

Oberhausen-Holteln, 18. Mai 1944

Verfahren zur Prüfung der Sauerstoffbeständigkeit
von Schmierölen

03
Es wurde erkannt, daß die Alterungsbeständigkeit von synthetischen und mineralischen Ölen innerhalb kurzer Zeit und auf einfachem Wege zuverlässig dadurch bestimmt werden kann, daß in einem mit elektrischer Heizung versehenen Gefäß mit Zu- und Ableitungen für ein Alterungsmittel sowie für ein Kühlmittel die beim Hindurchleiten des Alterungsmittels frei werdende Reaktionswärme durch Messung der zur Ableitung dieser Wärme nötigen Kühlmittelmengen ermittelt wird. Als Kühlmittel dienen vorzugsweise Gase, insbesondere Luft.

Zur Durchführung des erfindungsgemäßen Verfahrens kann man sich der in der Zeichnung wiedergegebenen Apparatur bedienen. Das zur Aufnahme der Ölprobe dienende unten zugeschmolzene Rohr 1 ist durch die elektrische Wicklung 2, 3 heizbar und wird durch den 7fach durchbohrten Stopfen 4 verschlossen. Es enthält das Einführungsrohr 5 für das Alterungsmittel, das an seinem unteren Ende das Verteilungsstück 5a trägt. Das gebrauchte Alterungsmittel tritt durch die Öffnung 6 des Rohrs 7, das in das kalibrierte Rohr 8 übergeht, aus. Das Kühlgas, vornehmlich Luft, gelangt durch das Rohr 9 in die Schlange 9a und wird durch das Rohr 10 fortgeführt. Von den Thermometern 11 und 12 dient das erste, das zweckmäßig mit einer Teilung von $0,1^{\circ}$ versehen ist, für die Temperaturmessung und das zweite für die automatische Steuerung der Kühlluft, die in bekannter Weise vorgenommen wird. Die Vorrichtung enthält des weiteren einen Probenehmer, der im vorliegenden Falle durch einen Probeheber 13 dargestellt wird.

Die Arbeitsweise ist die folgende. Nach Einfüllen der Ölprobe von z.B. 175 g und Einstellen von 15 l Stickstoff/h, der zunächst bis zu Beginn des Versuchs durch das Öl hindurchgeschickt wird, wird die elektrische Heizung so eingeregelt, daß im Öl genau und konstant die gewünschte Meßtemperatur, z.B. 160°C , herrscht. Nunmehr wird die Ölprobe über eine bestimmte Zeitdauer, vorzugsweise 6 Stunden, gealtert, indem man von Stickstoff auf die gleiche Menge Sauerstoff umschaltet.

Das neue Verfahren gestattet nun eine rasche Erkennung der Sauerstoffbeständigkeit des Oeles, da die frei werdende Reaktionswärme mit der Oxydationsneigung des untersuchten Oels zunimmt. Beim Auftreten von Reaktionswärme wird unter Auslösung des Kontaktthermometers Kühlluft in solcher Menge eingeschaltet, daß die Temperatur der Oelprobe auf der eingestellten Höhe, im vorliegenden Fall bei 160° , bleibt. Das für die Kühlung verwendete Luftquantum ist also direkt ein Maß für die Sauerstoffempfindlichkeit des Oels. Zur Kontrolle können die analytischen Veränderungen des gealterten Schmiermittels ermittelt werden.

Das als Alterungsmittel verwandte Gas, wie Sauerstoff oder sauerstoffangereicherte Luft, führt die bei der Alterung gebildeten Einwirkungsprodukte mit sich. Die aus Wasser und gegebenenfalls Spaltprodukten bestehenden Stoffe scheiden sich, eventuell unterstützt durch bekannte Kühlmaßnahmen, in dem unteren kalibrierten Teil des Rohres ab. Ihre Ablesung ergibt eine Kontrollmöglichkeit der durch die Messung der Kühlmittelmenge erhaltenen Werte.

Die Alterung des zu untersuchenden Oels erfolgt vornehmlich mit unverdünntem Sauerstoff. Sie kann naturgemäß auch mit Luft, die mit Sauerstoff angereichert werden kann, vorgenommen werden, braucht dann aber wesentlich längere Zeit. Der unter Anwendung der neuen Methode erhaltene wesentliche technische Fortschritt besteht nun vor allem darin, daß sie schon nach kurzer Zeit, im allgemeinen nach dem Ablauf von etwa einer Stunde, einwandfrei zu beurteilen gestattet, ob die untersuchte Probe den an ein brauchbares Schmieröl zu stellenden Mindestforderungen entspricht, da die zur Kühlung verbrauchte Luftmenge ein direktes Maß für die Sauerstoffempfindlichkeit des Oels ist. Wollte man bisher ein einwandfreies Bild von der Brauchbarkeit der untersuchten Probe haben, so war es dafür im allgemeinen erforderlich, die Probe über die übliche Zeitdauer von 6 Stunden zu altern und anschließend die vorgeschriebenen analytischen Prüfungen vorzunehmen, wofür im allgemeinen Zeiten von 8 Stunden und darüber, vom Beginn des Alterungsversuchs gerechnet, benötigt wurden. Zeitandererseits bei Anwendung des neuen Verfahrens die Oelprobe keine übermäßige Wärmewicklung, so wird die Alterung mit unverdünntem Sauerstoff bei den bei Alterungsversuchen üblichen

Temperaturen, vornehmlich zwischen 140 und 160°, durchgeführt. In diesem Falle gibt das Verfahren im Laufe der üblichen Alterungsdauer von 6 Stunden aus der Menge der verbrauchten Kühlluft ein zuverlässiges Bild der Alterungsbeständigkeit der untersuchten Probe. Da die neue Prüfmethode ein einwandfreies und rasches Erkennen der Unbrauchbarkeit einer Probe gestattet, die nach den bisherigen Methoden mit Sicherheit erst nach einer um das Vielfache längeren Zeitdauer möglich war, so bedeutet ihre Anwendung eine ganz wesentliche Zeitersparnis. Es liegt auf der Hand, daß mit dem neuen Verfahren ein wertvolles Hilfsmittel insbesondere für die wesentliche Beschleunigung der technischen Entwicklung von brauchbaren Oeltypen gegeben ist, so daß die Prüfungsmethode, wie beabsichtigt, ein Wegweiser für die Herstellung stabiler synthetischer Oele wurde. Da die Entwicklung solcher Oele im allgemeinen eine außerordentlich große Zahl von Versuchen erfordert, ist der Besitz einer Methode, die eine schnelle und zuverlässige Prüfung der Versuchsergebnisse ermöglicht, von grundsätzlicher Bedeutung. Durch die schnelle und zuverlässige Prüfung der hergestellten Oele gelang es, in wesentlich abgekürzter Zeit Oeltypen zu entwickeln, die an Stabilität sogar den bekannten mineralischen Markenölen überlegen waren. Es konnten auf diesem Wege in kurzer Zeit Oele entwickelt werden, deren Sauerstoffbeständigkeit den fünffachen Wert der bisher erzeugten Oele zeigte.

Die nachstehende Tabelle zeigt an der Nachprüfung der unter Anwendung des erfindungsgemäßen Verfahrens untersuchten Proben mit den üblichen analytischen Methoden die Zuverlässigkeit des Verfahrens. Hierbei wurden Proben von 175 g 6 Stunden bei 160° durch Hindurchleiten von 15 l O₂/h der Alterung unterworfen. Die Ueberlegenheit des erfindungsgemäßen Verfahrens zeigt sich besonders darin, daß sich aus dem Verbrauch von Kühlluft in der 2. bis 6. Stunde eine geringe Einwirkung des hindurchgeleiteten Sauerstoffs auf die Oelprobe ergibt, während mit der üblichen Methode eine Sauerstoffaufnahme nicht festgestellt wurde.

Std.	Liter Kühl- luft	% O ₂ - Aufnahme /h x)	% Ein- dickung /2h	NZ/ 2h	VZ/ 2h	H ₂ O-Ab- spal- tung	ölige Spalt- stücke	Conrad- son Test
<u>Sauerstoffempfindliches Oel</u>								
1	127	3,2				1,2	0,3	0,03
2	185	4,6	46	6,4	18,7	2,2	0,6	
3	200	3,9				2,4	0,8	
4	180	3,0	141	15,2	35,8	1,9	0,8	
5	165	2,2				2,0	0,7	
6	165	1,9	218	22,4	55,3	1,8	0,8	0,81
<u>Aufgebessertes Oel</u>								
1	0	0				0	0	0,07
2	0	0	1	0,02	0,05	0	0	
3	5	0				0,1	0	
4	70	1	18	3,0	8,3	0,9	0,2	
5	80	3,6				1,0	0,1	
6	150	3,2	63	14,9	30,3	1,3	0,4	0,48
<u>Sauerstoffunempfindliches Oel</u>								
1	0	0				0	0	0,07
2	5	0	3	0,11	0,26	0	0	
3	15	0				0	0	
4	15	0	3	0,25	0,55	0	0	
5	10	0				0	0	
6	5	0	3	0,39	0,95	0,05	0,05	0,15

c) Ermittlung durch Ablesung an der Gasuhr.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Prüfung der Sauerstoffbeständigkeit von Schmierölen, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß in einem mit elektrischer Heizung versehenen Gefäß mit Zu- und Ableitungen für ein Alterungsmittel sowie für ein Kühlmittel die bei Hindurchleiten des Alterungsmittels frei werdende Reaktionswärme durch Ermittlung der zur Ableitung dieser Wärme benötigten Kühlmittelmenge bestimmt wird.

2.) Ausführung des Verfahrens nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß der Alterungsgrad zusätzlich durch Messung der Menge der bei der Alterung gebildeten Einwirkungsprodukte ermittelt wird.

