Oxidation Induction Time
zur Berechnung der Aktivierungsenergie der thermo-oxidativen
Degradation**

Testing of greases –

Determination of oxidation resistance of greases –

Part 2: Determination of temperature dependent oxidation induction time for calculation of the Arrhenius activation energy of thermo-oxidative degradation

Essais des graisses –

Détermination de la stabilité à l'oxydation des graisses lubrifiantes –

Partie 2: Détermination du temps d'induction de l'oxydation en fonction de la température pour le calcul de l'énergie d'activation d'Arrhenius de la dégradation thermo-oxydante

Anwendungswarnvermerk

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2024-07-19 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil das beabsichtigte Dokument von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an stellungnahme@fam-hamburg.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP, Große Elbstr. 131, 22767 Hamburg.

Es wird gebeten, mit den Kommentaren zu diesem Entwurf jegliche relevanten Patentrechte, die bekannt sind, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 22 Seiten

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung	6
5 Geräte/Prüfeinrichtung	6
6 Chemikalien	8
7 Probenahme	8
8 Vorbereitung	9
9 Durchführung	10
10 Auswertung	11
10.1 Ermittlung der Oxidation Induction Time aus dem Druckverlauf einer Messung	11
10.1.1 Allgemeines	11
10.1.2 Druckkurve mit signifikantem Knick	11
10.1.3 Druckkurve ohne Knick	12
10.2 Ermittlung der Arrhenius-Aktivierungsenergie aus den Oxidation Induction Times mehrerer Messungen	12
10.3 Ermittlung Interpretation der Ergebnisse	15
10.3.1 Oxidation Induction Time (OIT)	15
10.3.2 Aktivierungsenergie E_A	15
11 Angabe der Ergebnisse	15
12 Präzision	16
12.1 Allgemeines	16
12.2 Wiederholbarkeit, r	16
12.3 Vergleichbarkeit, R	16
13 Prüfbericht	16
Anhang A (informativ) Beschreibung des Gerätes	18
A.1 Geräte-Aufbau	18
A.2 Reaktionsgefäß und Schraubdeckel	18
A.3 Elektro-Heizung	18
A.4 Dichtungen	18
A.5 Ventile	19
A.6 Druckaufnehmer	19
A.7 Temperatursensor	19
A.8 Verbindungsrohre	19
A.9 Kühlventilator	19
Anhang B (informativ) Beispiele für Verläufe von Differenz-Thermoanalyse zur Vorbewertung von Fettproben	20
Anhang C (informativ) Detailergebnisse einer Laborstudie mit verschiedenen Messtemperaturen	21
Literaturhinweise	22

Bilder

Bild 1 — Glasschale (Probenbehälter)	6
Bild 2 — Abmessungen der Trägerplättchen	8
Bild 3 — Grafische Ermittlung der Oxidation Time aus einer typischen Druck/Zeit-Kurve	12
Bild 4 — Arrhenius-Darstellung der Oxidation Induction Times der Messreihe	14
Bild A.1 — Geräte-Aufbau	18

Bild B.1 — Beispielhafter DTA/TGA-Messkurvenverlauf von Fettproben mit unkritischer Zusammensetzung (Probe 1) und kritischer Zusammensetzung (Probe 2)	20
---	-----------

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.

Die Angaben für die Präzision sind durch statistische Auswertung der Ergebnisse von Ringversuchen, die im FAM durchgeführt wurden, ermittelt worden.

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

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt ein Verfahren zur beschleunigten Bestimmung der Arrhenius-Aktivierungsenergie der thermo-oxidativen Degradation von Schmierfetten in Kontakt mit katalytisch wirkenden metallischen Werkstoffen sowie katalytisch inaktivem Glas fest. Die Kenntnis der Arrhenius-Aktivierungsenergie ist Voraussetzung für eine gezielte Ermittlung der Fettgebrauchsdauer unter bekanntem Temperaturkollektiv einer Anwendung. Für die Ermittlung der Aktivierungsenergie wird der vollständige Verbrauch der Antioxidantien im Schmierfett herangezogen. Dieser wird aus dem Druckverlauf während der Messung bestimmt.

Die Berechnung der Arrhenius-Aktivierungsenergie beruht auf der Bestimmung der Oxidation Induction Time. Die Präzisionsangabe der Arrhenius-Aktivierungsenergie ist eingeschränkt, da ein Ringversuch zur Bestimmung der Präzision der Oxidation Induction Time nur für eine Temperatur (150 °C) durchgeführt wurde. Studien haben aber gezeigt, dass die Präzision des OIT über den betrachteten Bereich von 130 °C bis 160 °C relativ konstant ist, so dass in erster Näherung angenommen werden kann, dass die Präzision der Oxidation Induction Time der bestimmende Faktor ist.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann die Anwendung gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Dieses Dokument beansprucht nicht, alle damit verbundenen Sicherheitsprobleme zu behandeln. Es liegt in der Verantwortung des Anwenders dieses Dokuments, vor der Anwendung geeignete Maßnahmen für die Sicherheit und den Gesundheitsschutz des Personals zu ergreifen, und die Geltung weiterer diesbezüglicher Auflagen zu prüfen.

WARNUNG — Dieses Dokument beschreibt ein Prüfverfahren, bei dem die zu prüfende Probe bei hoher Temperatur Sauerstoff unter hohem Druck ausgesetzt wird. Aufgrund der Gefahr einer stark exothermen Zersetzung der Schmierfettprobe und damit einhergehendem starken Druckanstieg müssen Versuche unterhalb der spezifischen Zersetzungstemperatur der jeweiligen Probe durchgeführt werden. Dies muss durch geeignete Vorversuche oder anhand von Angaben des Schmierfett Herstellers vor Versuchsbeginn sichergestellt werden. Außerdem sind die Anweisungen des Geräteherstellers bezüglich der Gerätesicherheit zu beachten.

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 1333, *Zahlenangaben*

DIN 51007, *Thermische Analyse (TA) — Differenz-Thermoanalyse (DTA) und Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) — Allgemeine Grundlagen*

DIN 51750-3, *Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Salbenartig-konsistente und feste Stoffe*

DIN EN 1652, *Kupfer- und Kupferlegierungen — Platten, Bleche, Bänder, Streifen und Ronden zur allgemeinen Verwendung*

DIN EN 10130, *Kaltgewalzte Flacherzeugnisse aus weichen Stählen zum Kaltumformen — Technische Lieferbedingungen*

DIN ISO 23572, *Mineralölerzeugnisse — Schmierfette — Probenahme von Fetten*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten und die folgenden Begriffe.

E DIN 51830-2:2024-08

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 <https://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1

Oxidationsbeständigkeit

Widerstandsfähigkeit des Schmierfettes gegen die oxidative Wirkung von Sauerstoff

3.2

Knickpunkt

Schnittpunkt zweier Tangenten an die Druckverlaufskurve in den Zeitbereichen des anfänglichen langsamen Druckabfalls und des nach dem Überschreiten des Knickpunktes schnellen Druckabfalls

3.3

Oxidation Induction Time

OIT

Zeitspanne zwischen dem Beginn des Aufheizens der Probe und dem Erreichen des Knickpunkts

4 Kurzbeschreibung

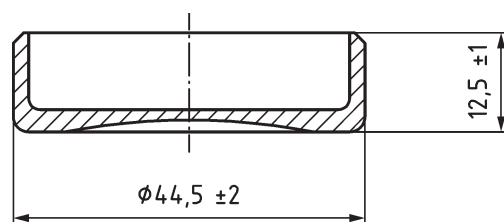
Auf das Trägerplättchen aus Glas, Stahl oder Messing wird 0,5 g Probe eines Schmierfettes gleichmäßig flach aufgetragen und in das Glasschälchen gelegt. Dieses wird in die Probenkammer gestellt, die im Anschluss mit reinem Sauerstoff auf 700 kPa befüllt wird. Die Prüfung beginnt mit der Aufheizung auf die entsprechende Prüftemperatur. Durch den Verbrauch des Sauerstoffs durch die Oxidation der Probe kommt es zu einem Druckabfall in der Prüfkammer. Der Druck wird fortlaufend aufgezeichnet, bis das Abbruchkriterium der Messung erreicht ist. In einer Versuchsreihe von mindestens zwei verschiedenen Temperaturen mit mindestens je einer Wiederholung werden die Oxidation Induction Times zusammengetragen. Von diesen Werten der Oxidation Induction Time wird der natürliche Logarithmus $\ln(\text{OIT})$ gebildet und im Diagramm über dem Kehrwert der absoluten (thermodynamischen) Temperatur $1/T$ aufgetragen. Aus der Steigung der Regressionsgeraden der Datenpunkte wird die Aktivierungsenergie berechnet.

5 Geräte/Prüfeinrichtung

5.1 Reinigungstücher, fusselfreie Tücher zur Reinigung empfindlicher Oberflächen, die keine Kratzer verursachen.

5.2 O-Ring Dichtung, aus sauerstoff- und hitzebeständigem Material, typischerweise Fluor Elastomer FPM/FKM mit Polytetrafluorethylen (PTFE) überzogen.

5.3 Glasschale, nach Bild 1 bestehend aus temperaturwechselbeständigem Borosilikatglas mit feuerpolierten Kanten.



Maße in Millimeter

Bild 1 — Glasschale (Probenbehälter)

5.4 Automatisch gesteuertes Oxidationsprüfgerät, bestehend aus einem Druckbehälter mit:

- Schneller Aufheizung auf:
 - $(140 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ in $(340 \pm 45) \text{ s}$;
 - $(160 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$ in $(356 \pm 45) \text{ s}$.
- Drucksensor geeignet zur Messung von Drücken von 1 kPa bis zu 1 800 kPa und einer Fehlergrenze von 1 kPa;
- Temperaturfühler mit einer Fehlergrenze von 0,1 °C;
- Einrichtung zur Aufzeichnung der Druck- und Temperaturdaten der Prüfung mit einer Abtastrate von 1 Hz.

Der Druckbehälter muss mit einem Füll- und einem Ablassventil zur automatischen Druckanpassung versehen sein. Zur Abkühlung des Gerätes von Prüftemperatur auf Umgebungstemperatur nach erfolgter Messung darf ein Ventilator verwendet werden.

Das Gerät muss mit geeigneten Sicherheitsvorkehrungen ausgestattet sein. Eine detaillierte Beschreibung zur vorbereitenden Bewertung ob starke Druckanstiege aufgrund spontaner exothermer Reaktionen auftreten können, wird unter Abschnitt 8 beschrieben.

Die Apparatur wird detailliert in Anhang A beschrieben.

5.5 Analysenwaage, z. B. elektronische Waage mit Tara-Ausgleich und einer Fehlergrenze von 0,1 mg.

5.6 Trägerplättchen, nach Bild 2 zur Aufnahme einer dünnen Schicht der Fettprobe und zur anwendungsnahen Darstellung katalytisch aktiver Bauteilwerkstoffe (z. B. Stähle und Buntmetalllegierungen). Unterschiedliche Werkstoffe führen im Kontakt mit Schmierfetten zu einem unterschiedlichen Oxidationsverhalten. Dies drückt sich in unterschiedlichen Werten der Arrhenius-Aktivierungsenergie aus. Die spezifische Anwendung des Schmierfettes in einem technischen Erzeugnis legt fest mit welchen Konstruktionswerkstoffen das Schmierfett in Kontakt steht. Dies können Stahllegierungen mit dem als Alterungskatalysator wirkenden Element Eisen oder Buntmetalllegierungen mit dem ebenfalls katalytisch wirkenden Kupfer sein. Bei vermeintlich katalytisch inaktiven Kontaktmaterialien ist im Detail zu prüfen, ob ein Kupfersalz als Wärmestabilisator enthalten ist. Aus der Anwendung des Schmierfettes im geschmierten Erzeugnis ist zu beantworten mit welchem Trägermaterial die Aktivierungsenergie ermittelt werden soll, um für das Erzeugnis relevante Ergebnisse zu liefern. Folgende drei Werkstoffe sind für die Durchführung empfohlen:

- **Glas**: als inertes Trägermaterial;
- **Stahl**: unlegierter Qualitätsstahl 1.0330 (St12, DC01) gemäß DIN EN 10130, zur Darstellung des Kontaktes mit katalytisch aktivem Eisen aus Stahllegierungen;
- **Messing**: CW508L gemäß DIN EN 1652 (ehemals 2.0321 bzw. CuZn37), zur Darstellung des Kontaktes mit katalytisch aktivem Kupfer aus Buntmetalllegierungen.