

DIN SPEC 51458

ICS 75.100

Einsprüche bis 2015-10-19

**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

Dieser Entwurf mit Erscheinungsdatum 2015-06-19 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Spezifikation von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfes besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de 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 nmp@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP), 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin).

Die Empfänger dieses Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

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

Gesamtumfang 38 Seiten

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

Inhalt

	Seite
Vorwort	4
Einleitung.....	5
1 Anwendungsbereich	6
2 Verweisungen.....	6
3 Symbole und Abkürzungen	8
4 Ausfallmechanismen	9
5 Probenahme	9
6 Prüfverfahren	9
Anhang A (informativ) Richtlinie zur Probenahme von Schmierfetten aus Wälzlagerungen	11
A.1 Anwendungsbereich	11
A.2 Zweck	11
A.3 Geräte.....	11
A.4 Vorbereitung der Probennahme.....	12
A.5 Probenahme	13
A.6 Probenversand.....	13
Anhang B (informativ) Probenbegleitschein	14
Anhang C (informativ) Prüfung von Gebrauchtschmierfetten - Untersuchungs-Verfahren – Analysen-Methoden – Kurzbeschreibung	15
C.1 Additivbestimmung	15
C.2 Basisöl-Gehalt.....	16
C.3 Basisöl-Viskosität.....	17
C.4 Elementanalyse.....	18
C.5 Feste Fremdstoffe.....	20
C.6 Infrarot-Analyse	22
C.7 Konsistenz.....	23
C.8 Korrosionsschutz	23
C.9 Neutralisationszahl des extrahierten Basis-Öls	24
C.10 Ölabscheidung.....	25
C.11 Optische Prüfung.....	26
C.12 PQ-Index	26
C.13 Rheologische Eigenschaften.....	26
C.14 Thermische Analysen.....	29
C.15 Wasserbestimmung.....	29
Anhang D (informativ) Auszug aus SKF Prüfstandard 1061432-4 Werkstoffprüfung - Chemielabor. Feste Fremdstoffe.....	31
D.1 Geltungsbereich.....	31
D.2 Kurzzeichen	31
D.3 Geräte.....	31
D.4 Prüfmittel, Hilfsmittel.....	32
D.5 Vorbereitung.....	32
D.6 Durchführung der Prüfung	33
D.7 Auswertung	34
D.8 Prüfbericht, Dokumentation	34
Anhang E (informativ) Auszug aus SKF Prüfstandard 1061432-12 Werkstoffprüfung - Chemielabor, Ermittlung des Grundölgehaltes von Schmierfetten	35

E.1	Geltungsbereich	35
E.2	Anlagen, Maschinen, Geräte	35
E.3	Prüfmittel, Betriebsmittel, Hilfsmittel, Medien	35
E.4	Vorbereitung	35
E.5	Durchführung der Prüfung	35
E.6	Auswertung	36
Anhang F (informativ) Auszug aus SKF Prüfstandard 1061432-9 Werkstoffprüfung -		
	Chemielabor, Wasser in Schmierstoffen – Auszug der Spratzprobe	37
F.1	Geltungsbereich	37
F.2	Anlagen, Maschinen, Geräte	37
F.3	Prüfmittel, Betriebsmittel, Hilfsmittel, Medien	37
F.4	Vorbereitung	37
F.5	Durchführung der Prüfung	37
F.6	Auswertung	37
	Literaturhinweise	38

Vorwort

Dieser Fachbericht wurde vom Arbeitskreis „Gebrauchtschmierfette“ des Arbeitsausschusses NA 62-06-62 AA „Prüfung von Schmierfetten“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des DIN-Normenausschusses Materialprüfung (NMP) erarbeitet.

In diesem Dokument werden die Ausfallmechanismen von Schmierfetten beschrieben und verschiedenste Untersuchungsmethoden 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.

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 Dichtungswerkstoffen führen.

Für eine vorbeugende Instandhaltung eines gefetteten Maschinenelementes ist es daher wichtig, den Zustand des Schmierfettes durch Probenahme und anschließenden 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 bezieht sich auf 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 51558-1, *Prüfung von Mineralölen — Bestimmung der Neutralisationszahl, Farbindikator-Titration*

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 51814, *Prüfung von Schmierstoffen — Bestimmung des Anteiles an Mineralöl und Seife von Schmierfetten — Dialyse-Verfahren*

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 — Schmierfett und Petrolatum — Bestimmung der Konuspenetration*

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

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

ASTM D 5483, *Bestimmung der Oxidationsinduktionszeit von Schmierfetten durch Differenzdruckrastercalorimetrie*

ASTM-D6595, *(rotating disc electrode) 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 D7042, *Standard Test Method for Dynamic Viscosity and Density of Liquids by Stabinger Viscometer (and the Calculation of Kinematic Viscosity)*

ASTM D7527, *Standard Test Method for Measurement of Antioxidant Content in Lubricating Greases by Linear Sweep Voltametry*

ASTM D7740, *Standard Practice for Optimization, Calibration, and Validation of Atomic Absorption Spectrometry for Metal Analysis of Petroleum Products and Lubricants*

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

IP 396, *Determination of dropping point of lubricating grease — Automatic apparatus method*

SEB181 322, *Bestimmung von festen Stoffen in Ölen, Fetten und Kühlschmierstoffen mittels Membranfiltration*

3 Symbole und Abkürzungen

AAS	Atomabsorptionsspektroskopie
AES	Atomemissionsspektroskopie
AK	Arbeitskreis
DMSO	Dimethylsulfoxid
DSC	Differential scanning calorimetry
EDX	Energiedispersive Röntgenspektroskopie
FED-STD	Federal Standard
FTIR	Fourier Transform Infrarot Spektroskopie
GC	Gaschromatographie
HPLC	High performance liquid chromatography
ICP-OES	Induktiv gekoppeltes Plasma – Optische Emissionsspektroskopie
IPA	Isopropylalkohol
KFL	Karl-Fischer-Lösung
OES	Optische Emissionsspektralanalyse
OPV	Oel Check Prüfvorschrift
PBT	Polybutylenterephthalat
PDSC	Pressurized Differential Scanning Calorimetry
PE	Polyethylen
PET	Polyethylenterephthalat
PQ-Index	Particle Quantification-Index

PP	Polypropylen
PTFE	Polytetrafluorethylen
PV	Prüfvorschrift von Volkswagen AG
RFA	Röntgen-Fluoreszenz-Analyse
SKF PS	SKF Prüfstandard (siehe informative Anhänge D, E und F zu „Prüfung von Schmierstoffen – Gebrauchtfett Analytik – Anforderungen und Prüfverfahren“)
Wd	Wellenlängen dispersiv

4 Ausfallmechanismen

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

Praxisergebnisse und Untersuchungen von Schmierfetten 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 eine 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 Richtlinie 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 Tests 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 Methoden zur Prüfung von Gebrauchtscmierfetten mit dem Zweck der Untersuchung, einer Kurzbeschreibung, den zugehörigen Normen und der üblicherweise benötigten Fettmenge genannt.

Anhang A (informativ)

Richtlinie zur Probenahme von Schmierfetten aus Wälzlagerungen

A.1 Anwendungsbereich

Diese Richtlinie gilt für die Entnahme von Gebrauchtfettproben aus Wälzlagerungen. Auch anwendbar für die Probenahme aus anderen Bauteilen.

A.2 Zweck

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

A.3 Geräte

A.3.1 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)

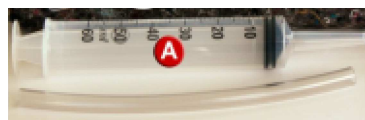


Bild A.2 — Entnahmewerkzeug – Spritze und Schlauch (A)

A.3.2 Probebehälter (einschließlich Gefäßdeckel)

Als Probenbehälter eignen sich saubere, trockene und gut verschließbare Gefäße. Diese sollten vorzugsweise aus Glas sein. Kunststoffgefäße (z. B. aus PET, PBT, PP oder PE) oder Blechdosen können unter Umständen ebenfalls verwendet werden. Zu beachten ist, dass es hierbei zu Wechselwirkungen zwischen dem Behältermaterial (Gefäß mit Deckel) und der Schmierfettprobe kommen kann (siehe Bild A.3).

ANMERKUNG PET und PBT sind PP und PE vorzuziehen.

Bitte beachten: Keine für Lebensmittel vorgesehenen Behälter verwenden!

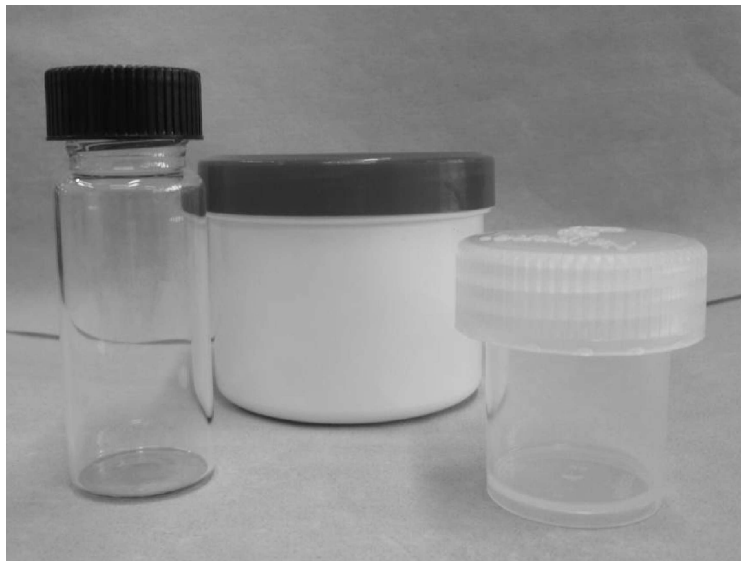


Bild A.3 — Probengefäße aus PE, Glas und Blech

A.4 Vorbereitung der Probennahme

Die im Schmierfett enthaltenen Fremdstoffe, sowie der Ölgehalt können nach dem Gebrauch inhomogen verteilt sein. Dies ist bei der Probenahme stets zu beachten.

A.4.1 Mögliche Entnahmestellen

Schmierstoffproben können einer Lagerung an mehreren Stellen entnommen werden (siehe Bild A.4), am wichtigsten sind:

- Laufbahn- und Stegbereich (Lastzone),
- Gehäusebereich,
- Dichtungsbereich.



Bild A.4 — geeignete Entnahmestellen zwischen Wälzkörpern

Weitere geeignete Entnahmestellen können Schmierfett-Zuführungsleitungen, Schmiernippel, etc. sein.

A.4.2 Reinigung der Lagerstelle

Vor der Probenahme und vor eventuell notwendigen Demontagearbeiten ist die Lagerstelle so zu reinigen, dass eine Verunreinigung der Proben durch äußeren Schmutz bei der Entnahme der Probe vermieden wird.