

Aktivitätsprüfung von Kontakten.

Zur Prüfung der Aktivität frischer Katalysatormassen wird über einige 100 Stunden unter gleichen Bedingungen der Grosstechnik die Synthese durchgeführt. Kontraktion und Ausbeuten an Benzin, Öl und Wasser lassen im Vergleich mit den Ergebnissen eines Normalkontaktes eine Beurteilung der Aktivität zu.

Apparatur: Die Versuchsanordnung ist aus obiger Skizze ersichtlich-

Das anzuwendende Synthesegas leitet man je nach dem Reinheitsgrad zunächst durch ein Aktivkohle- und Wattefilter und dann zur Mengemessung durch einen mit 4 Ltr.-Kapillaren versehenen Strömungsmesser, der mit einer Schalteinrichtung verbunden und mit Glycerin-Wasser als Sperrflüssigkeit (mit Bromphenol-blau gefärbt) gefüllt ist. Die Schalteinrichtung ermöglicht es, durch entsprechendes Drehen der Dreiwegehähne einerseits die Eintrittsgasmenge und andererseits die Endgasmenge zu messen. Die Einstellung der Strömungsgeschwindigkeit auf 4,0 Ltr./Std. = 66 - 67 ccm/min erfolgt durch Nadelventile, die oberhalb der Strömungsmesser angeordnet sind. Das regulierte Gas tritt in das Kontaktrohr ein, wird hier z.T. zu Kohlenwasserstoffe umgesetzt und das gebildete Öl und Wasser in Vorlagen abgetrennt. Der zur Heizung dienende Aluminiumblockofen, in dem sich meist 4 Kontaktrohre befinden wird durch Gasbrenner oder elektrische Wicklung beheizt und mittels eines Temperaturreglers nach Haage (s.d.) auf $\pm 0,5^{\circ}$ C der Versuchstemperatur gehalten.

Die Endgase gelangen bei Benzinbestimmungen nach Passieren eines Aktivkohlerohres sonst direkt in die Abgasleitung. Das ein- und austretende Gas der 4 Versuche wird in Labor-Gasometer gemessen (siehe Gasmessung; Allgemeines und Verschiedenes), der mit der Meßleitung des Strömungsmessers verbunden ist.

Ausführung: Man füllt eine 4 g Kobalt entsprechende Menge des zu untersuchenden Kontaktes unter CO_2 -Durchleiten in ein mit einer Cu-Spirale versehenes, 80 cm langes Kontaktrohr. Hierauf legt man das verschlossene Kontaktrohr in einen 185° heißen Aluminiumblockofen, entfernt die Stopfen von den Enden des Rohres und schliesst schnell den vom Strömungsmesser kommenden

Bestimmung des Phosphors in Kohle und Koks.

Erforderliche Lösungen: Konz. Salzsäure (spez. Gew. 1,19)
 Salpetersäure (spez. Gewicht 1,20)
 Salzsäure 1:1
 Konz. Ammoniak (spez. Gew. 0,91)
 Molybdänsaures Ammonium.

Herstellung: Eine Lösung von 150 g Ammonmolybdat in 1 Liter Wasser wird mit 1 Liter Salpetersäure gemischt (1,2 spez. Gew.) Die so bereitete Lösung läßt man 24 Stunden an einem Ort bei 35° stehen. Bei Bildung eines gelben Niederschlages von phosphormolybdänsaurem Ammonium wird die Lösung abfiltriert.

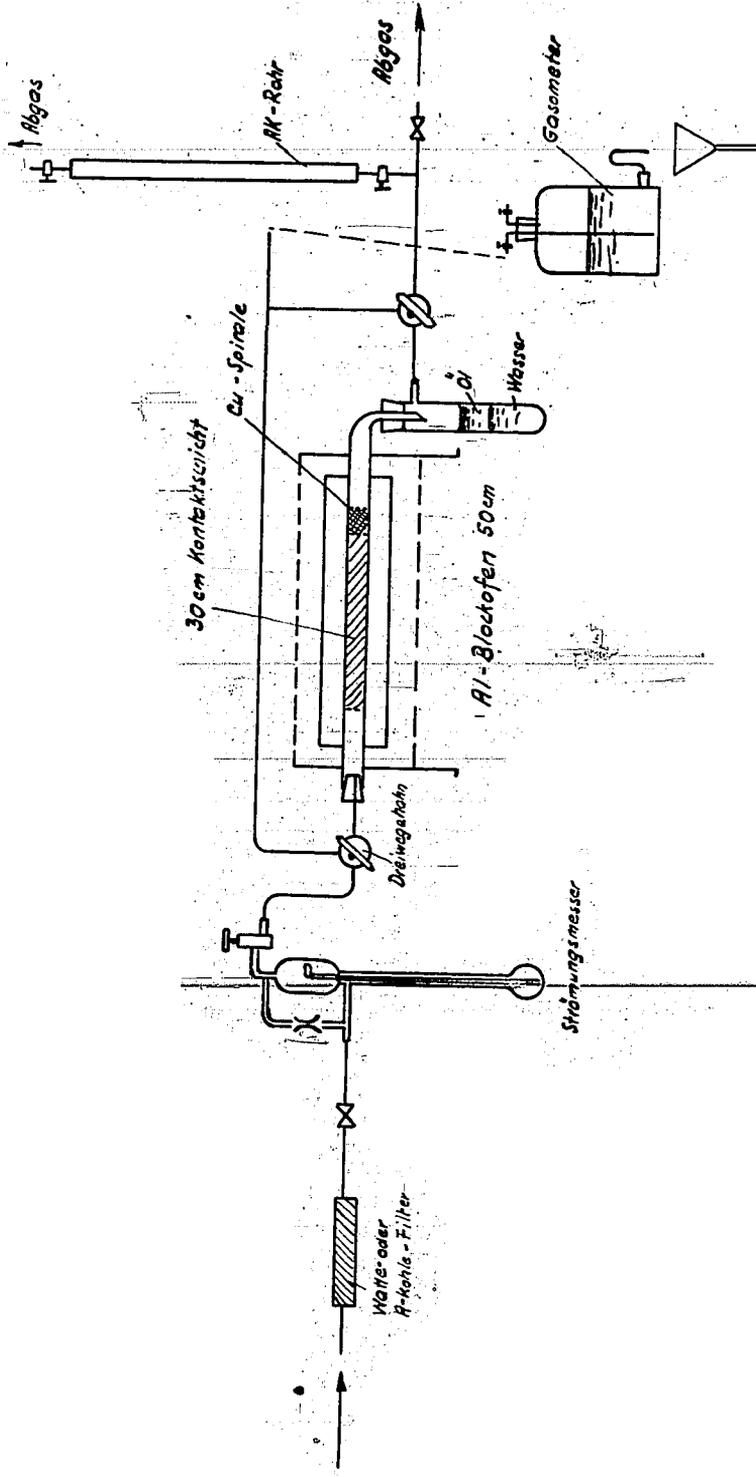
n/10 Natronlauge (wird gegen Oxalsäure mit Phenolphthalein als Indikator eingestellt.

Kalium/Natrium-Karbonat-Gemisch 1:1

Ausführung: 10 g fein gepulverte Kohle oder Koks werden in 100 ccm Salzsäure 1,19 in bedecktem Becherglas auf dem Wasserbad 12 Stunden erhitzt, mit etwa 100 ccm Wasser verdünnt, filtriert und mit heissem Wasser ausgewaschen. Eisen und Aluminium werden mit 15 ccm konz. Ammoniak gefällt und mit 25 ccm Salpetersäure wieder in Lösung gebracht hierauf wird die Phosphorsäure bei 60°C mit 40 ccm molybdänsaurem Ammonium gefällt. Der Niederschlag wird abfiltriert, mit einer 5%igen Kaliumnitratlösung ausgewaschen, in n/10 Natronlauge gelöst und mit n/10 Schwefelsäure zurücktitriert unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator.

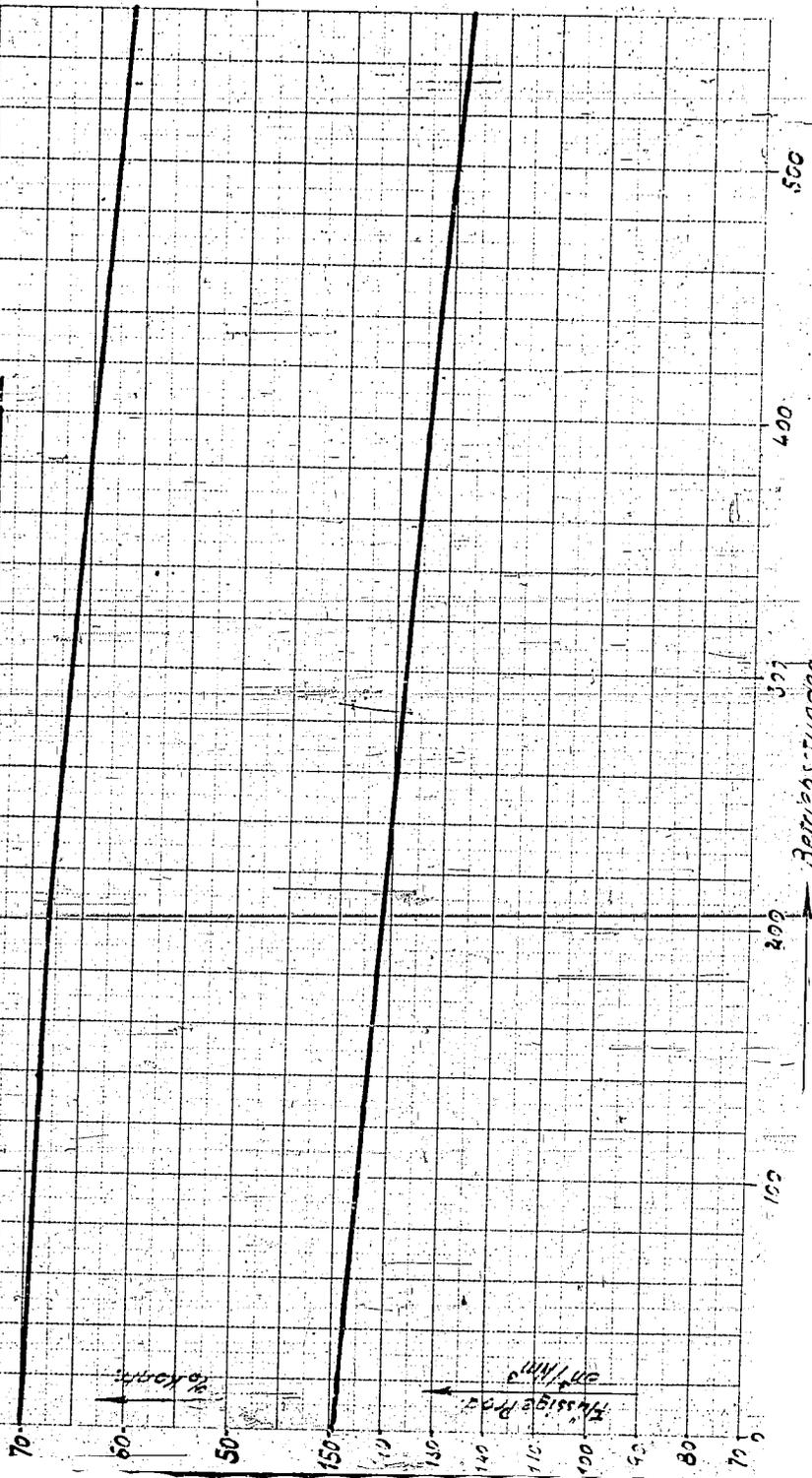
1 ccm n/10 Natronlauge = 0,000134 g P.

Der auf dem Filter zurückbleibende Kohlerest wird vorsichtig verascht und die Asche mit der 4-fachen Menge Kalium-Natrium-Karbonat aufgeschlüsselt. Die Schmelze wird unter Zugabe von Wasserstoffperoxyd in verd. Salzsäure gelöst, zur Trockene eingedampft, nochmals mit konz. HCl aufgenommen, zur Trockene gebracht mit 20 ccm HCl 1:1 gelöst, filtriert, ausgewaschen, wie oben gefällt, filtriert und titriert. Bei der Phosphorbestimmung in Kohle und Koks muss vor dem Veraschen unbedingt eine Behandlung mit HCl erfolgen, da bei direktem Veraschen zu niedrige Werte gefunden werden.

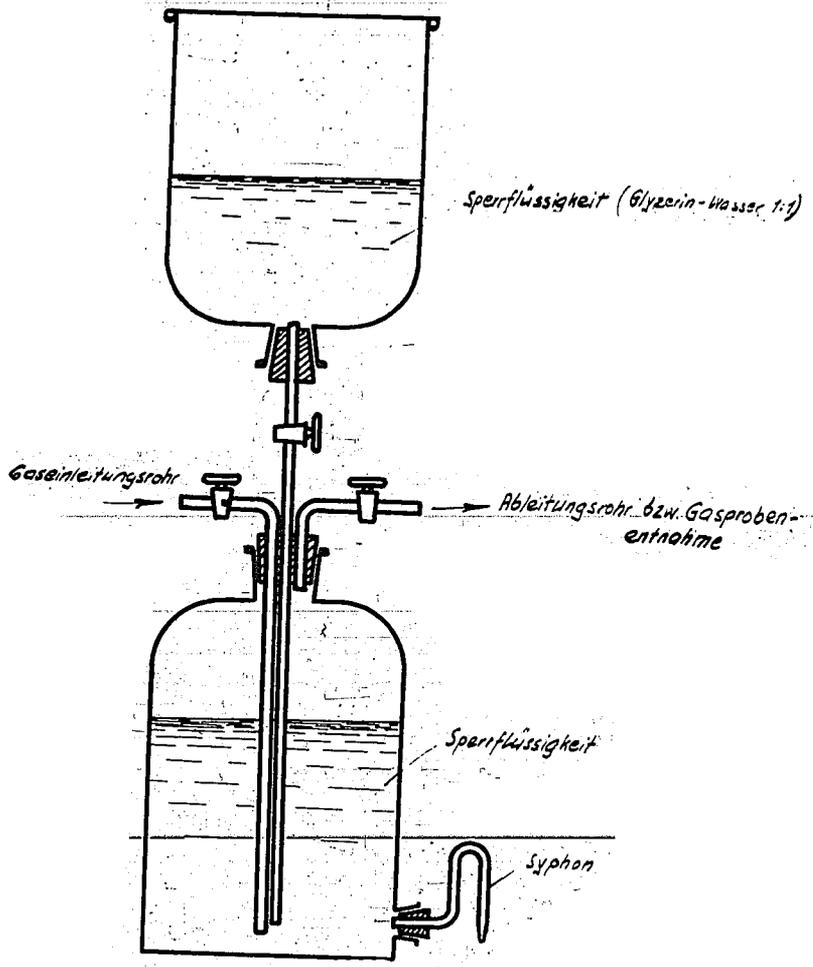


Aktivitätsprüfung von Kontakten.
 Versuchsordnung.

Normalverlauf einer Kontaktivitätsprüfung



Bers. 100. Nr. 178



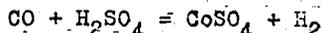
Laboratoriumsgasometer.

zum Auffangen von Gasproben, Messen von kleinen Gasmenngen u.s.w.

Betr. Lab. Nr. 162.

Bestimmung des Reduktionswertes von Kontakten

Der Reduktionswert eines Kontaktes gibt an, wieviel % eines vorhandenen Grundmetalls (Kobalt) als reduziertes Metall vorliegt. Das reduzierte Kobalt macht beim Auflösen mit verdünnter Schwefelsäure eine äquivalente Menge Wasserstoff frei:



Aus dem erhaltenen Volumen Wasserstoff und der ermittelten Kobaltmenge ergibt sich dann der Reduktionswert.

Die Apparatur besteht aus dem sogenannten Reduktionswertkolben, der ein Fassungsvermögen von etwa 300 ccm hat, einem mit 30 liger Kalilauge gefüllten Gasometer (2 Tubusflaschen) und einem kleinen Kühler, der vor den Gasometer geschaltet ist.

Ausführung: Nachdem einige Zeit die Apparatur mit CO_2 aus- und gespült ist, füllt man durch den Einfüllstutzen eine etwa 4 g CO entsprechende Menge reduzierten Kontakt ein (rund 50 ccm). Hiernach schliesst man den Quetschhahn des Einfüllstutzens und den Kohlensäureeinleitungshahn, öffnet den Hahn zum Gasometer und lässt langsam aus dem Tropftrichter verdünnte Schwefelsäure (1 Teil Schwefelsäure konz. und 4 Teile Wasser) zufließen. Ist die Hauptreaktion vorbei, so leitet man einen mässigen CO_2 -Strom ein, der den entwickelten Wasserstoff restlos in den Gasometer transportiert und vollendet die Auflösung des Kontaktes durch Erhitzen zum Sieden.

Nach vollständigem Lösen, etwa 10 Minuten, wird die Flamme abgestellt, der Gasometer geschlossen und der CO_2 -Strom abgedreht.

Der Kolbeninhalt wird nun auf der Nutsche abgesaugt, der Kieselgurrückstand mit heissem Wasser gewaschen und entweder die Kieselgur im Trockenschrank getrocknet oder die Kobaltlösung aufbewahrt. Bei genauen Bestimmungen wird man die Kobaltmenge kolorimetrisch im Filtrat ermitteln; bei weniger genauen Bestimmungen kann man aus der getrockneten Kieselgurmenge, die ja zum Kobalt in einem bestimmten Gewichtsverhältnis steht, die vorhandene Menge Kobalt ermitteln.

Im Gasometer befindet sich das entwickelte Gas, das zu 90 - 98 % aus Wasserstoff besteht, da die Sperrflüssigkeit (30%ige KOH) fast restlos die Kohlensäure absorbiert hat. Die Laugenmenge, die bei ausgeglichener Niveau in das Niveaugefäss getreten ist, entspricht der entwickelten Gasmenge. Sind Tem-

peratur und der Barometerstand notiert, so ermittelt man durch Analyse den Wasserstoffgehalt.

Beispiel:

Die angewandte Kontaktmenge entsprach 3,81 g Co
 1 Kobalt entwickelt 380 Ncm³ H₂
 3,81 g " müssten " n 1448 Ncm³ H₂
 Entwickelte Gasmenge: 1300³
 Barometerstand red.: 759,6 mm Hg
 Temperatur: 32,0
 Wasserdampfension: 35,7 mm H₂O
 Reduktionsfaktor:

$$\frac{273 \times (759,6 - 35,7)}{760 \times 305} = 0,853$$

Reduzierte Gasmenge: 1109 Ncm³

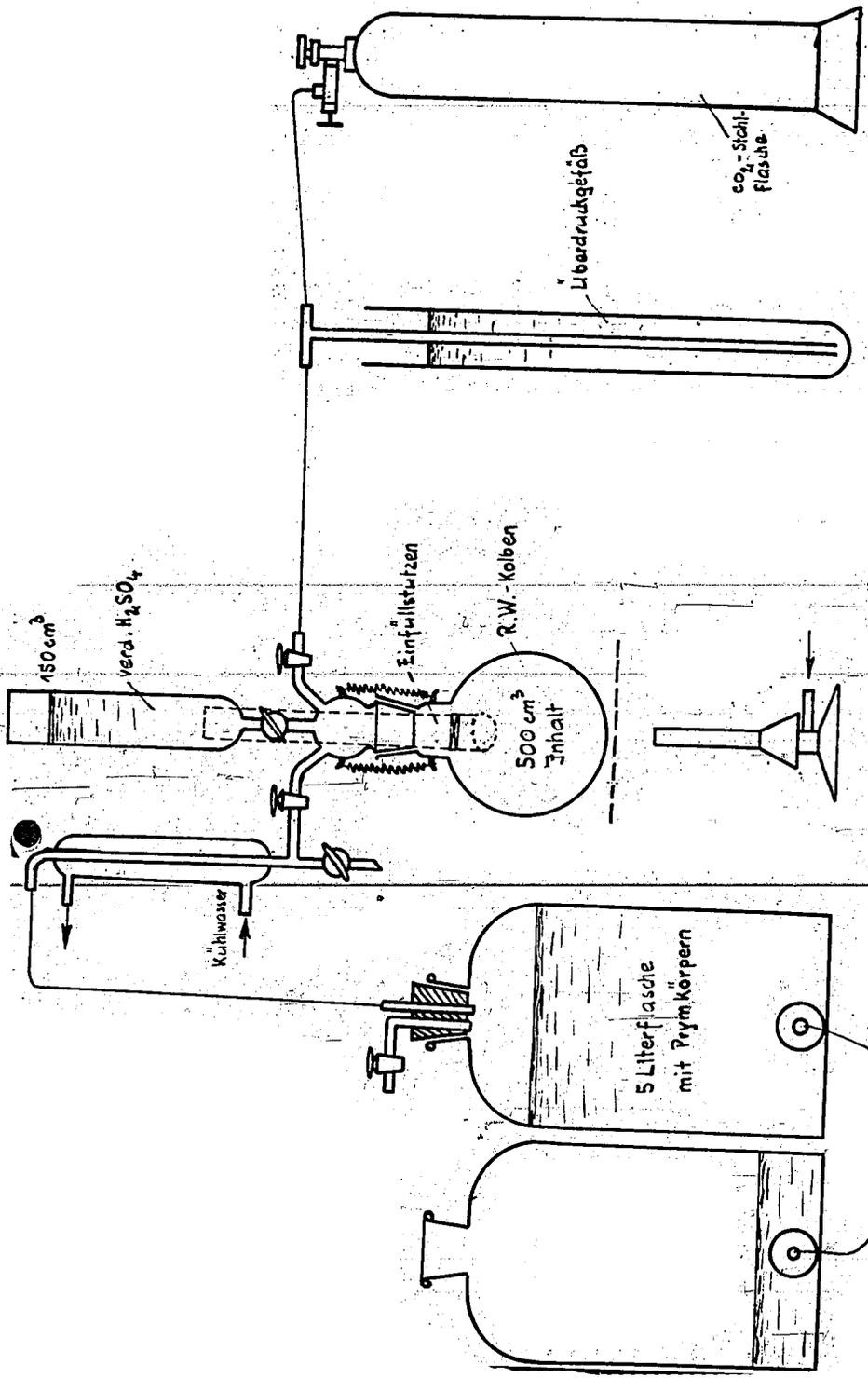
Wasserstoffgehalt: 93,2 % H₂

Demnach entwickelte Wasserstoffmenge: 1030 Ncm³ H₂

Reduktionswert:

$$\frac{1030 \times 100}{1448} = 71,1 \%$$

=====



Bestimmung des Reduktionswertes.

Bestimmung des Paraffingehaltes in Kontakten.

Zur Bestimmung des Paraffingehaltes in ausgebrauchter Kontaktmasse werden hauptsächlich 2 Methoden angewandt.

1. Durch Extraktion mit Benzol:

Etwa 20 g der zu untersuchenden Masse werden unter CO_2 -Überleiten in eine Extraktionshülse eingewogen, mit Benzol gefüllt und in einem Extraktionsapparat nach Peters oder einem Soxhletapparat 8 - 10 Minuten extrahiert. Nach Beendigung der Extraktion destilliert man das Benzol ab, trocknet einige Zeit im Vakuum und wägt den vorher gewogenen Extraktionskolben mit Paraffin. Zur Kontrolle trocknet man die Extraktionshülse mit Kontakt im Vakuum bei 100° mehrere Stunden, lässt im CO_2 -Strom erkalten und wägt den extrahierten Kontakt in CO_2 -Atmosphäre zurück. Steht der Cobaltgehalt nicht fest, so löst man den extrahierten Kontakt in verdünnter Schwefelsäure und ermittelt kolorimetrisch die Cobaltmenge. Wird der Kontakt aber noch gebraucht, so kann man erfahrungsgemäss für 11,5 g-reduzierten, extrahierten Kontakt = 4,0 g Co rechnen.

Beispiel: Angewandt: 20,0 g paraff. Kontakt
nach der Extraktion: 12,3 g entparaff. "
Aus Gewichtsverlust: 7,7 g Paraffin

Kolben mit Paraffin	77,85 g
<hr/>	<hr/>
Kolben leer	70,20 g
	7,65 g Paraffin (Smp. 78°)
Cobaltmenge:	kolorimetrisch rechnerisch erfahrungsgemäss
	4,30 g CO 4,27 g CO
Paraffingehalt	$\frac{7,65}{4,30} \times 100 = 177,5 \text{ Gew.}\% \text{ Paraffin/Cobalt}$
	=====

2. Entparaffinierung durch N_2/H_2 -Behandlung:

Wesentlich schneller und einfacher (vor allem bei Laborversuchen) lässt sich der Paraffingehalt auf folgende Art und Weise bestimmen: Man füllt etwa 50 cm des zu untersuchenden Kontaktes wie bei einer Aktivitätsprüfung in ein Supremax-Kontaktrohr, leitet CO_2 darüber, verschliesst die Enden mit

Gummistopfen und wägt das ganze Rohr auf einer empfindlichen Waage. Hierauf schiebt man das Rohr in einen normalen Aluminiumblockofen (50 cm), heizt auf rund 200° unter Durchleiten von 10 Liter N₂/H₂/Stunde und lässt über Nacht (etwa 10 Stunden) diesen Stickstoff-Wasserstoffstrom über den Kontakt streichen. Nach erfolgter Entparaffinierung lässt man abkühlen, leitet CO₂ durch das Rohr, verschliesst das Rohr mit demselben Gummistopfen wie vorher und wägt das Rohr mit dem entparaffinierten Kontakt zurück. Nun löst man den extrahierten Kontakt in verdünnter Schwefelsäure auf und wägt das leere Rohr mit dem entsprechenden Stopfen zurück. Soll der entparaffinierte Kontakt weiter benutzt werden, so ermittelt man den Cobaltgehalt in der oben angegebenen Weise und wägt das leere Kontaktrohr vor der Einfüllung des Kontaktes.

Beispiel: Ausgebrauchter Kontakt.

Kontaktrohr mit paraff. Kontakt:	188,75 g
Kontaktrohr leer:	153,53 g
Einwaage	35,21 g
	paraff. Kontakt
Kontaktrohr mit entparaff. Kontakt:	175,84
Kontaktrohr leer:	153,54
	22,30 g entp. Kont.

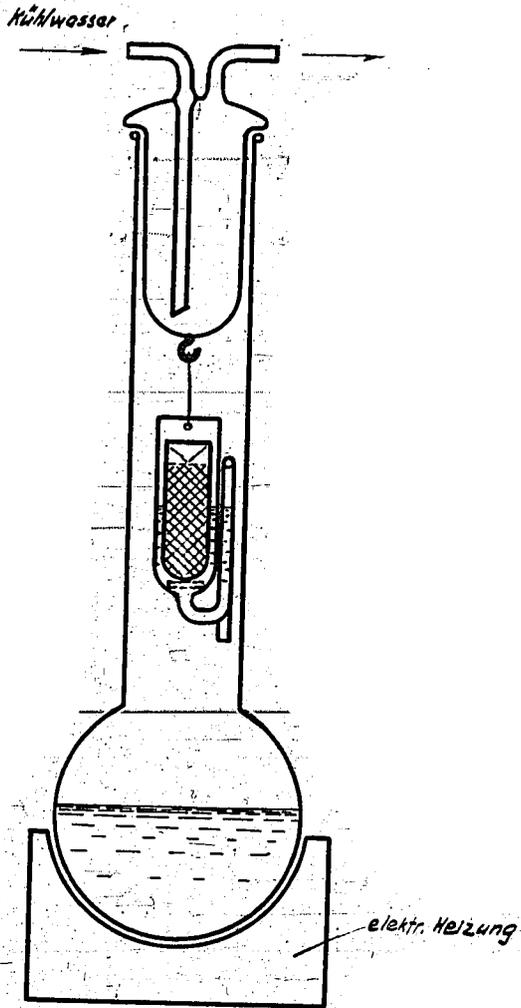
35,21 g paraffinierter Kontakt

22,30 g entparaffinierter Kontakt

12,91 g Paraffin

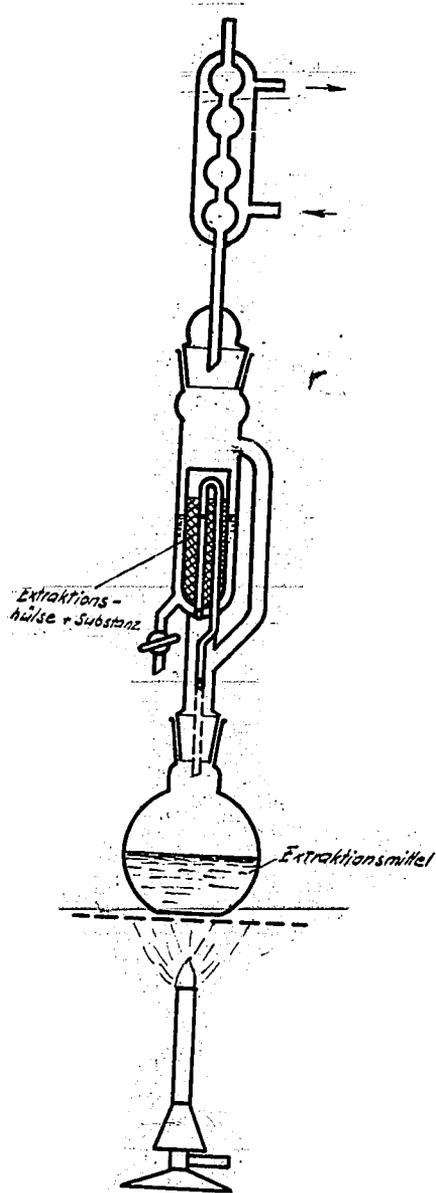
Cobaltmenge: 4,31 g (kolorimetrisch bestimmt)

Paraffingehalt $\frac{12,91}{4,31} \times 100 = 299,5 \%$ Paraffin/Cobalt.



Extraktionsapparat nach Peters.

Betr. Lab. Nr. 146.



Extraktionsapparat nach Soxhlet.

Bestimmung des Sulfidschwefels in Kontaktmasse.

Die Bestimmung des Sulfidschwefels in ausgebrauchter Kontaktmasse geschieht in der Reduktionsapparatur.

Anstatt in den Gasometer leitet man das Gas, wie bei der Sulfidschwefelbestimmung, in Feinreinigermasse durch ein mit Cadmiumacetatlösung beschicktes Zehnkugelrohr unter Zuleiten von CO₂.

Zur Auflösung nimmt man verdünnte Salzsäure (1:1) und als Absorptionsmittel für H₂S zweckmässigerweise ammoniakalische Cadmiumacetatlösung, da die mitgerissenen Salzsäuredämpfe eine Zerstörung des Cadmiumsulfids herbeiführen können.

Die Bestimmung des Cobalts kann, wie bei der Gesamtschwefelbestimmung angegeben, durch Feststellung des Kieselgurgewichts und Ermittlung des Kieselgurverhältnisses erfolgen; besser jedoch und genauer bestimmt man den Cobaltgehalt durch Auflösen einer gleichen Menge des zu untersuchenden Kontaktes mittels verdünnter Schwefelsäure, sodass man die auf Cobaltsulfat geeichte kolorimetrische Bestimmungsmethode anwenden kann.

Die Aufarbeitung des Cadmiumsulfidniederschlages erfolgt in bekannter Weise mittels Jod und Thiosulfat.

$$1 \text{ ccm n/10 Jodlösung} = 0,0016 \text{ g S}$$

Beispiel:

Angewandte Kontaktmenge:	14,7 g
Cobaltgehalt(kolorimetr):	4,33 g Co
Jod angewandt:	40,15 ccm n/10 Jodlös.
zurücktitriert:	13,70 " " "
Verbrauch:	26,45 " " "

$$\text{Sulfidschwefelgehalt: } \frac{26,45 \times 1,6}{4,33} = 9,74 \text{ mg/S/g Co.}$$

Bestimmung des Gesamtschwefelgehaltes in Katalysatormasse.

Man wägt 1 g der zu untersuchenden Kontaktmasse in ein Schwefelaufschlußskölbchen (siehe beigefügte Skizze), gibt in das zur Apparatur gehörende weite Reagenzglas Bromwasser und konz. Salzsäure 1:1, erhitzt vorsichtig das Aufschlußskölbchen durch Eintauchen in heißes Wasser und saugt durch Abkühlen des Kölbchens Brom-Salzsäure-Lösung ein. Ist der Kontaktmasse genügend Bromsalzsäure zugefügt, so beginnt man das Kölbchen mit der Flamme zu erhitzen, bis die Masse mit der Brom-Salzsäure lebhaft reagiert. Ist die Reaktion vorüber, so läßt man die restliche Brom-Salzsäure aus dem Reagenzglas ebenfalls in das Kölbchen und bringt nach nochmaligem Aufkochen den Inhalt des Kölbchens quantitativ in ein Becherglas, dampft bis auf einen kleinen Rest unterm Abzug ein, verdünnt wieder mit heißem Wasser, trennt auf einer Nutsche die Kieselgur von der Lösung und wäscht mit Wasser gut nach. Das Filtrat wird zum Sieden erhitzt und durch eine 10 - 20 %ige Sodalösung Kobalt und Thorium ausgefällt. Die klar abgesetzte Fällung nutschet man ab, dampft das klare Filtrat auf 2 - 300 cm³ ein und fällt heiß nach vorherigem Ansäuern mit Salzsäure, den Schwefel der Kontaktmasse durch Bariumchlorid als Bariumsulfat. Diese Sulfatfällung filtriert man nach mehrstündigem Stehen in bekannter Weise durch ein Blaubandfilter, wäscht gut nach und verascht. Die gefundene Menge BaSO₄ wird mit dem Faktor 0,1373 multipliziert.

= g Schwefel in der angewandten Menge Kontakt.

Da der Schwefelgehalt aber auf Kobalt bezogen wird, muss der Co-Gehalt ermittelt werden. Dieses kann durch Errechnung aus dem Kieselgur/Kobalt-Verhältnis oder durch kolorimetrische Co-Analyse erfolgen. Zu diesem Zweck wird die abgenutzte Kieselgur geglüht, gewogen, im RCH-Hauptlabor das Co/Kgr.-Verhältnis ermittelt und folgendermassen der Co-Gehalt errechnet:

Co: Kieselgur z.B. 1 : 2,66

dann verhält sich

$$\frac{\text{ermittelte geglühte Kieselgurmenge}}{\text{gesuchte Co-Menge}} = \frac{2,66}{1}$$

$$\text{daher gesuchte Co-Menge} = \frac{\text{geglühte Kieselgurmenge}}{2,66}$$

Andererseits kann man bei genaueren Bestimmungen den Kobalt-Thorium-Karbonatniederschlag in verdünnter Schwefelsäure auflösen, im Meßkolben auf 250 cm³ auffüllen und kolorimetrisch den genauen Kobaltgehalt ermitteln.

Beispiel:

angewandt: 1,0000 g Kobalt = 0,241 g CO (kolorimetr.)
 gefunden: 0,0437 g BaSO₄ = 0,0437 x 0,1373 =
 0,00601 g = 6,01 mg Schwefel

Gesamtschwefelgehalt: $\frac{6,01}{0,241} = \underline{\underline{24,9 \text{ mg S/g Co}}}$

Analyse der Katalysatormasse.

1. Bestimmung des Kobaltgehaltes.

Die Bestimmung des Kobaltgehaltes erfolgt für ungenauere Betriebsanalysen kolorimetrisch, für genaue Untersuchungen hingegen durch Elektrolyse.

Da man keine Kobaltnitratlösung elektrolysieren kann, muss man zunächst das Kobaltnitrat in Kobaltsulfat überführen. Dieses geschieht, indem man eine 0,3 g Co entsprechende Menge der zu untersuchenden Kobaltnitratlösung in einem Becherglase mit Schwefelsäure abraucht. Nach dem Erkalten und Verdünnen fügt man etwa 10 g Ammonsulfat und 30 - 35 ccm Ammoniak zu der Lösung, verdünnt weiter mit Wasser, bis die Platinelektroden mit Flüssigkeit bedeckt sind und verbindet die Enden der Elektroden über ein Ampéremeter mit einer Stromquelle. Die Schaltung hat so zu erfolgen, dass das Platinnetz, die Kathode, am negativen Pol und die Platinspirale am positiven Pol eines normalen Autoakkus angeschlossen ist. Anfangs wird bei gewöhnlicher Temperatur mit einer Stromstärke von 0,5 bis 1,0 Ampere elektrolysiert und später auf 2,5 - 3,0 Ampère erhöht. Nach etwa 2 Stunden ist die Elektrolyse des Kobalt beendet und alles Eisen und Thorium ausgefallen. Man gibt zur Sicherheit nach einer Stunde nochmals 10 g Ammoniumsulfat hinzu und überzeugt sich nach 2 Stunden von der vollständigen Entfernung des Kobalts durch Entnahme einer Probe, die man mit Ammoniumsulfid oder Kaliumsulfocarbonat versetzt.

2. Vollständige Analyse eines Co-Th-Kieselgur-Kontaktes.

Man löst die zu untersuchende Kontaktprobe in Salpetersäure oder besser verdünnter Schwefelsäure auf, nutsch den Kieselgurückstand ab, trocknet ihn nach mehrmaligem Waschen und bestimmt die Menge. Die Lösung wird nun in der oben beschriebenen Weise elektrolysiert und hiernach der voluminöse Eisen- und Thoriumniederschlag abfiltriert, gewaschen, verascht und gewogen.

Auswaage: Gewicht der Gesamtoxyde (Fe, Th, Al usw.)

Die so erhaltenen Oxyde werden mit Kaliumbisulfat aufgeschlossen, mit Wasser gewaschen und wenn nötig filtriert. Hierauf wird die Lösung mit Schwefelsäure versetzt (auf 100 ccm Lösung etwa 5 - 10 ccm Schwefelsäure), das Eisen-3-oxyd mit

Zink reduziert und anschliessend mit Kaliumpermanganat bis zum Farbumschlag titriert. Die verbrauchte Menge N/10 Kaliumpermanganatlösung wird mit 0,00584 multipliziert und gibt dann g Eisen an. Die Menge Thorium ermittelt man als Differenz unter Abzug evtl. vorhandener anderer Oxyde (Al usw.)

Beispiel: Co-Th-Lösung.

10,0 ccm einer Kobalt-Thoriumlösung mit H_2SO_4 abgeraucht.
Die Kobaltelektrolyse ergab:

pt-Methode vorher:	15,0141 g
nachher:	<u>16,3780 g</u>
	0,3639 g Co
Kobaltgehalt =	36,39 g Co/Liter
=====	

Platintiegel vorher:	21,2664 g
nachher:	<u>21,3485 g</u>
	0,0821 g Gesamtoxyde
Gesamtoxyde =	8,21 g/Liter
=====	

1,5 ccm $KMnO_4$ n/10 \times 0,00584 = 0,00875 g Fe oder 0,012 g Fe_2O_3
Eisengehalt = 0,875 g Fe/Liter

0,0821 g Gesamtoxyde
0,0120 g Fe_2O_3
0,0701 g ThO_2

Thoriumgehalt = 7,01 g ThO_2 /Liter

Bestimmung des Schüttgewichtes von Kontaktmasse.

Die Bestimmung des Schüttgewichtes von Kontaktmasse ist den grosstechnischen Verhältnissen angepasst. Man hat ein Modell eines grossen Synthesefofens von ungefähr 300 ccm Inhalt, das entweder als Lamelle oder als Hohlzylinder ausgebildet ist.

Äusserer Durchmesser des inneren Zylinders: 24,0 mm
 innerer Durchmesser des äusseren Zylinders: 44,0 mm
 Höhe der Zylinder etwa: 287,0 mm

- Inhalt genau 300 ccm.

In dieses Gefäss schüttet man unter CO_2 -Überleiten den zu untersuchenden Kontakt und stellt das Gewicht dieses Volumens (300 ccm) fest.

Das lockere Schüttgewicht des Kontaktes ergibt sich in bekannter Weise, indem man das Gewicht durch das Volumen (300 ccm) dividiert.

Beispiel:

✧ Gewicht: 84,30 g
 Volumen: 300,00 ccm

$$\text{Lockerer Schüttgewicht: } \frac{84,30}{300} = 0,281$$

=====

1. Bestimmung des Siedeverhaltens.

Bestimmung des Siedeverhaltens von Produkten im Benzinsiede-Bereich.

Das Siedeverhalten wird nach einer abgeänderten ASTM-Methode bestimmt und zwar wird zur Erhitzung des Destillationskolbens nicht der ASTM-Ofen verwandt, sondern der bei der ursprünglichen Engler-Analyse vorgesehene Schutzmantel. Die Abmessungen der Apparatur sind in der beiliegenden Zeichnung 1 enthalten. Wichtig ist noch, dass in Abänderung der ASTM-Vorschriften ein Engler-Thermometer benutzt wird, das bis 360° geht und in einzelne Grade eingeteilt ist.

Für Ausführung der Analyse (vergl. dazu: ASTM-Methode D-86/35 und Holde Kohlenwasserstofföle und Pette, 7. Aufl., Seite 150/161) werden 100 ccm Benzin in einem 100 ccm Messzylinder mit 1 ccm Einteilung abgemessen und in den Destillationskolben eingeschüttet. Dann wird der gleiche Meßzylinder zum Auffangen des Destillats verwandt. Nach dem alles vorbereitet ist, beginnt man mit gleichmäßigem Tempo zu erhitzen und zwar so, dass der erste Tropfen Destillat nach nicht weniger als fünf und nicht mehr als 10 Minuten aus dem Kühlrohr ausläuft. Sobald der erste Tropfen aus dem Ende des Kühlrohres heraustritt, wird die Temperatur des Destillations-thermometers abgelesen und als "Siedebeginn" aufgeschrieben. Die Beheizung wird dann so eingestellt, dass die Destillation mit einer gleichmäßigen Geschwindigkeit von nicht weniger als 4 und nicht mehr als 5 ccm/Min. vor sich geht, entspr. etwa 2 Tropfen/Sek. Man notiert nun sowohl die je 10° übergegangenen Vol.%, als auch die Temperaturen, bei denen 5, 15, 25 usw. bis 95 Vol.% übergegangen sind. Wenn der Flüssigkeitsrückstand im Kolben nur noch 5 ccm beträgt, soll an der Beheizung nichts mehr geändert werden, sofern die zum Überdestillieren der letzten 5 ccm und zur Erreichung des Endsiedepunktes erforderliche Zeit fünf Minuten nicht überschreitet. Der Endsiedepunkt ist die am Destillations-Thermometer abgelesene Höchsttemperatur, er wird gewöhnlich erst erreicht, nach dem der Boden des Kolbens trocken geworden ist. Nach Beendigung der Destillation wird der Kolben abgekühlt und der Rücklauf in dem Meßzylinder dem Destillat zugefügt und beigemessen. Die Differenz zwischen Destillat und Rückstand

gegenüber 100 ist der Siedeverlust.

Die Temperaturen, bei denen 5, 15, 25 usw. Vol. überdestilliert sind, werden zur Berechnung der Siedekennziffer, abgekürzt KZ, herangezogen. Dazu werden die 10 Temperaturen addiert und dann die Summe wieder durch 10 dividiert. Bei den Primärprodukten der Benzinsynthese liegt die Siedekennziffer der AK-Benzine, je nach dem Siedeende, im allgemeinen zwischen 70 und 90, die der Benzine mit einem Siedeende von 200° zwischen 110 und 120. Bei der Destillation von unstabilen Benzinen, d.h. also Benzine mit hohem Gasgehalt, beträgt der Siedeverlust meist mehr als 5 %, sodass der 95%-Punkt nicht erreicht wird. In diesem Falle kann die Siedekennziffer nicht berechnet werden.

b) Bestimmung des Siedeverhaltens für Kondensatöl, Dieselöl usw.

Das Siedeverhalten der meisten über 200° bis etwa 320° , 330° siedenden Primärprodukte wird in prinzipiell gleicher Weise bestimmt wie bei den Benzinen. Es wird lediglich anstelle des eisgekühlten Bades ein gewöhnlicher Luftkühler benutzt, der aus einem Glasrohr von 600 mm Länge und 12 mm lichter Weite besteht. Auch kann in diesem Falle das Oberteil des Schutzmantels entbehrt werden. Die Siedekennziffer wird in gleicher Weise berechnet wie bei den Benzinen. Sie liegt für Primärdieselöl etwa in der Grösseordnung 240 - 250.

c) Bestimmung des Siedeverhaltens fester Produkte.

Bei Zimmertemperatur feste Substanzen, die bei der Benzin-Synthese vorwiegend paraffinischer Natur sind, kann die Bestimmung in einer Art Engler-Destillation nur dann durchgeführt werden, sofern sie noch Anteile enthalten, die unter 320° übergehen, da die festen Paraffine bereits bei Temperaturen von 320° anfangen, sich zu zersetzen. Für vollkommen feste Substanzen hat die Engler-Analyse überhaupt nur bedingten Wert, es ist dann besser, eine Gewichtsanalyse durchzuführen, die man dann in der weiter unten beschriebenen Art. mit Hilfe einer Vakuum-Destillation durchführt.

Zur Bestimmung der unter 320° siedenden Anteile von beispielsweise Ofenparaffin der Drucksynthese, oder Fraktionierungsrückstand des Kondensatöles, wird bei höheren Temperaturen eine 100 ccm bei Normaltemperatur entsprechende Menge unter Berücksichtigung der Volumenausdehnung eingefüllt. Man arbeitet mit genügender Genauigkeit, wenn man beispielsweise bei 100° 110 ccm einmisst.

a) Destillation des Gesamtproduktes.

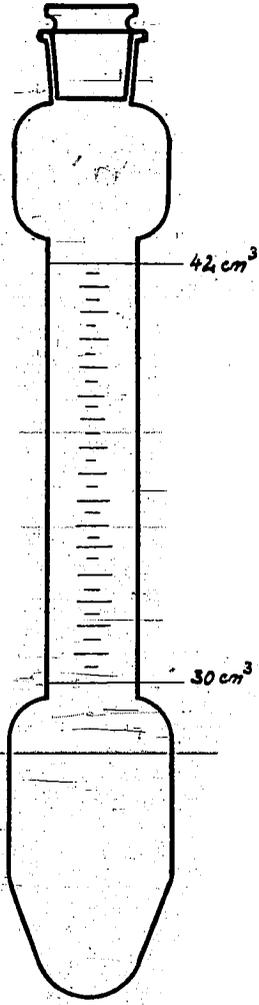
Da das Gesamtprodukt sowohl Anteile im Benzin-Siedebereich als auch hochsiedende bis zu den festen Paraffinen enthält, muss man zur Destillation eine kombinierte Methode anwenden, und zwar wird man zunächst zweckmässigerweise mit dem ASTM-Kühler und Eisbeschickung arbeiten und dann von 200° an ohne Unterbrechung der Analyse das Eiswasser entfernen und den Messingkühler als Luftkühler betreiben.

Bestimmung des Gehaltes an Olefinen und Aromaten.

Die Bestimmung des Gehaltes an ungesättigten Paraffinen erfolgt in dem mit Zeichnung Nr. 2 skizzierten Spezialröhrchen durch Absorption der ungesättigten Produkte mittels Phosphorpentoxyd-Schwefelsäure. Das Absorptionsreagens wird durch Auflösen von 30 g P_2O_5 in 100 ccm konzentrierter Schwefelsäure hergestellt. (Vorsicht! Wegen starker Erhitzung der Gefässe bei der Auflösung. Fertige Säure ist stark hygroskopisch und muss zur Erreichung reproduzierbarer Ergebnisse absolut vor Luft geschützt aufbewahrt werden.) Die zu untersuchende Probe wird in Verhältnis 1:4 mit der Schwefelsäure vermischt, geschüttelt und durch Ermittlung der Restbenzinnenge der Olefingehalt bestimmt.

Ausführung:

32 ccm Phosphorpentoxyd-Schwefelsäure werden in das Rohr eingefüllt und nach einigem Stehen vorsichtig 8 ccm des zu untersuchenden Produktes mit einer Pipette eingefüllt. Nach sorgfältigen Verschluss des Gefässes wird mit der Vermischung begonnen. Diese Vermischung muss stets unter sorgfältiger Kühlung der Proben vorgenommen werden, da die Reaktionswärme, besonders bei olefinreichen Proben ausserordentlich gross ist und leicht zur Zertrümmerung des oder zu einem Herausspritzen von Säure durch selbsttätiges Öffnen des Verschlussstopfens führen kann. Deshalb wird die Vermischung zweckmässigerweise in Eiswasservorgenommen und auch solange im Wasser durchgeschüttelt, bis die Hauptreaktion vorbei ist. Nach Abklingen der Hauptreaktion muss an freier Luft wenigstens fünf Minuten lang kräftig geschüttelt werden, um die Reaktion bis zum Ende durchzuführen. Man kann das Schütteln auch in einer Schüttelmaschine vornehmen, wie sie von der Firma Haage, Mülheim mit Wasserkühlung gebaut worden ist. Nach Beendigung des Schüttelns wird das Reaktionsgefäss in einer Zentrifuge geschleudert, bis sich Schwefelsäure und Restbenzin getrennt haben. Die Dauer des Schüttelns ist von der Umdrehungszahl der Zentrifuge und dem Olefingehalt abhängig; sie wird im Mittel 10 - 15 Minuten betragen müssen.



Maßstab 1:1

Olefinröhrchen für Zentrifuge.

Betr. Lab. Nr. 154.

Dann liest man die Restbenzinmenge ab und die Differenz zu 8 ccm ergibt den Gehalt an Olefinen und Aromaten.

Beispiel:

Eingefüllt:	8 ccm	
Restbenzin:	5,2 ccm	
Verbrauch:	2,8 ccm	= 35 %

Die Reaktionsgefässe sind nicht grösser hergestellt worden, um die Flüssigkeitsmengen bei der Zentrifugierung nicht zu gross werden zu lassen. Bei der vorliegenden Methode werden Olefine und Aromaten bestimmt. Da jedoch in den Primärprodukten der Benzinsynthese keine Aromaten enthalten sind, ist das Ergebnis stets dem vorhandenen Olefingehalt gleichzusetzen. Hat man auch, wie beispielsweise bei Spaltbenzin, mit der Anwesenheit von Aromaten zu rechnen, so muss man die Bestimmung der Aromaten gesondert vornehmen und zwar unter der Aufteilung des Produktes in möglichst eng geschnittene Fraktionen, Jodzahl, Refraktion, Dispersion, spez. Gewicht usw. bestimmen und dann evtl. nach Hydrierung der einzelnen Fraktionen und erneuter Bestimmung der physikalischen Konstanten auf den Aromatengehalt schliessen.

Bestimmung des spez. Gewichtes.

a) Bestimmung des spez. Gewichtes flüssiger Produkte.

Die Bestimmung des spez. Gewichtes flüssiger Produkte wird nach der DIN-Vorschrift 36/52 vorgenommen (Vergl. Holde, Kohlenwasserstofföl und Fette, 7. Auflage, Seite 1.) Für Betriebsuntersuchungen wird das spez. Gewicht entweder mit dem Aräometer (Spindel) oder für genauere Messungen mit der Mohr-Westphalschen Waage bestimmt. Für spezielle Untersuchungen, bei denen auf größte Genauigkeit geachtet werden muss, arbeitet man am besten mit amtlich geeichten Pyknometern.

1. Bestimmung des spez. Gewichtes mit Aräometern

Man füllt das zu untersuchende Produkt in einen Glaszylinder und taucht die in dem Bereich passende Spindel hinein. Nach Erreichung konstanter Temperatur wird bei hellen Flüssigkeiten von unten her die freischwebende Spindel an der Flüssigkeitsoberfläche abgelesen, während man bei dunklen Flüssigkeiten von oben her abliest und zwar den oberen Wulstrand und soviel Skalenteile addiert, als ein mm der Skala der betreffenden Spindel ausmacht.

2. Bestimmung des spez. Gewicht mit der Mohr schen Waage.

Bei Ausführung einer Bestimmung hängt man den Senkkörper an den Waagebalken und stellt mithilfe der Stellschraube die Waage so ein, dass sie sich in der Luft schwebend im Gleichgewicht befindet. Hierauf füllt man das auf die Sachttemperatur der Waage gekühlte Produkt in das Glasgefäß ein und hängt soviel Gewichte an den Waagebalken, bis sich die Waage im Gleichgewicht befindet. Dabei soll der Verbindungsdraht zwischen Senkkörper und Waagebalken in der Gleichgewichtslage zur Hälfte in die zu untersuchende Flüssigkeit eintauchen. Das spez. Gewicht ist direkt an der Waage ablesbar.

3. Bestimmung des spez. Gewichtes mit dem Pyk- nometer.

Das gut geäuberte und getrocknete Pyknometer wird leer gewogen, mit Wasser und der zu untersuchenden Flüssigkeit gewogen. Unter Berücksichtigung von Temperatur und Ausdehnungskoeffizient von Wasser und Flüssigkeit kann das spez. Gewicht berechnet werden.

Im allgemeinen wird das spez. Gewicht bei 15 oder 20° angegeben. Zur Umrechnung von einer Temperatur auf die andere sind Faktoren anzuwenden, die von dem zu untersuchenden Produkt abhängig sind. Bei den Produkten der Benzinsynthese müssen folgende Faktoren angewandt werden:

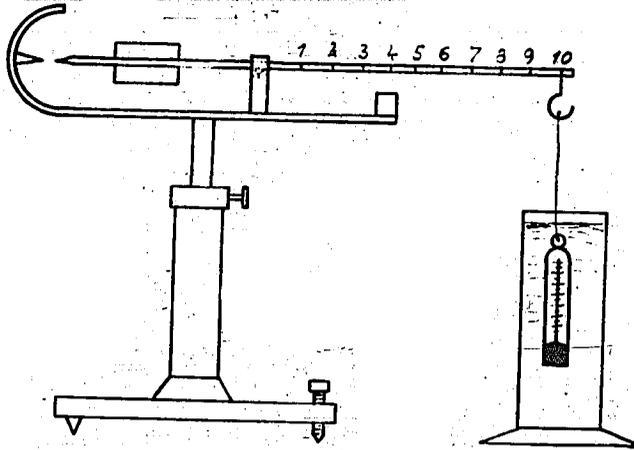
Benzin: 0,0008/°
 Kondensatöl 0,00075/°
 Dieselöl 0,00065/°

b) Bestimmung des spez. Gewichtes fester Körper.

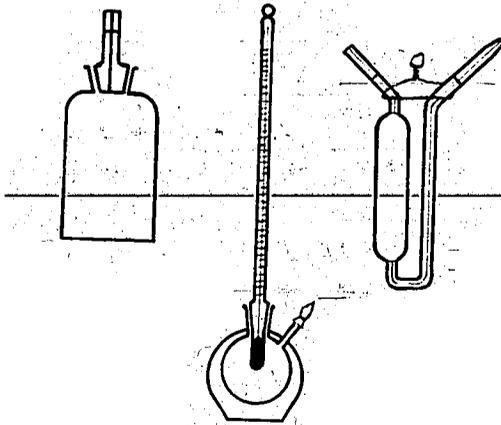
Für die bei Zimmertemperatur festen Paraffine gibt man entweder die spez. Gewichte im flüssigen Zustand an, die mit den entsprechenden Aräometern oder mit entsprechenden Senkkörpern versehenen Mohr'schen Waage bestimmt werden. Für die Temperaturumrechnung im flüssigen Zustand kann man bei paraffinischen Substanzen einen Faktor von 0,0006 anwenden.

Da der Umrechnungsfaktor aber nur gilt, solange die Paraffine flüssig sind, muss man das spez. Gewicht im festen Zustand, sofern es gebraucht wird, direkt bestimmen. Dazu wird ein Glasgefäß entsprechend Skizze Nr. 3 angewandt. Man schneidet aus dem festen Paraffin einen Würfel heraus, der keine Gaseinschlüsse enthält und an der Oberfläche möglichst glatt ist. Dann füllt man in das Glasgefäß Wasser ein und liest unter Schwenken des Röhrchens die ccm ab, die dem freien Raum entsprechen. Dann dreht man wieder um und füllt das gewogene Paraffinstück ein. Nach nochmaliger Drehung des Gefäßes erhält man nun eine Volumenzunahme des Wassers, die dem Volumen des eingefüllten Paraffinstückes entspricht. Der Quotient zwischen Gewicht und Volumen ergibt das spez. Gewicht des Paraffins. Man muss bei der Bestimmung darauf achten, dass die Temperatur des Paraffins und des Wassers vollkommen ausgeglichen sind, da feste Paraffine eine ausserordentlich starke Veränderung des spez. Gewichtes bei Temperaturveränderungen erleiden.

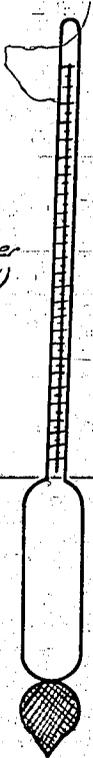
Mohr'sche Waage



Pyknometer



Äröometer
(Spinael)



Bestimmung des spezifischen Gewichts.

Bestimmung der Jodzahl.

Die Jodzahl kann nach 2 Methoden bestimmt werden, von denen die eine von Kaufmann ist und die andere eine Spezial-Methode darstellt.

1) Kaufmannsche Methode.Chemisches:

Angewandt wird eine Lösung von Brom in Methylalkohol, die mit Natriumbromid gesättigt ist. Dadurch wird einerseits verhindert, dass Brom mit Methylalkohol reagiert, darnach Untersuchungen von Meinl das Brom komplex gebunden wird (NaBr_3), andererseits wird eben durch diese komplexe Bindung die grosse Aktivität des elementaren Broms herabgesetzt, sodass Substitutionsreaktionen vermieden werden.

Erforderliche Reagenzien.

Methylalkohol p.a. oder puriss (Acetonfrei), Natriumbromid puriss bei 130° im Trockenschrank getrocknet, Brom p.a. Jodkalium puriss oder p.a.

Erforderliche Lösungen.

$\frac{n}{5}$ - Brom in Methylalkohol. Man sättigt 3 Liter Methylalkohol puriss durch Umschütteln mit getrocknetem Natriumbromid, 400 - 500 g. Man dekantiert hiervon 1 Liter und gibt aus einer Burette oder einem 10 ccm Messzylinder, 5,2 ccm Brom hinzu), eine 10 %ige Lösung von Jodkalium in Wasser, eine 1% ige Stärkelösung als Indikator.

Ausführung.

Man wägt die zu untersuchende Substanz (0,1 - 0,2 g) in einer Ampulle oder, bei nicht zu niedrig siedenden Flüssigkeiten in einem Mikrobechergläschen ab. In einer 250 ccm Weithals-

Schliff-Flasche gibt man 25 ccm Bromlösung aus einer geeichten Pipette (mit Eichstempel), dazu die eingewogene Substanz. Durch Zertrümmern der Ampulle mittels eines Glasrohres und Umschwenken, bzw. bei dem Mikrobechergläschen genügt einfaches Umschwenken, bringt man die Substanz in Lösung. Schütteln ist tunlichst zu vermeiden, damit der Schliff nicht benetzt wird. Man stellt ins Dunkle (Schrank oder dergl.) und lässt 2,5 Std. stehen.

Die Zimmertemperatur soll, wegen der Flüchtigkeit von Methylalkohol bzw. Brom, nicht über ca. 20° hinausgehen.

Nach dieser Zeit gibt man aus einem Messzylinder 15 ccm Jodkaliumlösung hinzu, schüttelt vorsichtig und spült zur Sicherheit den Schliff mit ca 30 ccm Wasser aus einer Spritzflasche ab. Dann titriert man sofort mit $\frac{n}{10}$ -Thiosulfatlösung bis zur Gelbfärbung, gibt jetzt erst einige ccm Stärkelösung hinzu und titriert weiter auf Farblos.

Blindversuch.

Der Blindversuch ist zur gleichen Zeit wie der Hauptversuch anzusetzen. Man pipettiert 25 ccm Bromlösung in eine Weithals-Schliffflasche, versetzt nach 2,5 Stunden mit 15 ccm Jodkaliumlösung und titriert wie oben angegeben.

Berechnung der Jodzahl.

e = Einwaage

a = verbrauchte ccm Thiosulfatlösung für den Blindversuch

b = verbrauchte ccm Thiosulfatlösung für den Hauptversuch

f = Faktor der Thiosulfatlösung.

$$\text{Berechnet Jodzahl} = \frac{1,269 (a - b) \cdot f}{e}$$

Bemerkung.

Bei Mineralölen, fetten Ölen usw. ist die Methode in dieser Form, wegen der Schwerlöslichkeit dieser Substanzen in Methylalkohol, nicht anwendbar.

2. Spezial-Methode:

Jodzahl:

Erforderliche Lösungen:

1. Bromlösung: 8 g Pyridin und 10 g konzentrierte Schwefelsäure werden gesondert unter Eiskühlung in je 20 ccm Eisessig gelöst, diese Lösungen werden vorsichtig vereinigt. Zu dem Gemisch fügt man eine Lösung von 8 g Brom in 20 ccm Eisessig und füllt mit Eisessig auf 1000 ccm auf. Die Lösung ist dann ca. $n/10$. Ihre Titerabnahme ist ca. 0,07 % täglich. Der Kolbeninhalt soll nach dem Umschwenken gelb und klar sein.

2. $n/10$ As_2O_3 (Fixanal)

Prüfung der Lösungen:

20 ccm $n/10$ As_2O_3 werden in einem Erlenmeyerkolben mit 10 ccm verdünnter H_2SO_4 (2n) versetzt und mit Bromlösung unger Verwendung von Methylorange als Indikator zurücktitriert bis zur Entfärbung auf wasserhell. Die verbrauchten ccm Bromlösung, in 20 dividiert ergeben den Titer der Bromlösung.

$$F = 20$$

ccm verbrauchte Bromlösung

Der Faktor der Bromlösung muss öfters überprüft werden.

Eigentliche Bestimmung.

In besonderen, gewogenen Ampullen (geliefert von Dr. P. Güttes, Bochum, werden 0,12 - 0,15-g-Kraftstoff-gefüllt, dann werden die Ampullen zugeschmolzen und gewogen. Die Ampulle wird in einer 250 ccm-Pulverflasche mit Glasstopfen unter Zugabe von ca. 16 ccm Eisessig zertrümmert. Man gibt soviel Bromlösung hinzu, dass eine intensiv gelbbraune Färbung auftritt. Der Bromüberschuss soll ca. 35 % betragen. Dann wird die Flasche geschlossen und 2 Minuten geschüttelt. Den Glasstopfen spült man mit 50 ccm destilliertem Wasser ab und titriert dann mit $1/10$ n As_2O_3 bis zu wasserhellen Umschlag. Nach Zugabe von 1 Tropfen Methylorange muss eine schwache Rotfärbung einige Minuten lang bestehen bleiben; verschwindet die Rotfärbung sofort, so ist noch Bromüberschuss vorhanden.

Berechnung.

- a) Vorgelegte $n/10$ Bromlösung unter Berücksichtigung des Faktors $F = a \text{ ccm}$
- b) $n/10$ arsenige Säure zur Titration verbraucht gleich $b \text{ cm}^3$
- c) Einwaage gleich $c \text{ gr.}$

$$\text{Jodzahl} = \frac{(a-b) \cdot 1,269}{c}$$

Bei hohen Jodzahlen empfiehlt es sich, den Kraftstoff mit einem Benzin von bekannter (möglichst niedriger) Jodzahl zu mischen.

Zur Bestimmung der Jodzahl in festen Paraffinen löst man nicht in Eisessig, sondern in irgendeinem indifferentem Lösungsmittel, dessen Jodzahl in einem Blindversuch ermittelt wurde, also entweder Normal-Benzin oder besser noch Tetrachlorkohlenstoff oder Chloroform.

Bestimmung des Anilinpunktes.

Der Anilinpunkt wird im allgemeinen bei Kohlenwasserstoffen zur Bestimmung des Naphtengehaltes herangezogen (vergl. z.B. Holdo, Kohlenwasserstofföle und Fette, 7. Auflage Seite 210 und folgende). Diese Bestimmung kann aber nur in aromaten und olefinfreien Produkten durchgeführt werden. In den Originalproben dient der Anilinpunkt genau so wie Refraktion, spez. Gewicht usw. zur Festlegung und Charakterisierung bestimmter Eigenschaften. Da er bei Anwesenheit von Aromaten besonders stark herabgesetzt wird, kann er auch bei eng geschnittenen Fraktionen zum Nachweis von aromatischen Kohlenwasserstoffen benutzt werden. Bei Synthesepenzinen, die keine Aromaten enthalten, dient er zur allgemeinen Charakterisierung und wird zweckmässig bei der Überwachung der Anlagen als schnell zu bestimmende Konstante herangezogen.

Der Anilinpunkt beruht darauf, dass es für jeden Kohlenwasserstoff eine bestimmte kritische Temperatur gibt, oberhalb deren Anilin in jedem Verhältnis mischbar ist. Diese kritische Lösungstemperatur steht bei Clefinen und Paraffinen in einer bestimmten Beziehung zum Molekulargewicht und zwar steigt sie ziemlich gleichmässig mit dem Siedepunkt an. Für Naphtene und Aromaten liegt der Anilinpunkt dagegen in einer ganz anderen Grössenordnung; für Aromaten z.B. unter 0, sodass die Unterschiede in der kritischen Lösungstemperatur zwischen Aliphaten und Naphtenen ziemlich deutlich hervortreten.

Ausführung.

Man gibt 10 ccm des zu untersuchenden Benzins und 20 ccm frischdestilliertes, wasserfreies Anilin in ein 3 - 4 cm weites Reagenzglas zusammen, das mit einem Rührer und einem in $1/10^{\circ}$ geteilten Thermometer versehen ist. Hierauf erhitzt man das Gemisch in einem Wasserbad, bis die Lösung völlig klar geworden ist. Nach dem Klarwerden lässt man unter dauerndem Rühren langsam abkühlen und notiert die Temperatur, bei der eine solche Trübung eintritt, dass das Thermometer nicht mehr sichtbar ist, als Anilinpunkt. Durch mehrmaliges

Erwärmen und Abkühlen lässt sich die Entmischungstemperatur auf $0,1^{\circ}$ genau ablesen

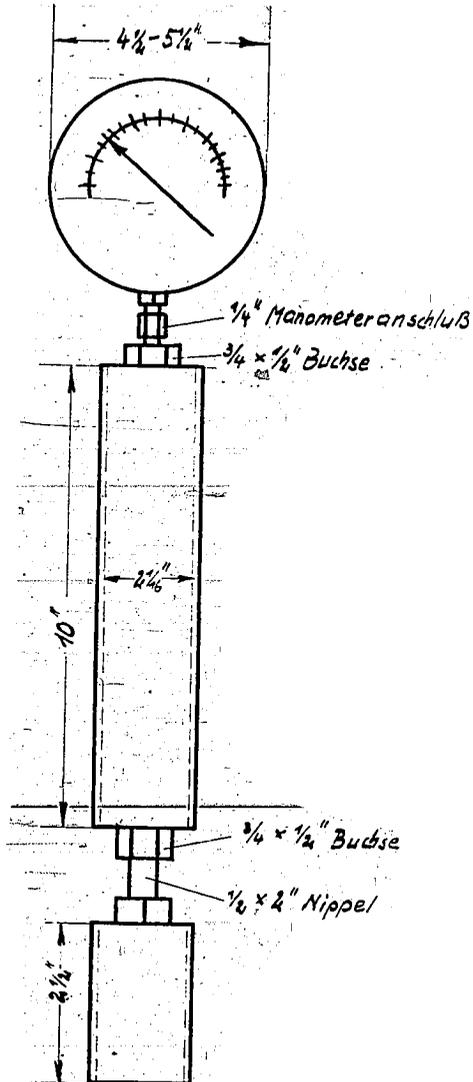
Bestimmung des Dampfdruckes.

Als Prüfgerät dient der Dampfdruckprüfer nach Reid. (Abb. 4) Die Benzinkammer soll durch Eintauchen in den betreffenden Behälter (Kesselwagen oder Tank) gefüllt werden. Die erste Füllung wird verworfen und die Kammer nochmals bis zum Rande beschickt. Ist die Einfüllung durch Eingiessen des Benzins nicht zu vermeiden, so muss besonders sorgfältig darauf geachtet werden, dass eine Verdunstung unterbleibt, d.h. in diesem Falle müssen die Benzinproben und die Benzinkammer in einem Eisschrank vorgekühlt werden.

Zunächst wird die Lufttemperatur in der Luftkammer auf $38 \pm 0,3^\circ \text{C}$ eingestellt (Trockenschrank). Dann wird die Benzinkammer mit der Luftkammer und schliesslich diese mit dem Manometer gasdicht verschraubt. Man taucht jetzt die Bombe bis zur Mutter des Manometers in ein Wasserbad von $38 \pm 0,3^\circ \text{C}$ ein, schüttelt die Bombe nach 5 Minuten und wiederholt dieses in Abständen von 2 zu 2 Minuten, bis die Druckablesung des Manometers konstant bleibt.

Hatte die Luftkammer eine abweichende Temperatur, so wird nach folgender Tabelle korrigiert:

Lufttemperatur in der Luft- kammer	Barometerstand in mm				
	760	745	700	650	600
$^\circ \text{C}$	Korrektion in kg/cm^2				
0,0	-0,20	-0,20	-0,19	-0,18	-0,175
4,4	-0,18	-0,18	-0,17	-0,16	-0,15
10,0	-0,15	-0,15	-0,15	-0,14	-0,13
15,5	-0,13	-0,13	-0,12	-0,11	-0,11
21,1	-0,10	-0,10	-0,10	-0,09	-0,08
26,7	-0,07	-0,07	-0,07	-0,06	-0,06
32,2	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035	-0,035
37,8	+0,00	+0,00	+0,00	+0,00	+0,00
43,3	+0,04	+0,04	+0,035	+0,035	+0,035
Zulässiger Prüffehler: $\pm 0,035 \text{ kg/cm}^2$					



Dampfdruck nach Reid.

Bestimmung der Neutralisations- und Verseifungszahl.

Unter Neutralisationszahl - früher Säurezahl - versteht man nach DIN DVM 3658 die Anzahl mg Kaliumhydroxyd, welche die freien Säuren in 1 g des Produktes neutralisiert.

Unter Verseifungszahl versteht man nach DIN DVM 3659 diejenige Anzahl mg Kaliumhydroxyd, die erforderlich ist, um die in 1 g Substanz enthaltenen freien Säuren zu neutralisieren und die vorhandenen Ester und Laktone zu verseifen.

Die Mess-einheit ist also in jedem Falle mg Kaliumhydroxyd/g Substanz.

Die Prüfung wird bei den Syntheseprodukten erschwert durch die Anwesenheit von gelöster Kohlensäure, infolge dessen müssen sämtliche Proben vor der eigentlichen Bestimmung ¼ Stunde im Rückflusswasser gekocht werden. Die Titration wird mit alkoholischer Kalilauge vorgenommen unter Verwendung von Alkaliblau 6 B als Indikator. Die Indikatorlösung stellt man sich her, indem man 0,75 g Alkaliblau 6 B zur Analyse mit einem Gemisch von 1000 ccm Reinbenzol und 500 ccm 96% igem Alkohol über Nacht absitzen lässt und die blanke Lösung von dem Ungelösten abfiltriert.

a) Bestimmung der Neutralisationszahl.

Zur Bestimmung misst man 50 ccm oder eine entsprechend andere Menge der zu untersuchenden Substanz ab, füllt sie in einen Erlenmeyerkolben 300 DENOG 11, der mit einem Rückflusskühler versehen ist, ein und erhitzt auf dem Wasserbad ¼ Stunde bis zum Sieden. Dann gibt man 20 ccm der Alkaliblau-Lösung hinzu und bringt den Kraftstoff durch Umschwenken in Lösung. Man titriert nun möglichst rasch mit 1/10 alkoholischer Kalilauge, bis der Farbumschlag von Blau nach Rot erfolgt ist. Der Verbrauch an Kalilauge sei a ccm. In einer Blindprobe titriert man 20 cm³ des Indikators ohne Substanzzusatz und findet hier beispielsweise b ccm 1/10 alkoholischer Kalilauge. Man erhält dann von c g Substanz (aus dem spez. Gewicht zu ermitteln) die Neutralisationszahl aus der Gleichung:

$$\text{Neutralisationszahl} = \frac{(a-b) \cdot 5,611}{c \text{ mg KOH/g}}$$

Die Prüffehler betragen bei Neutralisationszahlen

bis 0,5	± 0,05
über 0,5 bis 2	± 10%
über 2	± 5%

b) Bestimmung der Verseifungszahl.

Bei der Ausführung der Bestimmung der Verseifungszahl wird die Probe des Syntheseproduktes zunächst auch $\frac{1}{4}$ Stunde am Rückflusskühler gekocht, um die gelöste Kohlensäure zu vertreiben. Dann setzt man die erforderliche Menge alkoholischer Kaliumhydroxydlösung zu, z.B. 25 ccm $\frac{1}{10}$ -Lauge auf 50 ccm Substanz und kocht nochmals eine halbe Stunde unter Rückfluss. Nach dem Abkühlen wird in üblicher Weise titriert und die Ausrechnung in entsprechender Weise vorgenommen. Wurden z.B. bei der Titration des verseiften Öles a cm³ $\frac{1}{10}$ normale Salzsäure verbraucht, beim Blindversuch b ccm, so ist die Verseifungszahl bei c g Einwaage

$$\text{Verseifungszahl} = \frac{(b - a) \cdot 5,611}{c}$$

Der Prüffehler beträgt bei einer Verseifungszahl

bis 1	± 0,1
von 1-20	± 5%
über 20	± 3%

Hat man die Verseifungszahl in festen Paraffinen zu bestimmen, so setzt man zweckmässigerweise ein Verdünnungsmittel zu, dessen Neutralisationszahl bei der Verseifungszahl genau bekannt ist und verfährt dann weiter, wie oben angegeben.

Bestimmung der Oktanzahl

Die Oktanzahl wird im CFR - oder I.G.-Motor bestimmt. Die Prüfung der Klopfestigkeit kann nach verschiedenen Methoden vorgenommen werden. In Deutschland wird meist nach der CFR - Research - Methode gearbeitet; für Spaltbenzine nach der CFR - Motor - Methode. Die Unterschiede beider Methoden liegen in Folgendem:

CFR - Research - Methode:

Keine Gemischvorwärmung. Drehzahl: $N = 60/\text{Min.}$
Manteltemperatur 100°C.

CFR - Motor - Methode:

Gemischvorwärmung: 150° . Drehzahl der Maschine: $900/\text{Min.}$ Manteltemperatur 100° .

Auf eine Beschreibung der Bestimmung selbst kann an dieser Stelle verzichtet werden, da sie bei Lieferung des Motors stets genau beschrieben wird.

Bestimmung des Fließ- und Tropfpunktes.

Fließ- und Tropfpunkt werden nach DIN DVM 3654 bestimmt.

Begriff:

Der Fließpunkt eines konsistenten Stoffes (Vaseline, Konsistenter Schmierstoff) ist die Temperatur, bei welcher der Stoff unter den Bedingungen des Prüfverfahrens eine deutliche Kuppe am unteren Ende des Aufnahme-gläschens bildet.

Der Tropfpunkt ist die Temperatur, bei welcher der erste Tropfen des schmelzenden Stoffes von dem Aufnahme-gläschchen abfällt.

Zweck der Prüfung.

Die Bestimmung des Fließpunktes und Tropfpunktes dient zur Ermittlung des Verhaltens der Fette bei Erwärmung.

Maßeinheit:

Temperatur °C.

Prüfgerät:

Tropfpunktgerät nach Ubbelohde.

Auf den unteren Teil eines Einschlussthermometers ist eine zylindrische Metallhülse gekittet, auf die eine zweite Metallhülse aufgeschraubt werden kann. Diese zweite Metallhülse hat seitlich eine kleine Öffnung zum Druckausgleich und im unteren Teil drei Sperrstifte, die vom unteren Rand der Hülse 7,5 mm entfernt sind. In die Hülse passt ein zylindrisches, nach unten verjüngendes Aufnahme-gläschchen (Glasnippel) von 12 - 12,5 mm Länge etwa 1,3 mm Wanddicke und einer Nippelöffnung von 3,2 mm Durchmesser. Der Nippel trägt unten an seiner Öffnung einen Wulst von einer Höhe von $2 \pm 0,2$ mm, der in der Länge des Nippels von 12 - 12,5 mm eingerechnet ist. Die Sperrstifte gestatten, diesen Tropfpunktnippel so in die Metallhülse hineinzuschieben, dass das Quecksilbergefäß des Thermometers (Länge $6 \pm 0,3$ mm, Durchmesser $3,5 \pm 0,5$ mm) mit dem unteren Teil der Metallhülse abschneidet und überall gleich weit von den Wandungen des Nippels entfernt ist. Hierzu ist erforderlich, dass die Masse eingeschlossen werden. Für Schiedsanalysen sind beglaubigte, verkürzte

te Thermometer zu verwenden, die die Aufschrift tragen: "Thermometer für das Tropfpunktgerät nach Ubbelohde". Ihre Skala soll den Bereich von 0 - 110°C oder von 50 - 160°C oder von 100 - 230°C umfassen. Der Abstand der Skalenteilstriche soll 1 mm je Grad betragen. Berichtigungen für den herausragenden Quecksilberfaden sind unzulässig.

Prüfverfahren:

Der zu prüfende Stoff wird mit einem Spatel in die Glashülse luftblasenfrei gefüllt und abgestrichen. (Vaseline wird in flüssigen Zustand eingetroppt und muss etwa 24 Stunden lang bei 15° oder 1 Stunde lang bei 0° gehalten werden, ehe die Prüfung vorgenommen werden kann.) Das gefüllte Gläschen wird nun parallel seiner Achse in die Metallhülse bis zum Sperrhäkchen hineingeführt, der unten hervorquellende Stoff abgestrichen. Es ist darauf zu achten, dass die zum Druckausgleich dienende seitliche Öffnung an der Metallhülse nicht verstopft wird.

Das Thermometer mit dem Tropfpunktgläschen wird durch einen in der Mitte durchbohrten und an der Seite mit einer Einkerbung versehenen Stopfen in der Mitte eines Reagenzglases 40 DENOG 1 aus Jenacr Glas gehängt, das mit einer Heizflüssigkeit (weisses Vaselineöl mit Flammpunkt über 200°C) gefüllt ist. Dann wird das Gerät so erwärmt, dass von etwa 10°C unter dem vermuteten Fließpunkt ab die Temperatur um 1°C in der Minute steigt. Man beobachtet, bei welcher Temperatur der Stoff in einer deutlich halbkugeligen Kuppe aus dem Gläschen hervortritt - Fließpunkt - und weiter, bei welcher der erste Tropfen des schmelzenden Stoffes vom Gläschen abfällt. - Tropfpunkt.

Prüffehler:

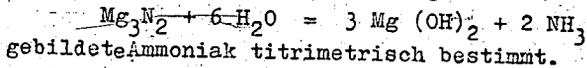
Die Unterschiede bei Wiederholungsversuchen sollen nicht mehr als $\pm 2^\circ \text{C}$ betragen.

Toleranz:

-5°C. Abweichungen nach oben sind zulässig.

Wasserbestimmung.

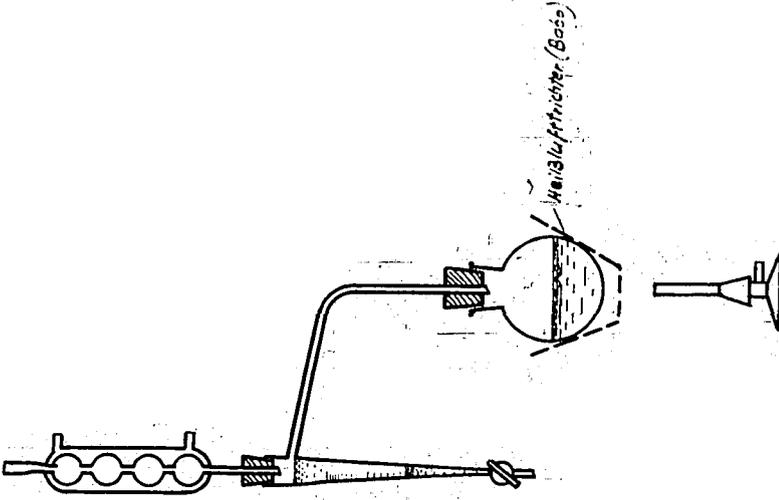
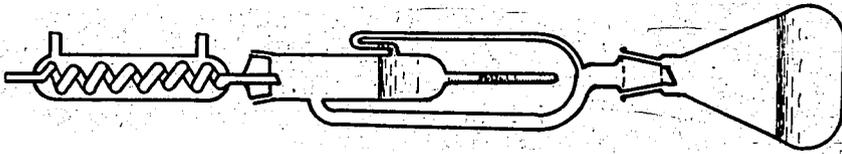
Für die Bestimmung des Wassergehaltes sind je nach der Menge des zu erwartenden Wassers 2 verschiedene Methoden anzuwenden: bei Wassergehalten über 0,1% benutzt man im allgemeinen die Richtlinienmethode nach DIN DVM 3656. Liegen Wassergehalte unter 0,1% vor, also z.B. bei einer Wasserbestimmung in Treibstoffen, so muss das Wasser chemisch nachgewiesen werden. Man wendet dazu zweckmässigerweise das Verfahren von Dietrich und Conrad, bei welchem man Magnesiumnitrid auf das Wasser im Treibstoff einwirken lässt und das gem. der Gleichung

1.) Wasserbestimmung nach DIN DVM 3656.Maßeinheit:

g/100 g (%)

Prüfverfahren:

In dem Euzhalsrundkolben 500 mit aufgelegtem Rand DENOG 5 werden je nach dem vermuteten Wassergehalt 20 bis 100 g Öl oder Fett eingewogen und mit 100 cm³ Xylol gemischt. Das Xylol wird vorher durch Schütteln mit Wasser gesättigt und durch Filtern oder Absitzenlassen geklärt. Bei grösseren Probemengen muss entsprechend mehr Xylol genommen werden. Zur Verhütung des Siedeverzuges sind einige Siedesteine hinzuzufügen. Um Schäumen zu verhindern werden höchstens 1 - 2 g wasserfreies Olein hinzugesetzt. Der Rundkolben wird mit einem dichten Stopfen verschlossen, durch den ein Glasrohr geführt ist. Das Glasrohr ist mit einem in 1/10 cm³ graduierten Meßgefäß verbunden. Das Meßgefäß wird mit einem 2. Stopfen an einen Liebigkühler 400 DENOG 31 angeschlossen. Dann wird das Öl-Xylol-Gemisch langsam zum Sieden erhitzt. Das von dem Liebigkühler abtropfende Xylol-Wasser-Gemisch sammelt sich im Meßgefäß. Sind die abfallenden Xyloltropfen nicht mehr wassertrübe (frühestens nach 15 Minuten langem Sieden), so stellt man die Flamme ab und lässt abkühlen. Bleiben Wassertropfen an den Wandungen des Meßge-



Wasserbestimmung nach der Xyloimethode

Ber. Lab. Nr. 155.

fässes haften, so werden sie mit einer Federfahne unter Nachspülen des Kühlers mit Zylol mit der Hauptmenge des Wassers vereinigt. Die von Zylol scharf getrennte Wassermenge wird alsdann abgelesen.

Prüffehler:

+ 0,05

Abmessungen des Gerätes zur Wasserbestimmung ABB. 5

a = 23 bis 25 mm

b = 10 bis 12 mm

c = 65 bis 75 mm

d = 12 bis 16 mm

e = 25 bis 38 mm

f = 180 bis 190 mm

g = 50-62 mm

2. Wasserbestimmung nach Dietrich und Conrad.

1 Mol (18g) Wasser entspricht $\frac{1}{6}$ Mol (rund 17 g) Mg_3N_2 und $\frac{1}{3}$ Mol (5,67 g) NH_3

In den getrockneten Kolben bringt man doppelt soviel Magnesiumnitrid, wie der in 50 ccm voraussichtlich enthaltenen Wassermenge entspricht, jedoch mindestens 5 g. Dann lässt man aus dem Scheidetrichter 50 ccm des Treibstoffes zufließen und spült mit etwas wasserfreiem (über $CaCl_2$ getrockneten) Benzin nach. Durch Erwärmen des Kolbens unterstützt man die meist von selbst einsetzende Reaktion und treibt das entwickelte NH_3 quantitativ in die mit gemessener 1,0 bis 0,1 n H_2SO_4 (je nach der erwarteten Ammoniakmenge) beschickte Vorlage über, indem man solange erhitzt, bis etwa $\frac{3}{4}$ des Treibstoffes überdestilliert sind. Die in dem Aufsatz befindlichen Raschigringe sollen das Mitreissen des Magnesiumnitrids verhindern. Zum Schluss wird der Überschuss an Säure in der Vorlage zurücktitriert.

1 ccm 1,0 - n H_2SO_4 entspricht 3 Millimol = 54 mg H_2O .

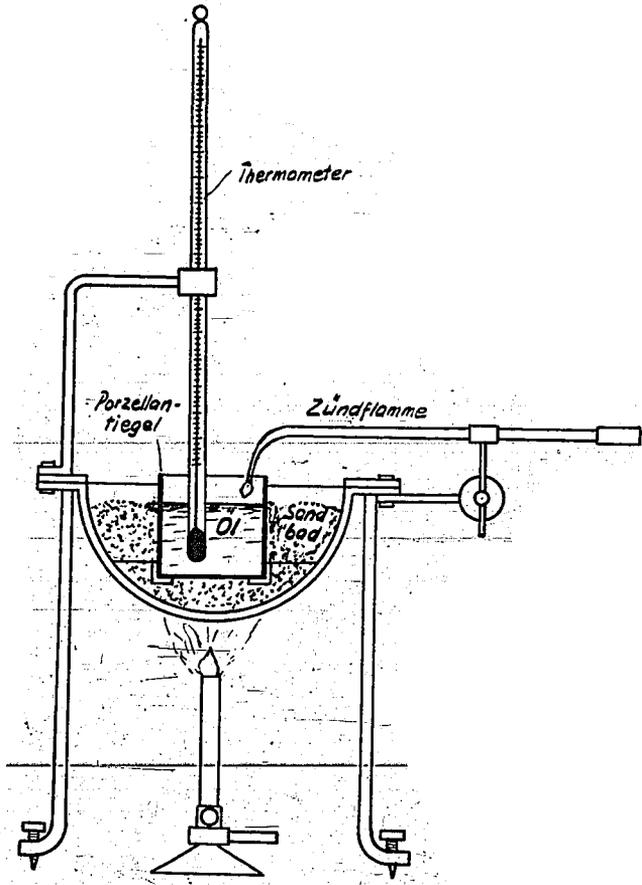
Bestimmung des Flamm- und Zündpunktes.

Der Brennpunkt ist die niedrigste Temperatur bei welcher die von einem Öl entwickelten Dämpfe nach vorübergehender Annäherung einer Zündflamme auf einem genau dimensionierten Apparat bei bestimmter Arbeitsweise von selbst weiterbrennen. In diesem Falle überschreitet also der Gehalt der über dem Öl befindlichen Luft an brennbaren Dämpfen die obere Explosionsgrenze.

Bei niedrig entflammenden Ölen (Benzin, Leuchtpetroleum, Gasöl, Treiböl, benzinhaltigen Rohöl) sowie bei Ölen, bzw. Paraffin, die als Heizbäder verwendet werden sollen, dient die Flammpunktbestimmung zur Beurteilung ihrer Feuergefährlichkeit.

Unter dem Flammpunkt (Fp) eines Öles oder dg. versteht man die niedrigste Temperatur, bei welcher es auf einem Apparat vereinbarter Abmessungen so viel brennbare Dämpfe entwickelt, dass diese mit der unmittelbar über der Oberfläche befindlichen Luftschicht eine bei Annäherung einer Flamme entzündliche, explosive Mischung bilden. d.h., dass der Gehalt der über dem Öl befindlichen Luft an brennbaren Dämpfen die untere Explosionsgrenze erreicht. Der Flammpunkt ist, wie schon angedeutet, keine absolute physikalische Konstante eines Öles, er hängt vielmehr von der Art des verwendeten Apparates (offen oder geschlossen), dem Erhitzungstempo, der Zündung usw., ferner auch vom Luftdruck (Höhenlage der Prüfstellung) ab. Zur Definition des Flammpunktes gehört daher die Angabe des benutzten Apparates, der Arbeitsweise und des Barometerstandes. Bei niedrigem Luftdruck liegt der Flammpunkt tiefer als bei höherem.

Man unterscheidet offene Flammpunktprüfer, bei welchen die Ölprobe in einem offenen Tiegel (Abkürzung O.T.) erhitzt wird, bis eine der Oberfläche genäherte Zündflamme eine vorübergehende Entzündung der Öldämpfe bewirkt, und geschlossene Prober, bei welchen der Tiegel während des Erhitzens bedeckt bleibt und nur



Flamm- und Brennpunktbestimmungsapparat

nach Markusson.

während der Einführung der Zündflamme jeweils an einigen Stellen des Deckels auf einige Sekunden geöffnet wird. In den geschlossenen Apparaten, in denen mithin die brennbaren Dämpfe am vorzeitigen Entweichen gehindert sind, findet man naturgemäss tiefere und auch besser übereinstimmende Flampunkte als in den offenen Probern, bei welchen die Resultate durch Luftströmungen stärker beeinflusst werden. Bei uns werden folgende Arten von Flampunktprüfern benutzt:

1. Abel-Pensky - geschlossener Tiegel
2. Pensky-Martens - geschlossener Tiegel
3. Marcusson - offener Tiegel

1. u. 2. Die Unterschiede zwischen 1 und 2 liegen darin, dass der Abel-Pensky-Apparat mit einer Kühlvorrichtung versehen ist und infolge dessen zur Bestimmung des Flampunktes unterhalb der Zimmertemperatur geeignet ist. Die Einrichtung der beiden Apparate nach Abel-Pensky und Pensky-Martens ist den beiliegenden Zeichnungen zu entnehmen. Abb. 6-7. Die Arbeitsweise mit beiden Apparaten ist im wesentlichen ähnlich dem weiter unten beschriebenen Verfahren nach Marcusson. Bei ganz genauen Messungen muss bei dem Flampunkt des Abel-Pensky-Apparates für den Barometerstand eine Korrektur angebracht werden, sofern er von 760 mm abweicht und zwar nimmt der Flampunkt für je 20 mm Druckerniedrigung um $0,7^{\circ}$ ab.

3. Bestimmung des Flampunktes im offenen Tiegel.

Prüfgerät:

Als Prüfgerät dient das DVM-Flampunktgerät mit offenem Tiegel (genormter Marcusson-Apparat), dessen Masse in den beiliegenden Zeichnungen angegeben sind. Abb. 8.

Die zum Prüfgerät gehörenden 2 Thermometer müssen folgenden Bedingungen genügen: Die Skala muss den Bereich von 40° - 260° bzw. von 190° bis 410° umfassen. Das Quecksilbergefäss muss kugelförmig sein und $9 \pm 0,5$ mm Durchmesser haben. Das zylindrische Thermometerrohr muss $\pm 0,5$ mm Durchmesser haben. Die Skalenplatte beginnt bei ± 5 mm vom unteren Ende der Kugel an gerechnet. Die Teilung beginnt bei 80 ± 5 mm, sie endet bei 245 ± 5 mm und ist so bemessen, dass die Entfernung von Grad zu

Grad 0,75 mm beträgt. Die Thermometer gelten für 30 mm Eintauchtiefe, wobei die Berichtigung für den herausragenden Faden bereits berücksichtigt ist. Die Thermometer tragen eine Aufschrift: "Zum Flammpunktprüfer nach DIN DVM 3661".

Zum Erhitzen ist ein einflammiger Bunsenbrenner zu verwenden der den Temperaturanstieg ermöglicht. Für Schiedsanalysen sind Geräte und Thermometer zu benutzen, die von der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt ausdrücklich für den vorliegenden Zweck geprüft worden sind.

Prüfverfahren:

Aufstellen des Gerätes.

Die Messungen müssen bei gedämpftem Licht an einem Ort ausgeführt werden, der gegen Luftbewegung weitgehend geschützt ist.

Einfüllen des Prüföles und Einsetzen des Tiegels.

Öle mit einem Flammpunkt über 250° sind in den Tiegel bis zur unteren (roten) alle anderen Öle bis zur oberen (schwarzen) Strichmarke einzufüllen. Die Sandbadschale ist bis zur unteren Kante des Tiegelträgers mit trockenem feingesiebttem Sand zu füllen. Dann ist der Tiegel durch Drehen so weit in den Sand einzudrücken, bis der Tiegelwulst auf dem Tiegelträger aufliegt. Darauf werden die Tiegelschellen festgelegt und der Sand an den Tiegel bis zur Höhe des Wulstes angedrückt. Der Tiegel muss im Gerät mit Hilfe der beigegebenen Wasserwaage waagrecht-gestellt werden.

Einstellen des Thermometers.

Vor dem Einfüllen des Öles in den Tiegel überzeuge man sich mit Hilfe der Lehre davon, dass die Quecksilberkugel des Thermometers 5 mm von der Tiegelwand entfernt ist. Ist der Tiegel mit Öl gefüllt, eingesetzt und ausgerichtet, so wird das Thermometer leicht auf dem Boden des Tiegels aufgesetzt. Dann hebe man es um 2 mm in die Höhe. Der Abstand von 2 mm wird mit Hilfe der Strichmarke am Thermometerhalter eingestellt.

Einstellen der Zündvorrichtung.

Die Mitte der Zündflamme muss beim Schwenken durch die Mitte der Tiegelöffnung gehen. Die Zündvorrichtung wird mit der Stellschraube so befestigt, dass der waagrecht liegende Dü-

senschuh die Tiegelränder oben ohne Widerstand streift. Dadurch ist die Gewähr gegeben, dass der untere Rand der Zündflamme genau in der Ebene des oberen Tiegelrandes hin und hergeführt werden kann.

Einstellen der Zündflamme.

Die Zündflamme ist mit Leuchtgas zu speisen. Die Länge der Zündflamme, gemessen bis zum leuchtenden Punkt der Spitze, wird mit Hilfe der am Apparat befestigten Lehre auf 10 mm Länge eingestellt.

Um die Zündflamme durch Änderungen an der Einstellung des Bunsenbrenners während der Messung nicht zu beeinflussen, ist ihre Zuleitung über einen eigenen Hahn an die Gasleitung anzuschliessen, aber nicht mit einem T-Stück an die Zuleitung des Bunsenbrenners zu legen.

Temperaturanstieg.

Die Flammenhöhe des Bunsenbrenners wird so geregelt, dass die Temperatur des Öles anfangs 5 bis 10° je Minute ansteigt. Diese Geschwindigkeit wird auf 3 + 0,5° je Minute herabgesetzt, sobald man sich dem Flammpunkt des Öles nähert; bei Ölen, die unter 250° entflammen, beginnt man etwa 30° unterhalb des Flammpunktes mit dieser Anstiegsgeschwindigkeit zu prüfen. Der Brenner muss unter der Mitte des Gerätes stehen und darf auch beim Regeln der Flamme nicht verschoben werden.

Das Prüfen:

Sobald eine Temperatur von etwa 30° bzw. 50° unter dem zu erwartenden Flammpunkt erreicht ist, führt man die Zündflamme nach jedem Grad Anstieg einmal mit gleichmässiger Geschwindigkeit in der Ebene des Tiegelrandes über das Öl hin und zurück. Die Geschwindigkeit soll so bemessen sein, dass sowohl für das Hin- wie das Herführen der Zündflamme über den Tiegel jeweils eine Sekunde benötigt wird, wobei ein Verweilen über dem Tiegelrand zu vermeiden ist. Die Temperatur, bei der die Entflammung der angesammelten Gase auf der Oberfläche erstmalig eintritt, wird am Thermometer abgelesen und gilt als Flammpunkt (Einzelmessung).

Jede Messung ist mit frischem Öl auszuführen. Bereits im Flammpunktprüfer erhitztes Öl darf nicht wiederverwendet werden.

Schiedsuntersuchung:

Bei Schiedsuntersuchungen werden 5 Einzelmessungen durchgeführt, aus denen das Mittel gebildet wird. Einzelmessungen, die von dem so gewonnenen Mittel um mehr als $+ 4^{\circ}$ abweichen, werden ausgeschieden und durch neue Messungen ersetzt. Als Flammpunkt gilt somit das Mittel aus 5 Einzelmessungen, von denen keine um mehr als $+ 4^{\circ}$ vom Mittel abweichen darf. Einzelne Messungen dürfen jedoch nur ausgeschieden werden, wenn nicht mehr als 2 von den ersten 5 Messungen die zulässige Fehlergrenze von $+ 4^{\circ}$ überschreiten. Liegen mehr als 2 Messungen ausserhalb dieser Fehlergrenze, so gilt das Mittel aus den ersten 5 Einzelmessungen. Im Prüfbericht ist auf das unregelmässige Entflammen des Öles hinzuweisen. Im Prüfbericht sind die Ergebnisse sämtlicher Einzelmessungen anzugeben.

Berichtigungen:

Nur auf dem Prüfungsschein der Thermometer vermerkte Berichtigungen sind zu berücksichtigen. Berichtigungen für den herausragenden Faden sind unstatthaft.

Prüffehler:

Der Prüffehler beträgt $+ 4^{\circ}$, d.h. bei mehreren Einzelmessungen darf die Abweichung vom errechneten Mittelwert nicht mehr als $+ 4^{\circ}$ betragen.

Bestimmung der Zähigkeit (Viskosität)

Zähigkeit (Viskosität) oder innere Reibung ist die Eigenschaft einer Flüssigkeit, der gegenseitigen Verschiebung zweier benachbarter Schichten einen Widerstand entgegenzusetzen.

Die Zähigkeit ist bei Schmierölen und Dieselkraftstoffen wichtig für die Schmierung beweglicher Teile und dient im Handel für viele Produkte zur Begriffsbestimmung.

Masseinheit.

Man unterscheidet dynamische Zähigkeit und kinematische Zähigkeit und misst im CGS-System die dynamische Zähigkeit in g cm^{-1} und die kinematische Zähigkeit $\text{cm}^2 \text{ sek}^{-1}$. Als konventionelle Masse sind in Gebrauch in Deutschland der Englergrad (E), in England die Redwood-Sekundenzahl (R), in Amerika die Saybolt-Sekundenzahl (S)

Die Einheit der dynamischen Zähigkeit führt die Bezeichnung Poise (P), der hundertste Teil davon Centipoise (cP). Die Einheit der kinematischen Zähigkeit wird mit Stokes bzw. Centistokes (cSt) bezeichnet. Die Umrechnung von Englergraden, Redwood- und Sayboltsekundenzahlen in kinematische Zähigkeit wird nach der beiliegenden Tafel vorgenommen.

Als Prüfgerät dient:

1. Das Vogel-Ossag Viskosimeter,
2. Das Höppler-Viskosimeter.

1. Vogel-Ossag-Viskosimeter.

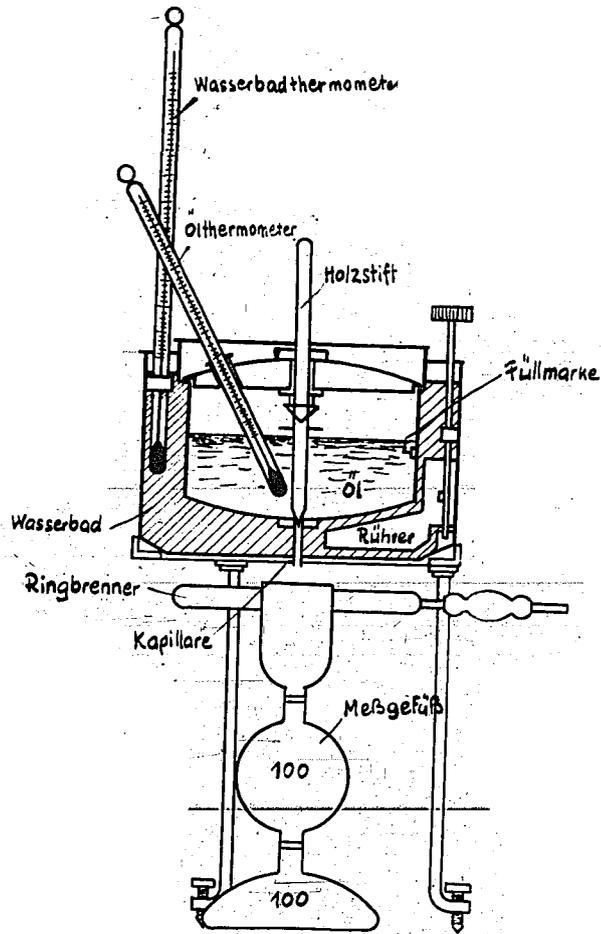
Als Prüfgerät dient das in nachstehender Abbildung 9 dargestellte Vogel-Ossag-Viskosimeter. Es besteht im wesentlichen aus dem Prüfgefäß, der Meßkapillare mit den beiden Ringmarken und dem Prüfgefäßsthermometer und dem Thermostaten. Die Abmessungen, die die Auslaufzeit beeinflussen, sind wie folgt festgelegt worden.:

$$d = 24,0 \pm 0,2 \text{ mm}$$

$$l = 26,0 \pm 0,1 \text{ mm}$$

$$p = 3,0 \pm 0,1 \text{ mm}$$

$$r = 3,0 \pm 1,5 \text{ mm}$$



Viskosimeter nach Engler.

T a f e l

zur Umrechnung von Englergraden, Redwood- und Saybolt-Sekundenzahlen in kinematische Zähigkeit.

Absolutes Maß	Konventionelle Maße		
	Kinematische Zähigkeit	Englergrade	Redwood-Sekundenzahl
v cm^2/sek	E sek/sek	R sek	S sek
0,010	1,00	29,2	31,1
0,018	1,10	30,5	32,9
0,028	1,20	32,8	35,6
0,035	1,30	35,4	38,8
0,050	1,40	38,2	42,1
0,0625	1,50	41,4	46,0
0,0745	1,60	44,9	49,6
0,085	1,70	48,2	53,8
0,096	180	51,0	57,8
0,107	1,90	54,5	62,1
0,118	2,00	57,9	66,3
0,128	2,10	61,1	70,0
0,138	2,20	64,5	73,6
0,148	2,30	67,8	77,2
0,157	2,40	70,8	81,2
0,166	2,50	73,7	85,2
0,211	3,00	89,0	104
0,254	3,50	105	122
0,239	4,00	119	140
0,333	4,50	133	157
0,373	5,00	149	174
0,412	5,50	163	192
0,451	6,00	178	209
0,529	7,00	206	242

Für Werte, die grösser als 7 E sind, gelten die Gleichungen:

$$v = 0,076 E$$

$$R = 29,2 \quad S = 34,5 E$$

Die Tafelwerte sind unabhängig von der Meßtemperatur.

Mit dem Gerät kann sowohl die dynamische Zähigkeit in Centipoise (cP) als auch die kinematische Zähigkeit in Centistock (cSt) direkt in CGS-Einheiten bestimmt werden.

Prüfverfahren.

Vorbereitung der Messung:

Man filtert die Probe, von der etwa 15 ccm für die Messung benötigt werden, durch ein Sieb von 0,3 mm Maschenweite.

Nachdem man den Prüfgefäßdeckel abgeschraubt hat, wird das gut gereinigte Aufnahmegefäß bei Zimmertemperatur mit der zu messenden Probe so weit gefüllt, bis sie in den Ringraum überzufließen droht.

Hat man das Gewinde der am Deckel befindlichen Verschraubung gesäubert und die Dichtungsfläche mit Hahnfett ein wenig eingefettet, so schraubt man die Meßkapillare ein und zieht sie von Hand fest an. Jetzt setzt man den Prüfgefäßdeckel mit Meßkapillare, jedoch ohne Thermometer auf das Aufnahmegefäß, steckt ein Schlauchstück auf die Meßkapillare und saugt mit einer Glaspumpe bzw. dem Mund so viel Flüssigkeit aus dem Aufnahmegefäß an, bis deren Meniskus bis etwa zur Mitte der mittleren Erweiterung angestiegen ist. Dann schließt man den Pumpenhahn bzw. Quetschhahn, so dass die Flüssigkeit nicht zurückfließen kann.

Jetzt wird der Prüfgefäßdeckel mit dem Aufnahmegefäß fest mit der Hand verschraubt, so dass der Dichtungsring gut abdichtet. Das so verschraubte Prüfgefäß setzt man senkrecht in den Thermostaten und führt erst jetzt das Prüfgefäß-Thermometer in das Aufnahmegefäß ein. Man stellt nun die gewünschte Versuchstemperatur ein, öffnet den Pumpenhahn bzw. Quetschhahn und lässt die Flüssigkeit in das Aufnahmegefäß zurückströmen. Der Flüssigkeitsspiegel stellt sich jetzt selbsttätig ein, und nach etwa 10 Minuten kann mit der Messung begonnen werden.

Wegen der starken Temperaturabhängigkeit der Zähigkeit ist darauf zu achten, dass sich die Temperatur während des Versuches nicht ändert. Die am Prüfgefäß bzw. Bad-Thermometer abgelesenen Temperaturen dürfen um nicht mehr als $0,1^{\circ}\text{C}$ voneinander abweichen. Die Thermostatenflüssigkeit (für Temperaturen bis etwa 100°C Wasser und für höhere Temperaturen ein durchsichtiges Öl) muss zu diesem Zwecke gut gerührt werden.

Messung der dynamischen Zähigkeit.

Nach der Einstellung des Flüssigkeitsspiegels im Aufnahmegefäß drückt man die Flüssigkeit mit einem konstanten Überdruck von 60 cm Wassersäule von unten nach oben. Die Durchlaufzeit zwischen den Marken wird gestoppt. Die Durchlaufzeit multipliziert mit der Kennzahl der Meßkapillare ergibt das Hundertfache der dynamischen Zähigkeit in Centipoise.

Ist die Dichte der zu untersuchenden Flüssigkeit grösser als 0,95 oder kleiner als 0,85, so ist mit dem Berichtigungsfaktor 0,196 zu multiplizieren.

Messung der kinematischen Zähigkeit.

Man saugt die Flüssigkeit vorsichtig bis in die oberste Kugelerweiterung, nimmt das Schlauchstück ab und lässt nun die Flüssigkeit unter ihrem eigenen Druck ausfließen.

Die Durchlaufzeit multipliziert mit der Kennzahl der Meßkapillare ergibt das Hundertfache der kinematischen Zähigkeit in Centistok. Jede Messung kann durch einfaches Ansaugen wiederholt werden, jedoch nur, wenn man von niedrigeren zu höheren Temperaturen übergeht, da dann schon Flüssigkeit durch die Ausdehnung in das Überlaufgefäß abgeflossen ist.

Zur Vermeidung von Turbulenz soll die Durchlaufzeit nicht kleiner als 25 Sekunden sein.

Schiedsmessungen sind mit einem Vogel-Ossag-Viskosimeter, dessen Prüfgefäß, Meßkapillare und Thermometer amtlich geprüft sind, auszuführen.

2. Höppler-Viskosimeter.

Das Höppler-Viskosimeter - verg. Abb. 10 - ist ein Kugelfall-Viskosimeter. Gemessen wird die Fallzeit von exentrisch fallenden Kugeln, die mit einer Toleranz von $\pm 0,0005$ mm hergestellt sind, in einem in konstantem Winkel aufgestellten und mit der zu untersuchenden Flüssigkeit gefüllten Fallrohr von $\pm 0,001$ mm genauer lichter Weite. Zwei eingätzte Ringmarken stellen die Fallstrecke dar. Bei dunklen und undurchsichtigen Flüssigkeiten erscheint die fallende Kugel als silberglänzender Punkt an der Rohrwandung. Das Fallrohr ist von einem Wasserbad umgeben und in einem Stativ drehbar befestigt. Durch Umschwenken des Apparates wird die Kugel wieder in die Anfangsstellung gebracht, worauf mit einer neuen Fallzeit-Bestimmung begonnen werden kann.

Mit den zum Instrument gehörigen Kugeln kann ein Zähigkeitsbereich von 9 Zehnerpotenzen gemessen werden. Die Angaben der Messergebnisse erfolgt in Centipoisen oder Centistoks.

Messgenauigkeit: (lt. PTR.) $\pm 0,5\%$ bei Zimmertemperatur und $\pm 1\%$ bei Temperaturen bis 95°C .

Das früher gebräuchliche Engler-Viskosimeter, das auch in DIN DVM 3655 genormt ist, wird zweckmäßigerweise nicht benutzt, da es vor allem für die niedrig viskosen Treibstoffe des Benzin und Dieselöl-Siedebereiches ungenau arbeitet.

Die Bestimmung von Stock- und Schmelzpunkt.

Unter Stock- bzw. Schmelzpunkt eines Stoffes versteht man den Zustand, bei dem der Übergang vom flüssigen zum festen Zustand bzw. vom festen zum flüssigen Zustand stattfindet. Es handelt sich in den wenigsten Fällen bei Mittelölprodukten um einen ausgesprochenen Kristallisationspunkt, wie man ihn von den organischen Verbindungen her kennt, sondern es findet meist ein allmählicher Übergang von einem Zustand zum andern statt, so dass nur durch eine strenge Normung von Thermometern, von Prüfgeräten und Prüfmethode reproduzierbare Angaben gemacht werden können. Da man einen sehr weiten Temperaturbereich bestreichen muss, sind mehrere Methoden ausgearbeitet worden, die sinngemäss angewendet werden müssen. Bei uns werden folgende Methoden angewandt:

1. Stockpunktbestimmung nach LIN DVM 3662
2. Bestimmung von Trübungspunkt, Ausflockungspunkt und Stockpunkt im Stelling-Apparat.
(Vergl. Holde, Kohlenwasserstofföle und Fette, 7. Aufl. Seite 49)
3. Stockpunktbestimmung am drehenden Thermometer
(galizische Methode (Vergl. Holde-Kohlenwasserstofföle und Fette, 7. Aufl. Seite 298)
4. Schmelzpunkt in der offenen Kapillare
5. Schmelzpunkt in geschlossener Kapillare
6. Erstarrungspunkt nach Shukoff (Vergl. Holde, Kohlenwasserstofföle und Fette, 7. Aufl., Seite 296)

1. Stockpunkt nach der genannten Methode.

Prüfverfahren

Vorbereitung des Öles.

Zur Vorbereitung der Untersuchung ist das Öl 10 Minuten lang auf 50°C zu erwärmen und dann in ein Probeglas von 18 cm Länge und 4 cm lichter Weite 4,5 cm hoch so einzufüllen, dass kein Öl an der Innenwandung hinunterfließt. Das Probeglas ist in 4,5 cm Höhe über dem Boden mit einer Strichmarke zu versehen. Ein Stockpunkt-Thermometer wird durch einen auf das Probeglas passenden eingekerbten Korken senkrecht so gehalten, dass das untere Ende des Thermometergefässes etwa 1,7 cm über der Mitte des Bodens des Probeglasses steht. Da bei dieser Stellung seine Wandungen überall gleich weit von den Wandungen des Probeglasses entfernt sind, wird ein gleichmässiges Vordringen der Abkühlung zum Thermometergefäss erreicht. Das Probeglas mit dem Öl wird in einem Wasserbade von $19 - 20^{\circ}$ auf 20°C abgekühlt.

Thermometer

Die Stockpunkt-Thermometer müssen nachstehenden Bedingungen entsprechen:

Die Skala soll bei Quecksilberfüllung von -38 bis $+50^{\circ}$ C, bei Alkohol und Petanfüllung von -70 bis $+50^{\circ}$ C reichen und 180 ± 5 mm über dem unteren Ende des Thermometers beginnen.

Das Thermometergefäß soll zylindrisch sein, einen Durchmesser von $5 \pm 0,5$ mm und eine Länge von 12 ± 1 mm haben. Der Inhalt des Rohres zwischen Gefäß und Anfang der Skala soll nicht grösser als $1/30$ des Gefäßinhalts sein. Das zylindrische Umhüllungsrohr der Skala soll einen Durchmesser von $10 \pm 0,5$ mm betragen. Die Thermometer sollen bei einer Eintauchtiefe von 180 mm und einer Temperatur des herausragenden Fadens von 15° richtig zeigen und ausser dem Herstellerzeichen nur die Aufschrift "Zur Stockpunktprüfung nach DIN DVM 3662" tragen. Nur auf dem Prüfschein der Thermometer vermerkte Berichtigungen sind zu berücksichtigen.

Berichtigungen für den herausragenden Faden sind unstatthaft. Für Schiedsanalysen sind Thermometer zu benutzen, die von einer amtlichen Prüfstelle ausdrücklich für den vorliegenden Zweck geprüft sind.

Abkühlung.

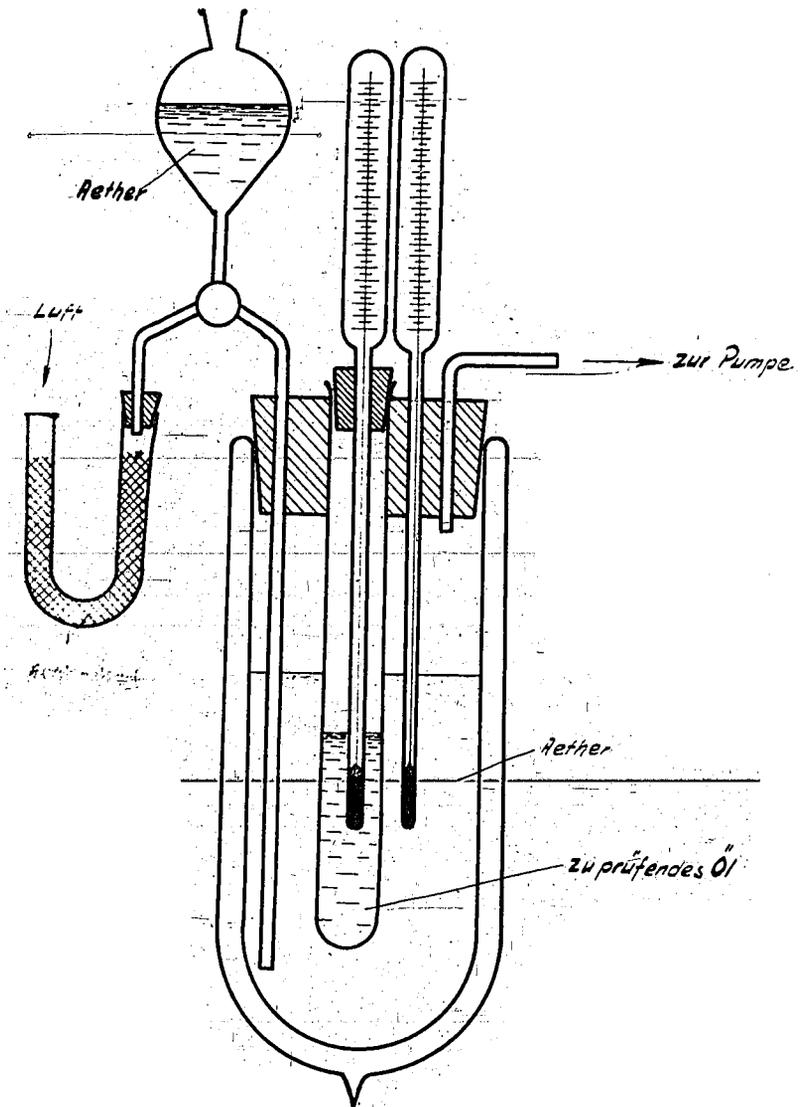
Sobald die Temperatur erreicht ist $- +20^{\circ}$ C -- muss mit der weiteren Abkühlung begonnen werden, die stufenweise oder gleichmässig fortschreitend durchgeführt werden kann.

a) Stufenweise Abkühlung.

Das Probeglas wird senkrecht 15 bis 16 cm tief nacheinander in Kältebäder von 0° , -5° , -10° und -20° C gebracht. Es wird stets in das nächste kältere Bad gebracht, wenn das Thermometer nur mehr 3° höher als die Badtemperatur anzeigt. Unterhalb -20° wird nach b) weitergekühlt.

b) Gleichmässig fortschreitende Abkühlung.

Das Probeglas wird senkrecht 15 bis 16 cm tief in ein passendes Weinhold-Dewar-Gefäß gebracht, das bis mindestens 12 cm über dem Boden des Probeglasses mit Alkohol gefüllt ist, der unter dauerndem Umrühren durch Zugabe fester Kohlensäure langsam abgekühlt wird. Dabei soll der Unterschied zwischen der Anzeige



Stöckpunktbestimmungsapparat

nach Stelling.

des Thermometers im Alkohol und desjenigen im Öl 5 bis 6°C betragen. Man soll so eine Abkühlungsgeschwindigkeit von etwa 1° in 3/2 bis 4 Minuten erreichen.

Endbeobachtung.

Nach je 2° Temperaturabnahme des Öles wird das Probeglas herausgenommen und geneigt. Die Temperatur, bei der sich beim Neigen unmittelbar am Thermometer kein Wulst mehr bildet und auch anschliessend bei waagrecht gehaltenem Probeglas während 10 Sekunden keine Bewegung des Öles beobachtet wird, gilt als Stöckpunkt. Bewegungen des Thermometers und Erschütterungen sind unbedingt zu vermeiden.. Bei Schiedsanalysen sind wenigstens 2 Versuche durchzuführen, wobei die Probegläser einmal jeweils bei den geraden Temperaturzahlen, das andere Mal jeweils bei den ungeraden Temperaturzahlen herauszunehmen sind.

Prüffehler: $\pm 2^{\circ}\text{C}$.

2.) Der Stelling-Apparat ist sehr geeignet um den durch geringen Wassergehalt verursachten Trübungspunkt bei Benzin und Dieselölen festzustellen. Weiter ist er geeignet, den durch Paraffinausscheidung verursachten Ausflockungspunkt bei wasserhellen oder schwach gefärbten Dieselölen mit grosser Genauigkeit zu bestimmen, anschliessend an den Ausflockungspunkt kann dann auch der Stöckpunkt von Dieselölen usw. ermittelt werden. Die untere Temperaturgrenze des Stelling-Apparates liegt etwa bei -25°C .

Prüfverfahren.

Benutzt wird der in Abb. 11 abgebildete Apparat. Er besteht aus einem Glas-Dewar-Gefäss, das etwa 2/3 mit Äther gefüllt ist. Durch den Äther wird vorgetrocknete Luft geleitet, die ihn teilweise verdampft und dadurch abkühlt. Die Temperatur wird mit einem in 0,5° geteilten Stockthermometer gemessen. In den Äther ist weiter eingeführt ein Reagenzglas, das mit dem zu untersuchenden Stoff bis zu einer bestimmten Strichmarke gefüllt ist. Die Temperatur des Produktes wird ebenfalls mit einem Stockthermometer, das in 1/2 Grad geteilt ist, gemessen.

Nach Einfüllen des Produktes saugt man so langsam Luft mit einer Wasserstrahlpumpe durch den Äther, dass die Temperaturdifferenz zwischen dem Produkt und dem Äther höchstens $2-3^{\circ}$ beträgt und beobachtet dabei das Reagenzglas. Man kann bei löslichen Ölen leicht den Punkt beginnender Trübung und auch den Punkt, bei dem zum ersten Male feste Ausscheidungen auftreten, als Trübungspunkt und Ausflockungspunkt bestimmen. Bei weiterem Abkühlen wird das Produkt fest, was man durch Herausnehmen des Reagenzglases aus dem Äther in gewissen Zeitabständen feststellen kann. Für die Temperatur, bei der der Stockpunkt erreicht ist, gilt das gleiche wie bei Methode 1, d.h. der Stockpunkt ist erreicht, wenn bei waagrecht gehalten des Reagenzglases während 10 Sekunden keine Bewegung des Öles beobachtet wird.

3. Zur Bestimmung des Stockpunktes fester Substanzen mithilfe der Drehmethode, verflüssigt man die Stoffe in einer kleinen Porzellanschale und nimmt dann mit einem Thermometer, dessen Quecksilbergefäß kugelig ausgebildet ist, einen Tropfen heraus. Man dreht nun das Thermometer langsam in einen Rundkolben oder Erlenmeyerkolben, damit es vor Zugluft geschützt ist. Fließt der Tropfen nicht mehr an der Kugel nach unten ab, sondern bewegt sich bei der Drehung mit, gibt die sofort abgelesene Temperatur den Erstarrungspunkt an. Die Methode gibt sehr gut reproduzierbare Werte. Prüffehler: $2 - 2^{\circ}$.

4. Der Schmelzpunkt in der offenen Kapillare wird meist für Weichparaffine und Tafelparaffine angewandt. Man füllt dazu eine 100 mm lange Glaskapillare von 1 mm Weite an einem Ende etwa 3 - 4 mm hoch mit Paraffin, befestigt die Kapillare an einem geeigneten Thermometer, sodass das Paraffin neben der Quecksilberkugel sitzt und stellt das Thermometer in ein Becherglas, in dem sich das zum Erwärmen siedende Wasser befindet. Das Erwärmen muss allmählich und unter häufigem Umrühren des Wassers geschehen. Der Wärmegrad, bei dem das Fettsäulehen durchsichtig wird und in die Höhe schnellt, ist als der Schmelzpunkt anzusehen.

5. Der Schmelzpunkt in geschlossener Kapillare wird bestimmt in der Weise, wie es bei organischen Substanzen üblich ist. Man liest den Klarpunkt ab.

6) Erstarrungspunkt nach Shukoff.

Bei einem Erstarrungspunkt nach Shukoff verfolgt man den Temperaturverlauf beim Abkühlen der geschmolzenen Masse. Am Erstarrungspunkt wird die Schmelzwärme frei und verursacht dadurch bei entsprechender Isolierung des Gefäßes einen Haltepunkt, der auf $1/10^{\circ}$ genau bestimmbar ist. Das Prüfgerät besteht aus Glas mit einem Vakuum-Mantel. Es wird beinahe vollständig mit der geschmolzenen Masse gefüllt. Das Thermometer setzt man mit einem Korkstopfen so ein, dass die Quecksilberkugel in der Mitte des Gefäßes sitzt und liest alle 30 Sekunden ab. Man kann auch während des Abkühlens bis etwa 5° oberhalb des zu erwartenden Erstarrungspunktes schütteln und dann ohne weiteres Schütteln die Ablesung vornehmen.

Bei Tafelparaffinen findet man meist sehr gut ausgeprägte Haltepunkte, während die Hartparaffine im allgemeinen nur einen kaum sichtbaren Knickpunkt haben.

Bestimmung des Abdampftestes und Bombenteste.

Für die Beurteilung von Leichtkraftstoffen sind Abblase-, Abdampf- und Bombenteste von Bedeutung für das Verhalten im Motor und bei der Lagerung. Enthält nämlich ein Kraftstoff grössere Mengen nicht verdampfbarer Anteile, so treten leicht Verpichungen und Verklebungen der Ventile auf. Andererseits kann auch ein Leichtkraftstoff Stoffe enthalten, die erst bei der Lagerung die Bildung solcher nicht verdampfbarer Anteile verursachen und dann bei späterer Verwendung ebenfalls Verklebungen der Ventile herbeiführen. Es wurden nun verschiedene Prüfmethode entwickelt, um sowohl das Verhalten des direkt aus der Produktion kommenden Kraftstoffes bez. Veerdampfbarkeit festzustellen, als auch sein Verhalten nach längerer Lagerungszeit. Für die Beurteilung des frisch hergestellten Produktes dient der Abdampf- und Abblasetest und für die Beurteilung des Produktes nach längerer Lagerzeit der Bombentest.

1. Abblasetest.

Der Abblasetest kann in Glas- oder Kupferschalen ausgeführt werden. Er ergibt dabei etwas differierende Werte, da die Kupferschale auf den Treibstoff einwirkt und falls leicht veränderliche Substanzen vorhanden sind, diese bereits ausscheidet. Bei uns wird daher meist der reine Glasschalentest ausgeführt und die Lagerbeständigkeit nur nach dem Bombentest beurteilt.

Zur Ausführung des Abblasetestes misst man 100 ccm des zu untersuchenden Kraftstoffes ab in einen Scheidetrichter. Man lässt ihn dann in eine Glasschale, die auf kochendem Wasserbad steht, und halbkugelig mit flachem Boden ausgebildet ist mit einem Durchmesser am oberen Rande von 90 mm und einer Höhe von 50 mm eintröpfeln. Gleichzeitig bläst man einen auf ca. 80° vorgewärmten Luftstrom mit solcher Geschwindigkeit in die Glasschale hinein, dass 100 ccm Kraftstoff in etwa 3/4 Stunde verdampft sind. (Geschwindigkeit des Luftstromes ca. 1 m³/Std.) Nach dem Abdampfen wird die Glasschale bei 105° im Trockenschrank 1 Stunde belassen und zurückgewogen.

im allgemeinen wird von Kraftstoffen verlangt ein Abblaserückstand, der unter 10 mg/100 cm³ liegt.

Zusätzliche Prüffehler: +2 mg.

2. Bombentest.

Die Kurzprüfung auf Lagerbeständigkeit wird in der Eggloff-Bombe vorgenommen. Dabei wird der Kraftstoff bei 70° oder bei 100° mehrere Stunden lang der Einwirkung von Sauerstoff ausgesetzt. Der Sauerstoffdruck beträgt in kalter Bombe 7 atü und steigt bei 70 bzw. 100° auf ca. 10 atü. Die Einwirkungszeit ist im allgemeinen 4 Stunden. Nach dieser Zeit wird die Temperatur heruntergenommen, die Apparatur entspannt und vom Produkt erneut ein Abblasetest bestimmt. Enthält der Treibstoff Anteile leicht polymerisierbarer Natur, so steigt der Abblasetest durch die Sauerstoffbehandlung an. Unter Umständen ist auch die Einwirkung so stark, dass bereits eine kräftige Oxydation stattfindet, die zu einem vorzeitigen Abfallen des Druckes führt. Man bezeichnet die Zeit, innerhalb deren der Sauerstoffdruck konstant geblieben ist, als Induktionszeit. Proben, bei denen innerhalb von 4 Stunden kein Abfallen eingetreten ist, werden als stabil bezeichnet, und man gibt für die Induktionszeit mehr als 240 Minuten an. In besonderen Fällen lässt man auch die Bombenteste durchlaufen bis der Druck abfällt und misst dann die gesamte Induktionszeit, die unter Umständen viele Stunden betragen kann.

Im einzelnen misst man in die mit Glasstopfen versehenen 250 ccm fassenden Glaseinsätze 200 ccm des Treibstoffes ab, stellt den offenen Einsatz in die Bombe und verschliesst die Bombe sorgfältig. Dann wird der Sauerstoff nach zweimaliger Entleerung zur Entführung der Luft aufgedrückt und man heizt dann möglichst rasch auf die Versuchstemperatur an. Der Druck wird mit einem Druckschreiber graphisch aufgezeichnet. Nach Beendigung des Versuches wird zuerst abgekühlt und dann der überschüssige Sauerstoff abgelassen. Man öffnet dann die Bombe vorsichtig wieder und nimmt den Glaseinsatz heraus und führt wie oben angegeben den Abblasetest durch. Hat sich am Boden des Gefäßes ein öliger Rückstand gebildet, so verdünnt man mit Alkohol-Benzol-Gemisch 1:1 bis die gesamte Flüssigkeit homogen geworden ist. Der Abblaserückstand wird dann entsprechend auf die Originalsubstanz umgerechnet. Der Apparat kann in Deutschland von Julius Peters, Berlin, bezogen werden. Ist der Abblasetest für Kraftstoff auf 10 mg festgesetzt, so verlangt man für den Bombentest, dass ^{das} Produkt bei der vorgeschriebenen Temperatur, d.h. bei 70 oder 100° stabil bleibt und nach der Sauerstoffbehandlung einen Abblasetest von nicht mehr als 20 mg/100 ccm hat.