



Application Note AN-V-220

Restnutzungsdauer von Schmierstoffen

Vollautomatische Bestimmung des verbleibenden Antioxidantiengehalts mittels Voltammetrie

Die Prüfung von in Betrieb befindlichen Schmierölen auf ihren verbleibenden Gehalt an Antioxidantien ist entscheidend für die Betriebszeit von Investitionsgütern sowie für die Senkung der Betriebs- und Reparaturkosten. Testmethoden wie der RPVOT (Rotating Pressure Vessel Oxidation Test) sind zeitaufwändig und teuer in der Durchführung. Die Bestimmung der Restnutzungsdauer ist eine

bewährte voltammetrische Methode zur Prüfung des verbleibenden Gehalts an aktiven Antioxidantien und dauert nur wenige Minuten. Je nach Elektrolyt können aromatische Amine und sterisch gehinderte phenolische Antioxidantien oder nur sterisch gehinderte phenolische Antioxidantien bestimmt werden.

Zum ersten Mal wird ein vollautomatisches

Messsystem vorgeführt, das die Wiederholbarkeit der Daten erheblich verbessert und damit die Zuverlässigkeit erhöht. Der Anwender spart Zeit bei der Probenvorbereitung, und zudem entfällt die oftmals nicht reproduzierbare manuelle Auswertung durch die völlig autonom arbeitende Software. Der Benutzer gibt die Probe in das Probengefäß,

anschließend wird die Bestimmung der Probenserie (einschließlich Probenvorbereitung und Ergebnisberechnung) automatisch durchgeführt. Das System basiert auf Methoden gemäß den Normen ASTM D6810, ASTM D6971, ASTM D7527, und ASTM D7590.

PROBEN

Schmieröle, Hydrauliköle, Turbinenöle und Motoröle.

ANALYSE

Die Ölproben werden in die Probengefäße auf dem Rack des Probenprozessors gegeben. Während des Bestimmungsvorgangs wird der Probe automatisch ein Grundelektrolyt zugesetzt und anschließend gerührt. Je nach Art der Antioxidantien in der Probe wird entweder ein neutraler oder ein alkalischer Grundelektrolyt verwendet.

Die Probenlösung wird in das Messgefäß des 884 Professional VA überführt und die Bestimmung der Antioxidantien mit den in **Tabelle 1** oder **2**

aufgeführten voltammetrischen Parametern durchgeführt.

Die resultierenden Peaks werden automatisch ausgewertet und die Konzentration wird anhand einer 1-Punkt-Kalibrierung berechnet, wobei das Ergebnis als % verbleibendes Antioxidans im Vergleich zu einem unbenutzten Frischöl angegeben wird.

Das gesamte System wird am Ende gespült, bevor die nächste Probe gestartet wird.



Abbildung 1. 884 Professional VA vollautomatisiert: 884 Professional VA mit 858 Professional Sample Processor, drei Dosinos und 843 Pump Station

Tabelle 1. Parameter zur Bestimmung von aromatischen Aminen und sterisch gehinderten Phenolen in neutralem Grundelektrolyt

Parameter	Einstellung
Betriebsart	DP – Differentialpuls
Startpotential	0 V
Endpotential	+1,3 V
Peakpotential Amin	+0,5 V
Peakpotential Phenol	+1,0 V

Tabelle 2. Parameter zur Bestimmung von sterisch gehinderten Phenolen in alkalischem Grundelektrolyt

Parameter	Einstellung
Betriebsart	DP – Differentialpuls
Startpotential	-0,1 V
Endpotential	+1,0 V
Peakpotential Phenol	+0,2 V

ELEKTRODEN

- Arbeitselektrode: Glassy-Carbon-Elektrodentip mit Antriebsachse für die RDE
- Referenzelektrode: Platinstift-Elektrode
- Hilfelektrode: Platinstift-Elektrode

ERGEBNISSE

Die beschriebene Methode kann zur Bestimmung des verbleibenden Gehalts an Antioxidantien in verschiedenen Arten von Schmierölen wie bspw. Hydraulikölen, Turbinenölen oder Motorölen verwendet werden.

Der vollautomatische Systemaufbau ermöglicht unbeaufsichtigte automatische Durchläufe von Probenreihen.

Der automatisierte Bestimmungsprozess umfasst auch die Schritte der Probenvorbereitung. Darüber hinaus werden die Kurvenauswertung und die Ergebnisberechnung automatisch in der viva-Software durchgeführt. Diese einzigartigen Funktionen reduzieren den Arbeitsaufwand für das Laborpersonal erheblich und erhöhen die Reproduzierbarkeit der erzielten Ergebnisse.

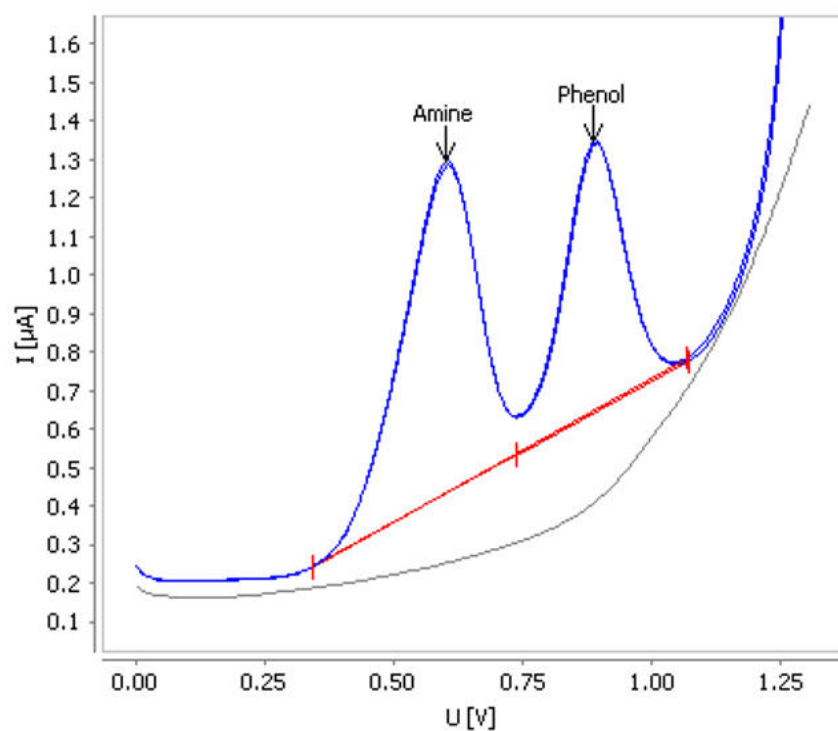


Abbildung 2. Aromatische Amine und sterisch gehinderte Phenole als Antioxidantien in Kompressoröl mit neutralem Grundelektrolyt

Tabelle 3. Ergebnis für Kompressoröl in einem neutralen Elektrolyten

Antioxidans	Verbleibender Antioxidantiengehalt
Aromatische Amine	15,8 %
Sterisch gehinderte Phenole	83,5 %

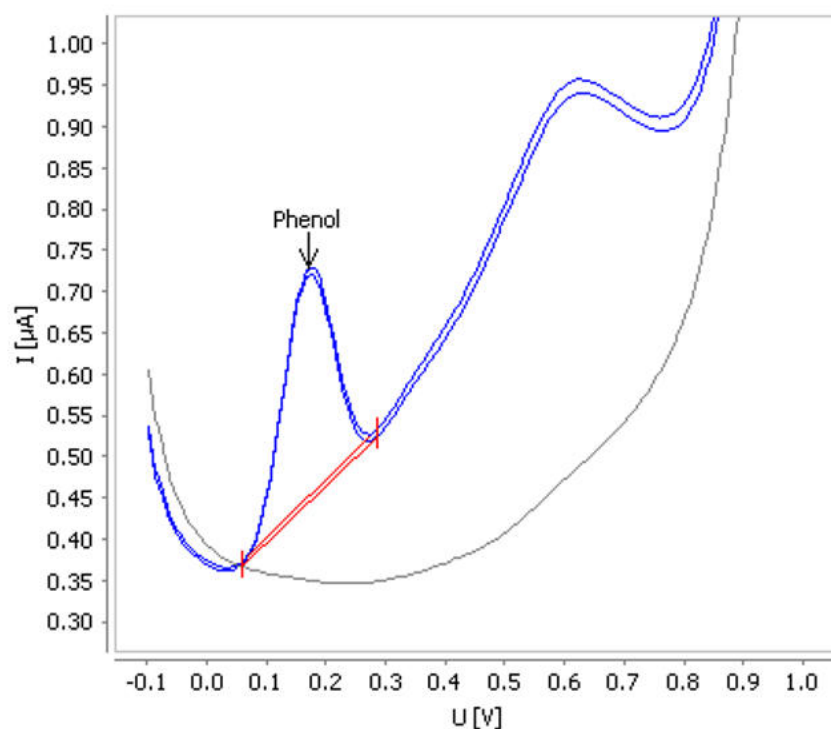


Abbildung 3. Sterisch gehinderte Phenole in Turbinenöl mit alkalischem Grundelektrolyt

Tabelle 4. Ergebnis für Turbinenöl in einem alkalischen Elektrolyten

Antioxidans	Verbleibender Antioxidantiengehalt
Sterisch gehinderte Phenole	83,6 %

REFERENZEN

1. ASTM D6971-09(2014) Standard Test Method for Measurement of Hindered Phenolic and Aromatic Amine Antioxidant Content in Non-zinc Turbine Oils by Linear Sweep Voltammetry
2. ASTM D6810-21 Standard Test Method for Measurement of Hindered Phenolic Antioxidant Content in Non-Zinc Turbine Oils by Linear Sweep Voltammetry
3. ASTM D7527-10(2018) Standard Test Method for Measurement of Antioxidant Content in Lubricating Greases by Linear Sweep Voltammetry
4. ASTM D7590-09(2014) Standard Guide for Measurement of Remaining Primary Antioxidant Content In In-Service Industrial Lubricating Oils by Linear Sweep Voltammetry

Interne Referenzen: AW VA CH4-0580-042019; AW

VA CH4-0581-042019

CONTACT

Metrohm Deutschland
In den Birken 3
70794 Filderstadt

info@metrohm.de

KONFIGURATION

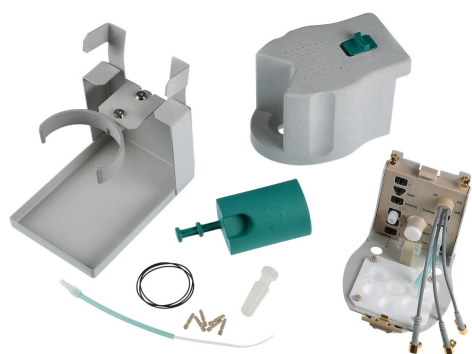


884 Professional VA

884 Professional VA ist das universelle Einstiegsgerät in die Professional-VA/CVS-Gerätereihe. Zusammen mit dem passenden Messkopf und dem passenden Elektrodensatz können spurenanalytische Bestimmungen mit Voltammetrie und Polarographie unter Verwendung der Multi-Mode-Elektrode pro, der scTRACE Gold, der Bismut-Tropfenelektrode oder Bestimmungen von organischen Additiven in galvanischen Bädern mit «Cyclic Voltammetric Stripping» (CVS), «Cyclic Pulse Voltammetric Stripping» (CPVS) und Chronopotentiometrie (CP) durchgeführt werden. Die bewährte Metrohm-Elektrodenteknik in Kombination mit einem leistungsfähigen Potentiostaten/Galvanostaten und der extrem flexiblen **viva**-Software eröffnet neue Perspektiven. Der Potentiostat mit zertifiziertem Kalibrator justiert sich vor jeder Messung automatisch neu und garantiert höchstmögliche Präzision. Der austauschbare Messkopf ermöglicht den schnellen Wechsel zwischen den verschiedenen Applikationen mit unterschiedlichen Elektroden.

Zur Steuerung, Datenerfassung und -auswertung wird die Software **viva** benötigt.

Das 884 Professional VA wird mit reduziertem Zubehör, ohne Messkopf und Elektroden geliefert. Elektrodensatz und **viva**-Lizenz sind separat zu bestellen.



RDE-Messkopf für Professional-VA/CVS-Geräte mit hoher chemischer Beständigkeit

Messkopf für den Betrieb mit rotierenden Scheibenelektroden. Lösungsmittelresistente Variante für Anwendungen in nichtwässrigen Medien.



Platin-Elektrodentip 2 mm für CVS

Metallelektrodentip aus Platin (Pt), Durchmesser Elektrodenplatte 2 mm $\pm$ 0.05 mm, polierte Oberfläche, Schaft aus Glas, Gewindeanschluss M3. Rundlauffehler: 0.3 mm. Temperaturbereich: 0 ... 50 °C.