

Oberhausen-Holten, den 31. Oktober 1938.

Bru/Pm.

Verfahren zur Bestimmung der Alterungs-
beständigkeit von Schmierölen.

C₃

Bekanntlich unterliegen die Schmieröle im Betriebe durch Einflüsse des Luftsauerstoffs und der Feuchtigkeit gewissen Veränderungen, die sich durch Dunklerwerden des Öles, durch Zunahme des spez. Gewichts, der Viskosität sowie der Säure- und Teerzahl zu erkennen geben und insgesamt als Alterung des Öles bezeichnet werden. Es ist daher von grossem Nutzen, eine Prüfmethode zu haben, die das Verhalten eines Öles hinsichtlich der Alterung im voraus zu ermitteln gestattet. Die bisher angewandten Methoden der Ölalterung sind in ihrer Gesamtheit dadurch gekennzeichnet, dass sie einen singulären Punkt des gesamten Alterungsverhaltens festlegen, d.h. ein Öl wird unter bestimmten Bedingungen bei einer bestimmten Temperatur eine bestimmte Zeit lang gealtert und es werden dann gewisse, von den Autoren als besonders wichtig erachtete Analysendaten bestimmt, die dann ein Mass für die Alterung des Öles ergeben. In den allermeisten Fällen bleibt es dabei vollkommen unklar, warum gerade dieser Punkt und nicht ein beliebig anderer Punkt des Alterungsverhaltens herausgegriffen worden ist. Die Verfasser bemühen sich zwar, in gewissen Fällen einen Anschluss der von ihnen gegebenen Alterungsbestimmungen an die motorischen Beanspruchungen herzustellen, was aber wegen des bekannten ausserordentlich verschiedenen Verhaltens der Motore fast unmöglich ist.

Das erfindungsgemässe Alterungsverfahren geht einen völlig neuen Weg, indem es erstmalig nicht einen

singulären Punkt des Alterungsverhaltens festlegt, sondern den gesamten Alterungsverlauf eines Öles erfasst. Als einfacher physikalischer Masstab für den Verlauf der Alterung wurde die bei der Alterung auftretende Oxydationswärme gewählt. Man kann aber auch andere einfach messbare physikalische oder chemische Grössen wählen. Grundsätzlich besteht jedenfalls das Verfahren darin, das Öl durch den Einfluss von Sauerstoff bei bestimmten Temperaturen zu altern und durch laufende Messungen einer physikalischen oder chemischen Änderung den Fortgang der Alterung des Öles kurvenmässig zu erfassen. Als zweckmässige Durchführungsform des Verfahrens wurde, wie schon erwähnt, die bei der Alterung auftretende Wärmetönung erfasst. Diese besonders einfache Methode sei im folgendem näher beschrieben.

Erfindungsgemäss werden die zu prüfenden Öle in einem aus einem Dewar'schen Gefäss bestehenden und mit einer elektrischen Heizeinrichtung versehenen Apparat unter Vorheizung auf eine bestimmte Ausgangstemperatur, z.B. 140° , gebracht, wobei gleichzeitig 15 l Stickstoff pro Stunde feiner Verteilung durch das Öl geleitet werden. Die elektrische Heizeinrichtung ist dabei durch einen Vorschaltwiderstand so abgeglichen, dass beim Durchleiten des Stickstoffs die gewünschte Ausgangstemperatur, beispielsweise 140° , konstant gehalten wird. Nachdem die Temperaturkonstanz erreicht ist, wird von Stickstoff auf die gleiche Menge Sauerstoff umgeschaltet. Durch die eintretende Oxydationswärme tritt ein Temperaturanstieg ein. Die Kurve dieses Temperaturanstiegs wird gemessen. Stark alternde Öle zeigen bei dieser Untersuchung sogleich einen steilen

Temperaturanstieg, während die etwas beständigeren Öle erst nach einer gewissen Anlaufzeit, der sogenannten Induktionsperiode, einen steileren Temperaturanstieg ergeben. Charakteristisch für die Alterungseigenschaften der Öle ist die Neigung der sich ergebenden Kurve in jedem Zeitpunkt. Es können sowohl Kurven entstehen, die immer steiler und steiler ansteigen, also auf einen autokatalytischen Einfluss hindeuten. Es können aber auch Kurven entstehen, die praktisch als gerade Linie verlaufen. Der dritte Typ der Kurve ergibt sogar einen Abfall der Anfangssteigerung, was entweder auf die Entstehung antikatalytischer Stoffe oder auf eine Verarmung der Ölsubstanz an oxydierbaren Bestandteilen hindeutet.

Eine beispielsweise Ausführung des Untersuchungsverfahrens sei im Nachfolgenden näher beschrieben:

In einem Dewar'schen Gefäß, das mit einer elektrischen Heizvorrichtung und einem Thermometer versehen ist, wird das zu untersuchende Öl bis auf 140° erhitzt. Während der Aufheizung des Öles wird durch ein bis zum Boden des Gefäßes reichendes und in eine Glasfritte auslaufendes Rohr Stickstoff mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 15 l/h in feinsten Verteilung durch das Öl geleitet. Nach Erreichung der Temperatur von 140° wird durch das Gaseinleitungsrohr anstelle von Stickstoff Sauerstoff in gleicher Strömungsgeschwindigkeit einge-
leitet und der pro Zeiteinheit eintretende Temperaturanstieg abgelesen. In der Abbildung sind die so gewonnenen Kurven einiger Öle dargestellt. Die Kurve I entspricht einem stark alternden Öl, was an dem augenblicklichen steilen Anstieg der Kurve zu erkennen ist. Die Kurve II entspricht einem etwas beständigeren Öl, das erst nach einer Induktionszeit von ca. 60 Minuten den steilen Temperaturanstieg ergibt. Die Kurve

III entspricht einem Öl von sehr geringer Alterungsneigung, dessen Erwärmung mit der Zeit immer geringer wird (vergl. Kurvenblatt).

Nachdem das Prinzip der neuen Messmethode durch Schilderung der Messung des Temperaturanstiegs näher erklärt worden ist, sei darauf verwiesen, dass man auch durch andere Messgrößen, wie schon oben ausgeführt, zu ähnlichen Resultaten kommt. Beispielsweise kann die kontinuierliche Zunahme des spez. Gewichts, die Änderung der Dielektrizitätskonstante oder auch die Veränderung der Zusammensetzung des Oxydationsgases als Messgröße verwendet werden.

Der besondere Vorteil dieser Alterungsmessmethode besteht darin, dass sie wirklich das ganze Alterungsverhalten des Öles erschließt. Wenn man beispielsweise die Messung bei 3 oder 4 verschiedenen Temperaturen durchführt, hat man ein vollständiges Alterungsbild des Öles vor sich. Diese Untersuchung gelingt in einer solchen Zeit, in der es nach den bisherigen Methoden kaum möglich war, den singulären Punkt zu finden. Besonders für die Entwicklungsarbeiten auf dem Gebiete der Ölchemie, sei es bei der Ausprobierung neuer Raffinationsmethoden, sei es bei der Ausarbeitung neuer Syntheseverfahren, ist die Alterungsbestimmungsmethode von ausschlaggebender Bedeutung. Es ist selbstverständlich, dass die Methode noch dadurch ergänzt werden kann, dass die zu messenden Änderungen mit geeigneten automatischen Schreibapparaten kontinuierlich aufgenommen werden. So gelingt es beispielsweise durch parallele Alterung von Ölen in 4 Dewar'schen Gefäßen, von denen jedes auf eine andere Ausgangstemperatur eingestellt ist und die einem Vierfarbensreiber angeschlossen sind, innerhalb von etwa 3 Stunden automatisch das gesamte Alterungsverhalten

der Öle exakt zu erfassen.

Patentansprüche:

Anspruch 1

Verfahren zur Untersuchung von Ölen auf ihre Alterungsbeständigkeit, dadurch gekennzeichnet, dass der zeitliche Verlauf der Alterung durch möglichst kontinuierliche Messung der bei der Ölalterung auftretenden physikalischen oder chemischen Veränderungen erfasst wird.

Anspruch 2

Zweckmäßige Ausführungsform des Verfahrens nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass der zeitliche Temperaturanstieg bei der Alterung gemessen wird, wobei die Öle in einem wärmeisolierten Gefäß gealtert werden, das mit einer Heiz- und Temperaturmessvorrichtung sowie mit einem bis auf oder nahezu auf dem Boden des Gefäßes reichenden Gas-einleitungsrohr versehen ist, das eine feine Verteilung der einzuleitenden Gase gestattet.

Anspruch 3

Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass anstelle des Temperaturanstiegs andere bequem-messbare physikalische oder chemische Änderungen gemessen werden.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft.