

Nutzung rheologischer Kennwerte zur Beurteilung der Schmierfetteignung bei tiefen Temperaturen

Annika Hodapp^{1,*}, Andreas Conrad², Bernhard Hochstein¹, Karl-Heinz Jacob² und Norbert Willenbacher¹

DOI: 10.1002/cite.202100142

 This is an open access article under the terms of the Creative Commons Attribution License, which permits use, distribution and reproduction in any medium, provided the original work is properly cited.

Herrn Prof. Dr. Thomas Hirth zum 60. Geburtstag gewidmet

Die Viskosität und die Fließgrenze von Schmierfetten wurde im Bereich von 20 °C bis –40 °C untersucht. Die Temperaturabhängigkeit beider Größen folgt einem Arrhenius-Gesetz. Die Temperaturabhängigkeit der Viskosität der Grundöle wird durch eine WLF-Gleichung beschrieben und ist deutlich stärker ausgeprägt. Die Eignung von Schmierfetten wird über die Zugehörigkeit zu einer NLGI-Klasse beurteilt, die anhand der Eindringtiefe eines Kegels in das Fett bestimmt wird. Dies korreliert eindeutig mit der Fließgrenze und ermöglicht so die temperaturabhängige Zuordnung eines Fettes zu einer NLGI-Klasse.

Schlagwörter: Fließgrenze, Konus-Penetration, NLGI-Klasse, Schmierfette, Viskosität

Eingegangen: 26. Juli 2021; *revidiert:* 03. November 2021; *akzeptiert:* 20. Dezember 2021

Using Rheological Characteristics for Assessing the Suitability of Lubricating Greases at Low Temperatures

The viscosity and yield stress of lubricating greases were investigated in the range from 20 °C to –40 °C. The temperature dependence of both variables follows an Arrhenius law. In contrast, the temperature dependence of the viscosity of the base oils is described by a WLF equation and is significantly more pronounced. The utility properties of lubricating greases are assessed by their assignment to a NLGI class, which is determined on the basis of the penetration depth of a cone into the grease. This clearly correlates with the yield stress and thus enables the temperature-dependent assignment of a grease to an NLGI class.

Keywords: Cone penetration, Lubricating greases, NLGI class, Viscosity, Yield stress

1 Einleitung

Schmierfette bestehen aus Grundöl, Verdicker und gegebenenfalls Additiven. Sowohl das Grundöl als auch der Verdicker beeinflussen die Fließfähigkeit des daraus hergestellten Schmierfettes.

Das Einsatzgebiet von Schmierstoffen erstreckt sich zunehmend zu tiefen Temperaturen, z. B. bei Windkraftanlagen. Bisher gibt es jedoch kaum standardisierte Methoden zur Beurteilung der Tieftemperatureignung von Schmierfetten. Die aktuell gängige Charakterisierung der Schmierfette erfolgt fast ausschließlich bei Raumtemperatur.

Für die Tieftemperatureignung von Ölen wird nach DIN 3016 [1] der Pourpoint herangezogen. Der Pourpoint

ist die Temperatur, bei der ein Öl durch visuelle Beobachtung gerade noch als fließfähig eingestuft wird.

¹Annika Hodapp, Dr. Bernhard Hochstein, Prof. Dr. Norbert Willenbacher
annika.hodapp@kit.edu

Karlsruher Institut für Technologie, Institut für Mechanische Verfahrenstechnik und Mechanik, Angewandte Mechanik, Gotthard-Franz-Straße 3, 76131 Karlsruhe, Deutschland.

²Andreas Conrad, Prof. Dr. Karl-Heinz Jacob
Technische Hochschule Nürnberg Georg Simon Ohm, Fakultät Angewandte Chemie, Physikalische Chemie, 90489 Nürnberg, Deutschland.

Die bisherige Charakterisierung von Schmierfetten erfolgt über die Einteilung in Konsistenz-Klassen, den sogenannten NLGI-Klassen. Hierfür wird nach DIN 2137 [2] mit einem Penetrometer bei Raumtemperatur die Eindringtiefe eines Kegels (nach 5 s) in die Schmierfettprobe gemessen. Die gemessene Konus-Penetration P_W wird nach DIN 51818 [3] einer von neun NLGI-Klassen zugeordnet. Die Beurteilung eines Schmierfettes nach der NLGI-Klasse ist damit nur eine Beurteilung der Eignung bei Raumtemperatur.

Die Konus-Penetration P_W hängt von der Fließgrenze und der Viskosität des Schmierfettes ab. Brunstrum und Sisko [4] stellten einen Zusammenhang zwischen der Viskosität η bei einer Scherrate von $\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$ und der Konus-Penetration P_W fest:

$$\log_{10}\left(\frac{(\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1})}{\text{Pas}}\right) = 16,5882 - 5,58\log_{10}\left(\frac{P_W}{10^{-1} \text{ mm}}\right) \quad (1)$$

Hutton [5] setzt die von Brunstrum und Sisko [4] gemessene Schubspannung bei $\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$ der Fließgrenze gleich.

Spiegel et al. [6] konnten zeigen, dass die Fließgrenze für Auslegung fettgeschmierter Apparate besser geeignet ist als die Viskosität und stellten eine Beziehung zur Berechnung der Fließgrenze aus der Konus-Penetration auf. Ein Vergleich ihrer Ergebnisse mit der Korrelation von Brunstrum und Sisko [4] ergab signifikante Abweichungen bei geringen Penetrationen – also bei „steifen“ Fetten – wobei ihre berechneten Fließgrenzen besser mit gemessenen Penetrationen übereinstimmten. Zudem bemerkten sie, dass die Viskosität bei einer Scherrate von $\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$ für viele Fette aufgrund auftretender Strömungsinstabilitäten nicht mehr reproduzierbar ist.

Die Beurteilung der Tieftemperatureignung von Schmierfetten erfolgt über die Messung des Fließdruckes nach DIN 51805 [7]. Der Fließdruck ist der Druck, der bei einer bestimmten Temperatur nötig ist, um das Schmierfett durch eine definierte Düse zu extrudieren. Alternativ erfolgt die Beurteilung mittels tribologischer/mechanischer Größen wie des Antriebsmoments bei tiefen Temperaturen nach IP 186. Für beide Messmethoden sind spezielle, aufwendige Versuchsanordnungen nötig. Adolph und Litters [8] fanden heraus, dass der Fließdruck und das Startdrehmoment gut miteinander korrelieren. Eine Korrelation zwischen dem Fließdruck und der Fließgrenze konnte nicht gefunden werden, jedoch eine Korrelation des Fließdrucks mit der Scherviskosität.

Kempe et al. [9] prognostizierten, dass rheologische Messungen an Schmierfetten eine einfache und exaktere Beurteilung zulassen würden. Rheologische Messungen an Schmierfetten sind hauptsächlich in den DIN-Normen 51810-1 [10] und 51810-2 [11] beschrieben. Dabei wird im ersten Teil (DIN 51810-1) die Viskosität in stetiger Scherung bei konstanter Scherrate ($\dot{\gamma} = 500$ oder 1000 s^{-1}) nach einer definierten Ruhezeit und einer definierten Vorscheuerung bestimmt. Im zweiten Teil (DIN 51810-2) wird die

Fließgrenze in oszillatorischer Scherung mittels Amplitudensweep ermittelt. Dabei werden der Speichermodul G' und der Verlustmodul G'' in Abhängigkeit von der Schubspannungsamplitude gemessen. Im linear viskoelastischen Bereich verlaufen G' und G'' parallel zueinander und sind unabhängig von der Schubspannung. Bei höheren Schubspannungsamplituden nehmen beide Moduli ab und es kommt zu einem Schnittpunkt der G' und G'' -Kurven. Die Schubspannung am Schnittpunkt wird – nach DIN 51810-2 – der Fließgrenze τ_0 gleichgesetzt.

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Viskosität und die Fließgrenze von Schmierfetten im Temperaturbereich zwischen $+20 \text{ °C}$ und -40 °C mit dem Ziel untersucht, auf Basis rheologischer Messungen eine temperaturabhängige Zuordnung der Schmierfette zu NLGI-Klassen zu erreichen.

2 Experimentelles

2.1 Untersuchte Schmierfette

Neun Fette mit einheitlich Lithium-12-Hydroxystearat als Verdicker und fünf verschiedenen Grundölen wurden untersucht. Grundöle waren ein paraffinisches Mineralöl (MOE), ein Trimellitsäureester (TMSE), ein Poly- α -olefin (PAO8), ein alkyliertes Naphthalin (KR-008) und ein Polyalkylenglykol (PAG). Die Verdickerkonzentration variierte zwischen 10 % und 22 %.

In Tab. 1 sind die untersuchten Fette und die zugehörigen Kennwerte (Grundöl, Pourpoint des Grundöls nach DIN 3016 [1], Verdickergehalt, Konus-Penetration P_W nach DIN 2137 [2] und NLGI-Klasse nach DIN 51818 [3]) zusammengestellt.

2.2 Herstellung der Schmierfette

Das Grundöl und der Verdicker wurden unter ständigem Rühren auf 220 °C (Schmelzpunkt von Lithium-12-Hydroxystearat) bis zum vollständigen Aufschmelzen erhitzt. Die so entstandenen Rohfette wurden anschließend abgekühlt und auf einem Dreiwalzenstuhl homogenisiert. Abschließend wurden die Fette in einem Vakuum-Rührkessel unter Rühren bei Raumtemperatur entlüftet.

2.3 Rheologische Charakterisierung

2.3.1 Fließgrenzen-Bestimmung

Für die Bestimmung der Fließgrenzen wurde das Rheometer Physica MCR 301 (Anton Paar) und eine Platte-Platte-Geometrie verwendet (Durchmesser $d = 25 \text{ mm}$, Spalthöhe $h = 1 \text{ mm}$). Die Temperierung erfolgte mittels Peltier-Kühlung in der unteren Platte (P-PTD 200) und in der Haube (H-PTD-200). In Anlehnung an DIN 51810-2 [11] wurden

Tabelle 1. Untersuchte Fette: die Bezeichnung der Schmierfette setzt sich zusammen aus der Abkürzung des verwendeten Grundöls und der Verdickerkonzentration. Weitere Angaben: Grundöl, Pourpoint nach DIN 3016 [1], Verdickergehalt, Konus-Penetration P_w nach DIN 2137 [2] und NLGI-Klasse nach DIN 51818 [3].

Bezeichnung	Grundöl	Pourpoint Grundöl [°C]	Verdickergehalt [Ma.-%]	Konus-Penetration P_w [10^{-1} mm]	NLGI-Klasse
TSME 12	Trimellitsäureester	-57	12	281	2
TMSE 11	Trimellitsäureester	-57	11	357	0
PAG 15	Polyalkylenglykol	-51	15	222	3
PAG 11	Polyalkylenglykol	-51	11	322	1
MOE 13	paraffinisches Mineralöl	-9	13	279	2
MOE 11	paraffinisches Mineralöl	-9	11	298	1–2
PAO8 22	Poly- α -olefin (PAO8)	-66	22	268	2
KR008 11	alkyliertes Naphthalin (KR-008)	-54	11	258	2–3
KR008 10	alkyliertes Naphthalin (KR-008)	-54	10	276	2

die Amplitudensweeps im Schubspannungsbereich von $\tau = 1$ bis 10^4 Pa mit einer Frequenz von $\omega = 10 \text{ rad s}^{-1}$ bei Temperaturen zwischen -40 und $+20$ °C durchgeführt. Speichermodul G' und Verlustmodul G'' wurden über die Schubspannung τ doppellogarithmisch aufgetragen und als Fließgrenze τ_0 die Schubspannungsamplitude beim Schnittpunkt von G' und G'' detektiert (Abb. 1a). Dabei wurde kein signifikanter Einfluss der Frequenz beobachtet. Wandgleiten trat bei den Messungen nicht auf, was anhand von Videoaufnahmen des Proben- und Plattenrandes nachgewiesen werden konnte.

Diese Methode zeigte bei kleinen Fließgrenzen starke Streuungen und die Fließgrenzen der einzelnen Fette konnten nicht mehr eindeutig unterschieden werden. Für andere Stoffsysteme, wie z. B. Silberpasten [12, 13] hat sich die Verwendung einer Flügelrad-Geometrie bewährt. Die Fließgrenzen der Fette TMSE 11, PAG 11 und MOE 11 wurden

mittels Flügelrad-Geometrie ($d = 10$ mm, Länge $l = 22$ mm) an dem Rheometer MARS (Thermo Fisher Scientific) in stetiger Scherung bestimmt. Die Temperierung erfolgte mit einem Flüssigthermostat HAAKE SC 100 (Thermo Fisher Scientific). Die Versuche wurden mit einer Schubspannungsvorgabe zwischen $\tau = 1$ und 10^4 Pa durchgeführt. Zur Auswertung wurde die Deformation γ über der Schubspannung τ doppellogarithmisch aufgetragen. Die Fließgrenze τ_0 ist die Schubspannung am Schnittpunkt der angelegten Tangenten [12] (Abb. 1b).

2.3.2 Viskositäten der Öle und Schmierfette

Die Viskositäten der newtonschen Grundöle wurden an einem Rheometer Physica MCR 301 (Anton Paar) unter Verwendung einer Kegel-Platte-Geometrie ($d = 50$ mm, Kegel-Winkel $\alpha = 1^\circ$) in stetiger Scherung ($\dot{\gamma} = 6 \text{ s}^{-1}$) im

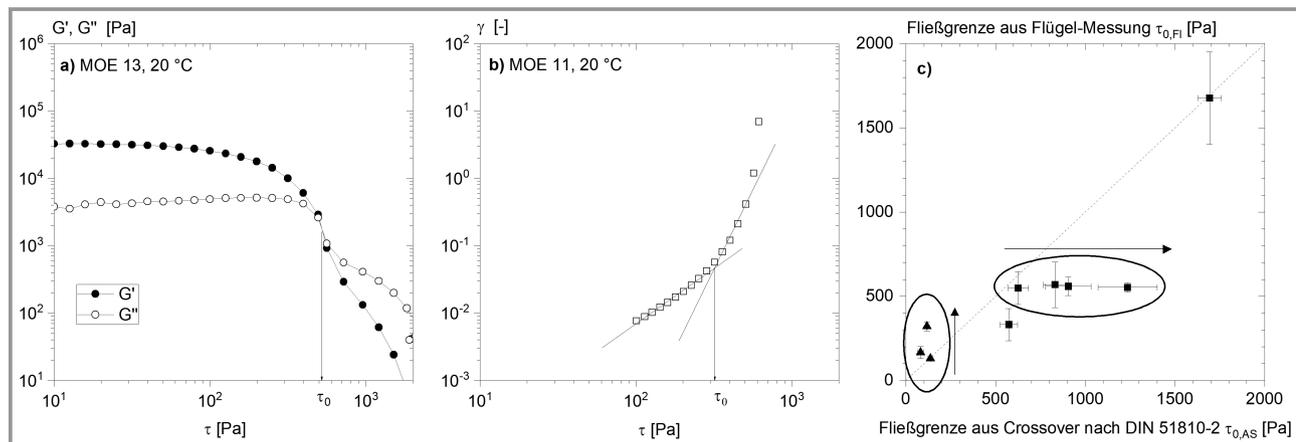


Abbildung 1. a) Speicher- und Verlustmodul aus dem Amplitudensweep nach DIN 51810-2 [10] bei 20 °C für das Fett MOE 13 ($\tau_{0,20^\circ\text{C}} = 522 \pm 10$ Pa). b) Deformation über der Schubspannung beim Kriechversuch (Flügel-Geometrie) bei 20 °C für das Fett MOE 11 ($\tau_{0,20^\circ\text{C}} = 322 \pm 27$ Pa). c) Vergleich der Fließgrenzen bestimmt aus Amplitudensweeps gemäß DIN 51810-2 mit einer Platte-Platte-Geometrie und aus Kriechversuchen mit einer Flügelgeometrie.

Bereich von 20 bis $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$, die Viskositäten der Schmierfette an einem Rheometer Physica MCR 501 (Anton Paar) und einer Platte-Platte-Geometrie ($d = 25\text{ mm}$, $h = 1\text{ mm}$) in oszillatorischer Scherung bei $\omega = 6,28\text{ rad s}^{-1}$ im Bereich von 20 bis $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ermittelt.

Die Temperierung erfolgte durch eine Peltier-Kühlung in der unteren Platte (P-PTD 200) und in der Haube (H-PTD-200). Bei allen rheologischen Versuchen wurde eine Dreifachbestimmung durchgeführt und daraus die angegebenen Mittelwerte und Standardabweichungen bestimmt.

3 Ergebnisse und Diskussion

3.1 Fließgrenzen

Abb. 1a zeigt exemplarisch den Amplitudensweep für das Fett (MOE 13) mit dem paraffinischen Mineralöl als Grundöl und 13 % Verdicker. Bei $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ liegt für dieses Fett die Fließgrenze bei $522 \pm 11\text{ Pa}$.

Abb. 1b zeigt exemplarisch die Fließgrenzen-Bestimmung für das Fett (MOE 11) mit paraffinischem Mineralöl als Grundöl und 11 % Verdicker. Bei $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ liegt für dieses Fett die Fließgrenze bei $118 \pm 5\text{ Pa}$. Abb. 1c zeigt, dass bei den Fetten mit niedriger Fließgrenze ($\tau_0 < 500\text{ Pa}$) die Bestimmung der Fließgrenze mit einer Flügelgeometrie sensibler ist, während bei Fetten mit höherer Fließgrenze die Bestimmung der Fließgrenze mithilfe eines Amplitudensweeps gemäß DIN 51810-2 sich als empfindlicher erwies.

Die Fließgrenzen aller Fette sind in Tab. 2 aufgeführt. Die nicht mittels Amplitudensweep nach DIN 51810-2 [11], sondern mithilfe der Flügelgeometrie ermittelten Fließgrenzen sind durch * gekennzeichnet.

Die Fließgrenzen aller Fette steigen mit abnehmender Temperatur. Die Fließgrenzen der Fette mit Trimellitsäureester bzw. Mineralöl als Grundöl (TMSE 11 und TMSE 12 bzw. MOE 11 und MOE 13) wurden unterhalb $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ nicht ermittelt, da unterhalb dieser Temperatur die Konsistenz

des Fettes derart ansteigt, dass der Antrieb des Rheometers die Probe nicht mehr deformieren kann. Diesen extremen Anstieg der Fließgrenze bei niedrigen Temperaturen fanden auch Cyriac et al. [14] für Fette mit Mineralöl als Grundöl. Sie führten diesen Anstieg auf die Bildung von Paraffinkristallen bei Temperaturen unterhalb des Pourpoints des Grundöls zurück.

3.2 Temperaturabhängigkeit der Viskosität und der Fließgrenze

In Abb. 2 sind die normierten Viskositäten der Grundöle bzw. die normierten Viskositäten und Fließgrenzen der Schmierfette in Abhängigkeit von der reziproken Temperatur T^{-1} dargestellt. Normiert wurde auf die Viskosität bzw. Fließgrenze bei $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ (Bezugstemperatur $T_0 = 20\text{ }^{\circ}\text{C}$).

Abb. 2a zeigt die Abhängigkeit der (normierten) Viskosität der Grundöle von der Temperatur. Die Temperaturabhängigkeit Grundölviskosität lässt sich mit der Williams-Landel-Ferry (WLF)-Gleichung [15] beschreiben:

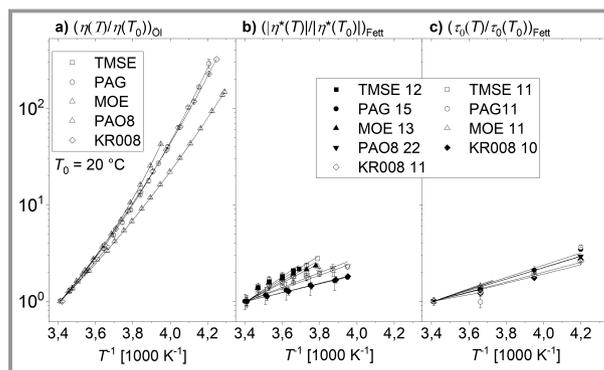


Abbildung 2. a) Normierte Viskositäten der Grundöle als Funktion der reziproken Temperatur. b) Normierte Viskositäten der Schmierfette über der reziproken Temperatur. c) Normierte Fließgrenzen der Schmierfette über der reziproken Temperatur.

Tabelle 2. Fließgrenzen der Schmierfette nach DIN 51810-2 [11] bzw. mittels Flügel-Geometrie bestimmt (durch * gekennzeichnet).

Bezeichnung	$\tau_0, 20^{\circ}\text{C}$ [Pa]	$\tau_0, 0^{\circ}\text{C}$ [Pa]	$\tau_0, -20^{\circ}\text{C}$ [Pa]	$\tau_0, -40^{\circ}\text{C}$ [Pa]
TMSE 12	566 ± 7	697 ± 6	–	–
TMSE 11	$131 \pm 10^*$	221 ± 2	–	–
PAG 15	2017 ± 20	2735 ± 47	4240 ± 367	6975 ± 386
PAG 11	$165 \pm 36^*$	533 ± 75	1060 ± 72	1953 ± 116
MOE 13	522 ± 11	692 ± 22	–	–
MOE 11	$322 \pm 27^*$	312 ± 3	–	–
PAO8 22	516 ± 32	675 ± 35	1068 ± 51	1506 ± 9
KR008 11	1073 ± 14	1326 ± 17	1995 ± 57	2783 ± 31
KR008 10	636 ± 2	773 ± 37	1114 ± 46	1717 ± 107

$$\ln(a_{T,\eta,\text{Öl}}) = \ln\left(\frac{\eta(T)}{\eta(T_0)}\right) = \frac{-c_1(T - T_0)}{c_2 + T - T_0} \quad (2)$$

Dabei entspricht $a_{T,\eta,\text{Öl}}$ der normierten Viskosität und wird Temperatur-Shift-Faktor genannt. Die Konstanten c_1 und c_2 aus der WLF-Gleichung sind für die Öle in Tab. 3 zusammengestellt.

Tabelle 3. Konstanten c_1 und c_2 aus der WLF-Gleichung für die Beschreibung der Temperaturabhängigkeit der Viskosität der Grundöle.

	c_1 [-]	c_2 [K]
TMSE	8,0	144,5
PAG	8,1	134,7
MOE	6,4	108,2
PAO8	8,8	165,3
KR008	9,8	155,9

Die beiden Grundöle MOE und TMSE kristallisieren unterhalb -9°C bzw. 0°C und es entsteht ein Zweiphasengemisch. Die Viskositäten der beiden Öle unterhalb dieser Temperaturen zeigen damit eine andere Temperaturabhängigkeit und lassen sich nicht mehr mit den in Tab. 3 angegebenen Konstanten für die WLF-Gleichung beschreiben. Analog gilt dies für die Viskositäten und die Fließgrenzen der auf diesen Ölen basierenden Fetten. [16]

In Abb. 2b sind die normierten Viskositäten der Schmierfette als Funktion der reziproken Temperatur dargestellt. Die Temperaturabhängigkeit ist deutlich weniger ausgeprägt als die der Öle ($a_{T,\eta,\text{Fett}} \ll a_{T,\eta,\text{Öl}}$). Der Temperatur-Shift-Faktor $a_{T,\eta,\text{Fett}}$ lässt sich mit einem Arrhenius-Ansatz beschreiben:

$$\ln a_{T,\eta,\text{Fett}} = \ln\left(\frac{|\eta^*(T)|}{|\eta^*(T_0)|}\right) = \frac{E_{a,\eta,\text{Fett}}}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right) \quad (3)$$

R ist die universelle Gaskonstante ($8,314 \text{ J K}^{-1} \text{ mol}^{-1}$).

Die normierten Fließgrenzen der Schmierfette sind in Abb. 2c in Abhängigkeit der reziproken Temperatur dargestellt. Die Temperaturabhängigkeit der Fließgrenzen lässt sich analog zu den Viskositäten durch einen Arrhenius-Ansatz beschreiben:

$$\ln a_{T,\tau_0,\text{Fett}} = \ln\left(\frac{\tau_0(T)}{\tau_0(T_0)}\right) = \frac{E_{a,\tau_0,\text{Fett}}}{R} \left(\frac{1}{T} - \frac{1}{T_0}\right) \quad (4)$$

Die Aktivierungsenergien $E_{a,\eta,\text{Fett}}$ bzw. $E_{a,\tau_0,\text{Fett}}$, die die Temperaturabhängigkeiten der Viskosität bzw. der Fließgrenze nach den Gln. (3) und (4) beschreiben, ergeben sich zu:

$$E_{a,\eta,\text{Fett}} = R \frac{d \ln(a_{T,\eta,\text{Fett}})}{d\left(\frac{1}{T}\right)} \quad (5)$$

$$E_{a,\tau_0,\text{Fett}} = R \frac{d \ln(a_{T,\tau_0,\text{Fett}})}{d\left(\frac{1}{T}\right)} \quad (6)$$

Die Temperaturabhängigkeit der Öl- bzw. Fettviskosität wird durch grundsätzlich verschiedene mathematische Beziehungen beschrieben (vgl. Gl. (2) und (3)). Betrachtet man darüber hinaus die Variation der Absolutwerte so ergibt sich folgendes Bild: bei einer Temperaturänderung von $+20^\circ\text{C}$ auf -20°C erhöhen sich die Ölviskositäten bis zu einem Faktor 32, die Fettviskositäten um maximal den Faktor 2,5. Das heißt, die Viskosität der Öle zeigt eine deutlich größere Temperaturabhängigkeit als die der Fette.

Die so berechneten Aktivierungsenergien für die Temperaturabhängigkeit der Viskosität bzw. der Fließgrenze für alle Fette sind in Tab. 4 gelistet. Mit Ausnahme der Fette mit TMSE als Grundöl zeigt sich bei allen Fetten, dass die beiden Aktivierungsenergien, die die Temperaturabhängigkeit der Viskosität bzw. der Fließgrenze beschreiben, sehr ähnlich sind. Die Viskosität und die Fließgrenze der jeweiligen Fette hängen also in gleicher Weise von der Temperatur ab. Die Ursache dafür, dass dies nicht für Fette mit TMSE als Grundöl zutrifft, ist noch unklar.

Tabelle 4. Aktivierungsenergien für die Temperaturabhängigkeit der Viskosität im Temperaturbereich von 20 bis -20°C und für die Temperaturabhängigkeit der Fließgrenze im Temperaturbereich von 20 bis -40°C der Fette.

Bezeichnung	$E_{a,\eta,\text{Fett}}$ [kJ mol^{-1}]	$E_{a,\tau_0,\text{Fett}}$ [kJ mol^{-1}]
TMSE 12	$18,2 \pm 1,3$	$10,9 \pm 5,6$
TMSE 11	$20,5 \pm 1,4$	$9,1 \pm 0,6$
PAG 15	$10,6 \pm 0,4$	$12,8 \pm 0,4$
PAG 11	$8,3 \pm 0,8$	$12,9 \pm 0,9$
MOE 13	$14,2 \pm 0,3$	$11,4 \pm 2,9$
MOE 11	$16,4 \pm 0,5$	$13,3 \pm 1,7$
PAO8 22	$10,5 \pm 0,5$	$11,2 \pm 0,2$
KR008 11	$8,8 \pm 0,4$	$9,9 \pm 0,2$
KR008 10	$8,8 \pm 0,5$	$10,0 \pm 0,5$

3.3 Korrelation zwischen Fließgrenze und Konus-Penetration; temperaturabhängige Einteilung der Fette in NLGI-Klassen

Die beim Penetrationsversuch durch den Kegel auf die Fette ausgeübte Schubspannung muss größer sein als die Fließgrenze, um ein Eindringen des Kegels in das Fett zu erlauben. Die vom Kegel infolge seines Gewichts auf das Fett ausgeübte Schubspannung nimmt mit zunehmender Eindringtiefe ab, da die benetzte Kegelfläche mit der Eindringtiefe zunimmt. Erreicht diese Schubspannung die Fließgrenze des Fettes, kommt der Kegel zum Stillstand. Bei

Verwendung eines Standardkegels nach DIN ISO 2137 [2] bedeutet dies, dass bei allen Eindringtiefen kleiner 44,05 mm (entspricht einer Penetration von 440) der Kegel nicht vollständig in das Fett eintaucht (benetzt wird). Eine Penetration von 440 bildet die Grenze zur niedrigsten NLGI-Klasse, dem „weichsten“ Fett. Die Eindringtiefe nach 5 s kann darüber hinaus geringfügig von der Viskosität des Fettes abhängen, falls der Kegel zu dieser Zeit nicht bereits zum Stillstand gekommen ist.

Die grundsätzlich bei Raumtemperatur gemessene Konus-Penetration P_W nach DIN 2137 [2] zur Einordnung der Fette in die NLGI-Klassen nach DIN 51818 [3] sind in Tab. 1 aufgeführt, die Fließgrenzen in Tab. 2.

Abb. 3 zeigt die Fließgrenze τ_0 der Fette bei 25 °C in Abhängigkeit von der Konus-Penetration P_W . Der Vorteil der Korrelation von P_W mit der Fließgrenze gegenüber der in Gl. (1) vorgeschlagen Verknüpfung mit der stationären Scherviskosität von Brunstrum und Sisko [4] besteht darin, dass die Bestimmung der Fließgrenze gemäß DIN 51810-2 [11] weniger fehleranfällig ist (z. B. durch Wandgeiten oder das Auftreten von Scherbändern) als eine Messung der stationären Scherviskosität.

Der Vergleich der Fließgrenzen bei 25 °C ($\tau_{0, 25^\circ\text{C}}$) mit den Konus-Penetrationen ($P_{W, 25^\circ\text{C}}$, Tab. 1) ergibt folgende Korrelation:

$$\log_{10}\left(\frac{\tau_{0,25^\circ\text{C}}}{\text{Pa}}\right) = 17,5627 - 6,08 \log_{10}\left(\frac{P_{W,25^\circ\text{C}}}{10^{-1} \text{ mm}}\right) \quad (7)$$

Mit dieser Korrelation (Gl. (7)) können die NLGI-Klassen anstatt durch Intervalle für die Werte der Konus-Penetration P_W durch die Angabe von Wertebereichen für die Fließgrenzen definiert werden. Die den NLGI-Klassen

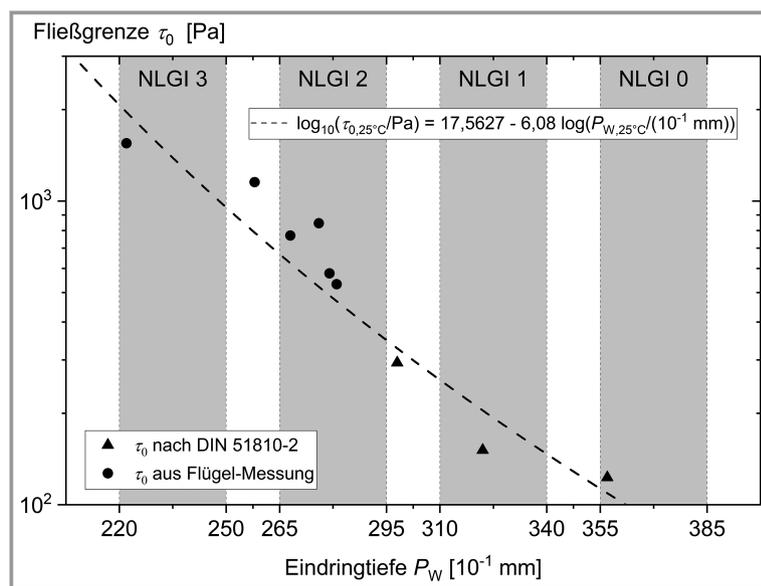


Abbildung 3. Korrelation zwischen Fließgrenze und Konus-Penetration P_W bei 25 °C für die untersuchten Schmierfette. Die Korrelation (Gl. (6)) zwischen Fließgrenze und Konus-Penetration ist als gestrichelte Linie dargestellt.

zugeordneten P_W - bzw τ_0 -Intervalle sind in Tab. 5 dargestellt.

Tabelle 5. Zuordnung der Intervalle für die Konus-Penetrationen P_W zu den verschiedenen NLGI-Klassen gemäß DIN 51818 [3] sowie die entsprechenden, anhand von Gl. (6) berechneten Wertebereiche für die Fließgrenze τ_0 .

NLGI-Klasse	P_W [10^{-1} mm]	τ_0 [Pa]
0	355–385	70–114
1	310–340	148–260
2	265–295	352–675
3	220–250	962–2093
4	175–205	3215–8415

Ein vergleichbarer Zusammenhang wurde von Brunstrum und Sisko [4] für den Zusammenhang zwischen der Viskosität (bei $\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$) und der Konus-Penetration gefunden (vgl. Gl. (1)). Dabei ist der Bezug auf die Viskosität bei $\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$ willkürlich. Der Bezug auf andere Scherraten führt zu anderen Korrelationen. Ursache dafür ist das strukturoviskose Verhalten der Fette, d. h. die Abhängigkeit der Viskosität eines Fettes von der Scherrate.

Die Ursache der Konus-Penetration ist die Gewichtskraft die der Kegel auf das Fett ausübt. Eine Kraft- (Spannungs-)Vorgabe entspricht in der Rheometrie einem sogenannten Kriechversuch. Die Fließgrenze eines Stoffes kann nur mit einem Kriechversuch bestimmt werden. Bei einer Viskositätsmessung mit vorgegebener Scherrate (hier $\dot{\gamma} = 10 \text{ s}^{-1}$), einem sogenannten Spannversuch, wird die Fettprobe bereits zum Fließen gezwungen. Die Grenzschubspannung, die Fließgrenze, bei der Fließen eintritt, ist damit bereits überschritten. Die Fließgrenze kann daher nicht mit einem Spannversuch bestimmt werden. Eine Korrelation zwischen Fließgrenze und Konus-Penetration ist somit praxisnäher. Zudem ist die Fließgrenze gut reproduzierbar messbar.

Wird die Fließgrenze eines Fettes bei einer von 25 °C abweichenden Temperatur ermittelt, erlaubt Gl. (7) die Zuordnung des Schmierfettes zu einer NLGI-Klasse, die der Einsatzfähigkeit des Fettes bei 25 °C entsprechen würde (Gl. (7), Tab. 5). Die temperaturabhängige Verschiebung anhand der Fließgrenze in eine andere (raumtemperaturäquivalente) NLGI-Klasse kann als Temperatur-NLGI-Shift verstanden werden. Daher kann die Anwendbarkeit von Fetten bei von Raumtemperatur abweichenden Temperaturen anhand einer Bestimmung der Fließgrenze bei entsprechender Temperatur ermittelt werden.

Für die hier untersuchten Fette sind in Tab. 6 die neuen NLGI-Klassen bei entsprechend anderen Temperaturen aufgelistet. Nach dem Temperatur-NLGI-Shift zu tieferen Temperaturen

Tabelle 6. Temperaturabhängige NLGI-Klassen-Einordnung der untersuchten Schmierfette.

	NLGI-Klasse $T = 25\text{ °C}$	NLGI-Klasse $T = 0\text{ °C}$	NLGI-Klasse $T = -20\text{ °C}$	NLGI-Klasse $T = -40\text{ °C}$
TMSE 12	2	2,5	–	–
TMSE 11	0	1	–	–
PAG15	3	3,5	4	4
PAG11	2	2	3	3
MOE13	2	2,5	–	–
MOE11	1	1,5	–	–
PAO8 22	2	2,5	3	3
KR008 11	3	3	3	3,5
KR008 10	2	2,5	3	3

fallen alle Fette in einer höheren NLGI-Klasse. Bei -20 °C sind alle Fette um mindestens eine NLGI-Klasse höher als bei 25 °C zugeordnet, was beim Einsatz des Schmierstoffs im Betrieb zu berücksichtigen ist.

4 Zusammenfassung

Im Rahmen dieser Arbeit wurde die Temperaturabhängigkeit der Viskosität und der Fließgrenze von Schmierfetten im Bereich von $+20\text{ °C}$ bis -40 °C untersucht und mit der Konus-Penetration korreliert.

Die Abhängigkeit der Grundölviskosität von der Temperatur folgt der WLF-Gleichung, wohingegen die Abhängigkeiten der Schmierfett-Viskosität und -Fließgrenze von der Temperatur einem Arrhenius-Ansatz folgen und vergleichbar sind. Die Aktivierungsenergien für die Viskosität und Fließgrenze von Fetten bewegen sich im Bereich von 9 bis 20 kJ mol^{-1} .

Es wurde eine Korrelation der Fließgrenze mit der Konus-Penetration bei 25 °C aufgestellt. Diese Korrelation ermöglicht es, aus einer Fließgrenzen-Messung bei einer beliebigen Temperatur die Zugehörigkeit dieses Schmierfettes zu einer NLGI-Klasse bei dieser Temperatur vorherzusagen. Diese Vorgehensweise kann als Temperatur-NLGI-Shift bezeichnet werden. Die rheologische Messung der Fließgrenze ermöglicht dem Anwender vorherzusagen, ob das Fett bei dieser Temperatur die für eine gedachte Anwendung notwendige Konsistenz aufweist. Im Gegensatz zur Betrachtung der Fettviskosität bei einer bestimmten Scherrate entspricht die Fließgrenze der praktischen Belastung des Fettes im Penetrationstest. Darüber hinaus ist die Fließgrenze eine scherratenunabhängige Stoffgröße.

Die Autoren danken der AiF (Nr. 20001 N) und die FVA (Nr. 829I) für die Förderung dieser Arbeit. Wir danken den Mitgliedern des projektbegleitenden Ausschusses, insbesondere der Fa. Fuchs Schmierstoffe GmbH, der Castrol Germany GmbH und King Industries, für die Bereitstellung der Grundöle, der Herstellung der Fette und der Bestimmung der Konus-Penetration. Open Access Veröffentlichung ermöglicht und organisiert durch Projekt DEAL.

Formelzeichen

a_T	[-]	Temperatur-Shift-Faktor
c_1	[-]	Konstante aus der WLF-Gleichung
c_2	[K]	Konstante aus der WLF-Gleichung
d	[mm]	Durchmesser
E_a	[kJ mol ⁻¹]	Aktivierungsenergie
G^c	[Pa]	Speichermodul
G^a	[Pa]	Verlustmodul
h	[mm]	Spalthöhe
l	[mm]	Länge
P_W	[mm]	Konus-Penetration, 10^{-1}
R	[J K ⁻¹ mol ⁻¹]	universelle Gaskonstante, 8,314
T	[°C, K]	Temperatur
T_0	[°C]	Bezugstemperatur

Griechische Symbole

α	[°]	Kegel-Winkel
γ	[-]	Deformation
$\dot{\gamma}$	[s ⁻¹]	Scherrate
η	[Pa s]	Viskosität
τ	[Pa]	Schubspannung
τ_0	[Pa]	Fließgrenze
ω	[rad s ⁻¹]	Kreisfrequenz

Abkürzungen

KR-008	alkyliertes Naphthalin
KR008 11 & 10	Fett mit KR-008 als Grundöl mit 11 bzw. 10 % Verdicker
MOE	Mineralöl
MOE 13 & 11	Fett mit MOE als Grundöl mit 13 bzw. 11 % Verdicker
NLGI	National Lubricating Grease Institute
PAG	Polyalkylenglykol
PAG 15 & 11	Fett mit PAG als Grundöl mit 15 bzw. 11 % Verdicker
PAO8	Poly- α -olefin 8
PAO8 22	Fett mit PAO8 als Grundöl mit 22 % Verdicker
TMSE	Trimellitsäureester
TMSE 12 & 11	Fett mit TMSE als Grundöl mit 12 bzw. 11 % Verdicker
WLF	Williams-Landel-Ferry

Literatur

- [1] DIN ISO 3016:2017-11, *Mineralölzeugnisse – Bestimmung des Pourpoints*, Beuth Verlag, Berlin **2017**.
- [2] DIN ISO 2137:2016-12, *Mineralölzeugnisse und Schmierstoffe – Bestimmung der Konuspenetration von Schmierfetten und Petroleum*, Beuth Verlag, Berlin **2016**.
- [3] DIN 51818:1981-12, *Konsistenz-Einteilung für Schmierfette*, Beuth Verlag, Berlin **1981**.
- [4] L. C. Brunstrum, *NLGI spokesman* **1962**, 25 (10), 311.
- [5] J. F. Hutton, in *The principles of lubrication* (Eds: A. Cameron), Longmans, London **1966**.
- [6] K. Spiegel, J. Fricke, K.-R. MEIS, *Tribol. Schmierungstech.* **1991**, 38 (6), 326–331.
- [7] DIN 51805-2:2016-09, *Prüfung von Schmierstoffen – Bestimmung des Fließdruckes von Schmierfetten mit dem Verfahren nach Kesternich – Teil 2: Automatisches Verfahren*, Beuth Verlag, Berlin **2016**.
- [8] H. Adolph, T. Litters, *Tieftemperaturverhalten von Schmierfetten – Korrelation von Prüfmethoden (Startdrehmoment, Fließdruck und Fließgrenze)*, 51. Tribologie-Fachtagung, Göttingen, September **2010**.
- [9] J. Kempe, A. Müller, *Tribol. Schmierungstech.* **1998**, 45 (1), 28–32.
- [10] DIN 51810-1:2017-04, *Prüfung von Schmierstoffen – Prüfung der rheologischen Eigenschaften von Schmierfetten – Teil 1: Bestimmung der Scherviskosität mit dem Rotationsviskosimeter und dem Messsystem Kegel/Platte*, Beuth Verlag, Berlin **2017**.
- [11] DIN 51810-2:2017-04, *Prüfung von Schmierstoffen – Prüfung der rheologischen Eigenschaften von Schmierfetten – Teil 2: Bestimmung der Fließgrenze mit dem Oszillationsrheometer und dem Messsystem Platte/Platte*, Beuth Verlag, Berlin **2017**.
- [12] H. A. Barnes, J. O. Carnali, *J. Rheol.* **1990**, 34 (6), 841–866.
- [13] C. Yüce, K. Okamoto, L. Karpowich, A. Adrian, N. Willenbacher, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells* **2019**, 200, 110040. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2019.110040>
- [14] F. Cyriac, P. M. Lugt, R. Bosman, *Tribol. Lett.* **2016**, 63 (1), 517. DOI: <https://doi.org/10.1007/s11249-016-0693-8>
- [15] M. L. Williams, R. F. Landel, J. D. Ferry, *J. Am. Chem. Soc.* **1955**, 77 (14), 3701–3707. DOI: <https://doi.org/10.1021/ja01619a008>
- [16] A. Conrad, A. Hodapp, B. Hochstein, N. Willenbacher, K.-H. Jacob, *Lubricants* **2021**, 9 (10), 99.

DOI: 10.1002/cite.202100142

Nutzung rheologischer Kennwerte zur Beurteilung der Schmierfetteignung bei tiefen Temperaturen

Annika Hodapp*, Andreas Conrad, Bernhard Hochstein, Karl-Heinz Jacob, Norbert Willenbacher

Research Article: Die Temperaturabhängigkeit der Viskosität und der Fließgrenze von Schmierfetten wurde im Bereich von 20 °C bis -40 °C untersucht. Die Fließgrenze korreliert eindeutig mit der Eindringtiefe. Das ermöglicht die Zuordnung eines Fettes zu einer (raumtemperaturäquivalenten) NLGI-Klasse mittels Fließgrenzenbestimmung bei einer beliebigen Temperatur.

