

## Bestimmung der Oxidationsstabilität von Fetten und Ölen

Dr. Gabriele Kaiser und Dr. Stefan Schmörlzer

### Einführung

Äußere Einflüsse, wie UV-Strahlung (Licht), Temperatur, Luftsauerstoff oder chemische/biologische Medien, lassen Materialien altern, was eine Änderung ihrer chemischen und physikalischen Eigenschaften zur Folge hat. Geeignete Alterungsschutzmittel (Stabilisatoren) sollen den Alterungsprozess verzögern und die Induktionsperiode, d.h. die Zeitspanne bis zum Beginn der thermooxidativen Zersetzung (Kettenabbau, technisches Versagen) verlängern.

Ein wichtiger Indikator für die Oxidationsstabilität von Ölen, Fetten, Schmierstoffen, Treibstoffen oder Kunststoffen ist die Oxidative-Induction Temperature oder Oxidative-Induction Time (OIT), die mittels DSC in genormten Verfahren ermittelt werden kann.

In der Praxis kommen zwei unterschiedliche Verfahren zur Anwendung: dynamische und isotherme OIT-Tests. Im Falle des dynamischen Verfahrens wird die Probe unter oxidierenden Bedingungen mit einer definierten konstante Heizrate aufgeheizt, bis die Reaktion einsetzt. Die Oxidative-Induction Temperature (auch Oxidation Onset

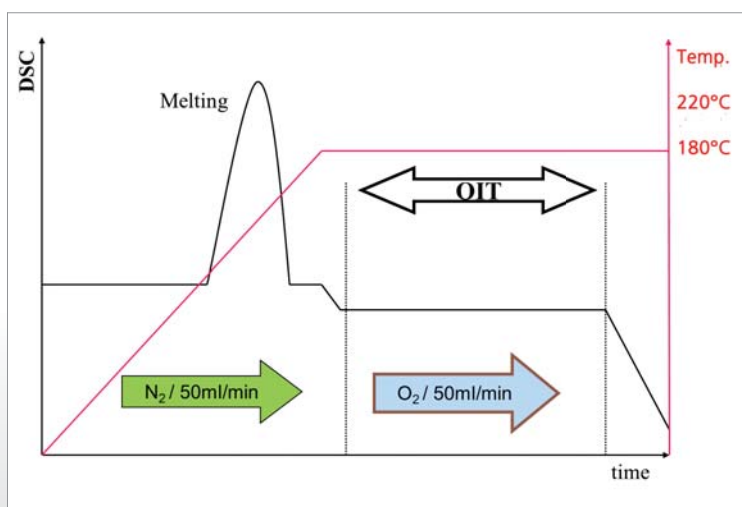


2 NETZSCH-Hochdruck-DSC 204 (max. Druck: 150 bar)

Temperature OOT genannt) entspricht dabei der extrapolierten Onset-Temperatur des auftretenden exothermen DSC-Effekts.

Bei isothermen OIT-Tests werden die zu untersuchenden Materialien zunächst unter Schutzgas aufgeheizt, anschließend zur Gleichgewichtseinstellung einige Minuten auf konstanter Temperatur unter Schutzgas gehalten und anschließend einer Sauerstoff- oder Luftatmosphäre ausgesetzt. Die Zeitspanne vom ersten Kontakt mit Sauerstoff bis zum Beginn der Oxidation wird als Oxidative-Induction Time bezeichnet. In Abbildung 1 ist dies exemplarisch dargestellt.

Eine Reihe von nationalen und internationalen Normen, wie z.B. ASTM D3895 (Polyethylen), DIN EN728 (Kunststoff-Rohrleitungen), ISO 11357-6 (Kunststoffe) und ASTM D525 (Flugzeugkraftstoffe), geben Empfehlungen für die Probenpräparation und die Wahl geeigneter Messbedingungen.



1 Bestimmung der Oxidative-Induction Time an einem Polyolefin nach ISO 11357-6

## APPLICATIONNOTE Bestimmung der Oxidationsstabilität von Fetten und Ölen

### Oxidationstests an Schmierölen und -fetten

Oxidationstests an Schmierölen und Schmierfetten werden meist in einer Hochdruck-DSC (siehe Abbildung 2) durchgeführt. Durch Aufbau eines Gegendrucks von in der Regel 35 bar wird versucht, ein Verdampfen der Probe zu verhindern. Bei Oxidationsreaktionen dient der Sauerstoff jedoch nicht nur zur Erzeugung des Drucks, sondern auch als Reaktionspartner. Aus diesem Grund muss die Regelung des Drucks sowie des Gasflusses besonders präzise erfolgen.

Die Bestimmung der Oxidationsbeständigkeit ist oberflächensensitiv. Das heißt, für eine hohe Reproduzierbarkeit der Messergebnisse ist eine gleichmäßige und gleichförmige Oberfläche des zu untersuchenden Öl- bzw. Fettfilms ideal. Für derartige Untersuchungen eignen sich so genannte SFI-Tiegel (SFI steht für Solid Fat Index; Schema siehe Abbildung 3), wie sie in ASTM D5483 für Schmierfette und ASTM D6186 für Schmieröle vorgeschlagen werden, sehr gut

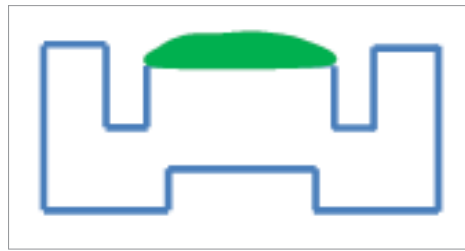
Es handelt sich dabei um z.B. pfännchenförmige Aluminiumtiegel mit einem Außendurchmesser von 6,7 mm und einem Volumen von 85 µl, die mit einem Presswerkzeug (eingebaut in eine Standard-Tiegelpresse; Abbildung 4) in Form gebracht werden.

Öle und Fette kriechen in Tiegeln mit flachem Boden bei höheren Temperaturen oft in die Randzonen. Die effektive Oberfläche der Probe, die mit der umgebenden Atmosphäre wechselwirken kann, wird dadurch kleiner. Dies hat Auswirkungen auf das OIT-Ergebnis (siehe Abbildung 5).

Im Vergleich zu der Situation in einem offenen Standard-Aluminium-Tiegel (blaue Kurve) mit einer OIT-Zeit (extrapolierter Onset) von 64,6 min verschiebt sich der Onset im SFI-Tiegel (grüne Kurve) aufgrund der größeren effektiven Oberfläche zu deutlich kürzeren Zeiten (46,6 min).

### Zusammenfassung

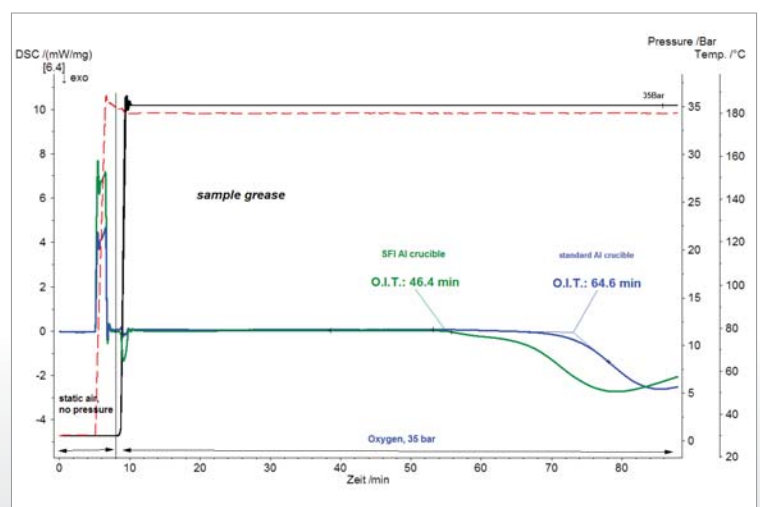
Mit Hilfe von DSC-OIT-Tests lassen sich vergleichende Aussagen über die Stabilität von Materialien gegenüber thermisch-oxidativen Angriffen treffen. Zur Untersuchung von Schmierölen und -fetten ist die NETZSCH-Hochdruck-DSC 204 zusammen mit SFI-Tiegeln bestens geeignet.



3 Schema eines SFI-Tiegels mit Probe (grün)



4 Tiegelpresse und Einsatz (vergrößert dargestellt)



5 Vergleich der OIT-Zeiten an einem Schmierfett in einem Standard-Aluminium-Tiegel (blau) und in einem SFI-Tiegel (grün); Gerät: DSC 204 HP; 35 bar Sauerstoff