

bei einer größeren Freßverzögerungszeit, welche einer niederen Belastung entspricht, kleinere Kalotten und umgekehrt.

Auffallend ist nun, daß die Werte des Fettöles ebenfalls auf der Kurve des Mineralöls liegen und dies auch für alle sonst in Tastversuchen geprüften Öle verschiedenster Herkunft mit und ohne Fettgehalt, aber ohne sonstige Zusätze, gilt. Das bedeutet, daß diese Schmierstoffe bei einer bestimmten Freßverzögerungszeit eine ganz bestimmte Kalottengröße ergeben. Der Ölunterschied wirkt sich nur in der Weise aus, daß sich diese Freßverzögerungszeit bei ganz verschiedenen, die Öle kennzeichnenden Belastungen einstellt. Anders gesehen liegen für ein bestimmtes Belastungsgebiet die Verschleißwerte bei guten Ölen auf dem unteren flachen Teil der Kurve und bei weniger freßverzögernd wirkenden Ölen verschieben sich dieselben auf den linken steilen Kurvenast mit seinen größeren Verschleißwerten.

Die überaus guten, weit kleineren Verschleißgrößen, die sich bei der Prüfung des Mineralöls mit Schwefelzusatz ergaben, müssen eine grundsätzlich andere Ursache haben als das günstige Abschneiden des Fettöles. Als Beweis für diese Behauptung mag die Beobachtung dienen, daß die Kalotten von Mineralöl + Schwefel eine ganz bestimmte Erscheinung zeigten, nämlich die Bildung einer schwärzlichen Verbindung, wahrscheinlich Schwefeleisen, vorzugsweise an den Kalottenrändern, aber auch in Form eines dünnen Überzuges.

Nicht unerwähnt soll die Tatsache bleiben, daß vor allem die Verschleißwerte und deren kurvenmäßiger Verlauf stark abhängig sind von den jeweils benutzten Prüfkugeln. Einzelversuche mit 12,7-mm Kugeln anderer Herkunft ergaben jedenfalls keine vergleichbaren Ergebnisse.

Die weitere Klärung dieser Zusammenhänge dürfte manche wertvolle Erkenntnisse bringen. Allerdings ist die Frage der Bedeutung der mit Vierkugelprüfgeräten gewonnenen Ergebnisse für die Schmierungsfragen der Praxis noch nicht beantwortet.

IV. Zusammenfassung

Es wurde über Versuche an einem in der DVL gebauten Vierkugel-Ölprüfgerät berichtet. Die Prüfung eines reinen Mineralöles, eines fast reinen Fettöles und des mit einem Schwefelzusatz versehenen Mineralöles ergab beträchtlich streuende Ergebnisse. Trotzdem ließen die durch Mittelwertbildung von jeweils fünf Ergebnissen gefundenen Werte eindeutige und wiederholbare Unterschiede in den Freßverzögerungszeiten und auch in den Verschleißgrößen erkennen.

Aus den Verschleißmessungen ist zu entnehmen, daß die durch Zusatz von Schwefel erreichte günstige Wirkung auf grundsätzlich andere Art zustande kommt als das gegenüber reinem Mineralöl bessere Verhalten von Fettöl.

Die Frage der Bedeutung und Übertragbarkeit der Prüfergebnisse muß noch weiter geklärt werden.

★ Zähigkeitsmessungen von Schmierölen für Verbrennungsmotoren bei tiefen Temperaturen

Von Oberreichsbahnrat Dr. R. Seufert, München

Einführung

Im allgemeinen treten im Kraftwagenbetrieb Schwierigkeiten, die durch das Öl bedingt sind - richtige Auswahl des Öles vorausgesetzt - im Winter häufiger auf als bei warmer Jahreszeit. Es hat sich gezeigt, daß viele Öle, die bei gewöhnlicher Temperatur nahezu gleiche Kennzahlen zeigen, bei tiefen Temperaturen sich völlig verschieden verhalten.

In den technischen Lieferbedingungen der Reichsbahn und in den „Richtlinien für den Einkauf und die Prüfung von Schmiermitteln“ wird das Kälteverhalten der Motorenöle lediglich nach dem Verhalten des Öles im U-Rohr oder nach dem Stockpunkt beurteilt. Die Brauchbarkeit eines Motorenöls bei tiefen Temperaturen ist jedoch noch im wesentlichen von seiner Zähigkeit abhängig. Zu hohe Zähigkeit erschwert das Startvermögen. Außerdem besteht die Gefahr, daß je nach der baulichen Anordnung der Rohrleitungen die Ölzufuhr infolge allzu großer Zähigkeit des Öles unterbunden wird.

Bei der Prüfung im U-Rohr läßt sich wohl ermitteln, ob das Motorenschmieröl den gestellten Anforderungen hinsichtlich des Kälteverhaltens entspricht. Rückschlüsse auf die Zähigkeit des Öles in der Kälte können ebenso wenig wie aus der Angabe des Stockpunktes gezogen werden. Wir haben dies bereits in einer Arbeit über Achsenöle nachgewiesen¹⁾.

Mineralschmieröle können, bedingt durch ihren chemischen Aufbau, bei gleichem Verhalten im U-Rohr oder bei gleichem Stockpunkt wesentliche Unterschiede in ihrer Zähigkeit bei tiefen Temperaturen aufweisen.

In der chemischen Versuchs-Anstalt der Reichsbahn in München wurden im Auftrage der Arbeitsgemeinschaft Schmier- und Kraftstoffe seit längerer Zeit Versuche durchgeführt, um das Kälteverhalten der Motorenschmieröle, wie sie von der Deutschen Reichsbahn für Kraftwagen, Trichwagen usw. verwendet werden, zu erforschen.

Allgemeines über die Versuchsdurchführung
Wir haben zu diesem Zwecke eine Reihe von Raffinaten verschiedener Herkunft ausgewählt; außerdem wurden

einige synthetische Öle einbezogen. Sämtliche Versuchsöle enthalten keinerlei Zusätze von Stockpunktverbesserern.

Die Kennzahlen der geprüften Öle, soweit sie für die Versuche von Bedeutung sind, sind in der *Zahlentafel 1* aufgeführt.

Zahlentafel 1. Kennzahlen der geprüften Öle

Nr.	Herkunft	Wichte bei 20°	Viscosität. °E	
			bei 50°	bei 100°
1	Aus gemischt- basischem Rohöl...	0,908	6,76	1,75
2		0,922	15,42	2,28
3		0,904	6,48	1,73
4		0,912	14,92	2,43
5	Aus paraffinhaltigem deutschen Rohöl...	0,903	7,04	1,78
6	Mischung aus naphthen- und gemischtbasi- schem Rohöl.....	0,912	14,43	2,26
7	Aus paraffinbasischem Rohöl.....	0,920	15,55	2,35
8	Synthetisches Öl....	0,847	6,26	1,74
9	Synthetisches Öl....	0,855	14,50	2,61

Die Proben Nr. 1 und 2 besitzen einen hohen Stockpunkt, Nr. 3 und 4 dagegen einen niedrigen Stockpunkt (*Zahlentafel 2*).

Von diesen Versuchsölen haben wir das Kälteverhalten und die Zähigkeit nach folgenden Verfahren festgestellt:

1. Kälteverhalten im U-Rohr
2. Stockpunkt
3. Fließbeginn nach Vogel
4. Zähigkeit nach Ossag-Viscosimeter
5. Zähigkeit nach Hoppel-Viscosimeter
6. Zähigkeit nach Reinger-Viscosimeter.

Da wir die einzelnen Prüfverfahren und deren Ergebnisse untereinander vergleichen wollten, war es notwendig, alle Öle der gleichen Vorbehandlung zu unterziehen.

¹⁾ R. Seufert, Kältebestimmung Achsenöl, Öl u. Kohle 38, 697 [1942].

Die Arbeitsvorschriften für die einzelnen Viscosimeter sind, bedingt durch deren Bauart, verschieden. So schlägt z. B. Vogel vor, das zu untersuchende Öl in einem Becherglas 10 min lang auf 50° zu erwärmen und dann auf etwas über Zimmertemperatur abkühlen zu lassen. Die Zimmertemperatur ist jedoch je nach den Raumverhältnissen und der Jahreszeit größeren Schwankungen unterworfen. Dabei können Temperaturunterschiede bis zu 10° auftreten. Es ist ein Unterschied, ob man ein Öl, das auf 50° erwärmt wurde, in einem Raum von +25° oder +15° allmählich abkühlen läßt. Die Zeitdauer der Abkühlung ist dabei verschieden. Dadurch wird bei hochstockenden Ölen die Größe der sich bildenden Paraffinkristalle beeinflusst, wie Erk²⁾ dargelegt hat. Die Abkühlungsdauer des Öles ist außerdem noch von der Ölmenge und der Größe des Becherglases abhängig. Wir haben daher zur Erzielung jeweils gleicher Vorbedingungen folgende Vorbehandlung gewählt:

50 cm³ Öl werden in einem 300-cm³-Erlenmeyerkolben 10 min lang auf 50° erwärmt. Dadurch werden die im Öl gelösten Spuren von Feuchtigkeit entfernt und etwa im Öl vorhandene Paraffinkristalle gelöst. Nach dem Erwärmen wird das Öl sofort in ein Wasserbad von 20° gebracht und 1 h belassen. Anschließend wird das Öl sofort in das Prüfgerät eingefüllt. Für die Bestimmung des Stockpunktes und des Kälteverhalten im U-Rohr ist die Vorbehandlung in den „Richtlinien für Einkauf und Prüfung von Schmiermitteln“ festgelegt.

Zahlentafel 2. Kälteverhalten der Öle

Öl Nr.	Kälteverhalten im U-Rohr Steighöhe unter 10 mm*)	Kälteverhalten im U-Rohr fest	Stockpunkt	Fließbeginn nach Vogel
1	+ 6°	+ 4°	+ 5°	+ 1°
2	+11°	+10°	+ 9°	+ 5°
3	-17°	-21°	-20°	-23°
4	-15°	-20°	-22°	-20°
5	-13°	-16°	-17°	-17°
6	-12°	-15°	-14°	-14°
7	-12°	-19°	-18°	-16°
8	-36°	-45°	-57°	-58°
9	-23°	-38°	-50°	-54°

*) Im U-Rohr stiegen die Öle bei den angegebenen Temperaturen in der Regel 8 bis 9 mm.

Versuche über das Kälteverhalten

In der Zahlentafel 2 sind das Kälteverhalten der Öle im U-Rohr, der Stockpunkt und der Fließbeginn nach Vogel angegeben, außerdem ist die Temperatur angegeben, bei der die Öle im U-Rohr vollständig fest sind.

Das Gerät zur Bestimmung des Fließbeginns nach Vogel ist im Schrifttum beschrieben³⁾. Die Abkühlung in diesem Gerät erfolgte nach dem von Brunk⁴⁾ verbesserten Verfahren.

Die Temperatur des Alkoholbades wird mittels fester Kohlensäure in 1 1/2 min um 1° gesenkt. Die Abkühlung erfolgt bis -30°, bei tief stockenden Ölen bis -40°. Diese Temperaturen werden noch 10 min konstant gehalten. Hierauf läßt man einen Überdruck von 600 mm Wassersäule einwirken und die Temperatur des Alkoholbades durch Zugabe geringer Alkoholmengen langsam ansteigen, wobei der Temperaturunterschied zwischen Alkohol und Öl nicht mehr als 2° bis 3° betragen darf. Das Mittel der Temperatur zwischen Öl- und Alkoholbad in dem Augenblick, wo das Öl zu steigen beginnt, wird als Fließbeginn bezeichnet.

Um möglichst genaue Messungen zu erzielen sind neuerdings die im Gerät nach Vogel benutzten U-Rohre mit mehreren Unterteilungen zwischen den Meßmarken 1 bis 3 versehen.

Eine Übereinstimmung der Ergebnisse wurde nicht erwartet, da die Prüfverfahren zu verschieden sind. Immerhin liegen Stockpunkt und Fließbeginn mit wenigen Ausnahmen nahe beieinander.

Bei den vorstehenden Versuchen wurde die Temperatur ermittelt, bei der ein Öl vom flüssigen in den festen Zu-

stand übergeht (U-Rohr und Stockpunkt) und umgekehrt (Fließbeginn nach Vogel). In weiteren Versuchen wurde die Zähigkeit der Öle bei bestimmten Temperaturen festgestellt.

Einfluß von Temperaturführung und Trübungspunkt

Die Viscositätsmessung bei tiefen Temperaturen wird bei fallender oder steigender Temperatur durchgeführt. Während bei den Messungen bei fallender Temperatur das zu prüfende Öl nur bis zur Meßtemperatur abgekühlt wird, erfolgt bei den Messungen bei steigender Temperatur eine mehr oder weniger starke Abkühlung unterhalb der Prüftemperatur. Nach Anstieg der Temperatur bis zur Prüftemperatur erfolgt dann die Messung.

Bei Viscositätsbestimmungen, die oberhalb der Temperatur durchgeführt werden, bei der sich das Paraffin auszuscheiden beginnt (Trübungspunkt), ist die Art der Abkühlung ohne Einfluß. Unterhalb des Trübungspunktes liefern die Messungen bei fallender Temperatur andere Werte als bei steigender Temperatur. Dies ist bedingt durch die Art der Ausscheidung des Paraffins und durch die Größe der Paraffinkristalle, wenn sich das Paraffin in dieser Form ausscheidet. Einen weiteren Einfluß auf die Größe der Paraffinkristalle und somit auf die Zähigkeit übt die Abkühlungsgeschwindigkeit aus.

Baader⁵⁾ vertritt die Ansicht und hat erneut darauf hingewiesen, daß dem Trübungspunkt bei der Beurteilung der Öle eine wesentliche Bedeutung zukommt. Für die Bestimmung des Trübungspunktes hat er ein Verfahren ausgearbeitet. Die Bestimmung des Trübungspunktes ist einfach bei sehr hellen Ölen, schwierig jedoch bei stark fluoreszierenden oder dunkleren Ölen.

Wir haben von den Versuchsölen den Trübungspunkt nach dem von Baader angegebenen Verfahren im Vogel-Osag-Viscosimeter mit der Trichter-Capillare bestimmt.

Wenn wir die von Baader angegebene Abkühlungsgeschwindigkeit von 2°/min vorlegten, war es nicht möglich, einen größeren Temperaturunterschied als 1° zwischen innerem und äußerem Thermometer zu vermeiden. Die Zeit für den Wärmeausgleich des Öles in der Capillare und dem äußeren Alkoholbad war zu kurz. Bei dieser Abkühlungsgeschwindigkeit zeigten die beiden Thermometer Unterschiede bis zu 6°.

Die Trübungspunktbestimmung gab bei Vergleichsversuchen gut übereinstimmende Werte. Es ist dabei allerdings ziemliche Übung erforderlich, besonders bei dunkleren Raffinaten. Bei Destillaten ist eine Erkennung der Trübung unmöglich. Schwierig ist die Bestimmung ferner bei Ölen, die nur geringe Mengen Paraffin enthalten, oder wenn das Paraffin mehr in kolloidaler als in kristalliner Form ausfällt.

Die bei den Versuchsölen ermittelten Trübungspunkte sind in Zahlentafel 3 aufgeführt.

Bei den Ölen Nr. 3 und 6 war es notwendig, die Temperatur ganz langsam zu senken, da sonst der Trübungspunkt zu niedrig gefunden wird. In der Nähe des Trübungspunktes wurde die Temperatur in 10 min um 1° gesenkt. Bei einem Temperaturabfall von 1 1/2°/min liegt z. B. bei beiden Proben der Trübungspunkt um 3° bzw. 4° niedriger. Das Paraffin in diesen Ölen benötigt anscheinend längere Zeit zum Auskristallisieren.

Anwendbarkeit der Viscositätsmeßverfahren

Die Ausführungen von Baader stellen einen wesentlichen Fortschritt in der Klärung des Viscositätsverhaltens der Schmieröle bei tiefen Temperaturen dar. Wie dort dargelegt wird, ist bei der Beurteilung von Viscositätsmessungen zwischen höchster Startzähigkeit bzw. Bewegungs-

- 1) S. Erk, Der Fließwiderstand von Schmierölen bei tiefen Temperaturen, *Physik. Z.* 88, 449 [1937].
- 2) Vogel, Über das Verhalten von Ölen beim Erstarren und Schmelzen, *Brdöl u. Teer* 8, 534 [1927].
- 3) Formanek, Stockpunkt, Fließbeginn und Viscosität der Schmieröle für Kraftfahrzeuge, *Automobiltechn. Z.* 88, 71 [1935].
- 4) A. Baader, Über „Anomalien“ im Kälteverhalten der Öle, *Öl u. Kohle* 88, 432 [1942].

00692
widerstand und Betriebsfähigkeit zu unterscheiden. Zur Messung der Startfähigkeit bzw. des Bewegungswiderstandes wird das *Schwaiger-Viscosimeter* empfohlen, während für den Betrieb die Betriebsfähigkeit maßgebend ist und mit dem *Vogel-Ossag-Viscosimeter* gemessen werden kann.

Wie die Versuche von *Schwaiger*⁶⁾ und *Heinze und Marder*⁷⁾ ergaben, stimmen die mit dem *Schwaiger-Viscosimeter* gemessenen Werte mit den Ergebnissen der motorischen Versuche überein. Aus den mit diesem *Viscosimeter* erhaltenen Meßergebnissen können hinsichtlich des Startvermögens brauchbare Schlüsse gezogen werden.

Anders liegen die Verhältnisse bei der Betriebsfähigkeit. Nach dem Anlaufen des Motors tritt durch die Reibung und die Verbrennung im Motor sofort eine Erwärmung des Ölfilmes zwischen Zylinder und Kolben ein, das Öl wird wesentlich dünner und gewährt einwandfreie Schmierung.

Wie eingangs erwähnt, können im Winter Störungen im Motor u. U. auch infolge Verstopfens der Ölleitung auftreten. Es ist dabei nicht notwendig, daß das Öl gestockt ist, sondern es kann bereits so zähflüssig sein, daß nicht genügend Öl nachläuft. Im allgemeinen ist bei Verbrennungsmotoren die Ölleitung so angeordnet, daß schon nach kurzer Laufzeit des Motors die entstehende Wärme ausreicht, um einwandfreies Nachfließen des Öles zu gewährleisten.

Es ist daher nur bedingt richtig, allein aus dem Meßergebnis des *Schwaiger-Viscosimeters* auf die Brauchbarkeit im Betriebe zu schließen. Während in diesem *Viscosimeter* die bei der Abkühlung des Öles entstandenen Paraffinskelette infolge der hohen Scherkräfte größtenteils zerrissen werden, wirkt in der Ölleitung des Motors nur der verhältnismäßig schwache Druck der Ölpumpe auf das Öl. Die Zähigkeit des Öles in der Ölleitung wird daher besser mit dem *Vogel-Ossag- oder Höppler-Viscosimeter* ermittelt.

*Baader*⁸⁾ gibt ein Verfahren zur Messung der Betriebsfähigkeit an. Dieses Verfahren dürfte wohl zur Beurteilung von Schmierölen für Lager u. dgl. geeignete Werte liefern. Für Schmieröle für Verbrennungsmotoren halten wir es für ebenso unzulänglich wie die sonst üblichen Viscositätsmessungen auch, da es nicht möglich ist, die große Anzahl von Umständen, die je nach der Bauart des Motors und den Betriebsverhältnissen verschieden sind, laboratoriumsmäßig nachzuahmen. Wie unsere Versuche ergaben, liegen die Werte der Betriebsfähigkeit gemessen nach dem von *Baader* angegebenen Verfahren unterhalb des Trübungspunktes höher als die der Startfähigkeit, gemessen im *Schwaiger-Viscosimeter*, während es in Wirklichkeit umgekehrt ist.

Versuche mit dem Vogel-Ossag-Viscosimeter

Die folgenden Zähigkeitsmessungen im *Vogel-Ossag* und im *Höppler-Viscosimeter* haben wir bei fallender Temperatur durchgeführt. Für die Messung der Viscosität im *Vogel-Ossag-Viscosimeter* haben wir, wie erwähnt, das von *Baader* angegebene Verfahren zur Messung der Betriebsfähigkeit angewandt. Wir haben neben der üblichen Capillare zum Vergleich die von *Baader* vorgeschlagene Trichter-capillare verwendet. Die Abkühlungsgeschwindigkeit betrug 2°/min. Nachdem das Öl die Meßtemperatur erreicht hatte, wurde die erste Messung vorgenommen, darauf wurde das Öl sofort wieder hochgezogen und wiederum die Auslaufzeit gemessen, bis ein konstanter Wert erreicht wurde. Es wurden für die Versuche die größten vorhandenen Capillaren verwendet mit einer Kennzahl K etwa 17. Die Ergebnisse dieser Versuche sind in *Zahlentafel 3* enthalten.

Beim Vergleich der Ergebnisse zwischen den beiden Capillarformen ergibt sich, daß mit Ausnahme des Öles Nr. 1 (+5°) und des Öles Nr. 2 (+10°) (1 Messung) die Werte gut übereinstimmen. Die Unterschiede der übrigen Öle liegen innerhalb ertraglicher Grenzen. Bei Zähigkeitsmessungen unterhalb des Trübungspunktes ist bei Ver-

gleichsmessungen mit einem Unterschied bis zu 10% zu rechnen.

Die Unterschiede bei den Ölen (Nr. 1 u. Nr. 2) sind nicht auf die Capillarform, sondern darauf zurückzuführen, daß die Meßtemperatur in der Nähe des Stockpunktes liegt. Messungen in der Nähe des Stockpunktes ergeben stets größere Schwankungen.

Aus dieser *Zahlentafel* geht weiter hervor, daß bei Messungen oberhalb des Trübungspunktes auch bei mehrmaliger Wiederholung die Werte sich nicht verändern. Die Anomalien im Kälteverhalten der Öle treten also erst unterhalb des Trübungspunktes ein, wie *Baader* auch in seiner Veröffentlichung⁸⁾ angibt.

Bei den Messungen unterhalb des Trübungspunktes verändert sich mit jeder Messung der Wert, bis — mitunter erst nach mehreren Stunden — der Endwert erreicht ist. Während bei den Ölen Nr. 1 und 2 die Zähigkeit im Laufe der Messungen abnimmt, steigt sie bei den Ölen Nr. 3, 6 und 7 an. Bei den übrigen Ölen konnten Messungen unterhalb des Trübungspunktes nicht durchgeführt werden, da die Öle bei diesen Temperaturen bereits so dick waren, daß sie nicht mehr durch die Capillare ausliefen. Bei den synthetischen Ölen war eine Trübung bis zur tiefsten Meßtemperatur nicht erkennbar.

Das unterschiedliche Verhalten dürfte vermutlich darauf zurückzuführen sein, daß sich bei den Ölen 1 und 2 entweder neben dem kristallinen Paraffin auch amorphes Paraffin ausscheidet und das Öl dadurch die Eigenschaft einer kolloidalen Lösung annimmt, oder daß sich das Paraffin bei der Meßtemperatur, die mit dem Stockpunkt zusammenfällt, zu dichten Strukturaggregaten zusammengeschlossen hat, die durch die Messungen teilweise zerstört werden. Bei den Proben Nr. 3, 6 und 7 ist anzunehmen, daß die Paraffinkristalle durch allmähliches weiteres Anwachsen einen Anstieg der Zähigkeit bedingen.

Versuche mit dem Höppler-Viscosimeter

Für die Versuche im *Höppler-Viscosimeter* haben wir das Präzisionsmodell in Verbindung mit Ultrathermostaten und Kältespeicher verwendet. Über die Arbeitsweise wurde schon öfters im Schrifttum berichtet, so daß hier auf eine Beschreibung verzichtet werden kann. Wir haben mit diesem Gerät zwei Versuchsreihen durchgeführt:

1. Abkühlung unter ständigem Drehen des Gerätes, um durch den ununterbrochenen Kugelfall die Bildung von Kristallskeletten möglichst zu unterbinden.
2. Abkühlung ohne Drehen.

*Niebold*⁹⁾ weist auf Grund von Versuchen darauf hin, daß die Haltezeit der abgekühlten Öle einen wesentlichen Einfluß auf die Zähigkeit bei tiefen Temperaturen ausübt. Bei diesen beiden Versuchsreihen wollten wir nun feststellen, in welchem Umfange sich die Haltezeiten bei der Abkühlung unter ständiger Bewegung des Öles und im ruhigen Zustande auswirken.

In *Zahlentafel 4* sind die Ergebnisse der Messungen aufgeführt die bei der Abkühlung des Öles bei ununterbrochenem Kugelfall erzielt wurden. Nach Erreichen der Meßtemperatur wurde diese noch 15 min konstant gehalten, damit sich die Öltemperatur angleichen konnte. Der Wert der ersten Messung sowie der konstante Endwert sind eingetragen. Außerdem ist die Zeit angegeben nach der die Zähigkeit konstant blieb.

Es zeigt sich auch bei den mit dem *Höppler-Viscosimeter* erhaltenen Werten, daß bei Messungen oberhalb des Trübungspunktes die Abkühldauer keinen Einfluß auf das Prüfergebnis ausübt. Unterhalb des Trübungspunktes

⁶⁾ *Schwaiger*, Untersuchungen über den Einfluß der Schmiermittel auf den Anlaufvorgang bei Motoren, Oel u. Kohle 13, 715 (1937).

⁷⁾ *R. Heinze u. M. Marder*, Vergleich des Kälteverhaltens von Erdöl- und Syntheschmierölen, Oel u. Kohle 11, 612 (1935).

⁸⁾ *K. Niebold*, Über das Verhalten von Schmierölen in der Kälte, Berlin (1940).

Zahlentafel 3. Ergebnisse mit dem Vogel-Ossag-Viscosimeter, Verfahren nach Baader, in °E

Nr.	Messung	+10°		+5°		0°		-5°		-10°		-15°		-20°		Trübungs- punkt °C
		alte Form	Trichter- form	alte Form	Trichter- form	alte Form	Trichter- form	alte Form	Trichter- form	alte Form	Trichter- form	alte Form	Trichter- form	alte Form	Trichter- form	
1	1. Messung Endwert	113	113	1268	852	nicht meßbar		nicht meßbar		---		---		---		+ 9
2	1. Messung Endwert	1680	1240	nicht meßbar		nicht meßbar		---		---		---		---		+ 13
3	1. Messung Endwert	---	---	---	---	230	225	350	345	622	620	1370	1322	nicht meßbar		-15
4	1. Messung Endwert	---	---	---	---	806	775	1458	1468	2850	2620	nicht meßbar		nicht meßbar		- 20
5	1. Messung Endwert	---	---	---	---	237	236	402	395	716	715	nicht meßbar		nicht meßbar		-14
6	1. Messung Endwert	---	---	---	---	798	770	1465	1475	2810	2860	nicht meßbar		nicht meßbar		-10
7	1. Messung Endwert	---	---	---	---	1205	1160	2145	2120	nicht meßbar		nicht meßbar		---		- 1
8	1. Messung Endwert	---	---	---	---	118	123	182	187	311	305	516	498	918	910	unter -30
9	1. Messung Endwert	---	---	---	---	422	430	715	703	1275	1273	2300	2210	4260	4210	unter 30

Zahlentafel 4. Ergebnisse mit dem Höppler-Viscosimeter nach Abkühlung des Öls bei ständiger Bewegung

Nr.	Messung	+10°		+5°		0°		-5°		-10°		-15°		-20°		Trübungs- punkt °C
		°E	Kon- stant nach	°E	Kon- stant nach	°E	Kon- stant nach	°E	Kon- stant nach	°E	Kon- stant nach	°E	Kon- stant nach	°E	Kon- stant nach	
1	1. Messung Endwert	105	sofort	329	25 min	3871	75 min	nicht meßbar		---		---		---		+ 9
2	1. Messung Endwert	553	25 min	9570	155 m.	nicht meßbar		nicht meßbar		---		---		---		+ 13
3	1. Messung Endwert	---	---	---	---	215	sofort	342	sofort	604	sofort	1350	30 min	5813	45 min	+ 15
4	1. Messung Endwert	---	---	---	---	771	sofort	1395	sofort	2710	sofort	5830	10 min	25400	215 m	20
5	1. Messung Endwert	---	---	---	---	232	sofort	393	sofort	686	sofort	2410	20 min	über 100000		-10
6	1. Messung Endwert	---	---	---	---	764	sofort	1392	sofort	2450	sofort	107000	250 m.	nicht meßbar		10
7	1. Messung Endwert	---	---	---	---	1175	sofort	2232	sofort	4777	sofort	11050	25 min	nicht meßbar		- 1
8	1. Messung Endwert	---	---	---	---	119	sofort	184	sofort	293	sofort	478	sofort	885	sofort	unter -30
9	1. Messung Endwert	---	---	---	---	426	sofort	712	sofort	1226	sofort	2199	sofort	4127	sofort	unter 30

Zahlentafel 5. Ergebnisse mit dem Höppler-Viscosimeter nach Abkühlung des Öls bei völliger Ruhe

Nr.	Messung	+10°		+5°		0°		-5°		-10°		-15°		-20°	
		°E	Kon- stant nach	°E	Kon- stant nach	°E	Kon- stant nach	°E	Kon- stant nach	°E	Kon- stant nach	°E	Kon- stant nach	°E	Kon- stant nach
1	1. Messung Endwert	101	sofort	793	8 min	9060	35 min	nicht meßbar		nicht meßbar		---		---	
2	1. Messung Endwert	2335	15 min	nicht meßbar		nicht meßbar		---		---		---		---	
3	1. Messung Endwert	---	---	---	---	225	sofort	335	sofort	620	sofort	1940	10 min	11250	120 m.
4	1. Messung Endwert	---	---	---	---	830	sofort	1500	sofort	2782	sofort	6750	sofort	50470	270 m.
4	1. Messung Endwert	---	---	---	---	240	sofort	418	sofort	672	sofort	6550	140 m.	über 100000 E°	
6	1. Messung Endwert	---	---	---	---	807	sofort	1450	sofort	2895	sofort	148000	300 m.	nicht meßbar	
7	1. Messung Endwert	---	---	---	---	1280	sofort	2297	sofort	5330	sofort	nicht meßbar		---	
8	1. Messung Endwert	---	---	---	---	125	sofort	178	sofort	292	sofort	470	sofort	935	sofort
9	1. Messung Endwert	---	---	---	---	438	sofort	699	sofort	1190	sofort	2270	sofort	4400	sofort

dagegen verändert sich die Zähigkeit mit zunehmender Abkühlungsdauer, bis nach kürzerer oder längerer Zeit ein konstanter Endwert erreicht wird. Im allgemeinen ist mit zunehmender Abkühlungsdauer ein Ansteigen der Zähigkeit erkennbar. Eine Ausnahme machen die Öle Nr. 1 (0°), Nr. 2 (+5°) und Nr. 6 (−15°). Bei diesen Ölen fiel mit zunehmender Abkühlungsdauer die Zähigkeit, obwohl während der Abkühlung durch ununterbrochenen Kugelfall die Paraffinskelettbildung unterbunden wurde. Die Meßtemperaturen liegen in diesen Fällen unterhalb des Stockpunktes.

Es hat sich bei den Versuchen weiter gezeigt, daß bei den Messungen unterhalb des Stockpunktes Vergleichsversuche wesentliche Unterschiede ergeben, und zwar bis zu 100% und darüber, während bei den Vergleichsversuchen oberhalb des Stockpunktes gut übereinstimmende Werte erzielt wurden.

Sieht man von den genannten drei Werten (Öl Nr. 1, 2 und 6) ab, so bestätigen diese Versuche die Auffassung von Siebold, daß durch die Pausen zwischen zwei Messungen, die je nach der Zähigkeit des Öles länger oder kürzer sein können, ein weiteres Wachsen bzw. Zusammenwachsen der in dem Öl herumschwimmenden Kristallkörper erfolgt. Dieser Vorgang setzt sich so lange fort, bis der Gleichgewichtszustand, der sich durch gleichbleibende Fallzeiten ausdrückt, erreicht ist.

Die zur Erreichung des Gleichgewichtszustandes benötigte Zeit ist je nach der Konstitution des Öles verschieden. Je tiefer die Meßtemperatur unterhalb des Trübungspunktes liegt, desto länger ist die Zeit, die zur Erreichung des Endwertes benötigt wird. In unserem Falle wurden als längste Zeit 250 min ermittelt.

In der nächsten Versuchsreihe erfolgte die Abkühlung der Öle im ruhigen Zustande, also ohne Kugelfall. Sie geschah im gleichen Zeitmaß wie bei der vorhergehenden Versuchsreihe. Nach Einstellen der Meßtemperatur wurde durch Umschwenken des Gerätes die Kugel in die Anfangslage gebracht. Zur Erzielung des Ruhezustandes wurde die Temperatur nochmals eine halbe Stunde lang konstant gehalten und dann die Messungen durchgeführt bis die Werte konstant blieben. Diese Ergebnisse sind in *Zahlentafel 5* angegeben.

Auch durch diese Versuchsreihe wird bestätigt, daß bei Messungen oberhalb des Trübungspunktes die Abkühlungsdauer keinen Einfluß auf die Zähigkeit ausübt. Unterhalb des Trübungspunktes werden im allgemeinen gegenüber der vorhergehenden Versuchsreihe die Werte kleiner, eine Ausnahme machen Öl Nr. 6 bei −10° und Nr. 4 bei −15° und −20°. Diese Versuche bestätigen wiederum die Auffassung, daß sich bei der ruhigen Abkühlung die Paraffinkristalle zu Skeletten zusammenschließen. Durch den ununterbrochenen Kugelfall während der Messungen werden nun diese Skelette je nach der Konstitution des Öles rascher oder langsamer zerstört, bis der Gleichgewichtszustand erreicht ist. Das abweichende Verhalten des Öles Nr. 6 und Nr. 4 kann vielleicht darauf zurückzuführen sein, daß die Paraffinkristalle ganz allmählich wachsen. Durch dieses Anwachsen der einzelnen Kristalle wird die durch die mit Beginn der Messung eintretende Zerstörung des Kristallnetzes bedingte Zähigkeitsabnahme aufgehoben. Bei den Ölen Nr. 1 und Nr. 2 ergaben sich auch hier bei Vergleichsversuchen bedeutende Streuungen.

Beim Vergleich der Ergebnisse der *Zahlentafel 4* und *5* ergibt sich, daß bei sämtlichen Ölen, mit Ausnahme der Messungen unterhalb des Stockpunktes, die nur bei einzelnen Ölen möglich waren, die Endviscositäten nach den beiden Abkühlverfahren annähernd gleich sind. Die Unterschiede liegen innerhalb der erträglichen Schwankungen.

Weiter ergibt sich aus diesen Versuchen, daß es gleichgültig ist, ob die Abkühlung unter ständigem Drehen des Gerätes oder in ruhigem Zustande erfolgt. Es ist jedoch Voraussetzung, daß die Messungen so lange fortgesetzt werden, bis die Meßwerte sich nicht mehr verändern.

Versuche mit dem Viscosimeter von Schwaiger

Das Versuchsoil wurde gemäß der Arbeitsvorschrift auf die Meßtemperatur abgekühlt und die Temperatur $\frac{1}{2}$ h lang zur völligen Durchkühlung des Gerätes konstant gehalten. Sodann wurde die Messung durchgeführt. Nach der Arbeitsvorschrift muß während der Messung der Motor abgestellt werden. Wir haben festgestellt, daß bei dicken Ölen die Zeit einer halben Umdrehung bis zu 15 min betragen kann. Während dieser langen Zeit bleibt die Meßtemperatur bei abgestelltem Motor nicht konstant. Dies wurde in der Betriebsanleitung auch insofern berücksichtigt, als der Mittelwert aus der Anfangs- und Endtemperatur während der Stoppzeit angegeben werden soll. Für die Aufstellung von Viscositätskurven ist dies ohne Belang, da es in diesem Falle gleichgültig ist, ob der Mittelwert der Messung z. B. bei 15° oder 14,7° liegt. Wird jedoch die Zähigkeit bei einer bestimmten Temperatur gewünscht, dann muß die Messung auch genau bei dieser Temperatur vorgenommen werden.

Nach unseren Erfahrungen ist das Gerät für einen Meßbereich von etwa 200° bis 15000° E gut geeignet. Vielleicht wäre es möglich, durch auswechselbare Gewichte den Meßbereich, besonders nach unten, zu erweitern.

In der *Zahlentafel 6* sind die Meßergebnisse aufgeführt. Die Werte über 15000° E stellen nur Annäherungswerte dar. Bei Vergleichsversuchen wurden ähnlich wie bei anderen Viscosimetern Unterschiede bis zu 10% gefunden.

Zahlentafel 6: Ergebnisse mit dem Schwaiger-Viscosimeter, in °E

Öl Nr.	+10°	+5°	0°	−5°	−10°	−15°	−20°
1	nicht meßbar zu dünn 318	nicht meßbar zu dünn 718	346	779	3010	nicht meßbar	nicht meßbar
2	2300	nicht meßbar 371	nicht meßbar 623	1186	3527
3	nicht meßbar 752	1415	2586	5420	21900
4	nicht meßbar 800	378	707	1620	4815
5	1130	1325	2745	7890	nicht meßbar
6	1975	3975	9820	nicht meßbar	nicht meßbar
7	nicht meßbar 428	nicht meßbar 689	316	535	892
8	428	689	1300	2360	4080

Während mit dem Vogel-Ossag-Viscosimeter überhaupt nicht, mit dem Höppler-Viscosimeter nur in einigen Ausnahmefällen Messungen unterhalb des Stockpunktes bzw. Fließbeginnes durchgeführt werden konnten, ist dies im Schwaiger-Viscosimeter möglich, besonders bei Ölen, die nicht durch Verdickung, sondern infolge Paraffinausscheidungen erstarren. Durch die starke Scherkraft wird eine sofortige Zerstörung des Paraffinkristallnetzes bewirkt. Besonders charakteristisch in dieser Hinsicht verhalten sich Öl Nr. 1 und Nr. 2. Bei diesen beiden Ölen ist die Messung um 10° bzw. 15° unterhalb des Stockpunktes möglich.

Die mit dem Schwaiger-Viscosimeter erzielten Werte liegen bedeutend niedriger, als die mit dem Höppler- und Vogel-Ossag-Viscosimeter gemessenen. Auffallend günstig bei diesen Versuchen ist das Kälteverhalten der synthetischen Öle. Infolge ihres Aufbaues zeigen diese auch bis zur tiefsten Meßtemperatur keine Anomalien.

Es wäre von Vorteil, wenn das Schwaiger-Viscosimeter für Messungen bis mindestens −30° verwendet werden könnte; vielleicht läßt sich dies bei Neuanfertigung bewerkstelligen.

Schlußbetrachtung

Beim Vergleich der Ergebnisse zwischen den verschiedenen Viscosimeterarten ergibt sich, daß die Messungen oberhalb des Trübungspunktes bei allen drei Viscosimetern gut übereinstimmende Werte liefern. Die geringen Unterschiede zwischen den einzelnen Messungen liegen innerhalb der zulässigen Fehlergrenze. Mit Beginn der Paraffinausscheidungen ergibt sich ein anderes Bild. Es ist daher notwendig, dem Trübungspunkt ein größeres Augenmerk als bisher zuzuwenden. Einen weiteren Fortschritt würde es bedeuten, wenn zu gegebener Zeit das Verfahren zur Bestimmung des Trübungspunktes genormt würde. Allerdings müßte hierzu das bestgeeignete Gerät sowie Abkühlungsgeschwindigkeit und dgl. am zweckmäßigsten durch Ringversuche festgelegt werden. Die von Baader vorgeschlagene Trichterapillare erleichtert infolge ihrer verschiedenen Dicke das Erkennen der ersten Paraffinausscheidungen.

Da nicht in allen Fällen die Viscositätsmessungen im Vogel-Ossag-Viscosimeter durchgeführt werden und von diesem auch vielleicht nicht überall zwei Stück vorhanden sind, wäre es vorteilhaft, ein eigenes möglichst einfaches Gerät für die Bestimmung des Trübungspunktes zu entwickeln. Dieses sollte mit einer Beleuchtungseinrichtung versehen sein, um besonders bei stark fluoreszierenden Ölen die Erkennung der ersten Trübungsanzeichen zu erleichtern.

Unterhalb des Trübungspunktes sind die Endwerte im Vogel-Ossag- bzw. Höppler-Viscosimeter annähernd gleich. Im Vogel-Ossag-Viscosimeter konnten allerdings nur einige

Öle unterhalb des Trübungspunktes gemessen werden, da das Öl in den meisten Fällen schon so dickflüssig war, daß es innerhalb einer tragbaren Zeit nicht mehr auslief.

Zusammenfassung

1. Es ergibt sich aus diesen Versuchen, daß zwischen der Kältebeständigkeit im U-Rohr, Stockpunkt, Fließbeginn und den Zähigkeitsmessungen kein Zusammenhang besteht.
2. Dem Trübungspunkt ist bei Zähigkeitsmessungen größte Beachtung zu schenken.
3. Oberhalb des Trübungspunktes liefern sämtliche Viscosimeter übereinstimmende Ergebnisse.
4. Unterhalb des Trübungspunktes sind die im Schwaiger-Gerät gemessenen Werte niedriger als in den anderen Viscosimetern.
5. Für die Messung der Startzähigkeit ist das Schwaiger-Viscosimeter geeignet und vorzuziehen. Die absolute Betriebszähigkeit von Schmierölen für Verbrennungsmotoren kann nicht ermittelt werden, da im Betriebe Einflüsse mitwirken, die jeden Tag und bei jedem Motor anders liegen und laboratoriumsmäßig nicht nachgeahmt werden können. Für Zähigkeitsmessungen von Ölen für Lagerschmierungen und ähnliche Zwecke kann das Vogel-Ossag- bzw. Höppler-Viscosimeter verwendet werden.
6. Man muß sich vor der Zähigkeitsmessung klar sein, nach welcher Richtung die Messungen geführt werden sollen und dementsprechend die geeignete Viscosimeterart auswählen.

× Die Polhöhe, eine additive Größe

Von Dipl.-Ing. H. Brochmann, Bielefeld

Die Polhöhen von Ölmischungen können aus den Polhöhen der einzelnen Komponenten unter Zugrundelegung der Additivität mit praktisch genügender Genauigkeit vorausbestimmt werden. Man kann somit von vornherein entscheiden, ob es möglich ist, aus bestimmten Komponenten eine Mischung herzustellen, die einerseits den gewünschten Sollwerten (Viscosität, Flammpunkt und dgl.) entspricht und andererseits eine bestimmte Polhöhe aufweist.

Die gleiche additive Zusammensetzung der Polhöhe wurde für Mineralölgemische die mit einem synthetischen, polhöhenverbessernden Zusatzmittel versetzt waren, gefunden. Im folgenden wird an Hand einiger den Versuchsergebnissen entnommener Beispiele gezeigt, wie die Polhöhen von Mineralölmischungen aus den Polhöhen der einzelnen Komponenten vorausbestimmt werden können.

Ergebnisse

mit Gemischen mineralischer Schmieröle

In *Zahlentafel 1* sind die für die Versuche benutzten Schmieröle und ihre Viscositätsdaten aufgeführt. In Spalte 1 dieser *Zahlentafel* sind die einzelnen Mineralölraffinate bezeichnet. Die Gruppe A umfaßt Raffinate die aus paraffinarmen asphaltösem Rohöl nach dem Schwefelsäureverfahren gewonnen wurden, Gruppe B nach dem gleichen Verfahren aus paraffinösem Rohöl hergestellte und Gruppe D solche Raffinate, die nach dem Duosolverfahren erhalten wurden; zu Gruppe E gehören zwei nach dem Schwefelsäureverfahren aus asphaltösem Rohöl gewonnene Raffinate, und F bezeichnet einen Brightstock. Die nächsten beiden Spalten der *Zahlentafel 1* enthalten die zur Kennzeichnung des Viscositätsverhaltens bei zwei verschiedenen Temperaturen gemessenen Zähigkeitswerte in cSt, und zwar Spalte 2 den bei 50° gemessenen Wert und Spalte 3 den bei einer höheren, in Spalte 4 angegebenen Temperatur gefundenen. Aus diesen beiden gemessenen Viscositäten wurde mit Hilfe des Viscosität-Temperatur-Blattes nach L. Ubbelohde die Polhöhe graphisch ermittelt; die erhaltenen Werte enthält Spalte 5.

Die entsprechenden Viscositätsdaten wurden für eine Reihe von Schmierölgemischen, die aus zwei Komponenten hergestellt worden waren, bestimmt und sind in *Zahlentafel 2* aufgeführt. Spalte 1 gibt die Zusammensetzung der Gemische nach Art und Menge an, die Spalten 2 bis 5 entsprechen denen der *Zahlentafel 1*. Unter der Annahme, daß die Polhöhe eine additive Größe ist, wurde sie für die Gemische auf Grund ihrer Zusammensetzung berechnet; diesen berechneten Wert enthält Spalte 6.

Zahlentafel 1. Mineralölraffinate

Versuch Nr.	Mineralöl	Viscositätsmessungen			VP graph.
		cSt bei			
		50,0°	t°	Temp. t	
1	A ₁	37,8	—	—	2,43
2	A ₂	35,6	7,05	99,2	2,42
3	A ₃	33,6	6,86	99,8	2,27
4	B ₁	152,3	—	—	2,43
5	B ₂	136,4	17,75	99,2	2,43
6	B ₃	150,0	18,55	99,8	2,43
7	B ₄	139,3	17,86	99,5	2,43
8	B ₅	36,4	7,38	99,0	2,30
9	D ₁	33,7	7,22	99,2	2,05
10	D ₂	33,6	7,14	99,8	1,99
11	D ₃	15,5	4,24	99,5	1,82
12	D ₄	15,5	5,26	90,0	1,69
13	E	202,0	28,2	90,0	3,12
14	F	37,4	8,84	90,0	2,77
15	F	374,5	50,96	90,0	2,33

In gleicher Weise bringt *Zahlentafel 3* die für einige Gemische aus drei Komponenten und die für ein aus vier Komponenten bestehendes Gemisch erhaltenen Zahlen.

An Hand einiger Beispiele sei die bestehende Additivität der Polhöhe erläutert. Bei Versuch Nr. 16 handelt es sich um ein Gemisch, das zu gleichen Teilen aus der Komponente A₂ mit der Polhöhe 2,42 und der Komponente B₂ mit der Polhöhe 2,43 besteht. Die graphische Ermittlung der Polhöhe ergab