

3445 - 30/5.01 - 1

B-34

000001

Dienstanweisung

für

Betriebsstoff-Untersuchungstrupps



Oberkommando des Heeres
(Ch H Rüst u. Bd E)
Wa Prüf 6/IV e

000002

Vorläufige
Dienstanweisung
für
Betriebsstoff-Untersuchungstrupps

Inhalts-Verzeichnis. 000003

Seite

<u>1. Aufgaben der Betriebsstoff-Untersuchungstrupps</u>	1
<u>2. Richtlinien für die Untersuchung und Grenzdaten von Beutebetriebsstoff.</u>	2 - 5
<u>3. Verwendung der Waffenpflegemittel, Schmiermittel, Brämsflüssigkeit und Kochbadflüssigkeit bei großer Kalte</u>	6 - 6a
<u>4. Technische Lieferbedingungen für</u> Kühlwasserfrostschutzmittel Glysantin K Abschmierfett TL Nr. 6014 Ottokraftstoffe	7 8 - 8a 9 - 10
Dieselkraftstoffe	11
Motoreneneinheitsöl	12
<u>Getriebeöl</u>	12a
Waffenschmieröl TL Nr. 6021	12b
Waffenreinigungsöl TL Nr. 6007	12c
Lederöle und Lederfette TL Nr. 6003	12d
Schutzfett 40 TL Nr. 6017	12e
Schutzoel 39 TL Nr. 6018	12f
Oele für Feinmechanik TL Nr. 6010	12g
Wagenschmiere TL Nr. 6022	12h
Schutzfett 40Tp TL Nr. 6023	12i - 12m
<u>5. Untersuchungsmethoden</u>	
<u>— Probenahme</u>	13 - 16
Dichte	17. - 18
Siedeverhalten	19 - 21
Verdampfungsrückstand	22
Dampfdruck nach Reid	23 - 24
Bleitetraäthylgehalt	25 - 25a
Schwefelgehalt	26
Wassergehalt	27
Heizwert	28 - 30
Kältebeständigkeit	31 - 32
<u>Verhalten gegen Kupfer</u>	33
Verhalten gegen Zink	34 - 35
Flammpunkt(nach Pensky-Martens)	36 - 37
Flammpunkt (Marcuson)	38 - 40

000004

Aschegehalt	41
Zähflüssigkeit und Polhöhe	42 - 48
Filtrierbarkeit	49 - 53
Neutralisationszahl	54
Säurewert	55
Verseifungszahl	56
Verkokbarkeit	57 - 58
Kloppfestigkeit	59
Außere Beschaffenheit v.Otto-Kraftstoffen.	60
Jodzahl	61 - 62b
Dimethylsulfatzahl	63
Verdampfbarkeit	64 - 65
Harz und Asphalt	66 - 67
Gesamtverschmutzung	68 - 69
Fließpunkt- und Tropfpunkt	70 - 71
Zündwilligkeit	72
Mischbarkeit von Dieselkraftstoffen	73
Außere Erscheinung von Getriebeöl	74
Korrosionstest für Getriebeöl	75
Straßenklopftest	76

Fließpunkt
Zündwilligkeit
Durchdrift

Aufgaben der Betriebsstoff-Untersuchungstrupps.

- 1.) Untersuchung aller bereits vorhandenen und künftig aus dem Heimatgebiet ankommenden Betriebsstoffe.

Die Untersuchungsergebnisse sind lt. Befehl OKH(Gen St d H/Gen Qu) Az. 417/37 Qu 3/II Nr.I.6496/41 vom 27.3.41 in Abschrift unmittelbar an Oberkommando des Heeres -Ch H Rüst u. BdE-(Wa Prüf 6/IV) zu übersenden.

In Zweifelsfällen, bei denen die Beschaffenheit der Stoffe nicht einwandfrei feststeht, oder ein Abweichen von den technischen Lieferbedingungen vermutet wird, sind Proben an das OKH(Wa Prüf 6/IWe) zu senden. Bei allen Meldungen und Probesendungen ist die Herkunft der Stoffe(Firma, Ankunftszeit und Zeit-usw.) genau anzugeben.

Die Untersuchung der aus dem Heimatgebiet stammenden Betriebsstoffe hat nach den Vorschriften von OKH(Wa Prüf 6) soweit, wie es feldlaboratoriumsmässig möglich ist, zu erfolgen. Die Betriebsstoffe müssen in den untersuchten Punkten den technischen Lieferbedingungen entsprechen.

- 2.) Nach Beginn von Kampfhandlungen ist der Schwerpunkt der Tätigkeit auf die Untersuchung von Beutebeständen zu legen. Berichte über die Qualitäten der vorgefundenen Betriebsstoffe sind wie unter 1) vorzulegen.

Es ist anzustreben, daß auch während der Operationen die Überwachung der aus dem Heimatgebiet ankommenden Betriebsstoffe durchgeführt wird.

Für die Beurteilung und Untersuchung von Beutebetriebsstoffen gelten die mitgegebenen Richtlinien.

- 3.) Die Heranziehung der Trupps zu anderen als im Rahmen des Betriebsstoffgebietes liegenden Aufgaben(z.B.Untersuchung von Metallen, Wasser usw.) ist zulässig soweit die technische Ausrüstung des Trupps dies gestattet. Jedoch ist die Untersuchung von Kampfstoffen mit dem Hinweis auf die hierfür ungeeignete Ausrüstung des Trupps abzulehnen.

R i c h t l i n i e nfür die Untersuchung und Grenzdaten von Beutebetriebsstoff.

Die Untersuchung von Beutebetriebsstoffen erstreckt sich auf die Prüfung auf Verseuchung und die Feststellung der Qualität.

Prüfung auf Verseuchung:

Nach den bisher gemachten Erfahrungen können Betriebsstoffe mit Zucker, Kolophonium oder anderen Harzen, Heizöl, Rohöl, Teer, Wasser, Kresol und Phenol verseucht sein. Es ist daher schon beim Erkunden der Betriebsstoff-Lager, beim Besteigen der Tankbehälter, beim Probenehmen usw. darauf zu achten, ob äußerlich Spuren von Verseuchungsstoffen festzustellen sind. Teer-, Kolophonium-, Zuckerspuren usw. sind dann gewöhnlich schon in der Nähe der Einfüllstutzen, auf Innenverstrebungen von Hochbehältern und dergleichen wahrzunehmen. Auch auf Büchsen und Kanister sowie deren Restinhalt in der Nähe der Tankbehälter ist zu achten. Verseuchte Betriebsstoffe sind sofort zu sperren und die betreffenden Behälter deutlich zu kennzeichnen. Ist alkoholfreier Kraftstoff mit Zucker verunreinigt, so genügt einfaches Filtrieren durch Tuch zwecks weiterer Verwendung.

Ottokraftstoffe werden laboratoriumsmässig auf Verseuchung überprüft durch:

- a) Ermittlung der Siedekurve,
- b) Bestimmung des Rückstandes aus der Destillation und durch den Abdampftest.

Ein Rückstand von 20 mg/100 cm² und weniger ist ohne Bedeutung vor allem, wenn der Kraftstoff ihn wieder aufzulösen vermag. Größere Rückstandsmengen, besonders wenn sie kraftstoffunlöslich sind, weisen auf Verseuchung mittels Teer, Kolophonium und anderen Harzen hin. Solche Kraftstoffe dürfen wegen der Verdichungsgefahr (Kolbenringe, Ventile, Vergaser) keinesfalls vor einer Redestillation freigegeben werden.

- c) Verfärbung von Lackmustestpapier deutet auf Verseuchung durch Laugen oder anorganische Säuren.

Dieselkraftstoffe werden durch Siedeanalyse, Bestimmung des Rückstandes und Verfärbung von Lackmuspapier überprüft.

Schmieröle durch Rückstand und Verfärbung von Lackmuspapier.

Feststellung der Qualität:

Beute-Ottokraftstoffe für Kettenfahrzeuge müssen wegen der starken thermischen Belastung der Motoren bei niederen Drehzahlen den technischen Lieferbedingungen entsprechen, besonders hinsichtlich Oktanzahl und Dampfblasenbildung. Beute-Ottokraftstoffe, die für Räderfahrzeuge in Betracht kommen, können während des Einsatzes von den technischen Lieferbedingungen abweichen. Die Prüfung auf Zusammensetzung geschieht zur Feststellung, ob es sich um Reinbenzin, Benzin-Benzol-Gemisch, Benzin-Alkohol-Gemisch oder Bleibenzin handelt.

Eine Dimethylsulfat-Zahl unter 20 deutet im allgemeinen auf Reinbenzin. Alkoholgehalt wird durch Auslaufen von Kopierschreiber und durch Ausschütteln mit Wasser festgestellt. Bleibenzin ist immer gefärbt (im Ausland gewöhnlich rot). Bleibenzin mit über 0,8 ccm/Ltr. Bleitetraäthyl ist Fliegerbenzin und kommt für erdgängbare Fahrzeuge wegen der starken Verbleitung nicht in Betracht. Solche Bestände werden der Luftwaffe überwiesen, wobei betont wird, daß für die Verwendbarkeit keine Verantwortung übernommen werden kann. Eine Jodzahl über 20 deutet auf Spaltbenzin, bzw. Mischung von Spaltbenzin und Straight-run-Benzin. Diese Benzine besitzen eine Oktanzahl von mindestens 65, soweit sie in normalen Siedegrenzen liegen. Siedeanalyse, Verdampfungstest, spez. Gewicht dienen zur Kennzeichnung der Qualitäten. Bei der Siedeanalyse kann folgende Abweichung zugelassen werden: bis 75° n.u. 35 R.-% im Sommer wegen Dampfblasenbildung bis 100° n.u. 25 R.-% im Winter wegen Startfähigkeit.

Im Sommer und in wärmeren Zonen ist wegen der Gefahr der Dampfblasenbildung möglichst auf die Innehaltung der vorgeschriebenen Siedekurve zu achten. Da nach den bisherigen Feststellungen die Oktanzahl im Ausland unter 74 liegt, können Otto-Kraftstoffe mit unter 74 liegender OZ in besonderen Mängelfällen für Räderfahrzeuge freigegeben werden, wobei betont wird, daß durch die über-

mässige Beanspruchung der Motoren dieser Fahrzeuge, da sie auf OZ 74 eingestellt sind, ernsthafte Schaden entstehen, und zwar sind die Schäden um so schwerer und umfangreicher, je niedriger die OZ ist, und je langer mit diesem Kraftstoff gefahren wird. Diese Maßnahme kann also nur während des besonderen Einsatzes im Interesse der kämpfenden und vorwärtseilenden Truppe ausnahmesweise ergriffen werden. Die Trupps müssen mit Hilfe der Verbleiungsanlage durch Zusatz von Bleitetraäthyl (Normal 0,4 ccm/ltr., höchstens 0,6 ccm/ltr.) oder durch Mischen mit Benzol die Klopffestigkeit der Kraftstoffe heraufzusetzen.

Beute-Dieselkraftstoffe sollen im allgemeinen in der Siedelage zwischen 140°C und 400°C , in der Viskosität zwischen $1,0$ und $2,0^{\circ}\text{E}$ bei 20°C und im spez. Gewicht bei 15°C bis $0,900$ liegen.

Da das Kälteverhalten der Beute-Dieselkraftstoffe meist sehr schlecht ist, kann Petroleum oder Benzin bis zu 50% bzw. bis zu einer Viskosität von $1,0^{\circ}\text{E}$ bei 20°C zugesetzt werden. Diese Maßnahme gilt nur für Aussentemperaturen unter 0°C .

Die Neutralisationszahl kann bis 1,0 steigen. Dieselkraftstoffe mit hoher Neutralisationszahl sollen nicht eingelagert, sondern gleich verbraucht werden. Da die Zinkkorrosion nicht abhängig ist von der NZ, ist die Prüfung der Korrosion gegen Zink und die Bestimmung von Zink im Dieselkraftstoff unbedingt notwendig, wenn es sich um größere Bestände handelt, die nicht dem laufenden Verbrauch dienen.

Ist Dieselkraftstoff sehr knapp oder überhaupt nicht vorhanden, so kann vorübergehend Ersatz durch Mischung von Leichtkraftstoff mit mindestens 3% bis zu 5% Motorenheizöls geschaffen werden.

Beute-Motorenöl können folgende Abweichungen von den technischen Lieferbedingungen haben:

- 1) Dichte bei 20°C nicht über 0,920
- 2) Zähflüssigkeit bei 50°C nicht über $10,0^{\circ}\text{E}$ (im Sommer vorübergehend auch 12°E), im Winter: Zähflüssigkeit bei -15°C nicht über 1800°E (extrapoliert)
- 3) Polhöhe nicht über 2,5

000009

4) Neutralisationszahl nicht über 0,2

5) Verseifungszahl nicht über 0,4

Beute-Getriebeöle sollen in der Zähflüssigkeit nicht über 25° E bei 50°C und über 6000° E(extrapol.) bei -15°C liegen. Hochdruck-Getriebeöle können verwendet. Hypoid-Getriebeöle müssen wegen ihres korrodierenden Angriffes abgelehnt werden(Nachweis durch den Korrosionstest für Getriebeöl).

Beute-Abschmierfette müssen natronverseift sein und infolgedessen einen Tropfpunkt nach Ubbelohde von über 110 °C haben. Kalkverseifte Fette, die zur Unterscheidung von natronverseiften Fetten einen Tropfpunkt von unter 110°C haben, sind abzulehnen. Das Einheitsabschmierfett des Heeres ist ein natronverseiftes Fett. Werden natronverseifte und kalkverseifte Fette gemischt, so fällt das Fett aus einander und verursacht ernsthafte Schäden.

000010

Verwendung der Waffenpflegemittel, Schmiermittel,
Bremsflüssigkeit und Kochbadflüssigkeit bei großer Kälte.
(Auszug aus dem H.V.Bl. 1941, 57. Ausgabe).

1. Waffenreinigungsöl, Waffenschmieröl und - soweit noch vorhanden - M.G.Öl sind bei Temperaturen bis minus 30°C verwendbar. Bei höheren Kältegraden müssen diese Öle zur Erhaltung in flüssigem Zustande nach Bedarf (jeweils zur Anpassung an die Außentemperatur) mit Petroleum vermischt werden. Die Beimischung von Petroleum darf jedoch 25 v.H. der Gesamtmenge nicht übersteigen (mithin höchstens 1 Teil Petroleum auf 3 Teile Öl). Sie bleiben dann bis zu etwa minus 50°C flüssig. Für die Zeit größerer Kalte erhalten die Truppen im Osten und in Norwegen frostsicheres Waffenreinigungsöl und frost-sicheres Waffenschmieröl, brauchbar bis minus 40°C. Bei tieferen Temperaturen müssen auch diese Öle nach den Grundsätzen in Abs. 2 mit Petroleum vermischt werden. Fässer mit frost-sicheren Öl tragen die Aufschrift "Frostsicher".
2. Abschmierfett - für Gleit-, Kugel- und Rollenlager sowie für alle nicht durch Waffenschmieröl zu befriedigende Schmierzwecke - ist bis minus 15°C, bei Zusatz von Petroleum bis minus 50°C brauchbar. Der Petroleumzusatz kann bis zum Sechsfachen der Fettmenge (1 Teil Abschmierfett und bis zu 6 Teilen Petroleum) betragen.
3. Auch Wagenschmiere (für pferdebespannte Fahrzeuge) muß bei Gefahr des Gefrierens mit Petroleum - soweit erforderlich - vermischt werden.
4. Öl für Feinmechanik (das an Stelle des bisher zuständigen Knochenöls getreten ist) ist bis minus 35 bis -40°C kältebeständig. Zum Ölen der Zieleinrichtungen erhalten die Truppen im Osten und in Norwegen für den Winter Vacuum-Servo-Öl 222, das bis minus 50°C frostsicher ist. Notfalls ist Waffenreinigungsöl nach Ziffer 1 zu verwenden.
5. Bremsflüssigkeit, braun, für Geschütze, ist bis minus 40°C brauchbar.

6. Bremsöl. Für Geschütze, die bestimmungsgemäß mit Bremsöl gefüllt sein müssen, ist als Bremsöl nur noch Shell-Öl AB 11 zu verwenden, das bis minus 60°C kältebeständig ist.

Bremsöle tschechischen, polnischen, französischen Ursprungs für Geschütze sind nur bis minus 20°C brauchbar und daher nach Aufbrauch oder bei größerer Kälte durch Shell-Öl AB-11 zu ersetzen.

7. Kochbadflüssigkeit (in Geschützen verwendet) hält bis minus 55°C.

8. Die optischen Geräte sind erst zum Teil mit kältebeständigem Fett versehen.

Geräte, die in der Nähe des Firmenzeichens die Buchstaben "KF" tragen, sind mit kältebeständigem Fett (Invarol) versehen, das bis zu minus 20°C einwandfreien Gang der Triebe gewährleistet.

Geräte, die statt des Zeichens "KF" oder zusätzlich eine ausgelegte hellblaue Kreisfläche tragen, sind mit Vacuumfett 1416 gefettet. Diese Geräte sind bis minus 40°C einwandfrei bedienbar.

9. Als Schmiermittel für Fahrräder ist Waffenschmieröl zu verwenden.

Technische Lieferbedingungen
für
Kühlwasserfrostschutzmittel Glysantin K.

1.) Reinheit: Das Frostschutzmittel muß klar und frei von festen Fremdstoffen sein.

2.) Dichte b.20°C: 1,1120 - 1,1180

Bestimmung nach DIN 3653.

3.) pH-Wert: Der pH-Wert einer Mischung von
45 R.T. Glysantin und
55 R.T. dest. Wasser
darf nicht unter 7 und
nicht über 8 betragen.
Bestimmung mit Indikatorpapier "Merck" mit Farbskala für den Bereich pH 1 - pH 10.

4.) Kälteverhalten: Eine Mischung von

45 R.T. Glysantin und

55 R.T. Wasser

muß bei -27°C noch flüssig sein.

Kristallbildungen dürfen vor Erreichung dieser Temperatur nicht auftreten.

Bestimmung nach DIN 3662.

Anmerkungen: Glysantin K ist korrosionsgeschütztes Aethylenglykol. Di- und Triethylenglycole werden in Anlehnung an die für Glysantin K festgelegten Richtlinien untersucht. Als behelfsmäßiges Frostschutzmittel kann in dringenden Fällen Aethanol (Motorenspirit) unter Beachtung der in der Vorschrift D 635/5 "Kraftfahrzeuge im Winter" gegebenen Hinweise verwendet werden. In Bezug auf Beute-Frostschutzmittel wird auf den Befehl OKH Gen St d H/Gen Qu/Qu 3/IIa Az. 416/36, Nr. I 25531/41 vom 23.8.41 verwiesen, nach dem Proben dieser Stoffe an OKH(Wa Prüf 6/IV) zur Nachuntersuchung und Freigabe einzusenden sind.

Heer

Vorläufige technische Lieferbedingungen für Abschmierfett

TL 6014**000013****Allgemeines**

1. Für Prüfung erforderliche Proben, falls Wiederholungsprüfung notwendig auch hierfür, ebenso deren Verpackung und Versand werden nicht besonders bezahlt.
2. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.
3. Auftragnehmer ist verpflichtet, auf Verlangen der abnehmenden Stelle den Nachweis zu führen, daß die verwendeten Rohstoffe rein deutsche Erzeugnisse sind.
4. Abschmierfett ist in verschlossenen Fässern mit noch nicht gesichertem Verschluß zur Abnahme vorzustellen.

Technische Forderungen

5. Abschmierfett muß ein homogenes, transparentes, ungefärbtes Fett sein.
6. Tropfpunkt: nicht unter + 130° C
Konsistenz bei + 50° C: 0,5 kg
" — 10° C: über 3,0 "
7. Wasserbeständigkeit bei normaler Temperatur:
Rubendes destilliertes Wasser von + 20° C darf von

dem Fett nach Einwirkungsdauer von 2 Tagen nicht getrübt werden (Glasstreifenmethode). Das Fett muß möglichst unverändert bleiben, d. h. es darf sich nicht ablösen, noch an der Oberfläche aufquellen oder Zersetzungsscheinungen aufweisen.

8. Wasserbeständigkeit bei erhöhter Temperatur:

Bei Einwirkung von ruhendem destilliertem Wasser von + 50° C während 5 Stunden muß das Fett die gleichen Bedingungen wie unter Ziffer 7 erfüllen.

9. Wasserbeständigkeit beim Rührversuch:

Bei Einwirkung von bewegtem Wasser von + 50° C während 2 Stunden muß das Fett die gleichen Bedingungen wie unter Ziffer 7 erfüllen.

10. Wärmebeständigkeit:

Nach 24-stündiger Lagerung bei + 75° C darf das Fett nicht mehr als 0,5% Öl abscheiden. Das Fett darf möglichst keine Veränderungen zeigen, d. h. es darf an der Oberfläche nicht verharzen, hart oder bröckelig werden.

11. Abschmierfett in handelsübliche Fässer füllen. Der Deckeldurchmesser des Fasses muß mindestens $\frac{1}{4}$ des Fäldurchmessers betragen.

12. Je einen Inhaltszettel (weißer Grund, Größe 105×148 mm) nach folgendem Muster auf jedem Faß haltbar anbringen.

kg									
Abschmierfett									
(Fertigungsfirma)					(Fertigungstag, -monat, -jahr)				
abgenommen									
(Ort)					(Abnahmestempel)				

Oberkommando des Heeres
Heereswaffenamt (Wa Chef Ing 1)

Fortsetzung s. Seite 2

Abnahme

13. Abschmierfett auf Einhalb der in Ziffer 5 gestellten Forderungen — Olabscheidung, mechanische Verunreinigungen sowie Knöthenbildung — stichprobenweise prüfen.

Zeigen sich mehrmals dieselben Beanstandungen, vorstellte Menge zurückweisen.

14. Zur Prüfung der in Ziffer 6 bis 10 gestellten Forderungen sind von jeder hergestellten Charge 1500 g einzusenden.

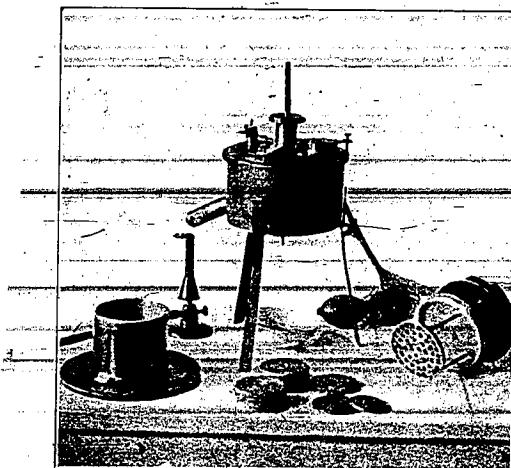
Fässer nach der Probeentnahme verschließen (plombieren, siegeln u. ä.).

15. Die folgenden Prüfungen an jeder eingesandten Probe vornehmen.

Bei Nichtgenügen auch nur einer Prüfung vorgestellte Menge zurückweisen.

16. Prüfung des Tropfpunktes (Ziff. 6) nach DIN DVM 3654, mit der Maßgabe, daß als Tropfpunkt erst die Temperatur gilt, bei der geschmolzenes Fett abtropft.

17. Prüfung der Konsistenz (Ziff. 6) im Brunck'schen Konsistenzprüfer. Hersteller des Apparates: Firma Julius Peters, Berlin NW 21, Stromstraße 39.



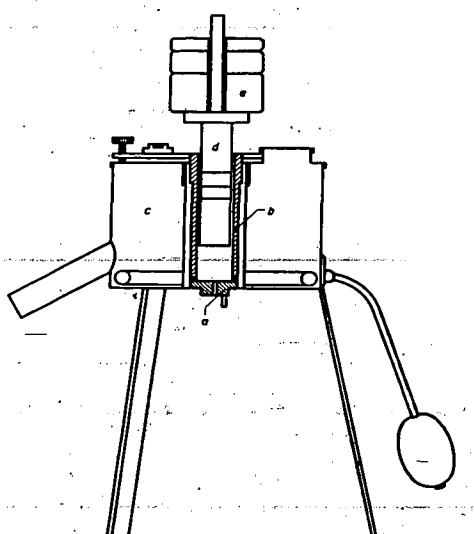
Unter „Konsistenzzahl“ wird das geringste Gewicht in Kilogramm verstanden, das in einer Zeit, bis zu 60 Sekunden, einen Fettstrang von 1 cm aus dem in der Abbildung dargestellten Konsistenzprüfer herauspreßt.

Zunächst wird das zu prüfende Fett während 5 bis 6 Minuten im Knetapparat (Petroleum-1934, Nr. 15, S. 1 ff.) in 200 gleichmäßigen Hüben durchgeknetet, wobei ein Hin- und Hergang des durchlöcherten Kolbens in dem Knetapparat einen Hub bedeutet.

Das so geknetete Fett wird dann sofort in etwa 10 mm dicker Schicht auf eine Glasplatte blasenfrei ausgestrichen. Nach Entfernung des abschraubbaren Unterteils (a) und des Versuchszylinders (b) wird das geknetete Fett sowohl in letzterem, als auch in den abschraubbaren Unterteil (a) völlig blasenfrei eingefüllt. Das Füllen geschieht durch senkrechtes Aufsetzen des Zylinders auf die mit Fett be-

strichene Glasplatte an immer wieder anderer Stelle der Fetschicht und durch scharfes Herunterdrücken und seitliches Abziehen zum Rande der Glasplatte hin, ohne daß der Zylinder dabei gekantet wird.

Konsistenzprüfer



Nach jedesmaligem Abziehen überzeuge man sich von der Blasenfreiheit der eingebrachten Fetschicht durch Aufsicht von unten. Etwa vorhandene Hohlräume sind vorsichtig mittels Spatels mit Fett auszufüllen. Das Unterteil schraubt man wieder an den Versuchszylinder und setzt letzteren in den Thermostaten (c). Der Zylinder selbst ist vor der Prüfung mit dem zu untersuchenden gekneteten Fett leicht einzuschmieren. Bei der Prüfung bei + 50° C wird Wasser, bei - 10° C wird Brennspiritus und Kohlensäure als Heiz- bzw. Kühlmittel in dem Thermostat verwendet. Mit Hilfe einer Schraube wird der Versuchszylinder senkrecht nach der Libelle in dem Thermostat ausgerichtet. Dann wird der Prüfkolben (d) durch langsames Herunterdrücken bis zu der unteren der drei auf ihm angebrachten Strichmarken eingeführt. Der Stempel darf nicht schneller als innerhalb einer halben Minute bis zur unteren Strichmarke eingedrückt und muß mit dem beigegebenen Distanzstück festgelegt werden. Die überschüssige Fettmenge tritt dann aus der Öffnung des Unterteils aus. Bei der Prüfung bei + 50° C wird nach 45 Minuten, bei der Prüfung bei - 10° C nach 2 Stunden der Versuch durchgeführt. Steht nur ein Konsistenzmesser zur Verfügung, so muß unmittelbar vor der zweiten Prüfung eine neue Menge im Originalzustand angeliefertes Fett hierfür 200 mal geknetet werden, da das Fett unter Umständen seine Konsistenz sehr schnell ändert.

Die Konsistenz des Fettes wird folgendermaßen ermittelt:

Wird durch die eigene Schwere des Kolbens, der 0,5 kg wiegt, 1 cm Fett in einer Zeit bis zu 60 Sekunden nicht herausgedrückt, so muß eine zusätzliche Belastung vorgenommen werden und zwar:

bei einer Konsistenzzahl von 0,5 bis 1,0

— eine zusätzliche Belastung v. 100 g

bei einer Konsistenzzahl von 1,0 bis 2,95

— eine zusätzliche Belastung v. 150 g

Die Gewichte (e) müssen vorsichtig aufgelegt werden, Belastungsänderungen dürfen stets nur unter Gewichtszunahme erfolgen, wobei es aber gestattet ist, im Vorversuch eine solche durch Gewichtsaustausch vorzunehmen. Nach jeder Belastung wird 2 Minuten bis zur Ausführung der Messung bzw. bis zur Neubelastung gewartet, wobei je nach der Struktur des Fettes schon ein Austreten des Fettes aus der Düse erfolgen kann. Die erforderliche Belastung muß während des Vortests (zwischen der unteren und mittleren Strichmarke) ermittelt werden. Vom Beginn des Hauptversuches (mittlere Strichmarke) bis zu seinem Ende (oberen Strichmarke) werden fortlaufend Messungen ausgeführt, wobei zwischen jede Messung eine Pause von einer Minute eingeschaltet wird. Vor jeder Messung wird der aus der Düse herausgedrückte Fettstrang mit einem Spatel glatt abgestoßen.

Bei Fetten, die den angeführten Beschaffenheitsbedingungen entsprechen, tritt bei Steigerung der Belastung der Fettstrang in einer der Gewichtssteigerung entsprechenden kürzeren Zeit aus. Einen plötzlichen Konsistenzabfall dürfen die Fette nicht zeigen. Tritt z. B. bei zusätzlicher Belastung von 100 g — das sind 0,6 kg Gesamtbelaistung — 1 cm Fett in 80 Sekunden aus der Düse aus, und nach weiterer Gewichtssteigerung von 100 g (das sind dann 0,7 kg Gesamtbelaistung) plötzlich schon in 10 Sekunden, dann sind derartige Fette als untauglich zu bezeichnen. Während der Hauptversuchsperiode müssen unter Zugrundelegung obiger Angaben mindestens 10 Messungen vorgenommen werden können.

18. Prüfung auf aktiven Schwefel (Ziff. 6) wird wie folgt durchgeführt.

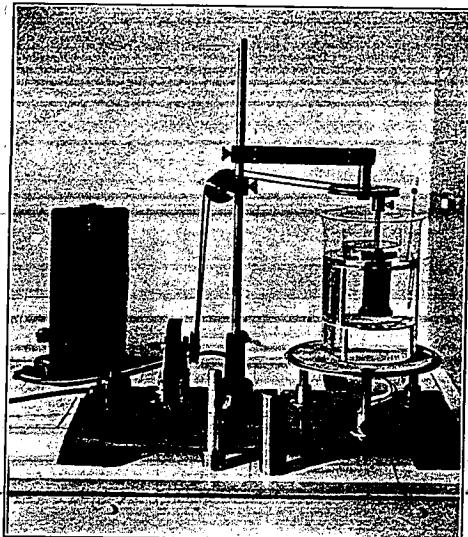
Ein blauer Kupferstreifen 100×10×1 mm wird 2 Stunden bei + 50° C im Trockenschrank in dem aus dem zu prüfenden Fett abgeschiedenen Grundöl erhitzt. Der Kupferstreifen muß blank bleiben oder höchstens schwach dunkel anlaufen.

19. Prüfung der Wasserbeständigkeit (Ziff. 7 und 8) wird folgt durchführen.

Auf einen Glassstreifen von 160 mm Länge und 15 mm Breite, der zum besseren Haften des Fettes geätzt ist, wird mit Hilfe einer Messingschablone (VDE — Schrift Nr 0351 [1927]) von 1 mm Dicke und einem Fenster von 100×10 mm eine Fettschicht von 100 mm Länge und 10 mm Breite und 1 mm Dicke aufgetragen. Der so vorbereitete Glassstreifen wird in ein 10 cm³ destilliertes Wasser enthaltendes sogenanntes Milchprobeschlüsschen (etwa 1/4 l Inhalt) gestellt und während der vorgeschriebenen Zeiten beobachtet. Es ist darauf zu achten, daß die Fettschicht auf dem Glassstreifen so aufgetragen wird, daß die oberen 5 mm der Fettschicht aus dem Wasser herausragen, damit der Grad der Veränderung des Fettes während der Lagerung besser beurteilt werden kann. Hat sich die Fettschicht nach den vorgeschriebenen Zeiten nicht verändert, so kann die Prüfung abgebrochen werden, das gleiche gilt bei wesentlicher Abweichung von den Anforderungen. Sollte bei dem Ver-

such, bei normaler Temperatur nach 2 Tagen eine geringe Wasserträbung oder eine geringe Veränderung der Fettfläche aufgetreten sein, so ist die Beobachtung auf eine Woche auszudehnen.

20. Prüfung der Wasserbeständigkeit beim Rührversuch (Ziff. 9) wird in der in nachfolgender Abbildung wiedergegebenen Apparatur durchgeführt. Hersteller: Firma Julius Peters, Berlin NW 21, Stromstraße 39.



Das Fett wird in dem Drahtzylinder von 0,7 mm Maschenweite und 0,5 mm Drahtdicke gepreßt und der herausgedrückte Überschuß entfernt. Auf diese Weise erhält man immer die gleiche Fettfläche. Nach dem Einsetzen des Zylinders in die Apparatur führt man das Fett 2 Stunden bei + 50° C in 750 cm³ destilliertem Wasser mit 50 U/Min., wobei das Auftreten von Flüssigkeitschichten, wie dies im ruhenden System der Fall ist, vermieden wird. Die 750 cm³ destilliertes Wasser befinden sich in einem 1 l-Becherglas, das in einem mit Wasser von + 51° C gefüllten 4 l-Becherglas steht. Die Beheizung erfolgt elektrisch. Die Rührvorrichtung wird durch einen Motor angetrieben.

21. Zur Prüfung der Wärmebeständigkeit (Ziff. 10) werden 25 g Fett in einem 1-G-3-Tiegel der Firma Schott eingefüllt. Nach Anbringen von 3 Büroklammern unterhalb der Siebplatte als Füße — um dem durchfließenden Öl freien Abfluß zu ermöglichen — wird der gefüllte Tiegel in einer Petrischale 24 Stunden bei + 75° C im Trockenschrank erhitzt. Nach dem Abkühlen im abgeschalteten Trockenschrank und Abwischen des unteren Tiegelrandes erfolgt die Wägung.

22. Nach erfolgter Abnahme, Abnahmestempel mit lichtbeständiger Farbe auf Inhaltszettel setzen.

Zur Zeit gelten folgende Abweichungen von den
Vorläufigen technischen Lieferbedingungen
für Abschmierfett (TL 6014).

a) Zu Punkt 6, Konsistenz bei + 50°C:

Die Konsistenzzahl darf von 0,5 kg bis auf
0,3 kg gesenkt werden.

b) Zu Punkt 7 und 8, Wasserbeständigkeit bei normaler
und erhöhter Temperatur:

Eine leichte Trübung des Wassers nach 1 Tag bzw.
2 Stunden ist zulässig.

c) Zu Punkt 9, Wasserbeständigkeit beim Rührversuch:

Bei der Einwirkung von bewegtem Wasser von 50°C
darf bereits nach einer Stunde eine leichte Trübung
des Wassers eintreten.

Technische Lieferbedingungen für Otto-Kraftstoffe.

Gültig im Winter 1941/42.

Kraftstoff-Art	Fahrbenzin-Tel	Bi-Bo-Tel-Gemisch
Farbe	gelb	rot
Allgemeines	Die Kraftstoffe müssen klar, frei v. ungelösten Wasser u. festen Fremdstoffen sein und dürfen Kupfer nicht angreifen.	
Dichte (15°C)	0,720 - 0,780	0,740 - 0,780
Oktanzahl (Research-Methode)	74 ¹⁾	74 ¹⁾
Siedeverlauf bis 175°C	n.u. 40 Vol.%	n.u. 40 Vol.%
" 100°C	n.u. 30 "	n.u. 38 "
" 200°C	n.u. 95 "	n.u. 95 "
Dampfdruck (Reid) kg/cm ² b. 40°C:	0,20 - 0,80	0,20 - 0,80
Verdampfungsrückst. 100ccm/220°C:	nicht über 10 mg	
Kaltebeständigkeit:	bis -25°C klar und frei v. Kristallen ²⁾	
Heizwert in Wk/ltr.	7 500	7 650
Schwefelgehalt	nicht über 0,2 Gew.%	
Bleitetraethyl-Gehalt	n.u. 0,04 Vol.% ³⁾	n.u. 0,04 Vol.%

¹⁾ Mindest-OZ 73,5

²⁾ Für Ostheer ab 1.11.41 -40°C

³⁾ Vorübergehende Ausnahme: n.u. 0,06 Vol.%

Technische Lieferbedingungen für Otto-Kraftstoff

Gültig im Winter 1941/42.

Kraftstoff-Art	Bi-Bo-Gemisch	T-Kraftstoff
Farbe	rot	violett
Allgemeines	Die Kraftstoffe müssen klar, frei v.un-gelöstem Wasser u.festen Fremdstoffen sein u.dürfen Kupfer nicht angreifen.	
Dichte(15°C)	0,750-0,780 ¹⁾	0,740-0,780
Oktanzahl(Research-Meth.)	74 ²⁾	78 ³⁾
Siedeverlauf bis 75°C	n.ü. 40 Vol.-%	n.ü. 25 Vol.-%
" 100°C	n.u. 45 "	n.u. 38 "
" 200°C	n.u. 95 "	n.u. 95 "
Dampfdruck(Reid)kg/cm ² b. 40°C	0,20 - 0,80	0,20 - 0,60
Verdampfungsrückst.100ccm/ 220°C	nicht über 10 mg	
Kältebeständigkeit	bis -25°C klar u.frei v.Kristallen	4)
Heizwert in WE/ltr.	7-700	7-650
Schwefelgehalt	nicht über 0,2 Gew.-%	
Bleitetraäthylgehalt		n.u.0,04 Vol%

1) vorläufige Ausnahme 0,795

2) Mindest-OZ 73,5

3) Mindest-OZ 77,5

4) Für Osttheer ab 1.11.41 -40°C

Technische Lieferbedingungenfür
Dieselkraftstoffe.

Gültig vom 1.9.41 bis 31.3.42.

000019

	<u>Dieselkraftstoff</u>	<u>Sonderdieselkraftst. 2</u>
Allgemeines	Der Dieselkraftstoff muß frei v. festen Fremdstoffen sein.	
Dichte bei 20°C	0,805 ¹⁾	bis 0,860
Zähigkeit n. Engler bei 20°C (Vogel-Ossag)	1,1	bis 2,0 ²⁾
Stockpunkt	nicht über - 20°C ²⁾	
Filtrierbarkeit	200 ccm nicht über 60 sek. bei -15°C ³⁾	
• Leimpunkt (Pensky-Martens)	nicht unter 55°C	nicht unter 21°C
Neutralisationszahl	nicht über 0,4	
Korrasion - Zink	nicht über 4,0 mg Gewichtsabnahme	
Schwefelgehalt	nicht über 1,0 Gew.%	
Unterer Heizwert	nicht unter 9.900 WE/kg	
Zündwilligkeit	nicht unter 45 Cetanzahlen	
Wassergehalt	nicht über 0,5 Gew.%	
Aschegehalt	nicht über 0,05 Gew.%	
Verkokbarkeit ⁴⁾	nicht über 2,0 Gew.% Kok und Hartasphalt (Hegemann-Hammerich) bzw. n. üb. 0,05 Gew.% Kok (Conradson-Test)	
Siedeverhalten	bis 360°C mindestens 80 Vol.-%	
Mischbarkeit	Alle Dieselkraftstoffe müssen untereinander mischbar sein.	

1) Ausnahme 0,800

2) Vom 1.10. bis 31.10. für Ostheer: nicht über -30°C
vom 1.11. bis 28.2. für Ostheer: nicht über -40°C
ab 1.3. für Ostheer: nicht über -30°C
für Heimat und Westheer: nicht über -15°C3) Vom 1.10. bis 31.10. für Ostheer: bei -25°C
vom 1.11. bis 28.2. für Ostheer: bei -35°C
ab 1.3. für Ostheer: bei -25°C
für Heimat und Westheer: bei -10°C

4) Die Bestimmung der Verkokbarkeit wird noch umgestellt auf das neue Verfahren des HWA. Dementsprechend wird ein anderer Grenzwert festgelegt.

Technische Lieferbedingungenf ü r"Motoreneneinheitsöl der Wehrmacht"

1. Dichte 20°C nicht über 0,91
2. Verdampfbarkeit nicht unter 7% -nicht über 14%
3. Zähflüssigkeit -15°C

cSt:	nicht über 13 800
E :	nicht über 1 800
4. Zähflüssigkeit +100°C

cSt:	nicht unter 10,8 -nicht über 12,8
E :	nicht unter 1,9 -nicht über 2,1
5. Polhöhe nicht über 2,1
6. Harz und Asphalt nicht über 4,0 %
7. Gesamtverschmutzung frei
 - a) Hartasphalt frei
 - b) Feste Fremdstoffe frei
 - c) Verbrennbares frei
 - d) Asche Spuren
8. Neutralisationszahl nicht über 0,07
9. Verseifungszahl nicht über 0,25
10. Wasser frei

Flammpunkt nicht unter 200°

Vorläufige technischen Lieferbedingungen
für

"Getriebeoel für die Wehrmacht"

Ausgabe vom 11.8.1941.

Allgemeines: "Getriebeoel für die Wehrmacht" wird in Getrieben und Hinterachsen aller Wehrmacht-Kraftfahrzeuge verwendet. Das "Getriebeoel für die Wehrmacht" ist ein Mineraloel, das einen Zusatz zur Erhöhung der Druckaufnahmefähigkeit besitzen soll. Zusätze, die ausfallen oder ausfällend wirken, dürfen nicht enthalten sein.

II. Technische Forderungen:

1. Äußere Erscheinung: Frei von Bodensatz oder irgendwelchen Ausscheidungen.
2. Dichte bei 20°: nicht über 0,950
3. Verdampfbarkeit: nicht über 4% (200° Prüftemperat.)
4. Viskositäts-Temperatur-Verhalten:
 - a) Visk.b. 0°C nicht über 1500°E
 - b) " 100°C nicht unter 2,2°E n.über 2,7°E
 - c) Visk. Polhöhe: nicht über 2,5
5. Zusatz z. Erhöhung der Druckfestigkeit: Bei Verwendung von tier- u. pflanz. Fettungsmittelein muß der Gehalt über 3% betragen.
6. Asche: nicht über 0,05%
7. Korrosionstest: keine korrosiven Erscheinungen. Leichte Anlauffarbe des Kupferstreifens ist gestattet.
8. Prüfung der Druckaufnahmefähigkeit: Prüfung im Vierkugelapparat. Belastung mindestens 200 kg während einer Minute.

III. Getriebeoel für Variorexgetriebe:

Es gelten die gleichen Bedingungen bis auf die Viskosität:

Bei 100°C nicht unter 3°E
..... nicht über 4°E.

Heer

Vorläufige technische Lieferbedingungen für Waffenschmieröl

TL 6021**000022**

Allgemeines

1. Die zur Herstellung verwendeten Stoffe sind vor Zulassung des Waffenschmieröles an den Auftraggeber vertraulich mitzuteilen. Für diese Angaben als Herstellungsgeheimnis der Firma wird vom Auftraggeber Geheimhaltung zugesichert. Die Lieferfirmen sind verpflichtet, für jede beabsichtigte Abänderung der zugelassenen Zusammensetzung des Waffenschmieröles unaufgefordert die Einwilligung des Auftraggebers einzuholen.

2. Für Prüfung erforderliche Proben, falls Wiederholungsprüfung notwendig, auch hierfür, ebenso deren Verpackung und Versand werden nicht besonders bezahlt.

3. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.

4. Waffenschmieröl ist in verschlossenen, sauberen Fässern mit noch nicht gesichertem Verschluß zur Abnahme vorzustellen.

Technische Forderungen

5. Waffenschmieröl ist ein klares Mineralöl-Raffinat oder -Destillat mit Zusätzen, die Hochdruckeigenschaften bewirken.

6. Flammpunkt (o. T.): über 150° C
Kälteverhalten: unter -25° C flüssig (s. Ziff. 13)
Viskosität bei 20° C: zwischen 6 und 8° E
Viskosität bei 50° C: über 2,0° E
Neutralisationszahl: unter 0,1 (bei Verwendung von Fettsäure unter 3,0)
Fettölgehalt: 1 bis 3%
Gesamtschwefelgehalt: 0,5 bis 3,0%
Wasser: unter 0,1%
Hartasphalt: frei
Asche: unter 0,2%.

7. Das Waffenschmieröl muß frei von Verunreinigungen und harzartigen Bestandteilen sein. Bodensatz darf sich nicht bilden.

8. Waffenschmieröl in gut schließende, handelsübliche Fässer füllen. Beim Versand Eisenbahnverkehrsordnung Anlage C beachten.

9. Je einen Inhaltszettel (weißer Grund, Größe 105 mal 148 mm) nach folgendem Muster auf jedem Faß haltbar anbringen:

kg	
Waffenschmieröl	
(Fertigungsfirma)	(Fertigungstag, -monat, -jahr)
abgenommen	
(Ort)	(Abnahmestempel)

Gelöster Gedenkbrief der Ausgabe vom 25.10.1940
Bestimmung im Titel in Ziff. 1, 4, 5, 7, 8, 10
Bemerkung im Titel und im Inhaltszettel.
Ziff. 6

Oberkommando des Heeres

Heereswaffenamt (Wa Cheif Ing 1)

Fortsetzung siehe Rückseite

Abnahme

10. Aus jedem 10. Faß Waffenschmieröl, mindestens jedoch aus einem Faß jeder Lieferung, ist nach gründlichem Durchmischen, eine Probe von etwa 1 kg vom Abnehmer zu entnehmen und zur Untersuchung einzusenden. Nach der Probeentnahme sind die Fässer zu verschließen (plombieren, siegeln o. ä.).

11. Die nachfolgenden Prüfungen an jeder eingesandten Probe vornehmen. Bei Nichtgenügen auch nur einer Prüfung vorgestellte Menge zurückweisen.

12. Prüfung der in Ziffer 6 und 7 gestellten Forderungen erfolgen nach DIN DVM 3661, 3655, 3658, 3656, 3660 und 3657.

13. Zur Ermittlung des Kälteverhaltens wird das Öl in der unter DIN 3662 beschriebenen Apparatur 1 Stunde lang auf -25° C abgekühlt. Nach dieser Zeit muß es beim Umkehren des Probeglasses noch fließen, darf keine festen Bestandteile abscheiden und muß klar bleiben.

14. Die Bestimmung des Fettöl- und Gesamtschwefelgehaltes erfolgt nach den üblichen Untersuchungsmethoden.

15. Nach erfolgter Abnahme Abnahmestempel auf Inhaltszettel setzen.

Heer

Vorläufige technische Lieferbedingungen für Waffenreinigungsöl

TL 6007
B**000024****Allgemeines**

1. Die zur Herstellung verwendeten Stoffe sind vor Zulassung des Waffenreinigungöles dem Auftraggeber vertraulich mitzuteilen. Für diese Angaben, als Herstellungsgeheimnis des Lieferanten, wird vom Auftraggeber Geheimhaltung zugesichert. Die Lieferfirmen sind verpflichtet, für jede beabsichtigte Änderung der zugelassenen Zusammensetzung des Waffenreinigungöles, unaufgefordert die Einwilligung des Auftraggebers einzuholen.

2. Die Prüfungen zu Ziffer 16 bis 19 erfolgen mit im Lieferwerk oder in der Nähe befindlichen amtlich anerkannten Prüfeinrichtungen oder in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.

3. Das Waffenreinigungöl eines neu zugelassenen Herstellers muß mit den Ölen der bereits liefernden Hersteller ohne Änderung oder Beeinträchtigung dieser Öle mischbar sein.

4. Waffenreinigungöl in verschlossenen Fässern mit noch nicht gesichertem Verschluß zur Abnahme vorstellen.

5. Das Öl wird auf der Grundlage von Erdölabkömmingen hergestellt.

6. Das Öl muß eine klare Flüssigkeit sein. Es darf sich nicht entmischen und keinen Bodensatz bilden.

7. Der Gehalt an Wasser darf 0,5% nicht übersteigen.

8. Das Öl muß 2 bis 3% wasserfreie Kalium- oder Natronseife auf, Grundlage von Naphtensulfat- oder Naphtensäuren enthalten.

9. Das Öl muß folgenden Kennzahlen entsprechen:
Zähigkeit bei 20° C: 3 bis 6,5° E
Flammpunkt (o. T.): mind. + 50° C
Stockpunkt: unter -20° C
Alkalgehalt: unter 1,5 mg KOH/g.

Die Reaktion der wässrigen Emulsion muß schwach alkalisch sein.

10. Das Öl muß bei 24-stündigem Erhitzen auf 65 bis 70° C ohne Ausscheidungen bleiben.

11. Das Öl ist in gut schließende, handelsübliche Fässer von etwa 200 kg Inhalt zu füllen. Beim Versand der Fässer ist die Eisenbahnverkehrsordnung Anlage C zu beachten.

12. Je einen Inhaltszettel (weißer Grund, Größe 105×148 mm) nach folgendem Muster auf jedem Faß haltbar anbringen:

kg**Waffenreinigungsöl**

(Lieferfirma)

(Liefertag, -monat, -jahr)

abgenommen

(Ort)

(Abnahmestempel)

• Oberkommando des Heeres
Heereswaffenamt (WaChefIng 1)

Fortsetzung s. Rückseite

Abnahme

13. Für Prüfungen aus jedem 10. Faß, mind. jedoch aus einem Faß jeder Lieferung nach gründlichem Durchmischen des Öles eine 1 kg-Probe entnehmen.

14. Jede entnommene Probe auf Einhaltung der in Ziffer 6 gestellten Forderungen prüfen.

Genügt eine Probe nicht, Prüfung auf sämtliche Fässer ausdehnen und nichtgenügende Fässer zurückweisen.

15. Die nachfolgenden Prüfungen an jeder Probe vornehmen.

Genügt eine Probe nicht, vorgestellte Menge zurückweisen.

16. Die Untersuchung des Öles gemäß Ziffer 7 und 9 erfolgt nach DIN DVM 3656, 3655, 3661, 3662.

17. Die Bestimmung der wasserfreien Seife (Ziffer 8) wird wie folgt ausgeführt:

Man löst 10,0 g Waffenreinigungssöl im Scheidetrichter in 100 cm³ Petroläther, wobei auch mindestens 14 Tage altes Waffenreinigungssöl eine klare Lösung ergeben muß, gibt 60 cm³ etwa 30° C warmen 70%igen Alkohol hinzu und schüttelt gut durch. Der sich abscheidende, wässrige

Alkohol enthält die Hauptmenge der Seifen der Naphthal-sulfosäure. Der Rest der Seife wird durch zwei- bis dreimaliges Ausschütteln mit je 30 cm³ etwa 70%igem warmem Alkohol ausgezogen. Die alkoholischen Auszüge werden vereinigt, eingeengt und bei 105° C zur Konstanz getrocknet.

18. Zur Bestimmung des Alkaligehaltes (Ziffer 9) werden 10 g Öl in 40 cm³ filtriertem Benzol-Alkohol-Gemisch aufgelöst und mit n/10 Salzsäure austitriert. Das Benzol-Alkoholgemisch besteht aus 2 Vol. Teilen Benzol (DAB) und 1 Vol. Teil Alkohol (96%ig) und 0,5 g Gewichtsprozent Alkali-blau (Blindversuch ist zu addieren).

19. Zur Prüfung der Alterung des Öles (Ziffer 10) sind 100 cm³ klares Waffenreinigungssöl in einem mit Uhrglas abgedeckten Erlenmeyerkolben in einem Trockenschrank 24 Stunden auf 65- bis 70° C zu erwärmen. Dabei darf das Öl keinen oder höchstens einen geringfügigen Bodensatz aufweisen. Keineswegs dürfen aber gallertige Ausscheidungen auftreten.

20. Nach erfolgter Abnahme, Abnahmestempel mit lichtbeständiger Farbe auf Inhaltszettel setzen.

000026

TL 6003

1. Für den jeweiligen Auftrag ist die zur Zeit der Auftragserteilung gültige Ausgabe maßgebend.
2. Nach Auftragserteilung erschienene Ausgaben gelten nur mit schriftlicher Zustimmung des Auftraggebers.

Vorläufige technische Lieferbedingungen für Lederöle und -fette

Ausgabe vom 27. Januar 1937

Allgemeines

1. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt oder in der Deutschen Versuchsanstalt für Lederindustrie in Freiberg in Sachsen.

2. Für Prüfung erforderliche Proben ebenso deren Verpackung- und Versand werden nicht besonders bezahlt.

Technische Forderungen

3. Lederöle und -fette für Pflege des Oberleders (Stiefeleblatt) von Schuhzeug und stärker gefetteter Lederarten haben als wesentliche Bestandteile Neutralöle und -fette tierischen oder pflanzlichen Ursprungs oder saure-freie Mineralöle und -fette zu enthalten.

4. Lederöle müssen klare Flüssigkeiten darstellen, die auch nach längerem Stehen bei Zimmertemperatur (18 bis 22° C) keinen stärkeren Bodensatz aufweisen.

Lederfette müssen von salbenartiger Konsistenz sein.

5. Die Lederöle und -fette müssen gut und gleichmäßig in das Leder einziehen und dürfen auch bei längerer Lagerung des Leders nicht aus diesem austreten.

6. Der Gehalt der Lederöle und -fette an Wasser und sonstigen bei 100° flüchtigen Stoffen darf 10%, an Mineral-

stoffen 2% und an in Äther unlöslichen organischen Substanzen 5% nicht übersteigen. Eisenverbindungen dürfen in den Lederölen und -fetten nicht über 0,1% als Eisenoxyd (Fe_2O_3) berechnet, vorhanden sein.

7. Die Säurezahl der Lederöle und -fette darf 30, die Jodzahl (nach Hanus) 125 nicht übersteigen.

8. Die Lederöle und -fette müssen frei sein von für die Lederfaser schädlichen Bestandteilen, wie stark wirkenden freien Säuren, freien Alkalien, Harzen usw. und dürfen keinerlei gesundheitsschädliche Bestandteile enthalten.

Abnahme

9. Zur Prüfung der in Ziffer 3 und 5 bis 8 gestellten Forderungen sind von jeder vorgestellten Menge (mindestens jedoch von jeder Mischung) 100 g Lederöl bzw. 100 g Lederfett einzusenden.

10. Lederöl bzw. Lederfett auf Einhaltung der in Ziffer 4 gestellten Forderungen stichprobenweise prüfen. Bei Nichtgenügen vorgestellte Menge zurückweisen.

11. Prüfung der in Ziffer 3 und 5 bis 8 gestellten Forderungen an jeder eingesandten Probe vornehmen. Bei Nichtgenügen vorgestellte Menge zurückweisen.

Oberkommando des Heeres
Heereswaffenamt (Wa Prüf 8)

Brauer

TL 6017

1. Für den jeweiligen Auftrag ist die zur Zeit der Auftragserteilung gültige Ausgabe maßgebend.
2. Nach Auftragserteilung erschienene Ausgaben gelten nur mit schriftlicher Zustimmung des Auftraggebers.

Vorläufige technische Lieferbedingungen für Schutzfett 40

Ausgabe vom 27. Mai 1939

Allgemeines

1. Die zur Herstellung verwendeten Stoffe sind vor Zulassung des Schutzfettes 40 an den Auftraggeber vertraulich mitzuteilen. Für diese Angaben als Herstellungsgemisch des Lieferanten wird vom Auftraggeber Geheimhaltung zugesichert. Die Lieferfirmen sind verpflichtet, für jede beabsichtigte Abänderung der zugelassenen Zusammensetzung des Schutzfettes unaufgefordert die Einwilligung des Auftraggebers einzuholen.

2. Für Prüfung erforderliche Proben, falls Wiederholungsprüfungen notwendig auch hierfür, ebenso deren Verpackung und Versand werden nicht besonders bezahlt.

3. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.

4. Das Schutzfett 40 ist in verschlossenen reinen Behältern mit noch nicht gesichertem Verschluß zur Abnahme vorzustellen.

5. Das Fett eines neu zugelassenen Herstellers muß ohne Güteverlust in geschmolzenem Zustand mit den Fetten der bereits zugelassenen Hersteller ohne Andeutung des vorgeschriebenen Tropfpunktes mischbar sein.

Wachs und Mineralöl und muß frei sein von festen, fremden Bestandteilen.

7. Konsistenz:

Das Schutzfett 40 muß bei einer Raumtemperatur von 15 bis 20° C gut streichbar sein.

8. Tropfpunkt: nicht unter 50° C.

9. Wärmebeständigkeit:

Das Fett darf bei 3-stündigem Erwärmen auf 100° C und daraufliegendem Abkühlen auf Raumtemperatur weder entmisch sein noch seine Streichbarkeit verloren haben.

10. Wasserbeständigkeit:

Das Fett muß gegen Wasser von 20° C beständig sein.

11. Aschegehalt:

Nicht über 0,5%.

12. Freie Säure:

Mineralsäuren dürfen nicht vorhanden sein, organische Säuren höchstens bis zu einer Säurezahl von 0,2.

13. Korrosionsschutzwirkung:

Das Fett muß auf Stahlproben einen mindestens 3-tägigen Rostschutz bei 40° C und 100% relativer Luftfeuchtigkeit gewähren.

14. Schutzfett 40 in handelsübliche Behälter füllen. Der Deckeldurchmesser des Behälters muß mindestens 1/3 des Behälterdurchmessers betragen.

15. Je einen Inhaltsteil (weißer Grund, Größe 105×148 mm) nach folgendem Muster auf jedem Behälter haltbar anbringen.

Technische Forderungen

6. Das Schutzfett 40 besteht hauptsächlich aus einem Gemisch fester Kohlenwasserstoffe wie Paraffin, Vaselin,

000028

kg

Schutzfett 40

(Fertigungsfirma)

(Fertigungstag, -monat, -jahr)

abgenommen

(Ort)

(Abnahmestempel)

Abnahme

16. Zur Prüfung der in Ziffer 6 bis 13 gestellten Forderungen sind bei Bestellung bis 100 kg eine Probe, bei größeren Mengen von jeden weiteren 100 kg je eine weitere Probe von 500 g einzurunden.

Behälter nach der Probeentnahme verschließen (plombieren, siegeln u. ä.).

17. Schutzfett auf Einhaltung der in Ziffer 7 gestellten Forderungen stichprobenweise prüfen.

Zeigen sich mehrmals dieselben Beanstandungen, vorgestellte Menge zurückweisen.

18. Die folgenden Prüfungen an jeder eingesandten Probe vornehmen.

Bei Nichtgenügen auch nur einer Prüfung vorgestellte Menge zurückweisen.

19. Prüfung des Tropfpunktes (Ziffer 8) erfolgt nach DIN DVM 3654.

20. Zur Prüfung der Wärmebeständigkeit (Ziffer 9) wird etwas Fett auf einem Blech mit erhöhtem Rand verstrichen und in einen Trockenschrank gebracht. Nach 3-stündigem Erhitzen auf 100° C wird die Fettprobe herausgenommen und langsam abgekühlt. Das Fett darf sich gegenüber dem nicht erwärmten Fett nicht verändert haben, entmischt sein oder seine Verstreichbarkeit verloren haben.

21. Prüfung der Wasserbeständigkeit (Ziffer 10) wie folgt durchführen: Auf einen Glasstreifen von 16 cm Länge und 1,5 cm Breite, der zum besseren Haften des Fettes geziert wird, wird mit Hilfe einer Schablone eine Fettschicht von 10 cm Länge, 1 cm Breite und 1 mm Dicke aufgetragen. Der so vorbereitete Glasstreifen wird in ein 100 cm³ destilliertes Wasser enthaltendes sogenannter Milchprobeflaschen (etwa 1/10 Ltr. Inhalt) gestellt und während der vorgeschriebenen Zeit beobachtet. Es ist darauf zu achten, daß die Fettschicht auf dem Glasstreifen so aufgetragen wird, daß die oberen 5 mm der

Fettschicht aus dem Wasser herausragen, damit der Grad der Veränderung des Fettes während der Lagerung besser beurteilt werden kann. Hat sich die Fettschicht nach 2 Tagen nicht verändert, so kann die Prüfung abgebrochen werden, das gleiche gilt bei wesentlicher Abweichung von den Anforderungen. Bei geringer Wassertrübung oder geringer Veränderung der Fettoberfläche ist die Beobachtung auf 1 Woche auszudehnen.

22. Prüfung des Aschegehaltes (Ziffer 11) nach DIN DVM 3657.

23. Prüfung auf freie Säure (Ziffer 12) nach DIN DVM 3658.

24. Prüfung der Korrosionsschutzwirkung wie folgt vornehmen: Werkstoffproben in folgenden Abmessungen:

a) Rundstäbe aus St 60.11 nach DIN Vornorm 1012 von 10 mm Ø und 50 mm Länge.

b) Bleche aus St 60.23 nach DIN 1623 in den Abmessungen 20 × 50 × 1 mm werden mit Schmirgelpapier der Körnung 1/M gesäubert und durch einmaliges kurzes Eintauchen in das schmelzflüssige Fett (Temperatur 80° C) überzogen. Die Proben sind vorher nicht zu erwärmen. Nach dem Eintauchen müssen die Proben aufgehängt werden, damit das überschüssige Fett abtropfen kann.

Die so vorbehandelten Proben werden bei 100%iger rel. Luftfeuchtigkeit und 40° C Lufttemperatur waagerecht gelagert.

Die Prüfung erfolgt in der Weise, daß die Proben über warmes Wasser von etwa 55° C in einem abgeschlossenen Luftraum gelagert werden, so daß im Luftraum eine konstante Temperatur von 40° C herrscht.

Während einer dreitägigen Versuchsduar soll keine Rostbildung (auch nicht in Spuren) auf den Stahlproben stattfinden.

25. Nach erfolgter Abnahme, Abnahmestempel mit lichtbeständiger Farbe auf Inhaltzettel setzen.

Oberkommando des Heeres
Heereswaffenamt-(Wa-Prüf-8)
Brauer

Heer

Vorläufige technische Lieferbedingungen für Schutzöl 39

TL 6018

00029

Allgemeines

1. Die zur Herstellung verwendeten Stoffe sind vor Zulassung des Schutzöles an den Auftraggeber vertraulich mitzuteilen. Für diese Angaben als Herstellungsgheimnis der Firma wird vom Auftraggeber Geheimhaltung zugesichert. Die Lieferfirmen sind verpflichtet, für jede beabsichtigte Abänderung der zugelassenen Zusammensetzung des Schutzöles unaufgefordert die Einwilligung des Auftraggebers einzuholen.

2. Für Prüfung erforderliche Proben, falls Wiederholungsprüfungen notwendig auch hierfür, ebenso deren Verpackung und Versand werden nicht besonders bezahlt.

3. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.

4. Schutzöl ist in verschlossenen reinen Fässern mit noch nicht gesichertem Verschluß zur Abnahme vorzustellen.

Technische Forderungen

5. Schutzöl 39 muß ein emulgierbares Mineralöl sein. Es muß bei + 20° C klar, frei von ungelösten Bestandteilen und festen Fremdstoffen sein.

6. Emulgierbarkeit:

a) Die Emulsion mit Leitungswasser normaler Härte (nicht über 15° deutscher Härte) 15 : 100 muß nach 24 Std. Stehen bei 85° beständig sein.

b) Die Emulsion mit einer 33%igen Glykol-Wasser-mischung 15 : 100 muß nach 24 Std. Stehen bei 85° C beständig sein.

7. Kältebeständigkeit:

a) Die 1,5%ige wässrige Emulsion darf nach dem vollständigen Gefrieren bei -10° und Wiederauftauen sich nicht entmischen. Eine geringe Rahmbildung an Öl ist zulässig.

b) Die 1,5%ige aus Öl, Glykol und Wasser bestehende Emulsion darf nach Abkühlung auf -20° und Wiederaufauen auf Zimmertemperatur sich nicht entmischen. Eine geringe Rahmbildung an Öl ist zulässig.

c) Die Emulgierfähigkeit des unverdünnten Schutzöls darf nach Abkühlung auf -10° und Wiedererwärmung auf Zimmer-Temperatur nicht beeinträchtigt werden.

8. Gesamtfeftgehalt: über 85%.

9. Asche: unter 3,0%.

10. Mischarkeit:

Dem Schutzöl soll bis 25% bleifreier Kraftstoff zugesetzt werden können, ohne daß Ausscheidungen oder Zersetzung auftreten.

11. Lagerbeständigkeit:

Die Lagerbeständigkeit muß vom Tage der Auslieferung des Öles ohne Minderung der Emulgierbarkeit mindestens 6 Monate betragen.

12. Korrosionsschutzwirkung:

Die 1,5%ige wässrige Emulsion muß auf Stahlspänen einen wenigstens 5-stündigen Rostschutz bei 100% relativer Luftfeuchtigkeit und Zimmertemperatur gewähren.

13. Je einen Jahrestzettel (weißer Grund, Größe 105 × 148 mm) nach folgendem Muster auf jedem Faß haltbar anbringen:

kg

Schutzöl 39

(Fertigungsfirma)

(Fertigungstag, -monat, -jahr)

abgenommen

(Ort)

(Abnahmestempel)

Oberkommando des Heeres
Heereswaffenamt (WaChef Ing.)

Fortsetzung s. Rückseite

14. Schutzöl in gut schließende handelsübliche Fässer füllen.

Abnahme

15. Zur Prüfung der in Ziffer 5 bis 12 gestellten Forderungen sind bei Bestellungen bis 600 Liter 1 Probe, bei größeren Mengen von jeden weiteren 600 Liter je 1 weitere Probe von 500 g einzusenden.

Fässer nach der Probeentnahme verschließen (plombieren, siegen u. ä.).

16. Schutzöl auf Einhaltung der in Ziffer 5 gestellten Forderungen stichprobenweise prüfen. Zeigen sich mehrmals dieselben Beanstandungen, vorgestellte Menge zurückweisen.

17. Die folgenden Prüfungen an jeder eingesandten Probe vornehmen:

Bei Nichtgenügen auch nur einer Prüfung vorgestellte Menge zurückweisen.

18. Prüfung der Emulgierbarkeit (Ziffer 6), wie folgt durchführen:

1,5 cm³ Schutzöl werden in 98,5 cm³ Wasser und in 33%iger Glykol-Wassermischung unter Durchrühren oder Schütteln vollständig emulgiert. Diese Emulsion wird in einem 300 cm³ fassenden Rundkolben mit aufgesetztem Rückflußkühler 24 Stunden auf 85° C erwärmt. Nach dieser Zeit darf die Emulsion sich nicht entmischt haben. Abscheidungen einzelner Öltropfen spielen keine Rolle, wenn die Flüssigkeit weiß bleibt.

19. Zur Prüfung der Kältebeständigkeit (Ziffer 7) und Mischbarkeit (Ziffer 10) ist von jeder eingesandten Probe jeweils etwa 50 g zu entnehmen.

20. Prüfung des Gesamtfettgehaltes (Ziffer 8), wie folgt durchführen:

5 g Schutzöl werden in Wasser emulgiert. Salzsäure im Überschuss zugegeben und das Gemisch 1 Std. lang auf dem siedenden Wasserbad erwärmt. Nach dem Abkühlen wird die Flüssigkeit in einem Scheidetrichter übergeführt, der Kolben mit Petroläther nachgewaschen. Nach der vollständigen Trennung der beiden Schichten wird das Fettwasser abgelassen. Die das Mineralöl und die Fett-sauren enthaltende Petrolätherlösung wird einige Male

mit dest. Wasser nachgewaschen und dann in einen Erlenmeyerkolben übergeführt, mit wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet und in eine Aluminiumschale mit dünnen, senkrechten Wänden abfiltriert. Das auf dem Filter befindliche Natriumsulfat wird noch mehrere Male mit Petroläther nachgewaschen. Nun wird das Filtrat samt dem Waschpetroläther in der Aluminiumschale eingedampft und anschließend noch etwa 1/4 Stunde im Trockenschrank bei 105° belassen, um die letzten Anteile des Petroläthers zu verjagen.

Ein längeres, nachträgliches Erhitzen im Trockenschrank ist nicht ratsam, da niedrig viskose Öle bei dieser Temperatur schon merklich verdampfen.

21. Prüfung des Aschegehaltes (Ziffer 9) nach DIN DVM 3657.

22. Prüfung auf Korrosionsschutzwirkung wie folgt durchführen:

Zur Feststellung der korrosionsschützenden Wirkung des Öles werden kurze Drehspäne aus Stahl St C 45.81 nach DIN 1661 mit der Ölémulsion (Öl mit dest. Wasser s. Ziffer 12) nach vorhergehender sorgfältiger Entfettung der Späne mit Äther-Alkohol-Gemisch (1 Äther : 4 Alkohol) benetzt. Für die Herstellung der kurzen Drehspäne ist eine Spantiefe von 0,75 mm erforderlich. Es ist darauf zu achten, daß die Späne nicht erhitzt werden und dadurch ihr Gefüge verändern. Die so erhaltenen Späne werden in einem Trichter mit folgenden Abmessungen: etwa 80 mm Ø; 15 mm senkrechter Rand und einer Trichtersteigung im Winkel etwa 120° eingebracht. Der Trichter ist zu einer Spitze ausgezogen und mittels eines geschlitzten Korkstopfens in einem graduierten Rohr befestigt, welches eine Einteilung von 10 cm³ in Unter teilung von 1/10 cm³ besitzt. Das graduierte Rohr ist mit einem Standfuß versehen. Nachdem die Ölémulsion abgetropft ist, also nach etwa 1/2 stündigem Stehenlassen, wird der Trichter mit den Spänen einem Feuchtlagerversuch in einem geschlossenen Gefäß bei Zimmer temperatur und 100% rel. Luftfeuchtigkeit unterzogen.

Für die Auswertung der korrosionsschützenden Wirkung dient lediglich das Verhalten der obenliegenden Späne, die nicht in Berührung mit dem Glasgefäß sind. An diesen Teilen soll eine Rostbildung innerhalb der ersten 5 Stunden nicht eintreten.

23. Nach erfolgter Abnahme, Abnahmestempel mit lichtbeständiger Farbe auf Inhaltszettel setzen.

Oberkommando des Heeres

000031

1. Für den jeweiligen Auftrag ist die zur Zeit der Auftragserteilung gültige Ausgabe maßgebend.
 2. Nach Auftragserteilung erschienene Ausgaben gelten nur mit schriftlicher Zustimmung des Auftraggebers.

TL 6010

Vorläufige technische Lieferbedingungen für Öl für Feinmechanik

Ausgabe vom 16. April 1940

Allgemeines

1. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.
 2. Das Öl in unverschlossenen reinen Behältern mit noch nicht gesichertem Verschluß zur Abnahme vorstellen.

Aschegehalt: unter 0,01 %

Fettölzusatz: 0 %

Verhalten gegen

konz. Schwefelsäure: Volumenzunahme -unter -8%.

5. Öl in gut schließende, handelsübliche Fässer von 160 bis 180 kg füllen.

Technische Forderungen

3. Öl für Feinmechanik muß ein Mineralöl-Raffinat sein. Es muß frei von festen, fremden Bestandteilen sein und darf bei Lagerung keinen Bodensatz bilden.

4. Zähflüssigkeit: bei 20° C zwischen 4° E und 6° E
 Flammpunkt: über 150° C

Stockpunkt: unter 35° C

Neutralisationszahl: unter 0,10

Wassergehalt: 0 %

Abnahme

6. Zur Prüfung der in Ziffer 4 gestellten Forderungen ist eine Probe von etwa 1 kg bei Mengen unter 5000 kg aus jedem 10. Faß, bei Mengen von 5000 kg bis zu 20 000 kg aus jedem 20. Faß an die Chemisch-Technische Reichsanstalt einzusenden.

7. Jede eingesandte Probe auf Einhaltung der in Ziffer 4 gestellten Forderungen prüfen.

Die Prüfungen erfolgen nach DIN DVM.

Bei Nichtgenügen vorgestellte Menge zurückweisen.

Oberkommando des Heeres
 Heereswaffenamt (Wa Prüf 3)

I. A. Brauer

Geändert gegenüber der Ausgabe vom 12. 1. 40; Ziff. 4

Alleinverkauf für nichtbehördliche Stellen durch Beuth-Vertrieb G. m. b. H., Berlin SW 68.

Heer**Vorläufige technische Lieferbedingungen
für Wagenschmier****TL 6022****Allgemeines**

1. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.

2. Für Prüfungen erforderliche Proben, ebenso deren Verpackung und Versand werden nicht besonders bezahlt.

3. Lieferer ist auf Verlangen über die Ergebnisse der Prüfung zu unterrichten.

4. Lieferer ist verpflichtet, auf Verlangen der abnehmenden oder untersuchenden Stelle Angaben über die Zusammensetzung und die für die Herstellung benötigten Rohstoffe zu machen.

5. Die Wagenschmier ist in verschlossenen, sauberen Behältern mit noch nicht gesichertem Verschluß zur Abnahme vorzustellen.

Technische Forderungen

6. Wagenschmier aus Asphaltfetten fertigen; die von der Herstellung oder Reinigung mineralischer, tierischer oder pflanzlicher Öle und Fette herrühren. Nichttrocknende Teerfettöle können in geringerer Umfang mit verwendet werden. Reibvermindernde Zusätze wie Graphit, Talcum usw. sind zugelassen, aber nur bis zu einer durch den begrenzten Aschegehalt festgelegten Höchstmenge, sofern sie frei von schleifenden Bestandteilen sind.

Außere Beschaffenheit**000032**

7. Die Wagenschmier muß von gleichmäßiger, salbenartiger Beschaffenheit sein. Beim Verrühren in einem Tiegel oder Aufstreichen auf eine Glasplatte darf sie bei Anwendung leichten Drucks nicht flüssig werden.

Tropfpunkt: nicht unter + 60° C

Aschegehalt: nicht über 15%

Wassergehalt: nicht über 6%

Wärme- und Kältebeständigkeit: Auf einer Glasplatte in dünner Schicht aufgestrichen, darf die Wagenschmier innerhalb 24 Stunden

a) bei Raumtemperatur von + 15 bis + 20° C sich nicht entmischen,

b) bei + 50° C weder eintrocknen noch lackartig kleben,

c) bei - 10° C nicht hart noch krümelig werden, sondern sie muß ihre Verstreichbarkeit behalten.

Wasserbeständigkeit: Die Wagenschmier darf durch Wasser nicht verändert werden und auch mit Wasser nicht abwaschbar sein.

8. Die Wagenschmier ist in handelsübliche Behälter von 50-200 kg Reingewicht zu verpacken. Der Deckeldurchmesser des Behälters muß mindestens $\frac{1}{4}$ des Behälterdurchmessers betragen.

9. Je einen Inhaltszettel (weißer Grundschrift, schwarze Schrift, Größe 105×148 mm) nach folgendem Muster auf jedem Behälter haltbar anbringen:

		kg
Wagenschmier		
(Fertigungsfirma)		(Fertigungstag, -monat, -jahr)
abgenommen		
(Ort)		(Abnahmestempel)

**Oberkommando des Heeres,
Heereswaffenamt (Wa Chef Ing 1)**

Fortsetzung s. Rückseite

Abnahme

10. Zur Prüfung der in Ziffer 6 und 7 gestellten Forderungen sind bei Bestellungen bis 200 kg eine Probe, bei größeren Mengen von je 10 Behältern eine Probe von etwa 500 g einzusenden. Behälter nach der Probeentnahme verschließen (plombieren, siegeln u. ä.).

11. Die Prüfungen auf Einhaltung der Forderungen nach Ziffern 6 und 7 an jeder eingesandten Probe vornehmen. Bei Nichtgenügen auch nur einer Prüfung vorstellte Menge zurückweisen.

12. Prüfung des Tropspunktes nach DIN DVM 8854,
" Aschegehaltes " " 8857
und " Wassergehaltes " " 8856

vornehmen.

13. Die Bestimmung der Wasserbeständigkeit (Ziffer 7) wird wie folgt ausgeführt:

Auf einen Glassstreifen von 160 mm Länge und 15 mm Breite, der zum besseren Haften des Fettes geätzt ist, wird mit Hilfe einer Messingzuschlange (DVE-Schrift Nr 0851-1927) von 1 mm Dicke und einem Fenster von 100×10 mm eine Fettschicht von 100 mm Länge, 10 mm Breite und 1 mm Dicke aufgetragen. Der so vorbereitete Glassstreifen wird 2 Tage in ein 100 cm³ destilliertes, ca. 20° warmes Wasser enthaltendes sogenanntes Milchprobenfläschchen (ca. 1/10 l Inhalt) gestellt. Es ist darauf zu achten, daß die Fettschicht auf dem Glassstreifen so aufgetragen wird, daß die oberen 5 mm aus dem Wasser herausragen, damit der Grad der Veränderung des Fettes während der Lagerung besser beurteilt werden kann. Nach dieser Zeit muß das Wasser klar bleiben, und darf auf der Wasseroberfläche höchstens eine geringfügige Menge ausgeschiedenen "Oles" sichtbar sein. Das Fett darf sich weder verändern noch von der Unterlage abheben.

14. Nach erfolgter Abnahme Abnahmestempel mit lichtbeständiger Farbe auf Inhaltszettel setzen.

12 i

-71- 6023

000034

Vorläufige technische Lieferbedingungen

für

Schutzfett 40 (Tp)

Vom 1. September 1941

Oberkommando des Heeres
Heereswaffenamt (HdPruf...1...)

Krusse

Ausgabe: 1.9.41 - 4 Blatt

000035

Allgemeines

1. Die zur Herstellung verwendeten Stoffe sind vor Zulassung des Schutzfettes 40 (Tp) an den Auftraggeber vertraulich mitzuteilen. Für diese Angaben, als Herstellungsgeheimnis des Lieferanten, wird vom Auftraggeber Geheimhaltung zugesichert. Die Lieferfirmen sind verpflichtet, für jede beabsichtigte Abänderung der zugelassenen Zusammensetzung des Schutzfettes unaufgefordert die Einwilligung des Auftraggebers einzuholen.
2. Für Prüfung erforderliche Proben, falls Wiederholungsprüfungen notwendig, auch hierfür, ebenso deren Verpackung und Versand werden nicht besonders bezahlt.
3. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.
4. Das Schutzfett 40 (Tp) ist in verschlossenen reinen Behältern mit noch nicht gesichertem Verschluß zur Abnahme vorzustellen.
5. Das Fett eines neu zugelassenen Herstellers muß ohne Güterverlust in geschmolzenem und nicht geschmolzenem Zustand mit den Fetten der bereits zugelassenen Hersteller ohne Änderung des vorgeschriebenen Tropfpunktes mischbar sein.

Technische Forderungen

6. Das Schutzfett 40 (Tp) besteht hauptsächlich aus einem Gemisch fester Kohlenwasserstoffe wie Paraffin, Vaseline, Wachs und Mineralöl und muß frei sein von festen, fremden Bestandteilen. Es soll ein transparentes, homogenes Fett sein und darf beim Rütteln nicht flüssig werden.
7. Konsistenz:
Das Schutzfett 40 (Tp) muß sowohl bei 0° C als auch bei einer Raumtemperatur von etwa 20° C gut verstreichbar sein.
8. Tropfpunkt: nicht unter 75° C.
9. Wärmestabilität:

Geändert gegenüber Ausgabe vom:

Ausgegeben:

1.9.41

000036

..... kg

Schutzfett 40 (Tp)

(Fertigungsfirma) (Fertigungstag.-monat.-jahr)

abgenommen

(Abnahmestempel)

A b n a h m e

16. Zur Prüfung der in Ziffer 6 bis 13 gestellten Forderungen sind bei Bestellung bis 1000 kg eine Probe, bei größeren Mengen von jeden weiteren 1000 kg je eine weitere Probe von 500 g einzusenden.
Behälter nach der Probeentnahme verschließen (plombieren, siegeln u.ä.)
17. Schutzfett auf Einhaltung der in Ziffer 6 und 7 gestellten Forderungen stichprobenweise prüfen. Zur Prüfung wird ungeschmolzenes Fett verwandt. Die Lagerung des Fettes bei 0° C muß sich auf mindestens 15 Stunden erstrecken.
Zeigen sich mehrmals dieselben Beanstandungen, vorgestellte Menge zurückweisen.
18. Die folgenden Prüfungen an jeder eingesandten Probe vornehmen.

Geändert gegenüber Ausgabe vom

Ausgegeben:
1.9.41

000037

Bei Nichtgenügen auch nur einer Prüfung vorgestellte Menge zurückweisen.

19. Prüfung des Tropfpunktes (Ziffer 8) erfolgt nach DIN DVM 3654. Das Fett muß kalt in den Nippel des Prüfgerätes eingebracht werden.
20. Zur Prüfung der Wärmebeständigkeit (Ziffer 9) wird etwas Fett auf einem Blech mit erhöhtem Rand verstrichen und in einen Trockenschrank gebracht. Nach 3-stündigem Erhitzen auf 150° C wird die Fettprobe herausgenommen und langsam abgekühlt. Das Fett darf sich gegenüber dem nicht erwärmten Fett nicht verändert haben, entmischt sein oder seine Verstreichbarkeit verloren haben.
21. Prüfung der Wasserbeständigkeit (Ziffer 10) wie folgt durchführen: Auf einen Glasstreifen von 16 cm Länge und 1,5 cm Breite, der zum besseren Haften des Fettes gesetzt wird, wird mit Hilfe einer Schablone eine Fettschicht von 10 cm Länge, 1 cm Breite und 1 mm Dicke aufgetragen. Der so vorbereitete Glasstreifen wird in ein 100 cm³ destilliertes Wasser enthaltendes sogenanntes Milchprobeflächchen (etwa 1/10 Ltr. Inhalt) gestellt und während der vorgeschriebenen Zeit beobachtet. Es ist darauf zu achten, daß die Fettschicht auf dem Glasstreifen so aufgetragen wird, daß die oberen 5 mm der Fettschicht aus dem Wasser herausragen, damit der Grad der Veränderung des Fettes während der Lagerung besser beurteilt werden kann. Hat sich die Fettschicht nach 2 Tagen nicht verändert, so kann die Prüfung abgebrochen werden, das gleiche gilt bei wesentlicher Abweichung von den Anforderungen. Bei geringer Wassertrübung oder geringer Veränderung der Fettoberfläche ist die Beobachtung auf 1 Woche auszudehnen.
22. Prüfung des Aschegehaltes (Ziffer 11) nach DIN DVM 3657.
23. Prüfung auf freie Säure (Ziffer 12) nach DIN DVM 3658.
24. Prüfung der Korrosionsschutzwirkung wie folgt vornehmen: Werkstoffproben in folgenden Abmessungen:
Rundstähle von etwa 10 mm Ø und 50 mm Länge aus:
 - a) St C 10. 61 nach DIN 1661
 - b) St C 60. 61 " " 1661

090938

werden, um eine gleichmäßige, einheitliche Oberfläche zu erhalten, mit Schmirgelpapier der Körnung 1/M bearbeitet, anschließend entfettet und bis zum Gebrauch im Exsikkator aufbewahrt. Vor dem Einfetten sollen die Rundstähle zur Vermeidung der Bildung von Feuchtigkeitschichten auf den Proben wenigstens 3 Stunden in dem Exsikkator liegen.

Die Herstellung des Überzuges erfolgt durch einmaliges Eintauchen (Dauer 3 Minuten) der Rundstähle in das schmelzflüssige Fett (Temperatur 100° C für das Fett). Die Proben sind vorher nicht zu erwärmen.

Nach dem Eintauchen müssen die Proben aufgehängt werden, damit das überschüssige Fett abtropft und die Proben die Zimmertemperatur annehmen.

Die so vorbehandelten Proben werden dann umgehend bei 100 % relativer Luftfeuchtigkeit und 40° C Lufttemperatur senkrecht gelagert.

Die Prüfung erfolgt in der Weise, daß die Proben über warmem Wasser (von etwa 50° C bei Korrosionsprüfgeräten von 60 x 50 x 60 cm) in einem abgeschlossenen Luftraum gelagert werden, so daß im Luftraum eine konstante Temperatur von 40° C herrscht.

Während einer dreitägigen Versuchsdauer darf keine Rostbildung (sog. nicht in Spuren) auf den Mantelflächen der Rundstähle stattfinden!

25. Nach erfolgter Abnahme, Abnahmestempel mit lichtbeständiger Farbe auf Inhaltszettel setzen.

000039

U n t e r s u c h u n g s - M e t h o d e n .

Probenahme 000040

von ölartig-flüssigen, salbenartigen, breiartigen und fettartig-festen Stoffen

DIN

DVM 3651

Dieses Normblatt ist in Zusammenarbeit mit der Wissenschaftlichen Zentralstelle für Öl- und Fettforschung e.V. (Wizöff) aufgestellt und von dieser für das Gebiet der verseifbaren Öle, Fette, Glyzerine u. dgl. anerkannt worden.

Vorbemerkungen

Anwendung

1 Nachstehende Anleitung gibt Richtlinien, welche die bei der Probenahme häufiger auftretenden Schwierigkeiten berücksichtigen. Sie sieht besonderen Vereinbarungen der Beteiligten nicht im Wege, gibt aber auch für solche Vereinbarungen einen Anhalt.

2 Die Anleitung gilt für ölartig-flüssige Stoffe, salbenartige, breiartige und fettartig-feste Stoffe.

Solche Stoffe sind Schmieröle, Schmierfette, flüssige Brennstoffe, Teere, verseifbare Öle und Fette, Glyzerine usw.

Der Flüssigkeitsgrad oder der Konsistenzgrad, nicht aber die Herkunft oder der Verwendungszweck des zu untersuchenden Stoffes entscheiden über die Anwendung eines der nachfolgenden Verfahren.

Begriff

3 **Probenahme** ist das Entnehmen der Probe.

Probennehmer ist die Person, welche die Probe entnimmt.

Probegerät ist das Gerät, mit dem die Probe entnommen wird.

4 Bei der Probenahme werden zunächst Einzelproben (Abschnitt 7 und 8) entnommen. Aus den Einzelproben werden Mischproben hergestellt, aus den Mischproben die Endproben entnommen.

Probenehmer

5 Die Wichtigkeit der Probenahme für das Prüfergebnis erfordert, daß stets eine in der Probenahme des jeweils vorliegenden Stoffes erfahrene Person die Probe entnimmt und über die Art der Probenahme von Fall zu Fall entscheidet. Über die Probenahme ist ein Bericht auszufertigen.

Für Schiedsanalysen sind Vereinbarungen über den Probenehmer zu treffen.

Probegeräte

6 Die bei der Probenahme zu benutzenden Geräte einschließlich Zubehör müssen sauber und trocken sein. Während der Probenahme sind Verunreinigungen alter Art (Putzwollefasern, Staub usw.) und Feuchtigkeit fernzuhalten.

Auswahl der Gebinde zur Entnahme der Einzelproben

7 Beim Probenehmen aus Mengen über 5 t sind Einzelproben aus jedem einzelnen Kesselwagen, Schiffstank usw. in folgender Weise zu nehmen:

die Oberschichtprobe aus der Schicht, die um etwa 10% der Gesamthöhe unter der Oberfläche des Stoffes liegt;

die Mittelschichtprobe aus der Schicht, die um etwa 50% der Gesamthöhe unter der Oberfläche des Stoffes liegt;

die Unterschichtprobe aus der Schicht, die um etwa 10% der Gesamthöhe über dem Boden des Behälters liegt;

die Bodenprobe aus den untersten Teilen des Behälterinhalts.

Beim Probenehmen aus Mengen bis zu 5 t (kleineren Tanks, Fässern, Trommeln, Barrels usw.) werden Einzelproben wie folgt entnommen¹⁾:

bei Lieferung eines einheitlichen Stoffes in weniger als 4 Einzelbinden aus jedem Gebinde,

in 4 bis 100 Einzelbinden aus wenigstens 20% der Gebinde, mindestens aber aus 4 Gebinden,

in mehr als 100 Einzelbinden aus wenigstens 10% der Gebinde, mindestens aber aus 20 Gebinden.

Erscheint die Lieferung nicht einheitlich (z. B. verschiedene Beschriftung der Fässer, verschiedene Flüssigkeitsgrade der Proben), so sind die einheitlich erscheinenden Gruppen von Gebinden zusammenzufassen und jede für sich nach den vorstehenden Grundsätzen (Abschnitt 7 und 8) zu behandeln.

Behandlung der Einzelproben und Herstellung der Mischproben

Die Größe der Einzelprobe ist dem Volumen der betreffenden Stoffschicht entsprechend zu bemessen²⁾.

Augenscheinlich gleichartige Einzelproben von ölartig-flüssigen Stoffen werden zu einer Mischprobe vereinigt. Dagegen dürfen von salbenartigen, breiartigen und fettartig-festen Stoffen keine Mischproben hergestellt werden, weil dadurch Konsistenzgrad und Tropfpunkt leiden können.

Einzelproben aus Mengen über 5 t sind für jeden 12 einzelnen Kesselwagen, Tank usw. zu einer Mischprobe zusammenzufassen, wenn nicht vereinbart ist, daß die Proben mehrerer oder aller Kesselwagen, Tanks usw. zu einer einzigen Mischprobe vereinigt werden dürfen.

Besonders abweichende Einzelproben sind nicht mit den Mischproben zu vereinigen.

Verfahren

Einteilung

Ölartig-flüssige Stoffe:

Probenahme während des Ausfließens der Flüssigkeit mit einem Schöpfer,
durch Abzweigen eines Nebenstromes.

Probenahme aus der ruhenden Flüssigkeit mit dem offenen Stechheber (Bild 1) („Richtlinien-Probegerät“), vorzugsweise für dünnflüssige und homogene Flüssigkeiten,

mit dem Tauchheber (Bild 2) („Tank-Probegerät“), vorzugsweise für irreguläre Flüssigkeiten,

mit dem Verschluß-Stechheber (Bild 3) (Probegerät der Verkaufsvereinigung für Teererzeugnisse), vorzugsweise für zähflüssigere Stoffe.

¹⁾ Vor Öffnung kleiner Gebinde (Holzfässer) muß die Verschluß-einrichtung gereinigt werden, damit während des Offnens kein Schmutz eindringen kann.

²⁾ Man nutzt vorteilhaft eine Kesselinhaltstafel, z. B. Tafel 57 zur Berechnung von Flüssigkeitsmengen in liegenden Zylindern³⁾ oder Tafel 58 „Inhalt halbkugeliger Gefäßböden“, im Taschenbuch für die anorganisch-chemische Großindustrie von Berl-Lunge, 7. Auflage 1930, S. 97 und 98.

Probenahme
von flüssigen, salbenartigen, bretartigen
und fettartig-festen Stoffen

DIN
DVM 3651

000041

16 Salbenartige, bretartige und fettartig-feste Stoffe:

Probenahme:

- mit einem Spatel,
- mit dem schraubenförmigen Probestecher (Bild 4) (ASTM)-Gefäß,
- mit dem griffenförmigen Probestecher (Bild 5),
- mit dem hülsenförmigen Probestecher (Bild 6) (Bauart Allen-Auerbach).

Ausführung:

- 16 Vor der Probenahme ist der Stoff, soweit irgend möglich, auf geeignete Weise (z. B. mit glattem Holzschliff, mit Druckluft, nach Aufschmelzen mit indirektem Dampf) gründlich zu mischen. Von Stoffen in Tanks veralteter Bauart (mit Aufschmelzvorrichtung für direkten Dampf) ist vor dem Aufschmelzen die Probe zu nehmen; ist keine Durchmischung möglich, so ist Abschnitt 19 zu beachten.

Probenahme mit einem Schöpfer während des Ausfließens der Flüssigkeit:

- 17 Durchmischung ist nicht notwendig. Ein etwa $\frac{1}{4}$ Liter fassender Schöpfloßel wird in gleichen Zeitabständen mehrmals (etwa zehnmal) während der vollen Dauer des Auslaufs durch den ganzen Auslaufstrahl geführt. Der Inhalt der Schöpfloßel wird in einen Behälter gegossen und gut durchmischt (Mischprobe). Hierin wird die "Endprobe" nach Abschnitt 27 bis 30 genommen.

Probenahme durch Abzweigen eines Nebenstromes während des Ausfließens der Flüssigkeit:

- 18 Durchmischung ist nicht notwendig. Durch einen Abläshahn oder eine andere geeignete Vorrichtung wird vom Hauptstrom zweckmäßig unmittelbar an der Ausflußöffnung oder bei Benutzung einer Pumpe unmittelbar hinter dieser, ein dauernd fließender Nebenstrom in einen Behälter geleitet. Der Inhalt des Behälters wird gut durchmischt (Mischprobe) und hier von der "Endprobe" nach Abschnitt 27 bis 30 genommen.

Probenahme aus ruhenden Flüssigkeiten:

- 19 Gründliche Durchmischung ist erwünscht. Fässer deren Inhalt nicht durchmischt werden kann, werden mindestens $\frac{1}{2}$ Stunde lang auf einer etwa 20 cm hohen Unterlage schräg gelegt, damit abgesetztes Wasser und Schmutz sich sammeln. Die Einzelprobe wird dann aus der Schicht über dem Bodensatz entnommen. Durch eine Tiefe ist möglichst genau die Menge des abgesetzten Wassers zu erfassen*. Aus Ottanks (Kesselwagen, Tankschiffen, Lagertanks usw.) werden Schichtproben nach Abschnitt 1 entnommen. In allen Fällen ist eine besondere Bodenprobe zu entnehmen.

Probenahme mit dem offenen Stechheber (Bild 1):

- 20 Das Probegerät besteht aus einem dickwandigen Glasrohr oder einem verzinkten oder verzinnten Stahlrohr (niemals Kupfer- oder Messingrohr) von etwa 32 mm lichter Weite und ausreichender Länge, das oben und unten bis auf 10 mm Lichtweite kegelfig verengt ist. Bei der Probenahme von dünnflüssigen Stoffen, z. B. Benzin, ist ein Stechheber mit noch engeren oberen und unteren Öffnungen zu verwenden. An der unteren Öffnung sind drei Füße angebracht, die etwa 3 mm überstehen, um eine Beschädigung des Probegerätes beim Aufstoßen auf den Boden zu verhindern; am oberen Ende befinden sich zur besseren Handhabung zwei Ringe.

Zur Entnahme von Einzelproben führt man das Probegerät zunächst geschlossen bis zur vorgesehenen Tiefe in den Behälter ein, öffnet es einige Zeit, ver-

schließt die obere Öffnung mit dem Daumen oder einem Stopfen, zieht es vorsichtig heraus und läßt nach Entfernen des Verschlusses, ohne das Gerät außen abzuwischen, die Flüssigkeit in das Aufnahmegeräß fließen. Bei der Bodenprobe müssen die Füße des Probegerätes den Boden des Behälters berühren.

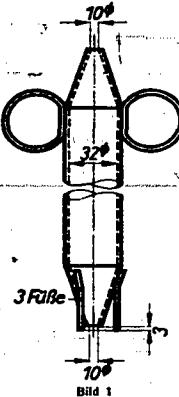


Bild 1

Probenahme mit dem Tauchheber (Bild 2):

Das Probegerät besteht aus einem zylindrischen Aufnahmegeräß von etwa 1-Liter-Inhalt mit Fußventil.

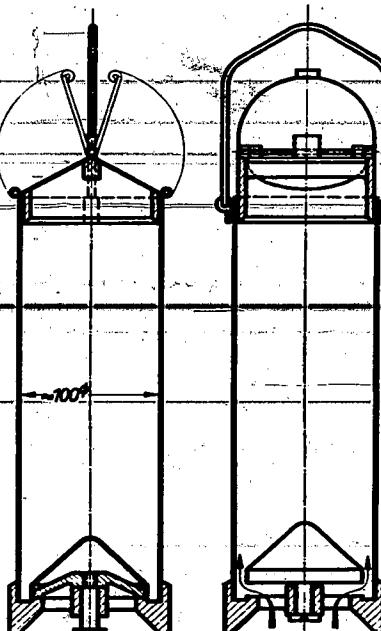


Bild 2

Beim Senken in den Behälter fließt das Öl durch das Probegerät hindurch, und man erhält die gewünschte Probe dadurch, daß man in der entsprechenden Tiefe

* ASTM = American Society for Testing Materials.

* Für die Feststellung abgeschlossener Wasserengen eignet sich Wasserstoff (Zuckercoleumspaper).

Probenahme von ölartig-flüssigen, salbenartigen, breiartigen und fettartig-festen Stoffen

DIN
DVM 3651

das Probegerät etwa 5 Sekunden ruhen läßt, wodurch das bewegliche Ventil sich senkt und das Gefäß unten schließt. Beim Anziehen schließt sich außerdem das Tauchgefäß oben, so daß beim Herausziehen kein Öl aus einer anderen Schicht eindringen kann.

Probenahme mit dem Verschluß-Stechheber (Bild 3)

- 22 Das Gerät besteht aus einem zylindrischen Rohr, an dessen oberem Ende sich ein durch Heben und Drehen um 90° feststellbarer Handgriff befindet, der durch

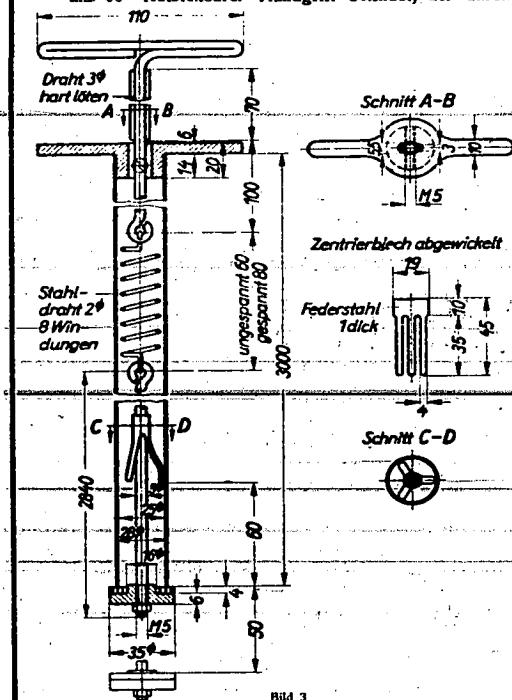


Bild 3

Zugfeder und Zwischenstück mit der Verschlußscheibe des unteren Endes verbunden ist. Die Zugfeder sorgt dafür, daß der Heber beim Schließen, d. h. beim Feststellen des Handgriffes, vollständig abgedrückt wird. Der Stechheber wird geschlossen bis zur vorgesehenen Tiefe in das Öl eingeführt; hier kurze Zeit geöffnet und geschlossen wieder herausgezogen.

Probenahme mit einem Spatel bei konsistenten Stoffen

- 23 Für Oberschichtproben benutzt man einen reinen, trockenen, rostfreien Spatel beliebiger Form.

Probenhalter mit dem schraubenförmigen Probes-
stecher (Bild 4).

- 24 Mit dem schraubenförmigen Probestecher können Einzelproben aus allen Schichten des Gebindeinhaltes entnommen werden.

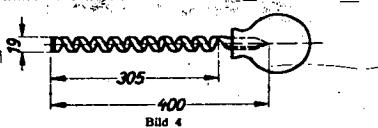


Bild 4

Probenahme mit dem rinnenförmigen Probestecher (Bild 5)

Das Gerät eignet sich für salbenartige, breiartige und fettartig-feste Stoffe und gestattet die Entnahme von Schichtproben.

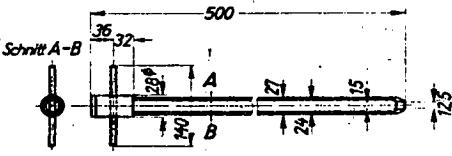


Bild 5

Probenahme mit dem hülsenförmigen Probestecher (Bild 6)

Dieser Probestecher, Bauart Allen-Auerbach, eignet sich auch für zähflüssige Stoffe. Er gestattet, einen Einblick in die etwaige uneinheitliche Zusammensetzung eines Gebindeinhaltes, weil er auch am Boden befindliche Schmutzschichten erläßt, die sonst beim Herausdrehen der unten offenen Probegeräte mechanisch zurückgehalten werden. Das Probegerät wird geschlossen (bei fettig-festen Stoffen aufgeklappt) eingeführt und nach Erfassen der Probe geschlossen wieder herausgezogen.

Menge, Verpackung, Versand und Aufbewahrung der Endproben

Die Mischproben von flüssigen Proben und die ausgesonderten Einzelproben werden für sich gründlich gemischt. Bei flüssigen Stoffen wird zweckmäßig eine in das Mischgefäß passende durchlöcherte Scheibe benutzt, die an einem Stiel rechtwinklig befestigt ist. Aus der einheitlichen Mischung der Proben werden die „Endproben“ genommen.

Bei Flüssigkeiten wird die Endprobe zu gleichen Teilen in vier Gefäße gefüllt, die wegen der Ausdehnungsmöglichkeit der Flüssigkeit nur zu $\frac{3}{4}$ voll sein sollen. Jede Endprobe soll für die gewünschten Untersuchungen unbedingt ausreichend bemessen sein (im allgemeinen 1 kg). Als Behälter dienen Glasgefäße mit dichten Verschlüssen¹⁾; auf die etwaige Lichtempfindlichkeit der Proben ist Rücksicht zu nehmen. Es können auch sorgfältig gereinigte Blechkannen mit dichten Verschlüssen verwendet werden. Nach der Füllung verschließt man die Behälter sofort, um Verluste an leichtflüchtigen Bestandteilen zu verhüten, und versieht die Verschlüsse mit beweiskräftigen Plomben oder angehängten die zugleich die Anhängekarten gesicherten

• 100

Bild 6

5) Man verwendet neue Korkstopfen oder eingeschliffene Glassstopfen. Bei Benzin werden mit Stanniol verkleidete Korkstopfen empfohlen.

- 16 -

Probenahme
von **öartig-flüssigen, salbenartigen, bretartigen
und-fettartig-festen Stoffen**

DIN
DVM 3651

- 29 Von den vier Proben in Abschnitt 28 ist je eine bestimmt für den Auftraggeber, für das Untersuchungslaboratorium, für etwaige Schiedsanalysen und für den Probenehmer. Der Probenehmer ist verpflichtet, die Probe sechs Wochen lang aufzubewahren, falls keine anderen Anweisungen vorliegen.
- 30 Bei salbenartigen oder festeren Stoffen wird die Endprobe*) in vier Teile von ausreichender Menge (im
- *) Bei salbenartigen, bretartigen und fettartig-festen Stoffen unter Berücksichtigung von Abschnitt 11.

allgemeinen je 100 cm³) aufgeteilt und in fest verschließbare Blechdosen, bei verseifbaren Fetten in Weithals-Glasflaschen oder irgende Behälter, gefüllt. Sonst gelten sinngemäß Abschnitt 28 und 29.

Die Anhängekarten für die Probegefäß haben folgendes Aussehen:

000043

Absender: <i>Firma K. Meyer, Hamburg</i>
Probe Nr. 6 aus einer Lieferung von 500 kg
in Fässern. Waggon Nr.
Bezeichnung: <i>Maschinenöl</i>
Probenehmer: <i>Walter Schulz</i>
Probegerät: <i>offener Steckheber</i>
Ort: <i>Stettin</i> Datum: <i>12. 1. 1930</i>
Unterschrift: (des Probenehmers)
(gez.) <i>Walter Schulz</i>

Normformat A7 74×105 mm

Prüfung von Schmierstoffen

Spezifisches Gewicht

Dichte

DIN

DVM 3653

Begriff¹⁾

Das spezifische Gewicht wird definiert als die unbenannte Zahl, die angibt, wieviel mal schwerer ein Körper im luftleeren Raum ist als die Menge eines Normalstoffs, die ein gleich großes Volumen erfüllt. Gewöhnlich wählt man als Normalstoff Wasser von 4°C. Das spezifische Gewicht ist dann praktisch gleich dem Zahlenwert der Dichte.

2 Dichte ist das Verhältnis der Masse einer bestimmten Stoffmenge zu ihrem Volumen. Sie wird ausgedrückt in Gramm je Kubikzentimeter. Hier nach ist die Dichte des Wassers bei 4°C sehr nahe gleich 1 und wird praktisch als Dichteinheit angenommen.

Addiert man zu dem Quotienten aus dem in Luft ermittelten Gewicht einer Ölmenge ihres Volumen 0,0012 g/cm³ (Dichte der Luft bei 20°), so erhält man die Dichte des Öles bis auf eine Einheit der vierten Dezimalstelle genau. Der Zahlenwert der Dichte in g/cm³ ist mit der gleichen Genauigkeit auch das spezifische Gewicht.

Meßtemperatur

3 Alle Zahlen sind für die Temperatur 20°C anzugeben.

Zweck der Prüfung

4 Die Bestimmung des spezifischen Gewichtes dient hauptsächlich zur Berechnung des Gewichtes einer Ölmenge, indem man das gemessene Volumen des Öles mit dem für dieselbe Temperatur ermittelten spezifischen Gewicht multipliziert²⁾. Das spezifische Gewicht kann in Verbindung mit anderen Eigenschaften des Öles zur Reinheits- und Ursprungskennzeichnung dienen. Ein Kennzeichen für die Güte ist es allein nicht.

Maßgebelt

5 Spezifisches Gewicht:

unbenannte Zahl: $\left(\frac{g \text{ Flüssigkeit}}{g \text{ Wasser von } 4^\circ} \right)$

Dichte: g/cm³

Prüfgeräte

6 Spindeln (Ärömometer)³⁾ sind zylindrische Schwimmkörper (Bild 1), die am unteren Ende durch Quecksilber oder Schrot beschwert sind und an dem nach oben stabsförmig verjüngten Ende eine Skala der spezifischen Gewichte tragen. Die Spindeln sollen gleichzeitig als Thermometer ausgebildet sein. Es empfiehlt sich der Gebrauch von 5 Spindeln, deren größter Durchmesser 25 mm nicht übersteigen soll, im Bereich von 0,700 bis 1,200 mit in 1/1000 geteilter Skala. Der Durchmesser des Standzyinders für das zu prüfende Öl soll nicht unter 40 mm sein, damit die Spindel bei der Untersuchung nicht am Glase hästet. Die Spindeln tragen die Bezeichnung: Öl-Dinspindel — 20/4° — Mineralöl-Dichte.

7 Pyknometer⁴⁾ sind Gefäße mit angeschmolzenem kapillarem Ansatzrohr und eingeschliffenem Thermometer (Bild 2). Sie tragen keine Füll-

1) Diese Angaben gelten bis zur allgemeinen Festlegung der Begriffe durch den Ausschuß für Einheiten und Formelgrößen (AEEF).

2) Das so errechnete Gewicht ist das Gewicht im luftleeren Raum; es ist verschieden von dem in der Tafel 4 der „Tafeln zu den Bestimmungen vor der Zollbehörde der Mineralöle ermittelte“ Eigengewicht. Dieses ist das Gewicht in Luft, gewogen mit Einstiegewichtsmethode.

3) Spindeln (Ärömometer) für allgemeine chemische Analyse siehe DIN DENOOG.

4) Pyknometer für allgemeine chemische Analyse siehe DIN DENOOG.

oder Eichmarke, sondern sollen nach Einsetzen des Thermometers bis zum oberen Rande der Kapillare gefüllt sein.

Für Schiedsuntersuchungen sind geeichte Pyknometer zu verwenden, deren Inhalt bei 20°C bis zum oberen Rande der Kapillare 10 cm³ beträgt. Die Pyknometer tragen die Bezeichnung: 10 cm³ 20°.

Mohr-Westphalsche Waage (Bild 3). Ein mit einem Thermometer versehener Glaskörper hängt mit einem feinen Draht an einem Waagebalken mit Zehntelteilung und ist durch ein Gegengewicht ausge-

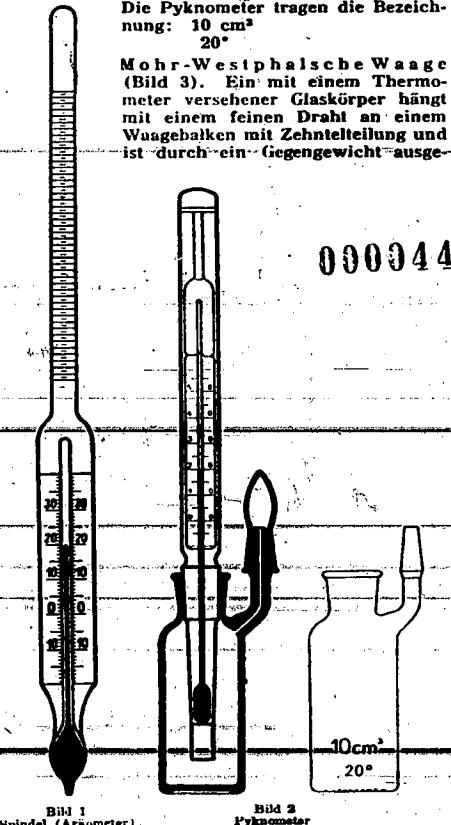


Bild 1 Spindel (Ärömometer)

Bild 2 Pyknometer

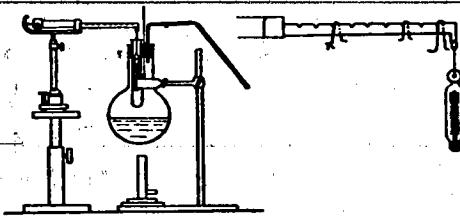


Bild 3 Mohr-Westphalsche Waage

Die bildliche Darstellung ist für die Anführung nicht verbindlich.

Prüfung von Schmierstoffen
Spezifisches Gewicht Dichte

000045

**DIN
DVM 3653**

glichen. Die Teilstriche des Waagebalkens, auf welche Reiter aufgesetzt werden müssen, um den Auftrieb des zu prüfenden Öles auszugleichen, geben ohne weiteres die einzelnen Dezimalen des spezifischen Gewichtes an, da das Gewicht des größten Reiters gleich dem Auftrieb des Glaskörpers in Wasser ist und die anderen Reiter 10-, 100- bzw. 1000-mal leichter sind. Das Thermometer des Glaskörpers ist bis auf 105° geeicht.

Prüfverfahren

- 9 Spindeln dienen zur betriebsmäßigen Untersuchung. Sie können zur Bestimmung des spezifischen Gewichtes nicht zu zäher Öle gebraucht werden. Man bringt einen Standzyylinder mit Öl und die Spindel in einen Raum, dessen Temperatur sich nicht stark ändert. Durch mehrmaliges Umrühren des Öles im Standzyylinder mit einem wirksamen Rührer (Durchmischen in senkrechter Richtung!) wird der Ausgleich der Temperatur beschleunigt. Nachdem das Öl die Temperatur des Raumes angenommen hat, wird es noch einmal durchgeführt, dann läßt man die Spindel, die schon nach etwa 10 Minuten die Temperatur des Raumes angenommen haben, wird, in das Öl gleitet und liest bei leichtem Öl nach etwa einer Minute, bei zähflüssigem etwas später an der Spindelskala das spezifische Gewicht und an der Thermometerskala die Temperatur ab. Das spezifische Gewicht muß bei durchsichtigen Ölen in der Ebene des Flüssigkeitsspiegels, bei undurchsichtigen am oberen Wulstrand abgelesen werden. Wenn die Spindelskala die Aufschrift „Ableseung am oberen Wulstrand“ oder eine ähnliche trägt, so darf die Spindel nicht in durchsichtigen Ölen gebraucht werden; bei undurchsichtigen Ölen gibt ihre Ableseung ohne weiteres das gesuchte spezifische Gewicht. Wird eine Spindel ohne die Aufschrift „Ableseung am oberen Wulstrand“ in un durchsichtigen Ölen gebraucht, so ist der am Stengel sich ausbildende Wulst von durchschnittlich 2 mm Höhe dadurch zu berücksichtigen, daß man der Ableseung so viel Skalenteile hinzuzählt, als 2 mm auf der Skala ausmachen.
- 10 Pyknometer werden möglichst bei 20°C gefüllt und gewogen. Der Ausdruck Vollgewicht des Pyknometers in Luft - Leergewicht in Luft 0,0012 + Inhalt des Pyknometers bei 20°C

gibt bei der Arbeitstemperatur 20°C den Zahlenwert der Dichte bis auf eine Einheit der vierten Dezimalstelle genau. Die Rechenvorschrift genügt auch mit geringerer Genauigkeit zur Berechnung des spezifischen Gewichtes bei einer von 20°C abweichenden Arbeitstemperatur; der Fehler beträgt höchstens 0,0005, wenn die Arbeitstemperatur zwischen 10 und 30°C liegt.

Die Mohr-Westphalische Waage dient zur Bestimmung des spezifischen Gewichtes (Dichte) bei hoher Temperatur (z. B. 100°C) für vaselinartige oder festere, beim Erwärmen homogen bleibende Stoffe (z. B. Paraffin, Ceresin, Wachs).

Der Glaskörper wird in das zu prüfende Öl getaucht, das in einem 2 cm weiten Reagenzglas durch ein kochendes Wasserbad auf 98 bis 100°C erhitzt wird. Wenn der Zeiger der Waage bei gleichbleibender Temperatur nach beiden Seiten gleich ausschlägt, wird das spezifische Gewicht an den Ausgleichsgewichten unmittelbar abgelesen (Im Bild 3 z. B. 0,9373).

Berichtigungen

Wird bei einer anderen Temperatur als bei 20°C geprüft, so hat man, um den abgelesenen Wert auf 20°C umzurechnen, für je 1° höhere Temperatur bei Schmierölen aus Erdöl, Braunkohle und Schiefer 0,0007, bei Schmierölen aus Steinkohle 0,00065 und bei sehr zähen Ölen 0,0006 zu zurechnen, bei niedrigerer Arbeitstemperatur abzuziehen.

Prüfeehler

Für technische Zwecke sind die spezifischen Ge wichts- auf drei Dezimalen anzugeben. Bei genauem Arbeiten beträgt der Meßfehler mit dem Pyknometer $\pm 0,0005$, mit der Spindel $\pm 0,001$.

Toleranz¹⁾

+ 0,005. Abweichungen nach unten sind zulässig.¹⁴

1) Angebot. Werden in Angeboten zwei Grenzwerte angegeben, so dürfen diese um nicht mehr als 0,010 g/cm³ auseinanderliegen.

Prüfung von Schmierstoffen

Probenahme	siehe DIN DVM 3651
Toleranz	siehe DIN DVM 3652
Fließpunkt und Tropfpunkt	siehe DIN DVM 3654
Zähigkeit (Viskosität)	siehe DIN DVM 3655
Wassergehalt	siehe DIN DVM 3656
Aschegehalt	siehe DIN DVM 3657
Neutralisationszahl (bisher Säurezahl)	siehe DIN DVM 3658
Verseifungszahl	siehe DIN DVM 3659
Hartaspalt	siehe DIN DVM 3660
Flammpunkt im offenen Tiegel	siehe DIN DVM 3661
Stockpunkt	siehe DIN DVM 3662

000046

Normblattentwurf des Deutschen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik

Prüfung von Leichtkraftstoffen

Siedeverlauf

Der Arbeitsausschuß „Prüfung von Leichtkraftstoffen“ beim Deutschen Verband für die Materialprüfungen der Technik (DVM) hat den im September 1936 veröffentlichten Normblattentwurf DIN DVM E 3672 — Prüfung von Leichtkraftstoffen, Siedevicinal — auf Grund der eingegangenen Einwände überarbeitet und als zweiten Entwurf nachstehend zur Kritik veröffentlicht.

Die Einwände gegen den ersten Entwurf richteten sich im wesentlichen gegen das vorgeschlagene Verfahren selbst. Für den zweiten Entwurf wurde daher die von der ASTM herausgegebene Siedeanalyse zur Grundlage genommen und den deutschen Verhältnissen entsprechend umgearbeitet. Da die Abweichungen gegen den ersten Entwurf sehr weitgehend sind, wurde beschlossen, diesen zweiten Entwurf zur Kritik zu veröffentlichen.

Die Interessenten werden gebeten, den Entwurf zu prüfen und begründete Einsprüche und Änderungsvorschläge in doppelter Ausfertigung der Geschäftsstelle des Deutschen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik, Berlin NW 7, Dorotheenstraße 40, bis zum 15. Dezember 1940 mitzuteilen.

000047

von 75° mit der Senkrechten und wird von einem Kühlbad von 381 mm Länge, etwa 103 mm Breite und 158 mm Höhe umgeben. Das untere Ende des Kühlrohres ist im spitzen Winkel abgeschnitten und nach unten so weit gebogen, daß es bei der Prüfung in Berührung mit der Wand des Meßglases steht und etwa 25 bis 32 mm unter dessen Oberkante reicht.

Schirm

Der Schirm besteht aus 1-mm dickem Stahlblech und ist 483 mm hoch, 279 mm lang und 203 mm breit. Er ist mit einer Tür an einer Schmalseite und einem Schlitz für das Ableitungsröhr auf einer der breiten Seiten versehen. Je zwei Öffnungen von 25 mm Durchmesser mit gleichem Abstand von den Kanten und voneinander befinden sich in beiden Schmalseiten mit ihren Mittelpunkten 216 mm unter der Schirmoberkante. Ferner sind drei Löcher von 13 mm Durchmesser auf jeder der vier Seiten mit den Mittelpunkten 25 mm über der Schirmunterkante vorgesehen.

Ringträger und Asbesthartplatten

Der Ringträger ist in der normalen Laboratoriumsbauart mit 102 mm oder größerem Durchmesser auszuführen und befindet sich auf einem Ständer innerhalb des Schirms. Es sind 2 Asbestplatten vorhanden. Die eine in den Abmessungen $152 \times 152 \times 6$ mm mit einem Loch von 32 mm Durchmesser^{a)} in der Mitte und senkrecht geschnittenen Kanten, die andere dicht in den Schirm eingepaßt, mit einer Öffnung von 102 mm Durchmesser und gleichmäßig mit dem Ringträger. Die letztere wird auf dem Ring gelegt und darauf die kleinere Platte, so daß sie entsprechend der Stellung des Kolbens eingestellt werden kann. Der Kolben wird durch die Öffnung von 32 mm der kleineren Platte unmittelbar erhitzt.

Gasbrenner oder elektrischer Heizkörper

a) Gasbrenner

Der Brenner soll so beschaffen sein, daß genügend Wärme zur Verdampfung der Kraftstoffprobe mit der unten angegebenen Geschwindigkeit erzielt werden kann. Die Flamme soll sich nicht über einen größeren Kreis als 90 mm Durchmesser an der Unterseite der Asbestplatte ausdehnen. Zur vollkommenen Regelung der Heizung ist ein empfindliches Regelventil erforderlich.

b) Elektrischer Heizkörper

Der an Stelle des Gasbrenners verwendbare elektrische Heizkörper muß so bemessen sein, daß der erste Tropfen Kraftstoff innerhalb der unten angegebenen Zeit, vom Heizbeginn an gerechnet, übergeht und anschließend die Verdampfung stetig fortgesetzt wird. Der Heizkörper soll mit einer 3 bis 6 mm dicken Asbestplatte abgedeckt sein, die in der Mitte ein Loch von 32 mm Durchmesser hat; der Teil des Schirms über der Asbestplatte soll der gleiche sein wie beim Gasbrenner, doch kann der Teil unterhalb der Platte weggelassen werden.

Thermometer

Anforderungen an Thermometer für niedrigsiedende Kraftstoffe (Meßbereich: 0 bis 300°) und an Thermometer für hochsiedende Kraftstoffe (Meßbereich: 0 bis 400°).

Bauart: Thermometer für vollständiges Eintauchen. Geätzte Röhre aus geeignetem Thermometerglas mit glatter Vorderseite und emailiertem Rücken, am oberen Ende mit einem Glaaring versehen.

Durchmesser (mit Ringlehre gemessen): 6 bis 7 mm. Gesamtlänge des fertigen Thermometers: 378 bis 384 mm. Flüssigkeit: Quecksilber.

Füllung über dem Quecksilber: Stickstoff.

Quecksilbergefäß: Geeignetes Thermometerglas.

Länge (Abstand vom unteren Ende bis zum Beginn des emailierten Rückens): 10 bis 15 mm.

Durchmesser (mit Ringlehre gemessen): 6 bis 6 mm.

Teilung: Alle Linien, Zahlen und Buchstaben klar und deutlich eingeschnitten. Teilstiche für 1° ; Teilstrich für 0° und jeder Teilstrich für Vielfache von 5° länger als die übrigen. Teilung bezeichnet in Vielfachen von 10° . Abstand des Teilstriches für 0° vom unteren Ende des Quecksilbergefäßes: 100 bis 110 mm beim Thermometer für niedrigsiedende Kraftstoffe, 25 bis 36 mm beim Thermometer für hochsiedende Kraftstoffe.

Abstand des obersten Teilstriches (300° beim Thermometer für niedrigsiedende oder 400° beim Thermometer für hochsiedende Kraftstoffe) vom oberen Ende des fertigen Thermometers: 30 bis 45 mm.

Teilungsfehler: Der Fehler an beliebiger Stelle der Teilung soll bei der angegebenen Eichung nicht größer sein als 0.5° beim Thermometer für niedrigsiedende Kraftstoffe oder 1° beim Thermometer für hochsiedende Kraftstoffe^{c)}.

Eichung: Das Thermometer soll im Prüfbad bis zum oberen Ende der Quecksilbersäule eingetaucht bei 0° und in Temperaturabständen von etwa 50° bis zu 300° beim Thermometer für niedrigsiedende Kraftstoffe oder 370° beim Thermometer für hochsiedende Kraftstoffe gecichtet werden.

Prüfung auf Beständigkeit der Anzeigegenaugigkeit: Nach Erwärmung auf 250° bis 290° beim Thermometer für niedrigsiedende Kraftstoffe oder 360° bis 370° beim Thermometer für hochsiedende Kraftstoffe während 24 h soll die Genauigkeit der Anzeige innerhalb der vorgeschriebenen Grenzen bleiben. Diese Thermometer sind bei den für sie vorgeschriebenen Eintauchbedingungen zu prüfen.

Meßglas

Das zylindrische, mit Fuß und Ausguß versehene Meßglas hat eine Gesamthöhe von mindestens 250 und höchstens 260 mm. Es ist mit einer Teilung zur Aufnahme von 100 cm^3 versehen, die Teilung soll zwischen 178 und 203 mm hoch sein; hieraus ergibt sich ein innerndurchmesser des Meßglases von etwa 25 mm. Teilstiche sind für je 1 cm^3 vorgesehen, jeder fünfte Teilstrich ist länger als die übrigen, jeder zehnte Teilstrich ist, von unten nach oben steigend, bezeichnet. Der Teilungsfehler soll an keiner Stelle der Teilung 1 cm^3 überschreiten.

Verfahren

Vorbereitung

a) Das Kühlbad ist mit gestoßenem Eis (oder irgend einem anderen geeigneten Kühlmittel), zu füllen. Dann ist so viel Wasser zuzufügen, daß das Kühlrohr bedeckt ist. Die Temperatur soll zwischen 0° und $+4.5^\circ$ gehalten werden, bei benzolhaltigen Kraftstoffen auf $+10^\circ \pm 2^\circ$.

b) Das Kühlrohr soll zur Entfernung etwaiger von früheren Prüfungen verbliebenen Flüssigkeiten mit einem weichen Tuch ausgewischt werden, das mit einem Bindfaden oder Kupferdraht durch das Kühlrohr gezogen wird.
c) 100 cm^3 des zu prüfenden Kraftstoffes sollen im Meßglas bei 13° bis 18° abgemessen und unmittelbar in den Engler-Kolben gebracht werden. Von der Kraftstoffprobe darf nichts in das Ableitungsröhr fließen.

d) Das Thermometer wird mit einem Korken dicht in den Halsen eingeatzt, so daß es sich in der Mitte des Halses derart befindet, daß das untere Ende des Kapillarrohres in gleicher Höhe ist wie der tiefste Punkt der Innenseite des Ableitungsröhres an seiner Verbindungsstelle mit dem Hals des Kolbens. Bei Einsetzen in den

^{a)} Bei Verdampfung von Kraftstoffen mit einem Siedepunkt über 245° soll das Loch in der Asbestplatte 38 mm Durchmesser haben.

^{b)} Der Teilungsfehler des Thermometers für hochsiedende Kraftstoffe gilt nur für 0° bis 370° . Unter gewissen Versuchsbedingungen kann die Temperatur des Quecksilbergefäßes 28° höher sein als die vom Thermometer angegebene; bei einer angegebenen Temperatur von 371° nähert sich die Temperatur des Quecksilbergefäßes einem kritischen Punkt des Glases an. Es ist daher nicht zweckmäßig, diesen Punkt bei höherer Temperatur als 371° zu verwenden, ohne daß der Schmelzpunkt nachgeprägt wird.

^{c)} Für Kraftstoffe mit Siededichte bis zu 250° oder Siedebeginn bis zu 100° soll das Thermometer für niedrigsiedende Kraftstoffe verwendet werden, andernfalls das Thermometer für hochsiedende Kraftstoffe.

Kolben soll das Thermometer etwa Raumtemperatur haben.

e) Der gefüllte Kolben, mit dem Ableitungsrohr ins Kühlrohr gesteckt, wird in die Öffnung von 32 mm Durchmesser der Asbestplatte von 152×152 mm eingesetzt. Eine dichte Verbindung kann durch einen Kork hergestellt werden, durch den das Ableitungsrohr hindurchgeht. Die Stellung des Kolbens soll so geregelt werden, daß das Ableitungsrohr höchstens 50 mm und mindestens 25 mm in das Kühlrohr hineinragt.

f) Das Meßglas, das zur Messung der Füllung dient hat, soll ohne vorherige Trocknung unter dem Kühlende so aufgestellt werden, daß das Kühlrohr mindestens 25 mm in das Meßglas ragt, aber nicht unter die 100-cm³-Linie reicht. Ist die Raumtemperatur nicht zwischen 13° und 18°, so soll das Meßglas bis zu vorgenannter Linie in einem durchsichtigen Bad eingetaucht sein, dessen Temperatur zwischen obigen Grenzen liegt. Die Oberkante des Meßglases soll während der Verdampfung dicht mit einem Stück Fließpapier oder dgl. bedeckt sein, das sich eng um das Kühlrohr schließt.

Verdampfung

Sobald alles vorbereitet worden ist, soll die Erwärmung so geregelt werden, daß der erste Tropfen frühestens 5 und spätestens 10 min später aus dem Kühlrohr fällt. Das Thermometer im Kolben soll 2 min nach Anstellen der Heizung abgelesen und die Anzeige als "Berichtigungstemperatur" vermerkt werden. Diese Zahl hat nur dann Bedeutung, wenn der Siedebeginn genau bestimmt werden soll.

Sobald der erste Tropfen Kraftstoff vom Ende des Kühlers fällt, wird die Ablesung an dem Thermometer im Kolben als Siedebeginn vermerkt. Dann wird das Meßglas so verschoben, daß das Kühlrohr die Wand des Meßglases berührt. Die Wärmeufuhr ist nun so zu regeln, daß die Verdampfung mit einer Geschwindigkeit von mindestens 4 und höchstens 5 cm³/min gleichmäßig vor sich geht. Die Menge des im Meßglas gesammelten Destillats soll jedesmal auf 0,5 cm³ genau abgelesen werden, wenn die Quicksilbersäule des Thermometers einen Teilstrich erreicht, der ein Vielfaches von 10° bezeichnet, somit bei 30°, 40°, 50°, 60°-usw.- Auch kann umgekehrt jedesmal die Temperatur vermerkt werden, wenn das Destillat einen Teilstrich erreicht, der ein Vielfaches von 10 cm³ bedeutet. Wird ein Kraftstoff darauf geprüft, ob er einer gegebenen Gütvorschrift genügt, so sollen alle notwendigen Beobachtungen gemacht und vermerkt werden, gleichgültig, ob solche zu den vom betreffenden Laboratorium üblicherweise vorgenommenen Prüfungen gehören.

Die Wärmeufuhr ist nicht mehr zu regeln, wenn in dem Kolben sich nur noch etwa 5 cm³ befinden, es sei denn, daß die Zeit zum Verdampfen dieser 5 cm³ und Erreichen des Endpunktes 5 min übersteigt. Der Siedepunkt ist die höchste am Thermometer im Kolben beobachtete Temperatur und wird gewöhnlich erreicht, wenn der Boden des Kolbens trocken geworden ist. Ist der Boden des Kolbens nicht trocken, so ist dies zu vermerken. Übersteigt die Zeit zum Verdampfen der letzten 5 cm³ und zum Erreichen des Endpunktes 5 min, so ist die Prüfung zu wiederholen und die Wärmeufuhr zu regeln, sobald der Rückstand 5 cm³ erreicht. Diese Einstellung muß die Wirkung haben, daß die Zeit zur Verdampfung der letzten 5 cm³ Kraftstoff und zum Erreichen des Endpunktes zwischen 3 und 5 min liegt.

Das gesamte Raummaß, das im Meßylinder aufgefangenen Stoffes soll als Destillat vermerkt werden. Der abgekühlte Rückstand ist aus dem Kolben in ein kleines in 0,1 cm³ geteiltes Meßglas zu gießen, kalt zu messen und als Rückstand zu vermerken. Der Unterschied zwischen 100 cm³ und der Summe des Destillats und des Rückstandes soll als Destillationsverlust berechnet und vermerkt werden.

Genaugkeit

Bei sorgfältiger Ausführung und Beachtung der Einzelheiten dürfen die Ergebnisse von wiederholten Bestimmungen des Siedebeginns und Siededentes um nicht mehr als je 3° voneinander abweichen. Die wiederholten Ablesungen des Raummaßes, des im Meßglas bei der einen oder anderen vorgeschriebenen Temperatur angesammelten Destillats sollen um höchstens 2 cm³ voneinander abweichen. Werden die Ablesungen bei bestimmten Teilstrichen vorgenommen, so sollen die Temperaturunterschiede höchstens Werte entsprechend 2 cm³ Destillat an jedem der in Frage kommenden Punkte erreichen.

Berücksichtigung des Luftdruckes

Der tatsächliche Barometerstand ist festzustellen und zu vermerken, doch soll eine Berichtigung nur im Streiffall vorgenommen werden. In solchen Fällen sollen die Temperaturpunkte auf 760 mm QS nach folgender Formel umgerechnet werden:

$$C_c = 0,00012 \cdot (760 - P) \cdot (273 + t_c)$$

worin C_c die zur beobachteten Temperatur zu zuschlagende Berichtigung und P den Barometerstand in Millimeter QS bedeuten.

Nachstehende Zahlentafel gibt mit hinreichend genauer Annäherung die nach vorstehender Formel vorzunehmenen Berichtigungen an.

Temperaturbereich °C	Berichtigung*) je 10 mm Druckunterschied
10 bis 30	0,35*
30 bis 50	0,38*
50 bis 70	0,40*
70-bis-90	0,42*
90 bis 110	0,45*
110 bis 130	0,47*
130 bis 150	0,50*
150 bis 170	0,52*
170 bis 190	0,54*
190-bis-210	0,57*
210 bis 230	0,59*
230 bis 250	0,62*
250 bis 270	0,64*
270 bis 290	0,66*
290-bis-310	0,69*
310 bis 330	0,71*
330 bis 350	0,74*
350 bis 370	0,76*
370 bis 390	0,78*
390 bis 410	0,81*

* Der Siedebeginn wird gewöhnlich als kennzeichnend für die Beschaffenheit des Kraftstoffes angesehen. Er ist sehr schwer festzustellen, besonders wenn Versuche bei verschiedenen Zimmertemperaturen wiederholt werden. Die Anwendung eines bekannten Verfahrens zur Berücksichtigung dieser unvermeidlichen Unterschiede im Verfahren hat sich bis jetzt nicht erweisen können. Die praktische Bedeutung des Siedebeginns ist nicht so wesentlich, daß sie die Mühe wert ist, eine entsprechende Anwendung der Versuche rechtfertigen könnte. Nachstehende Rückschlüsse werden als Hilfsmittel zur Beurteilung gewisser Schwierigkeiten aufgenommen, die sich aus der Gegenüberstellung der Grenzen des Siedebeginns in Gütervorschriften für Kraftstoffe einschließen.

Bei einer Siedekontrolltemperatur unter 21° oder über 27° so kann der beobachtete Siedebeginn um weniger als 60°, d.h. um weniger als 1/4 des Unterschiedes zwischen der Berichtigungstemperatur und 24° ausmachen. Bei Siedever suchen ist der Siedebeginn nach der folgenden Formel zu berichtigten:

Mächtiger Siedebeginn — Berichtigungstemperatur (°C) — 24

Beobachteter Siedebeginn 3

Stehen alle berichtigten Werte innerhalb der vorgeschriebenen Grenzen, so soll der betreffende Kraftstoff als eingeschränkt gültig gelten. Andernfalls soll, wenn möglich, eine Verbesserung getroffen werden, daß eine Prüfung des Siedekontrollen bei Zimmertemperatur zwischen 21° und 27° ausgeführt wird.

*) Zusätzlich, wenn der Barometerstand niedriger als 760 mm war, abzuziehen.

Verdampfungsrückstand (Harzgehalt)

100 ccm Kraftstoff werden in einer bis zum Kraftstoffspiegel von Dampf umströmten Glasschale (Jenaer Glas, halbkugelförmig, 10 cm Durchmesser, Höchstgewicht 50 g) auf dem Wasserbad verdampft, wobei ein Luftstrom von solcher Stärke auf den Kraftstoff aufgeblasen wird, daß dieser in längstens 20 Minuten verdampft ist. Danach ist die Glasschale mit Rückstand 1½ Stunden in einem Trockenschrank bei 110°C zu trocknen, in einem Chlorcalciumexsikkator 45 Minuten erkalten zu lassen und zu wiegen.

Überschreitet die gefundene Harzmenge die zulässige Grenze, so ist die Glasschale mit Rückstand weitere 20 Minuten bei 220°C zu trocknen und vorzu behandeln.

Ist bei bleihaltigen Kraftstoffen die zulässige Harzmenge überschritten, so wird der Rückstand mit Benzol-Alkohol (2:1) aufgenommen und die filtrierte Lösung eingedampft. Der nun bleifreie Rückstand wird wie oben getrocknet und gewogen. Bei der Durchführung der Prüfung ist das unmittelbare Auftreffen von Sonnenlicht auf Kraftstoffprobe und -rückstand zu verhindern. Der Harzgehalt wird ausgedrückt in mg/100cm

Dampfdruck-Bestimmung nach W.Reid.

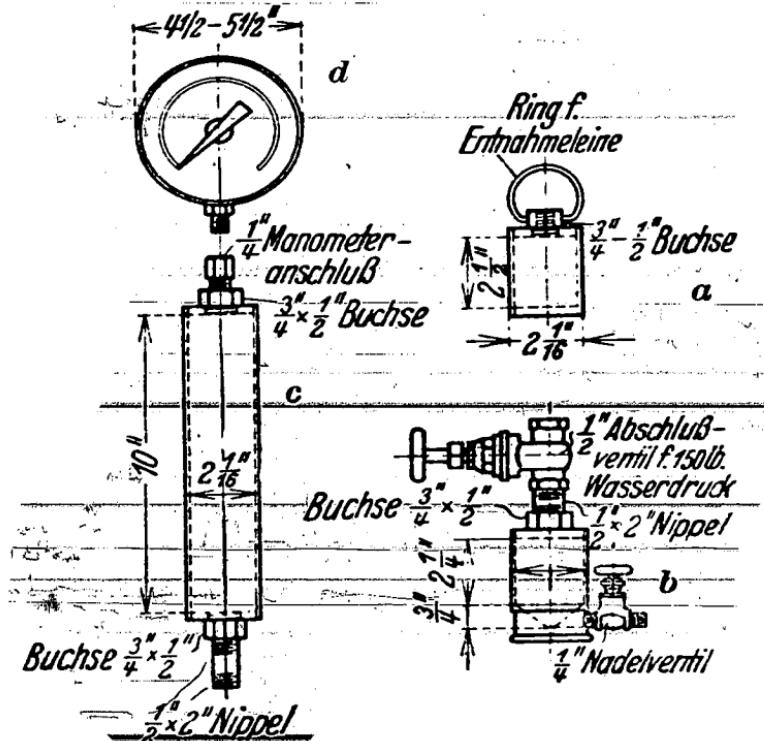
Der Apparat besteht aus dem kleinen Benzinbehälter a bzw. b, dem hiermit durch dichtes Gewinde verbundenen größeren Luftbehälter c und dem Manometer d, dessen Skala für Benzine mit niedrigem Dampfdruck bis etwa 1 at, für Benzine mit höherem Dampfdruck bis 3-4 at reichen soll. Zur Temperierung des Apparates dient ein Wasserbad, in welches die Bombe bis zum Manometeransatz eingetaucht werden kann.

Aus offenen Behältern entnimmt man das Benzin durch Einsenken des Benzingefäßes a, aus unter Druck stehenden Behältern, Rohrleitungen u. dergl. durch Anschließen des mit 2 Ventilen versehenen Gefäßes b (Füllung vom unteren Ventil aus), das zuvor mindestens auf die Temperatur des zu bemeisternden Benzins abzukühlen ist. Einfüllen des Benzins in den Apparat durch einfaches Eingießen ist wegen der unvermeidlichen Verdampfungsverluste bei Schiedsanalysen unzulässig, sonst nur im Notfalle gestattet, und zwar nach sorgfältiger Abkühlung des Benzins und des zu füllenden Gefäßes. Bei einem Dampfdruck des Benzins bei 40°C von kg/ccm bis 0,6; 0,8; 1,1; 1,4; 1,8; 2,1 kühlt man auf $^{\circ}\text{C}$ +10, +4, -1, -4, -7, -9.

Zur Entfernung von Benzindampfresten aus früheren Versuchen füllt man den Luftbehälter c vor dem Versuch mindestens 5mal mit warmem Wasser (etwa 35°) und lässt dieses jedesmal gut abtropfen. Nach Messung der anfänglichen Luftpertatur im Gefäß c schraubt man das Benzingefäß an und dichtet die Verbindungen mit Schellack oder einem anderen Dichtungsmittel. Nach mehrmaligem Schütteln wird der Apparat 5 min in das auf $37,8 + 0,28^{\circ}\text{C}$ ($100 + 0,5^{\circ}\text{F}$) gehaltene Wasserbad gestellt nochmals geschüttelt und dies in Abständen von 2 min so oft wiederholt, bis der Druck konstant bleibt. Für die Änderung des Teildruckes der in dem oberen Gefäß enthaltenen Luft sind Korrekturen gemäß "D. Holde, Kohlenwasserstofföle und Fette", 7. Auflage, S. 199, anzubringen. Bei unkorrigierten Werten sind die Temperatur des Versuchsraumes in $^{\circ}\text{C}$ und der Barometerstand mit anzugeben.

V Dann bringt man den Gefäß c auf
40°.

000051



Bestimmung von Bleitetraäthyl in Benzinen.

In einem 500 ccm-Erlenmeyer-Kolben gibt man 100 ccm Wasser und 100 ccm Normalbenzin und stellt ihn zur Kühlung in einen passenden mit Eiswasser gefüllten Filterstutzen. Nach Abkühlung gibt man 10 ccm Brom hinzu und lässt aus einer 100 ccm-Pipette 100 ccm der Probe unter der Flüssigkeitsoberfläche unter Schütteln und Kühlen zufließen. Entfärbt sich die Lösung, so unterbricht man den Zufluß und gibt weitere bereitgehaltene 10 ccm Brom hinzu. Die Lösung muß deutlich braun bleiben. Man spritzt dann die Pipette in den Kolben hinein mit Wasser ab, führt in einen Scheidetrichter über und scheidet die wässrige Lösung in ein Becherglas ab. Den Erlenmeyer-Kolben spült man zweimal mit je 75 ccm Wasser, die man jeweils zum erneuten Aufschütteln des Benzin im Scheidetrichter benutzt. Man verjagt das Brom aus der wässrigen Lösung durch Kochen, neutralisiert (unter Vermeidung größeren Überschusses) mit Ammoniak, macht wieder essigsauer und fügt mit Kaliumbichromat (wie bei Methode I, vgl. Bestimmung von Bleitetraäthyl usw. Ethyl G.m.b.H., Februar 1937, Seite 3, ab Zeile 8 von unten). Man erhitzt auf einer Heizplatte zum Sieden und fügt langsam unter Röhren 3 ccm einer 10%igen Kaliumbichromatlösung hinzu. Das Kochen wird fortgesetzt, bis sich der Niederschlag gut zusammengeballt hat. Dann lässt man ihn 1 Stunde in der Wärme, filtriert durch einen gewogenen Tiegel und wäscht mit heißem Wasser gut aus. Man trocknet bei 150°C und wiegt.

$$\text{Gewicht PbCrO}_4 \times 6,019 = \text{ccm TEL/Ltr.}$$

Maßanalytische Bestimmung von Bleitetraäthyl in Kraftstoffen.

Man gibt in einen 500 ccm-Schütteltrichter 100 ccm Wasser, 100 ccm Normalbenzin und 100 ccm des zu untersuchenden Kraftstoffes. Nach und nach wird vorsichtig Brom zugesetzt und jedes Mal kräftig geschüttelt. Wird die Lösung warm, so kühlte man mit Wasser. Man setzt das Zugeben von Brom solange fort, bis eine bleibende tiefrote Färbung entsteht. Man schüttelt nun noch 5 Min. trennt den wässrigen Auszug ab und wäscht zweimal mit je 75 ccm Wasser nach. Die vereinigten wässrigen Lösungen werden nun gekocht, bis alles Brom vertrieben ist. Man neutralisiert nun mit Ammoniak, fügt 5 ccm 50%ige Essigsäure und 5 ccm einer 10%igen Na-Acetatlösung hinzu und lässt wieder kochen. Zu der kochenden Lösung gibt man 10 ccm einer heißen gesättigten Kaliumbichromatlösung, lässt noch einige Minuten kochen, bis sich der Niederschlag zusammengeballt hat und filtriert ab. Der Niederschlag wird mehrmals mit heißem Wasser gewaschen, bis das überschüssige Bichromat aus dem Filter entfernt ist. Nun löst man den Niederschlag mit heißer, verdünnter Salzsäure vom Filter in einen Erlenmeyerkolben und wäscht mit heißem Wasser nach.

Die Lösung wird gekühlt, mit Kaliumjodid versetzt und das ausgeschiedene Jod mit einer $\frac{1}{10}$ Natriumthiosulfatlösung titriert. (Indikator: Stärke).

Der Gehalt an Bleitetraäthyl in Vol.% ergibt sich, wenn man die Anzahl der verbrauchten ccm Natriumthiosulfat mit 0,00648 multipliziert. Man erhält so Werte mit einer Genauigkeit von $\pm 0,001$ Vol.%.

Prüfung von Brennstoffen

Feste Brennstoffe
Chemische Prüfverfahren

000054

DIN
DVM 3721

Bestimmung des Aschegehaltes

13. In einem geeigneten Veraschungsschälchen wird 1 g der lufttrockenen bzw. wasserfreien Probe (siehe Abschnitt 2 und 3) im geschlossenen Muffelofen mit Gas- oder elektrischer Beheizung bis zur vollständigen Verbrennung aller Kohlebestandteile erhitzt. Die Temperatur ist zunächst niedrig zu halten, sodann bis auf 750 bis 800° zu steigen. Von Zeit zu Zeit, besonders im letzten Stadium der Veraschung, wird mit einem ausgeglühten Platindraht vorsichtig umgerührt.

14. Der Aschegehalt wird in Gewichtsprozenten angegeben.

Bestimmung des Schwefelgehaltes

15. Zu unterscheiden ist zwischen der Bestimmung des verbrennlichen Schwefels und des Gesamtschwefels.

Bestimmung des verbrennlichen Schwefels aus der Bombe

16. Man gibt vor der Heizwertbestimmung 5 cm³ Wasser in die Bombe. Nach Beendigung der Heizwertbestimmung läßt man den Sauerstoff langsam durch eine Vorlage, die mit neutraler Wasserstoffperoxydlösung gefüllt ist, entweichen und spült dann durch ein Filter das Wasser sowie die Wasserstoffperoxydlösung quantitativ in ein Becherglas. Die weitere Behandlung kann nach dem Titrationsverfahren oder gewichtsanalytisch geschehen:

Durch Titration, gleichzeitig mit der Salpetersäure

17. Man spült, wie schon erwähnt, das in der Bombe enthaltene Wasser sowie die Wasserstoffperoxydlösung quantitativ in ein Becherglas, gibt einen Tropfen Methylorange als Indikator zu und ermittelt durch Titration mit 1/10 n Barytwasser die Gesamtmenge der gebildeten Schwefel- und Salpetersäure. Nun gibt man 20 cm³ 1/10 n Sodalösung zu, läßt aufkochen, füllt nach dem Abkühlen in einem Meßkolben auf 250 cm³ auf, schüttelt um und filtert durch ein trockenes Faltenfilter. Vom Filtrat werden 200-cm³-abpipettiert und mit 1/10 n Salzsäure (Methylorange als Indikator) zurücktitriert. Der Unterschied zwischen den zugegebenen 20 cm³ 1/10 n Sodalösung und dem mit 1,25 multiplizierten Verbrauch an 1/10 n Salzsäure ist gleich der Anzahl cm³ 1/10 n Salpetersäure, die man von der mit 1/10 n Barytwasser ermittelten Gesamtmenge (Schwefel- und Salpetersäure) abzieht. Der Rest entspricht der Schwefelsäure, aus der man den Schwefelgehalt berechnet.

18. Arbeitet man nicht mit Wasserstoffperoxyd, so ist es richtiger, bei der Titration mit Barytlauge Phenolphthalein als Indikator zu verwenden, nachdem man vorher die Kohlensäure durch Kochen ausgetrieben hat.

Durch Gewichtsanalyse

19. Die Flüssigkeit versetzt man mit etwas Bromwasser oder Wasserstoffperoxyd (schwefelsäurefrei), säuert sie mit verdünnter Salzsäure an und erhitzt zum Sieden. Während des Siedens läßt man heiße Bariumchloridlösung zutropfen und fällt so den Schwefel als Bariumsulfat. Aus diesem Wert läßt sich der Schwefelgehalt berechnen.

20. Wird die Bestimmung des verbrennlichen Schwefels nach einem anderen Verfahren, z. B. dem Verbrennungsverfahren nach Grotz³), durchgeführt, so ist dies im Prüfbereich anzugeben.

Bestimmung des Gesamtschwefels nach Eschka

21. Man mischt 1 g Kohlepulver mit 3 g Eschkamischung (1 Teil wasserfreie Soda und 2 Teile gebrannte Magnesia) in einem geeigneten Tiegel, der auf einen Asbesteller gesetzt wird, gibt 1 g reiner Eschkamischung darauf und erhitzt unter späterem Umrühren mit einem Platindraht so lange, bis alle Kohle verbrannt ist. Das Gemisch wird mit etwa 100 cm³ Wasser aufgenommen und mit Bromwasser oder Wasserstoffperoxyd versetzt. Nach dem Ansäuern mit Salzsäure wird die im allgemeinen trübe Flüssigkeit gekocht (das Brom verschwindet) und filtriert. Alsdann wird die Schwefelsäure in der Siedemittere mit heißer Bariumchloridlösung als Bariumsulfat gefällt. Aus diesem Wert läßt sich der Schwefelgehalt berechnen.

22. Für Braunkohlen und Kohlen mit hohem Gehalt an verbrennlichem Schwefel wird das Verfahren nach Brundt (Z. f. ang. Chemie 18 (1905) S. 1560) angewandt.

Elementaranalyse

23. Zur Feststellung des prozentualen Gewichtsgehaltes an Kohlenstoff, Wasserstoff, Stickstoff und verbrennlichem Schwefel dient die Elementaranalyse, die in allgemein üblicher Weise durchgeführt wird⁴). Die Bestimmung des Wasserstoffs setzt eine genaue Wasserbestimmung voraus, die am besten nach dem Xyloolverfahren (siehe Abschnitt 5 bis 8) oder durch direkte Wägung des im inerten Gasstrom ausgetriebenen Wassers erfolgt. Die Stickstoffbestimmung bei Kohlen kann nach den Verfahren von Terres⁵) und Fritsche⁶), bei Koks nach Dumas-Lambris⁷) vorgenommen werden.

³) Z. f. angew. Chemie 46 (1933), Heft 6, Seite 105.

⁴) Siehe z. B. die Lehrbücher von Gottermann, Die Praxis des organischen Chemikers, und von Schreiterer und Koenig, Kohlenchemie.

⁵) Journal für Gasbeleuchtung 82 (1919), Seite 17, 23.

⁶) Brennstoff-Chemie 2 (1921), Heft 23.

⁷) Siehe z. B. Brennstoff-Chemie 6 (1925), Seite 1; 7 (1926), Seite 301; 8 (1927), Seite 69 und 89.

Prüfung von Schmierstoffen

Wassergehalt 000055

DIN

DVM 3656

Begriff

- Unter Wassergehalt ist das bisweilen als Fremdstoff im Öl vorhandene Wasser zu verstehen.
- In konsistenten Fetten ist ein gewisser Wassergehalt zum Stabilisieren der Seifen-Mineralöl-Emulsion erforderlich.

Zweck der Prüfung

- Die Prüfung wird angestellt, weil Wasser im Öl die Schmierwirkung beeinträchtigen kann. Bei Dichtschmierung wird die Saugfähigkeit der Dichte schon durch Spuren von Wasser erheblich vermindert.
- Bei Isolierölen kann die elektrische Festigkeit durch Spuren von Wasser stark herabgesetzt werden. Für die Feststellung dieser geringen Mengen ist das nachstehend beschriebene Verfahren nicht empfindlich genug.
- In konsistenten Fetten ist das über das notwendige Maß hinaus vorhandene Wasser als minderwertiger Zusatz anzusprechen.

Maßeinheit

g/100 g (%)

Prüfverfahren¹⁾

- In dem Kurzhals-Rundkolben 500 mit aufgelegtem Rand DENOG 5 werden je nach dem vermuteten Wassergehalt 20 bis 100 g Öl oder Fett eingewogen und mit 100 cm³ Xylo gemischt. Das Xylo wird vorher durch Schütteln mit Wasser gesättigt und durch Filtern oder Absitzenlassen geklärt. Bei größeren Probemengen muß entsprechend mehr Xylo genommen werden. Zur Verhütung eines Siedeverzuges sind einige Siedesteine zuzufügen. Um Schäumen zu verhindern, werden höchstens 1 bis 2 g wasserfreies Olein zugesetzt. Der Rundkolben wird mit einem dichten Stopfen verschlossen, durch den ein Glasrohr G (Bild 1) geführt ist. Das Glasrohr ist mit einem in 1/10 cm³ graduierten Meßgefäß fest verbunden. Das Meßgefäß wird bei A mit einem zweiten Stopfen an einen Liebigkühler A oder B 400 DENOG 31 angeschlossen. Dann wird das Öl-Xylo-Gemisch langsam zum Sieden erhitzt.

Das von dem Liebigkühler abtropfende Xylo-Wassergemisch sammelt sich im Meßgefäß. Sind die abfallenden Xylotropfen nicht mehr wassertrübe (frühestens nach 15 Minuten langem Sieden), so stellt man die Flamme ab und läßt abkühlen. Bleiben Wassertropfen an den Wandungen des Meßgefäßes

¹⁾ Dieses Verfahren ist auch zur Bestimmung des Wassergehaltes in wasserlöslichen Ölen anwendbar.

haften, so werden sie mit einer Federfahne unter Nachspülen des Kühlers mit Xylo mit der Hauptmenge des

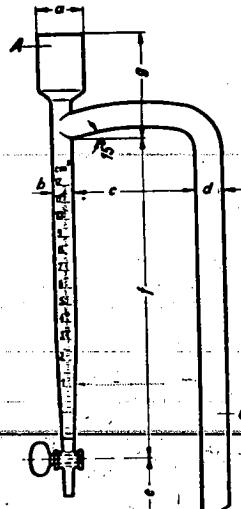


Bild 1

Wassers vereinigt. Die vom Xylo scharf getrennte Wassermenge wird dann abgelesen.

Prüffehler

± 0,05.

Toleranzen

Für Maschinenoile	+ 0,1	•
für Zylinderöle	+ 0,2	•
für Maschinenschmierfette	+ 1	•

Abweichungen nach unten sind zulässig.

Abmessungen des Gerätes zur Wasserbestimmung

a = 23 bis 25 mm	e = 25 bis 38 mm	10
b = 10 bis 12 mm	f = 180 bis 190 mm	
c = 65 bis 75 mm	g = 50 bis 62 mm	
d = 12 bis 16 mm		

Prüfung von Schmierstoffen

Probenahme	siehe DIN DVM 3651	Versiegelungszahl	siehe DIN DVM 3659
Toleranz	siehe DIN DVM 3652	Hartasphalt	siehe DIN DVM 3660
Spezifisches Gewicht	siehe DIN DVM 3653	Bestimmung des Flammpunkts im offenen Tiegel mit Gas- heizung und Gaszündung	siehe DIN DVM 3661
Fließpunkt und Tropfpunkt	siehe DIN DVM 3654	Stockpunkt	siehe DIN DVM 3662
Zähigkeit (Viskosität)	siehe DIN DVM 3655		
Aschegehalt	siehe DIN DVM 3657		
Neutralisationszahl (bisher Säurezahl)	siehe DIN DVM 3658		

Prüfung von Brennstoffen

Oberer und unterer Heizwert fester und flüssiger Brennstoffe

DIN

DVM 3716

000056

Oberer und unterer Heizwert (Begriffsbestimmung)¹⁾

1. Die bei der Verbrennung eines Stoffes auftretende Wärmemenge hängt ab a) von der Art und dem Zustand des Stoffes, der durch die Verbrennung verändert wird, b) von der Art und dem Zustand der Stoffe, die durch die Verbrennung entstehen.

Als oberer Heizwert H_o eines Stoffes wird die Wärmemenge bezeichnet, die bei vollständiger Verbrennung der Gewichtseinheit des Stoffes verfügbar wird, wenn

- a) die Temperatur des Stoffes vor der Verbrennung und der Stoffe nach der Verbrennung 20° beträgt,
- b) die Verbrennungsergebnisse von Kohlenstoff und Schwefel restlos als Kohlendioxid und Schwefeldioxid in gasförmigem Zustand vorhanden sind. Eine Oxydation des Stickstoffs soll nicht stattfinden.
- c) das vor der Verbrennung im Brennstoff, flüssig vorhandene und das bei der Verbrennung zusätzlich gebildete Wasser sich nach der Verbrennung in flüssigem Zustand befindet.

Als unterer Heizwert H_u eines Stoffes wird die Wärmemenge bezeichnet, die bei vollständiger Verbrennung der Gewichtseinheit des Stoffes verfügbar wird, wenn

- a) die für den oberen Heizwert gestellten Bedingungen a und b erfüllt sind,
- b) das vor der Verbrennung im Brennstoff flüssig und dampfförmig vorhandene und das bei der Verbrennung zusätzlich gebildete Wasser sich nach der Verbrennung in dampfförmigem Zustand bei 20° befindet.

Maßeinheiten

2. Der obere und der untere Heizwert von Brennstoffen werden in Kilokalorien/Kilogramm (kcal/kg) ausgedrückt²⁾. Bei der Heizwertbestimmung im Laboratorium ist es vorteilhaft, zunächst die kleineren Einheiten -(cal)- und Gramm-(g)- zu verwenden und erst das Endergebnis in kcal/kg anzugeben (1 cal/g = 1 kcal/kg).

Prüfgeräte

3. Zur Bestimmung des oberen Heizwertes von festen und flüssigen Brennstoffen dient ein Berthelot-Kalorimeter neuerer Bauart. Bei flüssigen Brennstoffen kann auch das Junkers-Kalorimeter benutzt werden, wobei die dem Kalorimeter beigegebene Gebrauchsanweisung zu befolgen ist.

Das Berthelot-Kalorimeter besteht aus einem druckfesten, gegen Säure widerstandsfähigen Gefäß mit verschraubbarem Deckel (Bombe), durch den isoliert ein Draht zur Zündung sowie Kanäle für die Gaszuleitung und -ableitung gelegt sind. Der Inhalt der Bombe soll 280 bis 320 cm³ betragen. Im Innern der Bombe ist ein Quarz- oder Platintiegel zur Aufnahme des Brennstoffes angebracht. Ein Kalorimetergefäß dient zur Aufnahme der Bombe und des Kalorimeterwassers, das bis zu den Klemmen der Bombe eingefüllt wird und dessen Temperatur mit einem in Hunderstels Grade geteilten, amtlich geprüften Thermometer bestimmt werden muß (Ableseung mit Lupe). Höchste Genauigkeit wird nur erreicht, wenn das Thermometer ausdrücklich zum Messen von Temperaturunterschieden amtlich geprüft wurde. Die Menge des Kalorimeterwassers muß stets die gleiche und genau ausgewogen sein. Zur vollständigen Versuchsanordnung gehören ferner: ein mit Wasser gefüllter Isoliermantel, ein Rührwerk für das Wasser des Kalorimeters mit Antriebsvorrichtung (es ist darauf zu achten, daß der Antriebsmotor des Rührwerks eine so gleichmäßige Drehzahl hat, daß die Rührwärme³⁾ während des ganzen Versuchs dieselbe ist), eine Zündvorrichtung, eine Sauerstoff-Füllvorrichtung (Sauerstoff-Flasche, Druckmesser, Druckminderer und Zuleitung) und eine Brikett presse. Der Wasserwert (siehe Abschnitt 5) des Isoliermantels soll mindestens fünfmal so groß sein wie der Wasserwert des Kalorimetergefäßes einschließlich Bombe und Wasserfüllung.

Die Abkühlungskonstante $K = \frac{\Delta t_0 + \Delta t_1}{t_0 - t_1}$ des Kalorimeters (Bedeutung der Buchstaben siehe Abschnitt 6) soll von einem Wasserwert (siehe Abschnitt 5) von 2400 bis 4000 cal je Grad nicht größer sein als 0,0025 min⁻¹. Eine größere Abkühlungskonstante läßt auf schlechte Wärmeisolierung des Kalorimetergefäßes schließen.

Prüfverfahren

4. Die Brennstoffe werden im lufttrockenen Zustand⁴⁾ und in der für die Prüfung vorgesehenen Form gewogen. Feste-Brennstoffe können briekettiert werden, soweit sie sich dazu eignen.

Nichtbrikettierbare feste Brennstoffe können in Pulverform in eine die Verbrennung fördernde Umhüllung gebracht werden, deren oberer Heizwert gesondert zu ermitteln ist. Es ist ferner auch möglich, die Brennstoffe in Pulverform in einem mit ausgegliehenem Asbestpapier ausgekleideten Platin schälchen, in das ein Zündfaden (Zündbaumwolle) hineingelegt, zu verbrennen. Höher siedende flüssige Brennstoffe werden wie feste Brennstoffe in offenen Verbrennungsschälchen, leicht flüchtige Brennstoffe in kleinen dünnwandigen Glaskugeln oder in Gelatinekapseln, durch die der Zünddraht gezogen ist, abgewogen. Die Brennstoffmenge soll so groß gewählt werden, daß der Temperaturanstieg des Kalorimeters bei der Verbrennung 2 bis 3° beträgt, ihr Volumen soll jedoch nie größer als 2 cm³ sein. Außer dem Brennstoff werden in die Kalorimeterbombe 5 cm³ destilliertes Wasser eingefüllt. Der Druck des wasserstoffreichen Sauerstoffs soll in der Bombe bei der Wasser- und Heizwertbestimmung 25 bis 30 kg/cm² betragen. Die Messung beginnt nach erreichtem Temperaturausgleich. Die Anfangstemperatur liegt zweckmäßig 1,5 bis 2° unter der Temperatur des Isoliergefäßes.

Der Vorversuch beginnt, sobald der Temperaturanstieg in 1 min annähernd gleichbleibt. Die Temperaturen werden etwa sechsmal von 60 zu 60 s aufgeschrieben. Mit der letzten Ableseung, die zugleich als erste des Hauptversuches dient, wird der Zündstrom eingeschaltet.

Beim Hauptversuch sind die Ablesungen in gleicher Weise fortzusetzen, bis die Temperaturänderung

¹⁾ Bei Einführung einer einheitlichen internationalen Regelung werden die internationales Beschriftungen und Indices übernommen.

²⁾ Nach dem Gesetz über die Temperaturskala und die Wärmesinheit vom 7. 8. 1924 ist eine Kilokalorie diejenige Wärmemenge, durch welche 1 kg Wasser bei Atmosphärendruck von 14,5° auf 15,5° erwärmt wird (1 kcal = 1000 cal).

³⁾ Genügende Gleichmäßigkeit der Rührwärme ist im allgemeinen dann gewährleistet, wenn die Umdrehungszahl des Motors während des Versuches um weniger als 10% schwankt.

⁴⁾ Siehe DIN DVM 3721 Prüfung von Brennstoffen, Feste Brennstoffe, Chemische Prüfverfahren.

Prüfung von Brennstoffen

Oberer und unterer Heizwert fester und flüssiger Brennstoffe

DIN
DVM 3716

000357

wieder gleichmäßig verläuft. Die letzte Ablesung des Hauptversuches gilt zugleich als die erste des Nachversuches.

Beim Nachversuch sind die Temperaturen etwa sechsmal von 60 zu 60 s zu messen.

Das Ende des Hauptversuches fällt im allgemeinen nicht mit dem Temperaturhöchstwert zusammen. Ob das Ende des Hauptversuches richtig gewählt ist, kann man auch daran erkennen, daß der herabgesetzte Temperaturanstieg $t_m - t_0$ (vgl. Abschn. 6) keine wesentliche Änderung mehr erfährt, wenn man den Hauptversuch noch um einige Minuten verlängert.

Wasserwert

5. Zur Berechnung des oberen Heizwertes ist die genaue Bestimmung des Wasserwertes W_w des Kalorimeters (bestehend aus Bombe mit Inhalt, Kalorimetergefäß einschließlich einer bestimmten Wasserfüllung, Rührer und Thermometer) erforderlich. Der Wasserwert eines Körpers ist gleich der Anzahl Kalorien, durch die seine Temperatur um 1° erhöht wird. Der Wasserwert des Kalorimeters wird an Ort und Stelle durch Verbrennen einer bekannten Menge trockener Benzoesäure ermittelt. Die Versuchsbedingungen und die Berechnungsweise sollen bei der Wasserwertbestimmung dieselben sein wie bei der Heizwertmessung. Der obere Heizwert (Verbrennungswärme) der reinen Benzoesäure beträgt 6324 cal/g (bei Wägung in Luft). Es soll nur eine Benzoesäure verwendet werden, deren Eignung für kalorimetrische Zwecke geprüft ist. Ist bei der Prüfung der Säure infolge geringer Verunreinigungen gegenüber dem oberen Heizwert der reinen Säure ein Unterschied festgestellt worden, dann soll dieser berücksichtigt werden. Auf die Wasserwertbestimmung ist besondere Sorgfalt zu verwenden. Es sind mindestens 4 Einzelmessungen vorzunehmen, die von dem Mittelwert nicht mehr als $\pm 0,2\%$ abweichen dürfen. Eine Neubestimmung des Wasserwertes ist stets dann erforderlich, wenn ein Bestandteil des Kalorimeters ausgewechselt wird; dessen "Wasserwert" von wesentlicher Bedeutung ist:

Berechnung des oberen Heizwerts einer lufttrockenen Probe)

6. Der obere Heizwert H_o (lufttrocken) des Brennstoffes wird nach der folgenden Formel bestimmt:

$$H_o = (W_w \cdot (t_m + c - t_0) - \Sigma b) / G \quad (1)$$

Es bedeuten:

t_0 = erste Temperatur des Hauptversuches

t_m = letzte Temperatur des Hauptversuches

G = Gewicht des Brennstoffes in g (in Luft gewogen)

c = Berichtigung für den Wärmeaustausch zwischen Kalorimeter und Umgebung

Σb = Summe der Berichtigungen für beobachtete Wärmemengen, die der Begriffserklärung der Verbrennungswärme nicht entsprechen.

Die Berichtigung c wird nach der (etwas umgeformten) Regnault-Pfaudlerschen Formel bestimmt:

$$c = m \Delta_h - (\Delta_h + \Delta_v) F \quad (2)$$

wobei

$$F = m - \frac{1}{t_0 - t_v} \left(\sum_{i=1}^{m-1} t_i + \frac{t_0 + t_m}{2} - mt_v \right) \quad (3)$$

*) Beispiele einer Berechnung siehe Seite 3.

**) Es wird angenommen, daß die im Prüfungsache angegebenen Berichtigungen des Thermometers an t_0 und t_m bereits angebracht sind. Dasselbe gilt auch für die im Zahlenbeispiel mitgeteilten Temperaturen. Der Gradwert eines Beckmann-Thermometers kann 1,000 gewesen sein, die tatsächliche Temperatur aber der Wasserwert- und Heizwertbestimmung diese ist. Der Fehler des herausragenden Fadens kann unberücksichtigt bleiben, wenn sich die Temperatur des Isoliermantels um nicht mehr als 3° von der Temperatur des Verzehraumes unterscheidet.

Es bedeuten:

t_0, t_m wie oben angegeben

m Dauer des Hauptversuches in Minuten

Δ_v mittlerer Temperaturanstieg für jede Minute des Vorversuches

Δ_h mittlerer Temperaturabfall für jede Minute des Nachversuches

t_v mittlere Temperatur des Vorversuches

t_n mittlere Temperatur des Nachversuches

$\sum t$ Summe der Temperaturen beim Hauptversuch außer der ersten und letzten.

Der Faktor F (Gleichung 3) kann für jede Brennstoffart, die unter annähernd denselben Bedingungen (z. B. bei gleichem Sauerstoffdruck) verbrannt wird, als Konstante angesetzt werden, so daß eine einzige zweimalige Bestimmung von F für jede Brennstoffart genügt.

F kann auf Grund eines Versuches nach Formel 3 bestimmt werden. Mit einer für die meisten Fälle ausreichenden Näherung kann man für F auch die folgenden Zahlenwerte in Gleichung (2) einsetzen:

$F = 1,0$; wenn der Temperaturanstieg in der ersten Minute des Hauptversuches größer ist als in der zweiten.

$F = 1,25$; wenn die Temperaturanstiege in der ersten und zweiten Minute des Hauptversuches annähernd gleich groß sind.

$F = 1,5$; wenn der Temperaturanstieg in der ersten Minute des Hauptversuches kleiner ist als in der zweiten.

Die Berichtigung Σb in Gl. (1) setzt sich aus den Wärmemengen zusammen, die nicht von der Verbrennung des zu untersuchenden Stoffes herrühren, und aus Wärmemengen, die dadurch entstanden sind, daß die Verbrennungsgerüchte in der Bombe der Begriffsbestimmung für die Verbrennungswärme nicht genau entsprechen.

Es gehören hierzu:

a) die Wärmemenge (b_p), die durch teilweises Verbrennen des Zünddrahtes, eines Hilfsstoffes oder einer brennbaren Umlüstung entwickelt wird. Für 1 mg verbrannten Stahldraht, dessen Durchmesser etwa 0,1 mm gewählt wird, sind 1,6 cal in Ansatz zu bringen. Die Zündspannung soll nicht höher als 20 V sein.

b) die Wärmemenge (b_N), die dadurch frei wird, daß der im Sauerstoff und Brennstoff enthaltene Stickstoff zum Teil zu Salpetersäure (N_2O_5 in Lösung) verbrennt. Für 1 mg Salpetersäure (HNO_3) sind 0,23 cal in Ansatz zu bringen. Einem $cm^3 \frac{1}{10}$ normaler Salpetersäure entsprechen 1,5 cal.

c) die Wärmemenge (b_S), die bei der Bildung von Schwefeltrioxyd in Lösung aus Schwefeltrioxyd entsteht. Diese Wärme beträgt 0,73 cal für 1 mg Schwefelsäure (H_2SO_4) oder 3,6 cal für $1 cm^3 \frac{1}{10}$ normale Schwefelsäure. Die Berichtigung Σb wird

$$\Sigma b = b_p + b_N + b_S$$

Die Menge der im Verbrennungswasser enthaltenen Schwefelsäure und Salpetersäure wird durch Titration bestimmt (7)).

Weichen die Temperaturen des Kalorimeterwassers vor und nach der Verbrennung um nicht mehr als 5° von 20° ab, so ist kein Umrechnen auf die Bezugs temperatur von 20° nötig.

7) Siehe DIN DVM 3721.

8) Die Anzahl $cm^3 \frac{1}{10}$ normale Schwefelsäure, bezogen auf eine Einwaage von 1 g Brennstoff, mit 0,16 multipliziert ergibt annähernd den % Gehalt des Brennstoffs an verbrennlichem Schwefel.

Prüfung von Brennstoffen

Oberer und unterer Heizwert fester und flüssiger Brennstoffe

DIN
DVM 3716

000058

Berechnung des unteren Heizwertes der lufttrockenen Probe

7. Der untere Heizwert H_u (lufttr.) kann nach der folgenden Formel berechnet werden:

$$H_u(\text{lufttr.}) = H_o(\text{lufttr.}) - 5,85 \cdot w \quad (4)$$

wobei bedeutet:

w durch Elementaranalyse bestimmtes Verbrennungswasser (Gesamteuchtigkeit des Brennstoffes + aus dem Wasserstoff im Brennstoff entstandenes Wasser) der lufttrockenen Probe in Gewichts-%.

Umrechnung auf ursprünglichen Brennstoff (Rohbrennstoff)

8. Hat der Brennstoff bei der Vortrocknung f Gewichts-% (bezogen auf ursprüngliche Menge) grobe Feuchtigkeit verloren, so wird der obere und untere Heizwert des ursprünglichen Brennstoffes wie folgt berechnet:

$$H_o(\text{roh}) = H_o(\text{lufttr.}) \frac{100 - f}{100} \quad (5)$$

$$H_u(\text{roh}) = H_u(\text{lufttr.}) \frac{100 - f}{100} - 5,85 \cdot f \quad (6)$$

Beispiel für die Berechnung des oberen und des unteren Heizwertes

Zeit Temperatur
min (Beckmann-Thermometer)

Vorversuch . . .	0	1,313				
	1	1,315	$\Delta v = + 0,0020$:		$\Delta n + \Delta v = + 0,0028$	
	2	1,317	$t_v = 1,318$:		$m t_v = 11,862$	
	3	1,319				
	4	1,321				
Zündung . . .	5	1,323	$= t_0$			
	6	1,940				
	7	2,790				
Hauptversuch . . .	8	3,020	$m = 1$			
	9	3,086	$\sum t = 23,263$:		$t_0 + t_m = 2,216$	
	10	3,103				
	11	3,107				
	12	3,109				
	13	3,108				
	14	3,108	$= t_m$			
	15	3,107				
	16	3,106	$\Delta n = + 0,0008$:		$m \Delta n = + 0,0072$	
Nachversuch . . .	17	3,106				
	18	3,105	$t_h = 3,106$:		$t_0 = t_v = 1,788$	
	19	3,104				

$$F = 9 - \frac{1}{1,788} (23,263 + 2,216 - 11,862) = 1,38$$

Berichtigung: $c = + 0,0072 - 0,0028 : 1,38 = + 0,003^{\circ}$

(Nach dem angäherten Rechenverfahren wird $F = 1,5$ gesetzt, da der Temperaturanstieg in der ersten Minute des Hauptversuchs kleiner ist als in der zweiten. Mit $F = 1,5$ wird $c = 0,003^{\circ}$).

Abkühlungskonstante $K = 0,0028 / 1,788 = 0,0016 \text{ 1/min.}$

Berichtigung Σb :

Durch Titration wurden im Verbrennungswasser gefunden:

$2,2 \text{ cm}^3 \text{ } \frac{1}{10} \text{ normale Salpetersäure}$ $b_S = 2,2 \cdot 1,5 = 3 \text{ cal}$
 $6,6 \text{ cm}^3 \text{ } \frac{1}{10} \text{ normale Schwefelsäure}$ $b_S = 6,6 \cdot 3,6 \cdot 24 \text{ "}$
 Gewicht des verbrannten Eisendrahtes $6,2 \text{ mg}$ $b_D = 6,2 \cdot 1,6 = 10 \text{ "}$

$$\Sigma b = 37 \text{ cal}$$

Gewicht des lufttrockenen (in der Bombe verbrannten) Brennstoffes $G = 0,9123 \text{ g}$

Wasserwert des Kalorimeters (Bombe mit Inhalt, Kalorimetergefäß, Wasserfüllung, Rührer, Thermometer) $W_w = 3975 \text{ cal}$

Oberer Heizwert des lufttrockenen Brennstoffes

$$H_o(\text{lufttr.}) = 3975 (3,108 + 0,003 - 1,323) - 37 \quad 7750 \text{ cal/g oder kcal/kg}$$

$0,9123$

Durch Elementaranalyse wurde gefunden:

$w = 21,5 \%$

Unterer Heizwert des lufttrockenen Brennstoffes

$$H_u(\text{lufttr.}) = 7750 - 5,85 \cdot 21,5 = 7624 \text{ kcal/kg}$$

Bei der Vortrocknung ging an grober Feuchtigkeit verloren:

$f = 3,7 \%$

Oberer und unterer Heizwert des ursprünglichen Brennstoffes

$$H_o(\text{roh}) = 7750 \cdot 96,3/100 = 7463 \text{ kcal/kg}$$

$$H_u(\text{roh}) = (7624 \cdot 96,3/100) - 5,85 \cdot 3,7 = 7320 \text{ kcal/kg}$$

Prüfung von Brennstoffen, Feste Brennstoffe, Allgemeines, Übersicht siehe DIN DVM 3701

Prüfung von Brennstoffen, Probenahme und Probenaufbereitung von stückigen festen Brennstoffen siehe DIN DVM 3711

Prüfung von Brennstoffen, Probenahme von Brennstaub siehe DIN DVM 3712

Prüfung von Brennstoffen, Feste Brennstoffe, Chemische Prüfverfahren siehe DIN DVM 3721

Prüfung von Brennstoffen, Bestimmung des Verkokungsrückstandes und der flüchtigen Bestandteile fester Brennstoffe siehe DIN DVM 3725.

Prüfung von Schmierstoffen

Stockpunkt

DIN

DVM 3662

000059

Begriff

- 1 Der Stockpunkt ist die Temperatur, bei der das Öl so steif wird, daß es unter Einwirkung der Schwerkraft nicht mehr fließt.

Zweck der Prüfung:

- 2 Der Stockpunkt soll einen Anhaltspunkt für das Verhalten von Schmier- und Isolierölen bei Abkühlung auf tiefere Temperaturen geben.

- 3 Die Maßeinheit ist °C.

Prüfverfahren**Vorbereitung des Öles**

- 4 Zur Vorbereitung der Untersuchung ist das Öl 10 Minuten lang auf 50°C zu erwärmen¹⁾ 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 hindurchfließt. Das Probeglas ist in 4,5 cm Höhe über dem Boden mit einer Strichmarke zu versehen (siehe Bild). Ein Stockpunktthermometer 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 Probeglases steht. Da bei dieser Stellung seine Wandungen überall gleich weit von den Wandungen des Probeglases entfernt sind, wird ein gleichmäßiges Vordringen der Abkühlung zum Thermometergefäß erreicht. Das Probeglas mit dem Öl wird in einem Wasserbade von 19 bis 20°C auf 20°C abgekühlt.

Thermometer

- 5 Die Stockpunktthermometer müssen nachstehenden Bedingungen entsprechen (siehe auch Bild): Die Skala soll bei Quecksilberfüllung von -38 bis +50°C, bei Alkohol- und Pentanfüllung von -70° bis +50°C reichen und 180 ± 5 mm über

dem unteren Ende des Thermometers beginnen. Das Thermometergefäß soll zylindrisch sein, einen Durchmesser von 5 ± 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 $\frac{1}{30}$ des Gefäßinhals sein. Das zylindrische Umhüllungsrohr der Skala soll einen Durchmesser von 10 ± 1 mm haben. Die Skalenlänge von 0 bis +10° soll 10 ± 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 unzulässig. Für Schiedsanalysen sind Thermometer zu benutzen, die von einer amtlichen Prüfstelle ausdrücklich für den vorliegenden Zweck geprüft sind.

Abkühlung

Sobald nach Abschnitt 4 die Temperatur von +20°C erreicht ist, 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 gebracht²⁾. Es wird stets dann in das nächst kältere Bad gebracht, wenn das Thermometer nur mehr 3° höher als die Badetemperatur anzeigt. Unterhalb -20°C wird nach Abschnitt 8 weitergekühlt.

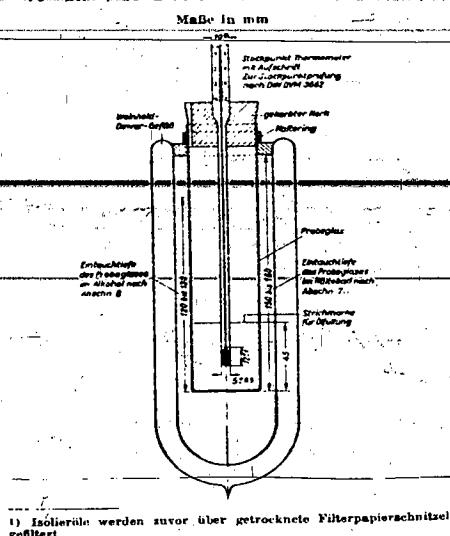
b) gleichmäßig fortschreitende Abkühlung

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 Probeglases mit Alkohol gefüllt ist, der unter dauerndem Röhren durch Zugabe fester Kohlensäure langsam abgekühlt wird; dabei soll der Unterschied zwischen der Anzeige des Thermometers im Alkohol und dessen im Öl 5 bis 6°C betragen. Man soll so eine Abkühlungsgeschwindigkeit von etwa 1 Grad in 3½ 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 waagerecht gehaltenem Probeglas während 10 Sekunden keine Bewegung des Öles beobachtet wird, gilt als Stockpunkt. Bewegen des Thermometers und Erschüttern

1) Die oben angegebenen Temperaturstufen können beispielsweise erreicht werden bei 0° einer Eis- bzw. 35°C bei einem gekühlten Gemisch von 13 g Kaliumnitrat und 3,3 g Kochsalz in 100 Teilen Wasser; bei -10°C mit einer gekühlten Salzlösung von 20 g g-Kaliumchlorid in 100 Teilen Wasser; bei -20°C mit einem Gemisch von 1 Gew.-Teil Kochsalz und 2 Gew.-Teilen Eis oder in allen Fällen mit einem Gemisch von Alkohol und fester Kohlensäure oder durch Ätherverdampfung usw.



1) Isolieröle werden zuvor über getrocknete Filterpapierschnitzel gefiltert.

Prüfung von Schmierstoffen
Stockpunkt

**DIN
DVM 3662**

000060

rungen sind unbedingt zu vermeiden. Bei Schiedsanalysen sind wenigstens zwei Versuche durchzuführen, wobei die Probegläser einmal jeweils bei den geraden Temperaturzahlen, das andere Mal jeweils bei den ungeraden Temperaturzahlen herauszunehmen sind.

Prüfeehler

± 2°C.

10

Toleranz

Die Toleranz nach DIN DVM 3652 beträgt + 5°C. Abweichungen nach unten sind zulässig.

Prüfung von Schmierstoffen

Probenahme	siehe DIN DVM 3651	Aschegehalt	siehe DIN DVM 3657
Toleranz	siehe DIN DVM 3652	Neutralisationszahl (bisher Säurezahl)	siehe DIN DVM 3658
Spezifisches Gewicht, Dichte	siehe DIN DVM 3653	Verseifungszahl	siehe DIN DVM 3659
Fließpunkt und Tropfpunkt	siehe DIN DVM 3654	Hartaspalt	siehe DIN DVM 3660
Zähigkeit (Viskosität)	siehe DIN DVM 3655	Flammpunkt im offenen Tiegel	siehe DIN DVM 3661
Wassergehalt	siehe DIN DVM 3656		

Verhalten von Leichtkraftstoffen gegen Kupferin der Korrosionsbombe nach Heinze - Marder.

In ein äusserlich 6-kt., innen zylindrisches und unten geschlossenes verchromtes Eisenrohr ist ein etwa 60 ccm fassendes Glasrohr eingesetzt, das bis zu einer Marke mit dem zu untersuchenden Kraftstoff(50ccm) gefüllt wird. In den Kraftstoff wird ein mit "Abrazzo" gereinigter und mit Schmirgelpapier 00 aufgerauhter Kupferstreifen (100x10x1 mm) völlig eingetaucht. Das Glasgefäß wird durch einen mit schrägem Schliff einge-paßten Glässtöpsel verschlossen, der durch einen aufgeschraubten Eisendeckel und eine darin befindliche Spiralfeder fest auf das Glasgefäß gedrückt wird, so daß leichtsiedende Kraftstoffanteile aus dem Glaseinsatz praktisch nicht entweichen können. Um das Zerbrechen des Glaseinsatzes zu verhüten, ist in den Boden des Eisengefäßes eine etwa 1 cm dicke Asbestschicht eingelassen.

Das vorschriftsmässig gefüllte und sorgfältig verschlossene Eisenrohr wird 4 Stunden in einen bei $50^{\circ} +1^{\circ}$ gehaltenen Trockenschrank gestellt und dann nach kurzem Kühlen am fließenden Wasser geöffnet. Der entnommene Metallstreifen wird dem Augenschein nach hinsichtlich der eingetretenen Korrosion geprüft.

Verhalten von Dieselkraftstoffen gegen Zink.

Zweck der Prüfung:

1. Dieselkraftstoffe greifen zuweilen Zink an, mit dem sie bei Lagerung, Transport oder Verwendung in Berührung kommen. Hierbei entstehen lösliche Metallverbindungen, z.B. Seifen, die zu motorischen Störungen Anlaß geben können.

Maßeinheit:

2. Gewichtsabnahme in mg.

Prüfverfahren: (Korrosionsbombe nach Heinze-Marder).

3. Als Werkstoff ist gewalztes Raffinadezink zu verwenden (über 99% Zn, 0,5 bis 1,0% Pb, unter 0,2% Restmetall). Streifen von 100 mm Länge, 10 mm Breite und 1 bis 0,5 mm Dicke werden mit Schmirgelleinen (00) behandelt und leicht aufgereuht. Die Streifen sind durch einen mit einem Gemisch von Benzol und Alkohol (Verhältnis 1:1) getränkten Wattebausch restlos zu entfetten, eine Viertelstunde bei 105° zu trocknen und zu wägen.
4. In ein äußerlich 6-kt., innen zylindrisches und unten geschlossenes verchromtes Eisenrohr ist ein etwa 60ccm fassendes Glasrohr eingesetzt, das bis zu einer Marke mit dem zu untersuchenden Kraftstoff (50 ccm) gefüllt wird. In den Kraftstoff wird der nach 3) behandelte Zinkstreifen völlig eingetaucht. Das Glasgefäß wird durch einen mit schrägen Schliff eingepaßten Glassösel verschlossen, der durch einen aufgeschraubten Eisendeckel und eine darin befindliche Spiralfeder fest auf das Glasgefäß gedrückt wird, so daß leicht siedende Kraftstoffanteile aus dem Glaseinsatz praktisch nicht entweichen können. Um das Zerbrechen des Glaseinsatzes zu verhüten, ist in den Boden des Eisengefäßes eine etwa 1 cm dicke Asbestschicht eingelassen.

Das vorschriftsmässig gefüllte und sorgfältig verschlossene Eisenrohr wird 24 Stunden in einen bei 100° $\pm 1^{\circ}$ gehaltenen Trockenschrank gestellt und dann nach kurzem Kühlen am fliessenden Wasser geöffnet.

5. Dann wird der Zinkstreifen mit Benzol-Alkohol-Gemisch (Verhältnis 1:1) abgespritzt und mit einem in Benzol getränkten Warrebausch kräftig abgerieben, so daß alle anhaftenden Fremdkörper entfernt werden. Nach dem Trocknen ($\frac{1}{4}$ h bei 105°) wird der Zinkstreifen gewogen. Die Gewichtsabnahme kennzeichnet das Verhalten des Ditselkraftstoffes gegen Zink(Korrosion).
Es empfiehlt sich, stets Doppelproben anzusetzen und das Mittel der erhaltenen Werte (Gewichtsabnahme) anzugeben.

sicher Prüffehler:

± 1 mg.

Flammpunktbestimmung nach Pensky - Martens.

Die Ölprobe wird in das Gefäß E 35 mm hoch (bis zur Marke M) eingefüllt; nach Einsetzen des mit Deckel und Thermometer versehenen Tiegels in den Apparat erhitzt man durch einen genügend starken Gasbrenner oder auf elektrischem Wege so, daß die Temperatur anfangs um $6-10^{\circ}/\text{min}$, bei Annäherung an den Flammpunkt um $4-6^{\circ}/\text{min}$ steigt. Zwischen E und dem Eisenkörper H befindet sich eine Luftsicht. Asbestpappe schützt den Messingmantel L vor zu starker Wärmeabgabe. Von 100° , bzw. bei niedrigerem Flammpunkt entsprechend früher, bewegt man beständig den Rührer J und taucht das durch Gas gespeiste, etwa 2-3 mm lange Zündflämmchen Z durch Drehen des Griffes G zunächst von 2 zu 2° und später, wenn das Zündflämmchen beim Eintauchen größer erscheint, von Grad zu Grad etwa 2 sec lang unter Aussetzen des Uhrens in den Dampfraum des Gefäßes E, bis deutliches Aufflammen der Dämpfe auftritt. Im Laufe des Versuches erlischt zuweilen das Zündflämmchen, weshalb neben Z ein Sicherheitsflämmchen S angeordnet ist. Beim Wiedereintauchen von Z wiederholt sich das Aufflammen in der Regel nicht mehr, da der im Dampfraum enthaltene Sauerstoff beim ersten Aufflammen verbraucht wird. Man arbeitet zweckmäßig an einem Platz mit gedämpfter Beleuchtung. Das Aufflammen wird am besten durch die zweite, nicht zur Durchführung der Zündflamme dienende Öffnung im Deckel beobachtet.

000065

Abb. b.
Grundriss des Deckels mit der Zünd-
vorrichtung

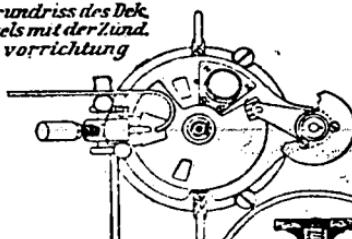


Abb. c.
Griß zum Abheben
des heißen Gefüses

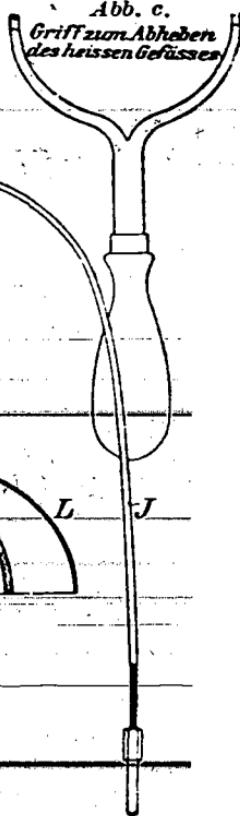
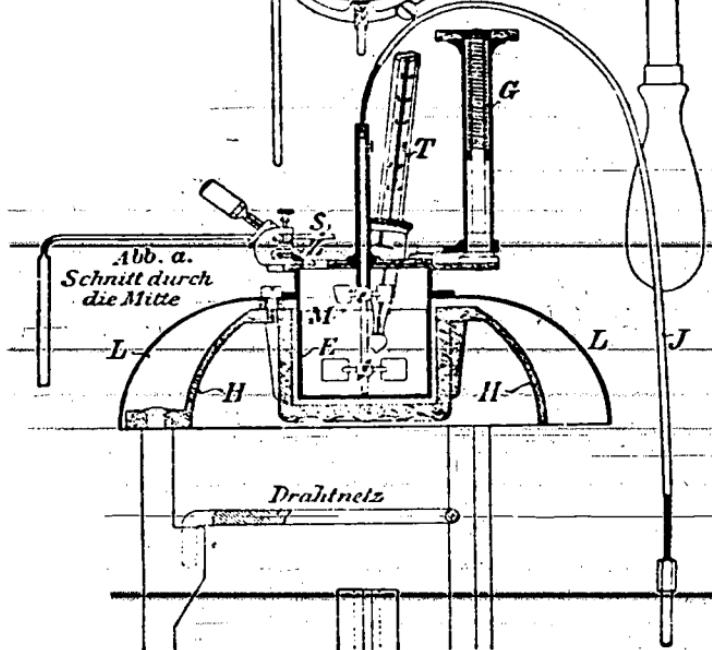


Abb. a.
Schnitt durch
die Mitte



Prüfung von Schmierstoffen
Bestimmung des Flammpunkts im offenen Tiegel
mit Gasheizung und Gaszündung

DIN

DVM 3661

000066

Allgemeines

Begriff

1 Der Flammpunkt ist die Temperatur, bei der sich aus dem Öl unter den nachstehend festgelegten Bedingungen Dämpfe in solcher Menge entwickeln, daß das Gemisch aus Oldämpfen und Luft durch Annähern der Zündflamme erstmalig entflammt werden kann.

Zweck der Prüfung

2 Durch die Prüfung soll festgestellt werden, wie sich das Öl beim Erwärmen hinsichtlich der Entflammbarkeit der sich aus dem Öl entwickelnden Dämpfe verhält.

Maßeinheit

3 Die Maßeinheit ist °C.

Prüfgerät

4 Als Prüfgerät dient das DVM-Flammpunktgerät mit offenem Tiegel (genormter Marcusson-Apparat), dessen Maße in Bild 1 bis 4 angegeben sind.

Die zum Prüfgerät gehörenden zwei Thermometer müssen folgenden Bedingungen genügen: Die Skala muß den Bereich von 40 bis 200° bzw. von 190° bis 410° umfassen. Das Quecksilbergefäß muß kugelförmig sein und 9 ± 0.5 mm Durchmesser haben. Das zylindrische Thermometerrohr muß 10 ± 0.5 mm Durchmesser haben. Die Skalenplatte beginnt bei 30 ± 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 (s. auch Abschnitt 20). Die Thermometer tragen eine Aufschrift: „Zum Flammpunktprüfer nach DIN DVM 3661“.

Zum Erhitzen ist ein einflammiger Bunsenbrenner zu verwenden, der den Temperaturanstieg nach Abschnitt 14 ermöglicht.

Für Schiedsanalysen sind Geräte und Thermometer zu benutzen, die von der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt ausdrücklich für den vorliegenden Zweck geprüft worden sind.

Maße in mm

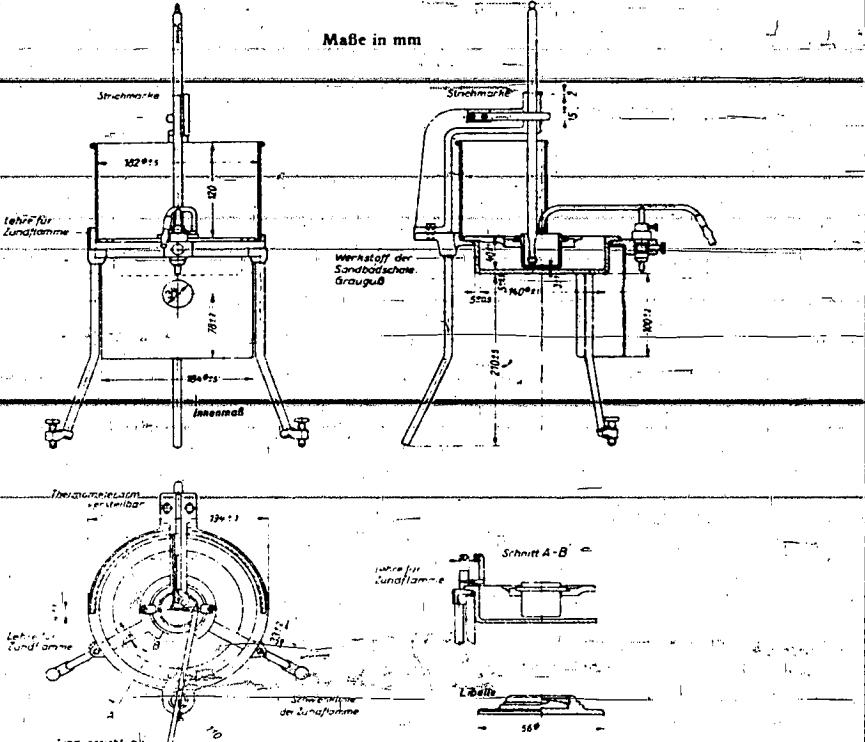


Bild 1

Prüfung von Schmierstoffen

Bestimmung des Flammpunktes im offenen Tiegel
mit Gasheizung und Gassündung

DIN
DVM-3661

000067

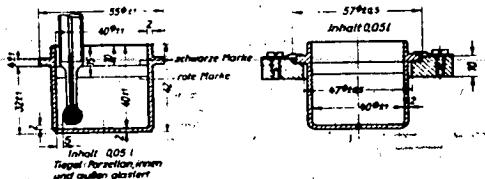
Prüfverfahren

Aufstellen des Gerätes

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

Einfüllen des Prüföles und Einsetzen des Tiegels

- 9 Öle mit einem Flammpunkt über 250° sind in den Tiegel (Bild 2) bis zur unteren (roten) Marke, alle anderen



Maße in mm

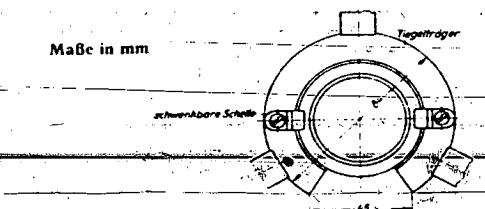


Bild 2

Ole bis zur oberen (schwarzen) Strichmarke einzufüllen. Die Sandbadschale ist bis zur unteren Kante des Tiegelträgers mit trockenem, feingesiebtem Sand zu füllen. Dann ist der Tiegel durch Drehen soweit in den Sand einzudrücken, bis der Tiegelwulst auf in den Sand aufliegt. Darauf werden die Tiegelchen festgelegt und der Sand an den Tiegel bis zur Höhe des Wulstes angebracht. Der Tiegel muß im Gerät mit Hilfe der beigegebenen Wasserwaage waagerecht gestellt werden.

Einstellen des Thermometers

- 10 Vor dem Einfüllen des Öles in den Tiegel überzeugt man sich mit Hilfe der Lehre (Bild 3) davon, daß die

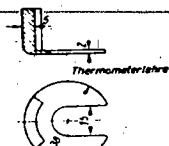


Bild 3

Quersilberkugel des Thermometers 5 mm von der Tiegelwand entfernt ist. Ist der Tiegel mit Öl gefüllt, eingesetzt und ausgerichtet, so wird das Thermometer leicht auf den 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 (Bild 1) eingestellt.

Einstellen der Zündvorrichtung

Die Mitte der Zündflamme muß beim Schwenken 11 durch die Mitte der Tiegelöffnung gehen (Bild 1). Die Zündvorrichtung wird mit der Stellschraube so befestigt, daß der waagerecht liegende Düsenenschuh (Flammenmundstück Bild 4) die Tiegelränder eben

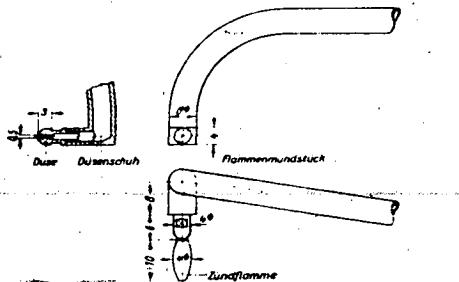


Bild 4

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 12 Länge der Zündflamme, gemessen bis zum leuchtenden Punkt der Spitze, wird mit Hilfe der am Apparat befestigten Lehre auf 10 mm Länge eingestellt (Bild 1, Schnitt A-B).

Um die Zündflamme durch Änderungen an der Einstellung des Bunsenbrenners während der Messung nicht beeinflussen, ist ihre Zuleitung über einen eigenen Hahn an die Zuleitung 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 Flammtpunkt des Öles nähert; bei Ölen, die unter 250° entflammen, beginnt man etwa 30° unterhalb des Flammtpunktes bei Ölen, die über 250° entflammen, etwa 50° unterhalb des Flammtpunktes mit dieser Anstiegs geschwindigkeit 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 Flammtpunkt 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 Herfahren 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 Gläser auf der Oberfläche erstmalig eintritt, wird am Thermometer abgelesen und gilt als Flammtpunkt (Linzelmessung).

Jede Messung ist mit frischem Öl auszuführen. Bereits im Flammtpunktprüfer erhitztes Öl darf nicht wieder verwendet werden.

Prüfung von Schmierstoffen

Bestimmung des Flammpunkts im offenen Tiegel
mit Gasheizung und Gaszündung

DIN
DVM 3661

Schiedsuntersuchung

- 17 Bei Schiedsuntersuchungen werden fünf Einzelmessungen ausgeführt, aus denen das Mittel gebildet wird. Einzelmessungen, die von dem so gewonnenen Mittel um mehr als $\pm 4^\circ$ abweichen, werden ausgeschieden und durch neue Messungen ersetzt. Als Flammpunkt gilt somit das Mittel aus fünf Einzelmessungen, von denen keine um mehr als $\pm 4^\circ$ vom Mittel abweichen darf.
- 18 Einzelne Messungen dürfen jedoch nur ausgeschieden werden, wenn nicht mehr als zwei von den ersten fünf Messungen die zulässige Fehlergrenze von $\pm 4^\circ$ überschreiten. Liegen mehr als zwei Messungen außerhalb dieser Fehlergrenze, so gilt das Mittel aus den ersten fünf 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 unzulässig (s. Abschnitt 5).

Prüffehler

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

Toleranz

Die Toleranz nach DIN DVM 3652 beträgt -5° .

000068

Prüfung von Schmierstoffen

Probenahme	siehe DIN DVM 3651
Toleranz	siehe DIN DVM 3652
Spezifisches Gewicht	siehe DIN DVM 3653
Fließpunkt und Tropfpunkt	siehe DIN DVM 3654
Zähigkeit (Viskosität)	siehe DIN DVM 3655
Wassergehalt	siehe DIN DVM 3656
Aschegehalt	siehe DIN DVM 3657
Neutralisationszahl (bisher Säurezahl)	siehe DIN DVM 3658
Verseifungszahl	siehe DIN DVM 3659
Hartasphalt	siehe DIN DVM 3660
Stockpunkt	siehe DIN DVM 3662

Prüfung von Schmierstoffen

Aschegehalt

DIN

DVM 3657

000069

Begriff

- 1 Der Aschegehalt ist der mineralische Rückstand in vorher gefüllten Ölen oder in Maschinen-schmierfetten.

Zweck der Prüfung

- 2 Die Bestimmung des Aschegehaltes dient zur Beurteilung der Reinheit. Höherer Aschegehalt deutet bei Schmierölen auf unsachgemäße Herstellung, bei Maschinenschmierfetten auf das Vorhandensein von Beschwerungsmitteln oder auf einen außergewöhnlichen Überschuß an Versiegelungsmitteln hin.

Maßeinheit

- 3 g/100 g (%)

Prüfverfahren

Schmieröle

- 4 Man wählt in einem ausgeglühten und gewogenen Porzellan- oder Quarzriegel (oberer Durchmesser etwa 65 mm, unterer Durchmesser etwa 25 mm, Höhe etwa 45 mm)¹⁾ 40 bis 50 g gefülltes Öl (0,3 mm Maschenweite, Prüfsiegewebe Nr. 20 DIN-1171) ab und setzt den Tiegel in ein Tondreieck. Mit kleiner Flamme wird zunächst vorsichtig erhitzt, bis die entwesenden Dämpfe sich entzünden lassen. Dann wird die Erhitzung derart geregelt, daß der Tiegelinhalt ruhig abbrennt und schließlich nur noch kohlige Anteile vorhanden, so wird der Tiegel geglüht, bis diese verschwinden. Schwer verbrennliche Kohlerückstände veraschen sich leicht nach Befeuchten mit aschefreiem Wasserstoffsuperoxyd oder durch kurzes Glühen in einer Mischung von Luft mit wenig Sauerstoff, die durch einen Rosetiegeldeckel eingeleitet werden kann. Nach dem Erkalten im Exsikkator wird die Asche gewogen.

Fette Öle

- 5 Bei verseifbaren Fetten und Ölen, die bisweilen flüchtige Alkalisalte enthalten, wird vor dem Glühen der kohlige Rückstand mit heißem Wasser ausgezogen. Die Lösung wird durch ein aschefreies Filter gefiltert und das Filter gründlich nachgewaschen. Filter und Kohle werden für sich verascht; dann erst wird die wässrige Lösung (Filtrat) in den erkalten Tiegel hinzugegeben und bei 105°C eingedampft. Der Gesamtrückstand wird auf mäßige Rotglut gebracht und nach dem Erkalten gewogen.

¹⁾ Die Zahlenangaben sind, sobald Normen festgelegt sind, durch diese zu ersetzen.

Probenahme	siehe DIN DVM 3651
Toleranz	siehe DIN DVM 3652
Spezifisches Gewicht	siehe DIN DVM 3653
Fließpunkt und Tropfpunkt	siehe DIN DVM 3654
Zähigkeit (Viskosität)	siehe DIN DVM 3655
Wassergehalt	siehe DIN DVM 3656
Neutralisationszahl (bisher Säurezahl)	siehe DIN DVM 3658

Bei der Veraschung wasserhaltiger Proben oder größerer Mengen von gefetteten (kompondierten) Schmierölen wird ein aus aschefreiem Filterpapier gedrehter Docht in das Öl getaucht und angezündet; der Brennrückstand wird wie oben verascht.

Maschinenschmierfette

3 bis 5 g Maschinenschmierfett werden im Porzellan- oder Quarzriegel wie oben verbrannt und dann verascht. Nach dem Erkalten wird der Ascherückstand in Sulfat übergeführt. Zu diesem Zwecke wird der Tiegelinhalt mit wenig verdünnter Schwefelsäure übergossen und dann die überschüssige Schwefelsäure auf dem Sandbad vorsichtig abgeraucht. Durch Zusatz einiger Körnchen festen aschefreien Ammoniumkarbonats wird das Abrauchen beschleunigt. Auf dem so gefundenen Sulfatwert wird die Asche als Oxyd berechnet.

Umrechnungszahlen²⁾

für CaSO ₄ in CaO	0,412
für Na ₂ SO ₄ in Na ₂ O	0,436
für K ₂ SO ₄ in K ₂ O	0,540

Bohröle

Die Bohrölle werden wie die Maschinenschmierfette behandelt. Bei wasserhaltigen Proben wird man die Öle vorteilhaft, wie bei den fetten Ölen angegeben, mit Hilfe eines Dochtes abbrennen.

Schiedsanalysen werden bei den Maschinenschmierfetten und Bohrölle im Platinriegel ausgeführt.

Prüfeehler

Bei Schmierölen	± 0,005
bei Maschinenschmierfetten	± 0,3

Toleranzen

Bei Schmierölen	+ 0,005
bei unbeschwertem Maschinenschmierfetten	+ 0,5
bei beschwertem Maschinenschmierfetten	+ 2,0

²⁾ Bei Maschinenschmierfetten, die z. B. zwei verschiedene Soßen enthalten, sind selbstverständlich obige Umrechnungszahlen direkt nicht anwendbar. Für eine exakte Bestimmung muß man sich nach den örtlichen Vorschriften einer qualitativen Analyse arbeiten. In sehr vielen Fällen wird es jedoch ausreichen, die Aschegehalt derartiger Fette nur durch direkte Verschaltung im Platinriegel zu bestimmen. Dasselbe gilt für beschwerte Maschinenschmierfette je nach der Art des verwendeten Beschwerungsmitels. Auch hier läßt sich ein einfaches, allgemein gültiges Schema nicht aufstellen.

Prüfung von Schmierstoffen

Verseifungszahl	siehe DIN DVM 3659
Hartasphalt	siehe DIN DVM 3660
Bestimmung des Flammpunkts	
im offenen Tiegel mit Gas-	
heizung und Gaszündung	siehe DIN DVM 3661
Stockpunkt	siehe DIN DVM 3662

November 1938

DVM

Nr.

Prüfung von Diesalkraftstoffen
Zähigkeit (Viskosität)

D I N

Entwurf 1
DVM-3755**Begriff**

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

Zweck der Prüfung

2. Die Zähigkeit von Diesalkraftstoffen ist wichtig für die Schmierung der bewegten Einspritzteile und den Zerstörungsgrad bei der Strahleinspritzung.

Im Handel dient die Zähigkeit zur Begriffsbestimmung.

Maßeinheiten

3. Man unterscheidet im CCS-System zwei Maßeinheiten:

Dynamische Zähigkeit $\text{g cm}^{-1} \text{ sek}^{-1}$

Kinematische Zähigkeit $\text{cm}^{-2} \text{ sek}^{-1}$

Die Zähigkeit wird ausgedrückt in Centipoise (cP) oder Centistokes (cSt) und im allgemeinen auf 20° bezogen.

Prüfgerät

4. Als Prüfgerät dient das Vogel-Ossag-Viskosimeter (siehe Bild). Es besteht im wesentlichen aus dem Prüfgerät, der Meßkapillare mit den beiden Ringmarken M_1 und M_2 , dem Prüfgefäß-Thermometer, dem Bad-Thermometer und dem Thermostaten.

Prüfverfahren

5. Vorbereitung der Messung:

Man filtert die Probe, von der etwa 15 cm^3 für die Messung benötigt werden, durch ein Sieb von $0,3 \text{ mm}$ Maschenweite (Prüfsiebgewebe 0,3 DIN 1171).

Nachdem man den Prüfgefäßdeckel a abgeschraubt hat, wird das gut gereinigte Aufnahmesieb b bei der Zimmertemperatur mit der zu messenden Probe soweit gefüllt, bis sie in den Ringraum überzufließen droht.

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

Nun 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 und läßt die Flüssigkeit in das Aufnahmegefäß zurückströmen. Der Flüssigkeitsspiegel stellt sich jetzt selbsttätig ein, 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 verändert. Die am Prüfgefäß- und Badthermometer abgelesenen Temperaturen dürfen um nicht mehr als $0,1^{\circ}$ voneinander abweichen. Die Thermostatenflüssigkeit (Wasser) muß zu diesem Zweck gut gerührt werden.

Messen der dynamischen Zähigkeit.

6. Nachdem der Flüssigkeitsspiegel sich im Aufnahmegefäß eingesetzt hat, wird die Flüssigkeit mit einem konstanten Überdruck von 60 cm WS von unten nach oben gedrückt. Die Durchlaufzeit t_c zwischen den Marken M_2 und M_1 , ist festzustellen. Die Durchlaufzeit t_c multipliziert mit der Kennzahl c der Meßkapillare ergibt V_d , d.h. das Hundertfache der dynamischen Zähigkeit, d.h. in Centipoise:

$$V_d = t_c \cdot 0(cP).$$

Ist die Dichte (bei 20°C) der zu untersuchenden Flüssigkeit größer als 0,95 oder kleiner als 0,85, so ist c mit dem Berechnungsfaktor 0,196 (-) zu multiplizieren.

Messen der kinematischen Zähigkeit

7. Die Flüssigkeit ist vorsichtig bis in die oberste Kugelerweiterung zu saugen und das Schlauchstück abzunehmen, sodaß die Flüssigkeit unter ihrem eigenen Druck auffliest. Die Durchlaufzeit t_k multipliziert mit der Kennzahl k der Meßkapillare ergibt v_k , d.i. das Hundertfache der kinematischen Zähigkeit, in Centistokes:

$$v_k = t_k \cdot k \text{ (cSt)}$$

Jede Messung kann durch einfaches Ansaugen wiederholt werden; jedoch nur, wenn von niedrigeren zur höheren Temperatur übergeht, da dann schon Flüssigkeit durch die Ausdehnung in das Überlaufgefäß abgeflossen ist.

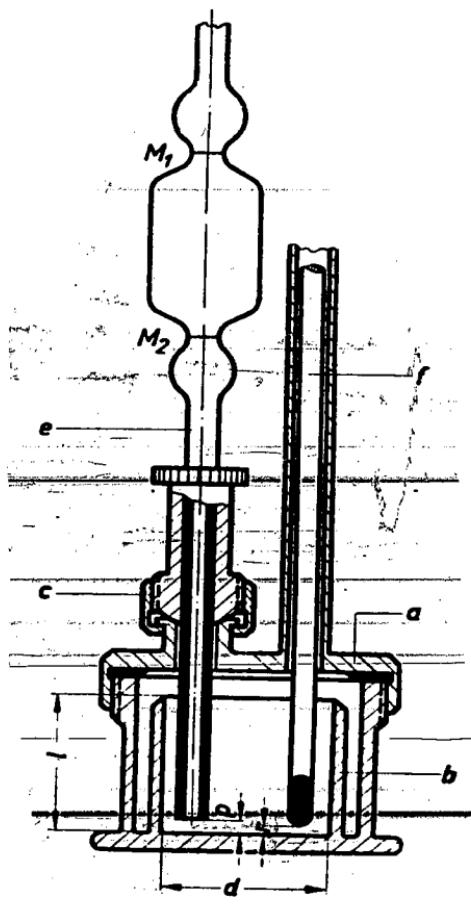
Zur Vermeidung von Turbulenz soll die Durchlaufzeit mindestens 25 Sekunden betragen.

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

Prüffehler

8. $\pm 5\%$

000073



Zähflüssigkeit und Polhöhe.Vogel-Ossag-Viskosimeter.

Die Messung der kinematischen Zähigkeit erfolgt im Kapillar-Viskosimeter von Vogel-Ossag.

Das zu untersuchende Öl wird in den inneren Behälter des metallenen Aufnahmegerätes (ca. 15 cm³) gefüllt. Der Deckel wird fest aufgeschraubt, worauf man die Kapillare vorsichtig, aber wasserdicht, in die Fassung des Deckels einschraubt und das Thermometer durch das Entlüftungsrohr einsetzt. Diese Apparatur setzt man in ein wärmeisoliertes Wasserbad ein, dessen Temperatur, gemessen durch ein zweites Thermometer, bei Messungen der Zähigkeit mit der Temperatur des Oels übereinstimmen muß; durch ein Gummiballgebläse sorgt man für Temperaturausgleich im Wasserbad. Bei Temperaturübereinstimmung saugt man das Öl aus dem Behältnis bis in die oberste Kugel und läßt es frei zurückfließen. Durch erneutes Ansaugen kann die Messung wiederholt werden, jedoch nur bei gleicher oder jeweils höherer Temperatur. Man mißt die Zeit, die das Öl benötigt, um zwischen den beiden ober- und unterhalb der großen Kugel eingesetzten Marken zu passieren, multipliziert diese Zeit in Sekunden mit dem auf der Kapillare eingesetzten Faktor K und erhält als Produkt die Zähigkeit in Centistokes(cSt). Zur Umrechnung von cSt in Englergrade ist der Wert von cSt (soweit er über 50 cSt beträgt) mit 0,432 zu multiplizieren. Unter 50 cSt ist der Wert aus der beigefügten Tabelle zu entnehmen. Die Auswahl der jeweiligen Kapillare hängt von der Zähflüssigkeit des Oels ab. Für Bestimmungen bei +20°C genügt meist eine Kapillare mit dem K-Wert bei 2,0 - 3,0, für +90°C mit dem Wert von 0,3-0,4. Um Tubulenzerscheinungen zu vermeiden, darf die Mindestausflußzeit von 25 Sekunden nicht unterschritten werden. Bei dunklen Oelen stellt man tunlichst eine Lampe hinter das Schaufenster des Wasserbades.

Die genaue Einhaltung der Meßtemperatur

ist besonders wichtig. Daher muß das Wasserbad genügend lange Zeit - mindestens eine halbe Stunde - bei der Meßtemperatur gehalten werden, bevor die Messung ausgeführt wird. Als Meßtemperatur werden $+20^{\circ}\text{C}$ und $+90^{\circ}\text{C}$, sowie eine in der Nähe der genannten Temperaturen liegende Temperatur (damit dieselbe Kapillare beibehalten werden kann) festgesetzt. Die Meßeinheit für die Viskosität ist Centistok (cSt); das konventionelle Maß: Englergrad ($^{\circ}\text{E}$) ist in Klammern dahinterzusetzen. Neben den Viskositätswerten bei Temperaturen von -15° , $+20^{\circ}$, $+50^{\circ}$ und $+100^{\circ}\text{C}$ in cSt und $^{\circ}\text{E}$ ist noch die Polhöhe anzugeben.

Ubbelohde-Viskositäts-Temperaturblatt.

Die Polhöhe wie die Viskositätswerte, die nicht direkt gemessen worden sind, werden auf dem Ubbelohde-Viskositäts-Temperaturblatt (S. Hirzel 3. Auflage) bestimmt.

Das Viskositäts-Temperaturblatt nach Ubbelohde und Walther zeigt den logarithmischen Raster; die Ordinate trägt die Werte für W und in doppelt-logarithmischer Verjüngung die Maßstäbe für die Viskosität in cSt, $^{\circ}\text{E}$ etc., die Abszisse den einfachen log der absoluten Temperatur $T(T = 273^{\circ}\text{C} + t^{\circ}\text{C})$. Dadurch werden die Viskositäts-Temperaturkurven aller Öle zu geraden Linien ausgestreckt. Zur Aufstellung einer Viskositätskurve genügt hinfällig die Kenntnis von zwei Punkten dieser Kurve (ein dritter Punkt dient jeweils zur Kontrolle). Die zur Beurteilung des Oels bestimmten Viskositätswerte werden nun, soweit sie nicht direkt gemessen worden sind, aus dieser Kurve extrapoliert.

Bestimmung der Polhöhe.

Auf dem Temperaturblatt sind noch zwei Zahlengrade zur Bestimmung der Richtungskonstante m und der Viskositätspolhöhe eingezeichnet, zu deren graphischer Darstellung die Hilfslinien I und II, rechts und links des Blattes, dienen. Zur Bestimmung dieser Werte wird der Schnittpunkt der in kleine Zahlenteile aufgeteilten Hilfslinie I mit der Viskositätskurve um den gleichen

Wert nach unten (über 0) verlegt. Dieser neu bestimmte Punkt wird mit dem Schnittpunkt der Viskositätskurve mit der Hilfslinie II verbunden. Die Schnittpunkte in den Zahlenreihen der Richtungskonstante und der Polhöhe geben die jeweiligen Werte für die Richtungskonstante und die Polhöhe.

Die Bestimmung der Grenztemperatur der Filtrierbarkeit
von Dieselkraftstoffen im HWA- Filtriergerät.

I. Maßeinheit:

Die Maßeinheit für die Filtrierbarkeit ist die Filtrierzeit von 200 ccm Dieselkraftstoff in Sekunden gemessen. Sie beträgt je nach Zähflüssigkeit bei +20°C etwa 8 - 20 Sekunden. Als Grenze der Filtrierfähigkeit wird die Temperatur bezeichnet, bei der die Durchlaufzeit mehr als 60 Sekunden dauert. Die Durchlaufzeit über 60 Sekunden wird als ∞ bezeichnet.

II. Beschreibung der Apparatur:

Der Apparat zur Bestimmung der Filtrierbarkeit besteht aus zwei, am Normalschliff c auseinandernehmbaren Teilen. Zum oberen Teil gehören die Kugel a (Inhalt 400 ccm) und die, mit der Teilung "200 ccm" bei t versehene Meßkugel b. Von Meßkugel b führt ein durch den Normalschliff c (25/10) mit dem Unterteil verbundenes Glasrohr e... Am unteren Ende der Glasröhre ist eine Verschraubung zur Aufnahme der Filtersiebe eingekittet. Das Gegenstück der Verschraubung mit Überwurfmutter d, welches ebenfalls auf eine Glasröhre aufgekittet ist, dient zur Abdichtung des zwischen zwei Gummiringen gelagerten Filtersiebes. Das Filtersieb besteht aus 10 übereinandergelegten Kupfersieben von 0,1 mm Maschenweite (DIN 1171), die in einer kleinen Messinghülse zusammengefaßt sind. Die Glasröhre endet etwa 5 mm über dem Boden des zylindrischen Unterteils mit seitlicher Öffnung. Die Glasröhre hat unterhalb des Siebes eine lichte Weite von 5 mm, während die lichte Weite oberhalb des Siebes 6-8 mm beträgt. Der Ø der Filterfläche des Siebes beträgt 5 mm. Die Temperaturmessung erfolgt durch Thermometer 1 und s. Thermometer 1 ist mittels Normalschliff k (11/10) mit dem Gefäß e verbunden.

An der Unterdruck-Kugel a, durch T-Stück und Schlauch verbunden, ist die Chlorcalciumflasche n zum Entwässern der angesaugten Luft mit zwischengeschaltetem

Hahn q angebracht. Die zweite Verbindung vom T-Stück führt zum Vacuum-Meter o.

Das zylindrische Unterteil e hat eine Füllmarke f für 250 ccm. Die Füllmarke liegt in Höhe des Filtersiebes. Seitlich ist ein Tubus mit dem Hahn h und dem Dreiweghahn i angebracht. Der Hahn i ist mit der Chlorcalciumflasche m zur Entfernung der Luftfeuchtigkeit und durch Schlauch mit einem Ansauggerät verbunden. Als Ansauggerät kann eine Wasserstrahlpumpe oder eine Handvacuumpumpe verwendet werden. Zwischen Hahn i und dem Ansauggerät ist die Saugflasche p als Sicherheits- und Unterdruckgefäß eingebaut. Beim Arbeiten mit der Wasserstrahlpumpe verhütet das Sicherheitsgefäß das Zurückschlagen von Wasser in die Apparatur. Wird mit Handvacumpumpe gearbeitet, so dient die Saugflasche als Unterdruckgefäß. Im durchsichtigen Dewar-Gefäß s wird die Prüftemperatur mit Spiritus und fester Kohlensäure oder einem anderen kälteerzeugenden Mittel hergestellt. Der Spiritusspiegel muß etwa 3 cm über dem Kraftstoffspiegel f im Gefäß e sein. Werden dunkle Dieselkraftstoffe untersucht, so ist eine Lampe zum Durchleuchten hinter die Apparatur zu stellen.

III. Durchführung der Untersuchung:

- A) Für Abnahmeverfahren genügt es, die Filtrierzeit bei der durch die Abnahmebedingung gegebenen Temperatur nach folgender Methode zu ermitteln:

Der zu untersuchende Dieselkraftstoff wird bei Zimmertemperatur durch ein großes Faltenfilter zur Entfernung von Wasser und festen Schwebstoffen gegossen und in das Gefäß e bis zur Strichmarke f (250 ccm) eingefüllt. Während der Kraftstoff mittels Durchsaugen von Luft dauernd in Bewegung gehalten wird, kühlst man das Bad durch Zugabe kleinerer Stückchen Trockeneis allmählich auf die Arbeitstemperatur herunter, bei der die Filtrierbarkeit des Kraftstoffes be-

stimmt werden soll. Der Dieselkraftstoff wird mit Hilfe von durchgesaugter Luft zwecks gleichmässiger Temperaturverteilung bewegt; zu diesem Zweck sind die Hähne q,h,i und r zu öffnen und in der Saugflasche p ein Vacuum herzustellen. Durch Hahn i kann der Luftstrom so bemessen werden, daß der Kraftstoff nicht zu stark durchwirbelt wird. Die Abkühlung des Kraftstoffes hat derart zu erfolgen, daß die Temperatur-Differenz zwischen dem abzukühlenden Kraftstoff und dem Kühlbad nicht mehr als 2-4°C (Thermometer l und s) beträgt. Hierdurch wird zwangsläufig das Tempo des Abkühlens festgelegt und ausserdem das frühzeitige Auskristallisieren von Paraffinen durch Unterkühlung verhindert. Hat der Dieselkraftstoff die einzustellende Temperatur erreicht, so darf die Badtemperatur nur noch 0,5° bis höchstens 1°C unter der Versuchstemperatur liegen, damit die Meßtemperatur nicht unterschritten wird.

Der Hahn q wird nun geschlossen und so lange Luft angesaugt, bis das Vacummeter o 400 mm Unterdruck anzeigt. Bei diesem Unterdruck wird Hahn h geschlossen und Hahn i auf Verbindung zur Chlorcalciumflasche m gestellt. Die Messung kann jetzt beginnen. Hierzu wird der Hahn h rückartig geöffnet und gleichzeitig die Stoppuhr abgedrückt, wobei der Kraftstoff in die Meßkugel b strömt. Hat der Kraftstoff die Meßmarke t oberhalb der Kugel b erreicht, wird die Uhr gestoppt. Der Hahn h wird nunmehr schnell geschlossen, damit die nachströmende Luft nicht unnötig durch den Kraftstoff wirbelt, wird der Hahn q geöffnet, Hahn i auf Durchgang zur Pumpe gestellt und Hahn h erneut geöffnet, sodaß der Kraftstoff in das zylindrische Gefäß e zurückgesaugt wird.
Die Grenztemperatur der Filtrierbarkeit wird wie folgt bestimmt:

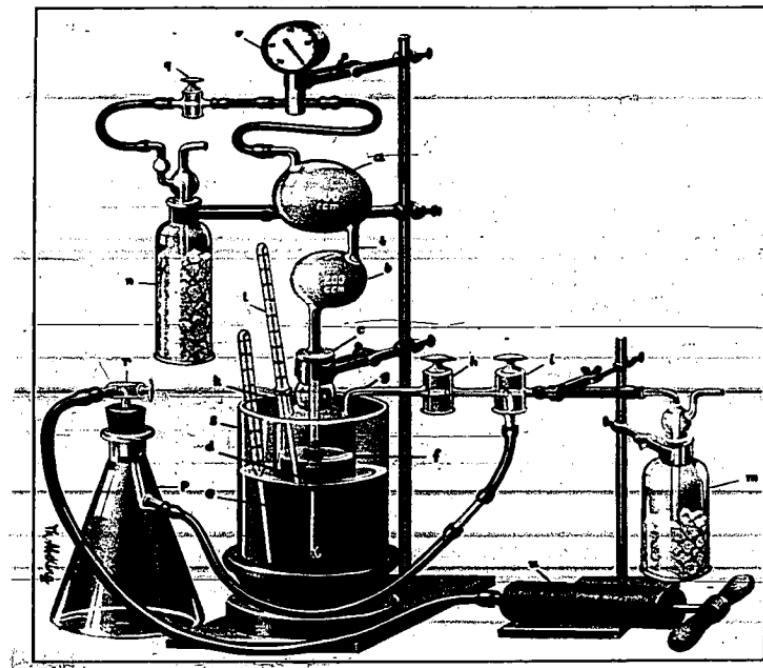
Der zu untersuchende Kraftstoff

wird wie angegeben in die Apparatur gefüllt und bis zum Trübungspunkt in dem vorher erwähnten Tempo abgekühlt. Der Trübungspunkt ist im durchscheinenden Licht oder bei undurchsichtigen Kraftstoffen durch Ausscheidungen an der Oberfläche und an der Gefäßwand leicht zu erkennen. Ist der Trübungspunkt erreicht, so lässt man die Temperatur des Kraftstoffes langsam ansteigen, bis der Kraftstoff wieder vollkommen klar ist, (etwa $3-5^{\circ}\text{C}$ über dem ermittelten Trübungspunkt). Eine Minute nach Erreichung dieser Temperatur wird die Filtrierzeit wie unter A) gemessen. Nach der Messung wird der Kraftstoff wieder in Gefäß e zurückgesaugt, die gleiche Temperatur wie vorher eingestellt und nach 5 Minuten Wartezeit die Filtrierzeit erneut gemessen. Zeigen die gemessenen Filtrierzeiten Unterschiede, so ist die Wartezeit so auszudehnen, bis Gleichheit besteht. Während der Wartezeit ist der Kraftstoff mit Hilfe von durchgesaugter Luft zu bewegen.

Die Wiederholung der Messung bei gleicher Temperatur wird durchgeführt, um festzustellen, ob nach längerer Wartezeit bei gleicher Temperatur weitere feste Kohlenwasserstoffe ausgeschieden werden. Die Untersuchungen werden stufenweise bei etwa $1-2^{\circ}\text{C}$ tieferer Temperatur wiederholt, bis die Filtrierzeit über 60 Sek. dauert.

Prüffehler: ± 3 Sekunden.

000081



Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Entwurf des Heereswaffenamtes

DVM Ro

September 1942

Die Bestimmung der Filtrierbarkeit von
Dieselkraftstoffen im HWA-Filtriergerät

D I N
Entwurf 2
53767

Zweck der Prüfung

1. Die Filtrierbarkeit ist zu prüfen, weil Dieselkraftstoffe zuweilen - besonders in der Kälte - Stoffe ausscheiden, die die Kraftstofffilter von Dieselmaschinen verstopfen und die ausreichende Kraftstoffförderung unterbinden.

Masseinheit

2. Filtrierzeit von 200 cm^3 Kraftstoff bei einer bestimmten Temperatur, gemessen in Sekunden.

Prüfgerät (HWA-Filtriergerät)

3. Das Prüfgerät besteht aus dem Gefäß e und dem mit Schliff c aufgesetzten Kugelrohr a, b, d. Das zur Aufnahme des zu prüfenden Kraftstoffes dienende Gefäß e befindet sich in dem mit Thermometer versehenem Kältebad s und kann durch das Kriegerohr g unter Zweisenschaltung der Hähne h und i wahlweise mit der Saugvorrichtung p (Saugflasche), r (Entlüftungshahn), u. (Handpumpe) oder mit den Waschflaschen v. (Schwefelsäure) und m (Chlorkalzium) verbunden werden. Die Waschflaschen v und m dienen zur Trocknung der angesaugten Luft. Das Kugelrohr a,b,d ragt mit dem unteren Teil in das Gefäß e hinein und trägt bei d eine Verschraubung zur Aufnahme einer Siebplatte, die aus 10-facher Kupfergaze mit 0,1 mm Maschenweite besteht und eine freie Filtrierfläche von 6 mm Durchmesser besitzt. Die 200 cm^3 fassende Kugel b stellt das Messgefäß dar und besitzt bei einer Strichmarke. Die darüber angeordnete Kugel a von 400 cm^3

- 2 -

Inhalt dient als Auffanggefäß und ist unter Zwischenschaltung des Manometers c und des Hahns q mit den Waschflaschen w (Schwefelsäure) und n (Chlorkalzium) verbunden.

Prüfverfahren

4. Ermittlung der Filtrierzeit bei einer bestimmten Temperatur (Filtrierbarkeit)

Der zu untersuchende Kraftstoff wird bei Zimmertemperatur durch ein Faltenfilter in das Gefäß e bis zur Strichmarke f (250 cm^3) eingefüllt. Das Faltenfilter hält anhaftendes Wasser und feste Schwebestoffe zurück. Nach dem Einsetzen des Kugelrohres a, b, d und des Thermometers l in die Schliffe c und k wird zur Durchmischung ein schwacher Luftstrom durch den Kraftstoff gesaugt. Hierzu wird mit der Handpumpe u in der Saugflasche p ein Unterdrück erzeugt, der zu seinem Ausgleich einen durch Hahn h regelbaren Luftstrom durch den Kraftstoff ansaugt. Die Handpumpe u kann durch eine Wasserstrahlpumpe ersetzt werden, wobei die Herstellung eines Unterdruckes in der Saugflasche p entfällt. Das Kältebad s wird mit Spiritus bis etwa 3 cm über die Strichmarke f des Gefäßes e gefüllt und durch Zugabe fester Kohlensäure so abgekühlt, dass der Temperaturunterschied zwischen Kältebad und Kraftstoff 3°C nicht überschreitet. Nach Erreichung der vorgeschriebenen Kraftstofftemperatur ist auch die Badtemperatur übereinstimmend einzustellen und so zu belassen. Durch Schliessung des Hahns q und verstärktes Ansaugen wird ein am Manometer o abzulesender Unterdruck von 400 mm erzeugt, worauf der Hahn h ebenfalls zu schliessen und der Hahn i auf die Waschflaschen v und m

umzuschalten ist. - Durch ruckartiges Öffnen des Hahnes h wird der temperierte Kraftstoff durch das bei d angeordnete Filter in die Messkugel b und über die Strichmarke t in die "uffangku el a gesaugt. Die Zeit, die der Kraftstoff bis zur Erreichung der Strichmarke t benötigt, wird mit der Stoppuhr gemessen und stellt die Filtrierzeit dar. Durch Öffnung des Hahnes q wird der Unterdruck im Gerät ausgeglichen und der Kraftstoff zum Rücklauf in das Gefäss e gebracht. Der Rücklauf kann mit der Saugvorrichtung beschleunigt werden.

Der Messvorgang ist mit der gleichen Kraftstoffmenge bis zur Übereinstimmung der einzelnen Messungen zu wiederholen.

5. Ermittlung der Grenztemperatur der Filtrierbarkeit

Der zu prüfende Kraftstoff wird mittels Luft in gleichmässiger Bewegung gehalten und wie unter 4. angegeben, soweit abgekühlt, bis eine Probemessung der Filtrierzeit etwa 60 Sekunden ergibt. Zur einwandfreien Erfassung der 60-Sekunden-Grenze ist die Kraftstofftemperatur nochmals um 3-5°C zu steigern, worauf eine langsame Abkühlung erfolgt. Nach jedem Grad Abkühlung ist die Temperatur - unter ständiger, gleichmässiger Bewegung des Kraftstoffes - mehrere Minuten lang konstant zu halten und anschliessend die Filtrierzeit zu messen. Die Messungen sind bei gleicher Temperatur bis zur Übereinstimmung zu wiederholen. Zu beachten ist, dass bei stärkerer Unterkühlung vermehrte Ausscheidungen im Kraftstoff auftreten, die zunächst grössere Streuungen der Messzeiten hervorrufen.

Sobald nach weiterer stufenweiser Unterkühlung des Kraftstoffes

- 4 -

übereinstimmende Filtrierzeiten gemessen werden, die die eben
Dauer von 60 Sekunden überschreiten, ist die Grenz-
temperatur der Filtrierbarkeit erreicht.

Filtrierzeiten von mehr als 60 Sekunden gelten als unendlich-
gross.

Prüffehler: + 3 Sekunden

Prüfung von Schmierstoffen

Neutralisationszahl (bisher Säurezahl¹⁾)

DIN

DVM 3658

000086

Begriff

Unter Neutralisationszahl versteht man bei Schmierstoffen die Anzahl mg Kaliumhydroxyd, welche die freien Säuren in 1 g des Öles neutralisiert.

Zweck der Prüfung

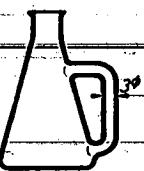
Freie Mineralsäure, die von der Raffination der Schmieröle herriühren könnte, soll in Schmierölen überaupt nicht vorhanden sein, weil sonst die mit dem Öl in Berührung kommenden Metallteile angegriffen werden. Freie organische Säuren kommen als Naphthensäuren in fast allen Schmierölen vor, als freie Fettsäuren gelegentlich in gefetteten (kompoundierten) Ölen. Sie bilden sich beim Altern der Öle stets in mehr oder minder großen Mengen neu. Ein zu hoher Gehalt an Naphthensäuren im frischen Schmieröl ist wegen des möglichen Angriffs auf die Maschinenteile unerwünscht.

Maßeinheit

mg Kaliumhydroxyd/g Öl

Prüfgerät

Zur Bestimmung der Neutralisationszahl verwendet man zweckmäßig einen Erlenmeyer-Kolben 300 DENO 11 aus Glas der 4. hydrolytischen Klasse mit seitlichem Ansatzrohr von 3 mm lichter Weite, in dem der Farbumschlag auch bei dunkel gefärbten Ölen noch gut sichtbar ist. (Sogenannter Baader-Kolben.)



Prüfverfahren

Prüfung auf wasserlösliche Säuren

100 g des Öles werden mit 100 cm³ destilliertem Wasser in einem Erlenmeyer-Kolben 300 DENO 11 auf dem Wasserbade einige Zeit erwärmt und wiederholt gut durchgeschüttelt. Man filtriert die wässrige Lösung durch ein mit destilliertem Wasser angefeuchtes Filter und setzt zu einem Teil des Filtrates 1 bis 2 Tropfen Methylorange-Lösung (0,1 % in destilliertem Wasser gelöst).

1) In der Chemie der verseifbaren Fette und fetten Öle versteht man unter Säurezahl die Anzahl mg Kaliumhydroxyd, die zur Alkalisation der in 1 g Fett enthaltenen freien organischen Säuren nötig sind.

hinzzu. Färbt sich die Lösung rot, so sind freie Mineralsäuren oder niedrig molekulare organische Säuren vorhanden. Zur quantitativen Bestimmung der wasserlöslichen Säuren wird ein gemessener Teil des wässrigen Filtrates mit 1/10 normaler wässriger Kalilauge unter Zusatz von Methylorange als Indikator titriert, bis die rote Farbe der Lösung verschwindet.

Prüfung auf Gesamtäuren

Man stellt zunächst ein Lösungsgemisch her, indem man 1,20 g Alkaliblau 6 B zur Analyse in einem Gemisch von 1000 cm³ Reinbenzol und 1500-cm³ 99 % igem Alkohol auflöst, der mit 1 % Petroleum-Benzin oder Normalbenzin vergällt ist; man läßt über Nacht absitzen und filtert die blanke Lösung von dem Ungleisten ab. In dem vorher beschriebenen Baader-Kolben mit dem seitlichen Glasrohr wähgt man 10 g des zu untersuchenden Öles ab, bei stark säurehaltigen Ölen entsprechend weniger, gibt 40 cm³ des Lösungsgemisches dazu und bringt das Öl durch Umschwenken, bei dicken Ölen erforderlichenfalls unter gelindem Anwärmen, in Lösung. Man titriert jetzt unter ständigem Schwenken des Kolbens möglichst rasch mit alkokoholischer 1/10 normaler Kalilauge, bis in dem seitlichen Glasrohr der Farbumschlag von Blau in Rot erfolgt. Der Verbrauch an Kalilauge sei a cm³. In gleicher Weise titriert man 40 cm³ des Lösungsgemisches ohne Ölzusatz, um die im Lösungsmittel vorhandenen freien Säuren zu erfassen und den Einfluß der Alkalität der Glasgefäße auszuschalten. Werden hierbei b cm³ 1/10 normaler Lauge verbraucht, so erhält man bei einer Einwaage von c g Öl die Neutralisationszahl aus der Gleichung

$$\text{Neutralisationszahl} = (a - b) \cdot 5,611$$

Bei dunklen Ölen, bei denen der Umschlagspunkt nur schwer zu erkennen ist, kann das Verfahren des Ausschüttelns nach Holde benutzt werden (vgl. Holde, Kohlenwasserstofföle und Fette, 6. Aufl. Seite 72 bis 73).

Prüffehler

Bei Neutralisationszahlen

bis 0,5	$\pm 0,05$
über 0,5 bis 2	$\pm 10\%$
über 2	$\pm 5\%$

2) Diese Angabe ist ein Additionswert zu den Anforderungen.

Prüfung von Schmierstoffen

Probenahme	siehe DIN DVM 3651
Toleranz	siehe DIN DVM 3652
Spezifisches Gewicht	siehe DIN DVM 3653
Fließpunkt und Tropfpunkt	siehe DIN DVM 3654
Zähigkeit (Viskosität)	siehe DIN DVM 3655
Wassergehalt	siehe DIN DVM 3656
Aschegehalt	siehe DIN DVM 3657
Verseifungszahl	siehe DIN DVM 3659
Hartaspalt	siehe DIN DVM 3660
Flammpunkt im offenen Tiegel	siehe DIN DVM 3661
Stockpunkt	siehe DIN DVM 3662

Prüfung von Leichtkraftstoffen

Säurewert

DIN

DVM 3678

000087

Begriff

- Der Säurewert ist die Menge Kaliumhydroxyd in mg, die zur Neutralisation der in 100 cm³ Kraftstoff enthaltenen Säuren (ausschließlich Kohlensäure) verbraucht wird.

Zweck der Prüfung

- Freie Mineralsäure, die z. B. von der Raffination der Kraftstoffe herrühren kann, darf in Kraftstoffen nicht enthalten sein, weil sonst die mit Ihnen in Berührung kommenden Metalleile angegriffen werden. Aus demselben Grunde muß der Gehalt an organischen Säuren in mäßigen Grenzen bleiben.

Maßeinheit

- Kaliumhydroxyd, in mg je 100 cm³ Kraftstoff bei 20°

Prüfverfahren

- In einem enghalsigen Erlenmeyer-Kolben 200 DENOG 11 mit Rückflußkühler werden 50 cm³ Kraftstoff, abgemessen bei 20°, auf dem Wasserbad bis zum Siedepunkt erhitzt und 15 Minuten lang auf Siedetemperatur gehalten. Dann läßt man erkalten, setzt einen Tropfen Phenolphthalein hinzu und titriert mit $\frac{1}{10}$ normalem alkoholischem Kaliumhydroxyd.

Zulässiger Prüffehler

- $\pm 0,3$ mg

Prüfung von Schmierstoffen

Verseifungszahl

DIN

DVM 3659

000088

Begriff

- 1 Unter Verseifungszahl versteht man diejenige Anzahl mg Kaliumhydroxyd, die erforderlich ist, um die in 1 g Öl enthaltenen freien Säuren zu neutralisieren und die vorhandenen Ester und Laktone zu versäufen.**

Zweck der Prüfung

- 2 Die Verseifungszahl dient dazu, in einem Gemisch von Mineralöl und fettem Öl den Gehalt an fettem Öl annähernd zu bestimmen. Bei gebrauchten Isolier- und Schmierölen ergibt die Verseifungszahl einen Anhaltspunkt für die eingetretene Ölalterung.**

Maßeinheit

- 3 mg Kaliumhydroxyd/g Öl**

Prüfgerät

- 4 Man verwendet zweckmäßig Kolben aus Jenauer Glas mit einem seitlichen Glasrohr, wie zur Bestimmung der Neutralisationszahl (Baader-Kolben), mit aufgesetztem Pilzkühler.**

Prüfverfahren

- 5 Man wählt in dem Kolben 10 g Öl ab, löst in 75 cm³ des bei der Bestimmung der Neutralisationszahl angegebenen Lösungsgemisches, setzt 25 cm³ alkoholische 1/10 normale Kalilauge dazu und erhitzt ½ Stunde lang am Rückflußkühler oder mit aufgesetztem Pilzkühler. Man titriert sofort den Laugenüberschuss unter ständigem Umschütteln noch heiß mit 1/10 normaler Salzsäure zurück; bis in dem seitlichen Glasrohr der Farbumschlag von Rot zu Blau erfolgt. Als Blindversuch werden 75 cm³ Lösungs-**

gemisch und 25 cm³ 1/10 normale Lauge in gleicher Weise ½ Stunde am Rückflußkühler gekocht und das Säureäquivalent ermittelt. Liegt die gefundene Verseifungszahl bei Anwendung von 25 cm³ 1/10 normaler Lauge und 10 g Öl höher als 2, so wiederholt man den Versuch unter Verwendung von ½ normaler Lauge und Rücktitration mit 1/2 normaler Salzsäure.

Berechnung

Wurden bei der Titration des verseiften Öles a cm³ 1/10 normale Salzsäure verbraucht, beim Blindversuch b cm³, so ist die Verseifungszahl bei c Einwaage

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

Bei Verwendung von ½ normaler Lauge und Säure ist

$$\text{Verseifungszahl} = \frac{(b-a)}{c} \cdot 28,055$$

Der Gehalt an fettem Öl wird berechnet, indem man die ermittelte Verseifungszahl mit 100 multipliziert und durch die Verseifungszahl des Zusatzes dividiert. Ist die Art des zugesetzten fetten Öles unbekannt, so gilt als dessen mittlere Verseifungszahl 190.

Prüffehler

Verseifungszahl	bis 1	± 0,1 %
	vom 1 bis 20	± 5 %
	über 20	± 3 %

(*) Diese Angabe ist ein Additionswert zu den Anforderungen.

Prüfung von Schmierstoffen

Probenahme siehe DIN DVM 3651

Toleranz siehe DIN DVM 3652

Spezifisches Gewicht siehe DIN DVM 3653

Freeßpunkt und Tropfpunkt siehe DIN DVM 3654

Zähigkeit (Viskosität) siehe DIN DVM 3655

Wassergehalt siehe DIN DVM 3656

Aschegehalt siehe DIN DVM 3657

Neutralisationszahl siehe DIN DVM 3658

(bisher: Säurezahl) Hartasphalt siehe DIN DVM 3660

Flammpunkt im offenen Tiegel siehe DIN DVM 3661

Stockpunkt siehe DIN DVM 3662

Prüfung von Heizölen und Dieselmotoren
Verkokung nach Conradson

DIN
 ENTWURF 3
 DVM 3796

Begriff

1. Unter Verkokung wird die Bildung koksartiger Rückstände in der Wärme verstanden.

Zweck der Prüfung

2. Die Verkokung ist zu prüfen, weil Heizöle, die zur Verkokung neigen, eine Verstopfung der Düsen hervorrufen können; bei Dieselmotoren gibt die Prüfung Anhaltspunkte für die Gefahr einer Düsenverkokung und einer Verschmutzung des Verbrennungsraumes.

Maßeinheit

3. g/100 g (%).

Prüfgerät

4. Das Prüfgerät besteht aus folgenden Teilen (siehe Abbildung 1):

- a) Porzellantiegel,
- b) Stahlblechtiegel mit Deckel aus Gußmessing,
- c) Stahlblechtiegel und -deckel,
- d) Chromnickeldraht-Dreieck,
- e) Stahlblechhaube,
- f) Metallblechbüchse,
- g) Mäker-Brenner,
- h) Drahtbrücke (als Maß für Flammenhöhe);
- i) Dreifuß.

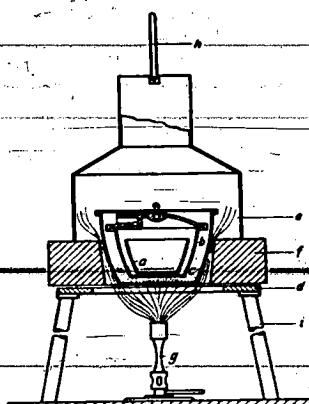


Abb. 1.

- Zu a) Ein vollständig glasierter Porzellantiegel (breite Form) von 29 ± 1 mm Höhe und 47 ± 1 mm oberem Außendurchmesser.

- Zu b) Aus Abbildung 2 sind die Abmessungen des Stahlblechtiegels und des zugehörigen Deckels zu entnehmen. —

Die rechtwinklig verlaufende Öffnung des Deckels von $6 \pm 0,5$ mm Durchmesser ist sauber zu halten.

Zu c) Ein (größerer) mit flachem Deckel versehener Stahlblechtiegel von 80 ± 2 mm oberem Außendurchmesser, 69 ± 1 mm Höhe und $1 \pm 0,1$ mm Wandstärke. Auf den Boden ist eine so dicke Schicht trockenes Sandes zu bringen, daß der Deckel des kleineren Tiegels b mit dem oberen Rande des Stahlblechtiegels c gerade abschneidet. Der Sand wird vor jeder Prüfung eingebettet.

Der Sand wird vor jeder Prüfung eingebettet.

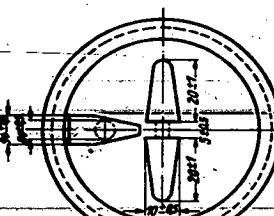
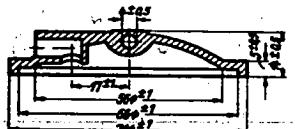


Abb. 2.

Zu d) Ein Chromnickeldraht-Dreieck (nach den Seiten unbeweglich auf dem Dreifuß i gelagert), mit einer solchen Öffnung, daß der Boden des Stahlblechtiegels c im gleichen Hohr mit der Unterseite der halben Metallblechbüchse (f) steht.

Zu e) Eine runde Stahlblechhaube von 125 ± 5 mm Durchmesser, deren unterer zylindrischer Teil (51 ± 5 mm hoch) und deren oberes Abzugsrohr (65 ± 5 mm Höhe, 63 ± 3 mm niedrige Weite) durch ein kegelförmiges Zwischenstück verbunden sind. Die Gesamthöhe der Haube soll 127 ± 3 mm sein.

Zu f) Die Metallblechbüchse ist ein Hohlkörper von 160 ± 10 mm Außendurchmesser und 35 ± 1 mm Höhe.

000090

In der Mitte befindet sich eine kegelige Öffnung von 88 ± 1 mm unterem und 89 ± 1 mm oberem Durchmesser.

Zu g). Ein Mäker-Brenner von 24 ± 1 mm Durchmesser und 155 ± 5 mm Höhe, für jede Gasart passend.

Zu h) Das Abzugsrohr der Stahlblechhaube (e) trägt eine Brücke aus 3 mm dickem Draht, die um 50 ± 2 mm die Oberkante des Abzugsröhres überträgt. Sie dient als Maß für die Flammenhöhe über dem Abzugsrohr.

Zu i) Der Dreifuß hat eine Höhe von 215 ± 5 mm, bis zur Oberkante gemessen. Der Ring hat einen Durchmesser von 165 ± 5 mm außen und 90 ± 5 mm innen.

Prüfverfahren

5. Der Porzellantiegel wird mit zwei Glaskugeln* von $2,5 \pm 0,5$ mm Durchmesser beschickt und gewogen. Dann wird das Heizöl bzw. der Dieselskraftstoff, und zwar eine Probe von $10 \text{ g} \pm 5 \text{ mg}$ in den Tiegel eingewogen.

Der Porzellantiegel wird in die Mitte des Tiegels b und dieser in die Mitte des Tiegels c eingesetzt, nachdem der Sand gebaut worden ist. Dann sind die Deckel auf Tiegel b und Tiegel c zu legen.

Diese Tiegel sind in die hohle Metallblechbüchse einzusetzen, die auf dem Chromnickeldraht-Dreieck und dem Dreifuß ruht. Das Ganze ist mit der Stahlblechhaube zu bedecken.

Nun wird mit der hohen kräftigen Flamme des Mäker-Brenners derart erhitzt, daß die Zeit bis zur Entzündung

der Dämpfe $10 \pm 1\frac{1}{2}$ min beträgt. Sobald über dem Abzugsrohr Rauch erscheint, ist der Brenner so zu bewegen, daß die Gasflamme an den Seiten des Tiegels entlang streicht und die Dämpfe zur Entzündung bringt. Jetzt ist der Brenner kurzzeitig zu entfernen und dann so zu regeln, daß sich die Flamme der entzündeten Dämpfe gleichmäßig überhalb des Abzugsrohres zeigt, aber nicht über die Drahtbrücke herausragt. Das Verbrennen der Dämpfe soll 13 ± 1 min dauern. Sobald die Dämpfe zu brennen aufhören und kein blauer Rauch mehr beobachtet wird, ist der Brenner wieder wie zu Beginn einzustellen, bis der Boden und der untere Teil des Stahlblectiegels c kirschrot glühen. Dieser Zustand ist noch 7 ± 1 min einzuhalten. Die gesamte Erhitzungsdauer soll 30 ± 2 min betragen.

Der Brenner ist zu entfernen und das Gerät abkühlen zu lassen (Zeitdauer etwa 15 min); dann sind die Deckel abzunehmen. Mit einer erwärmten Zange wird der Porzellantiegel herausgenommen und in einen Exsikkator gesetzt. Nach dem Abkühlen ist der Tiegel zu wägen und der Kokswürkstand zu ermitteln.

Sollten Heizöle durch Schäumen bei der Prüfung Schwierigkeiten bereiten, so sind geringere Einwagen anzuwenden; sie sind dann ausdrücklich anzugeben.

6. Die Bestimmung ist doppelt auszuführen und nötigenfalls so oft zu wiederholen, bis der Prozentgehalt an Koksrückstand um nicht mehr als 10% vom Mittelwert abweicht.

Zulässiger Prüffehler

7. $\pm 10\%$.

K l o p f e s t i g k e i t .

(Bestimmung der Oktanzahl nach der CFR-Research-Methode).

Die Bestimmung wird nach den einheitlichen Richtlinien entweder im CFR-Motor oder im I.-G. Motor durchgeführt.

000092

Äussere Beschaffenheit.

Die äussere Beschaffenheit von Leichtkraftstoffen wird in einem Reagenzglas oder Standzylinder aus ~~feinem~~ weißem Glas von mindestens 50 mm Durchmesser in der Durchsicht auf Farben und Klarheit (Fehlen von Trübungen und Abscheidungen von ungelöstem Wasser und festen Fremdstoffen) beurteilt.

J o d z a h l nach Hanus.

Zur Bestimmung der Jodzahl (J.-Z.) wird eine Lösung (Hanus-Lösung) von 10 g Jodmonobromid in 500 ccm Eisessig benötigt, die sich in Stöpselflaschen gut hält.

a.) Alkoholfreie Kraftstoffe:

Das Gewicht der erforderlichen Kraftstoffprobe ist abhängig von der zu erwartenden Jodzahl:

Einwaage in g etwa = $25,4/J.-Z.$
also beträgt bei einer

Jodzahl:	über 120	120 bis 60	unter 60
die Einwaage	0,1 bis 0,2g	0,2 bis 0,4 g	0,4 bis 0,8g

Die eingewogene Kraftstoffprobe ist in einem Kodkolben (200 bis 300 ccm) oder einer Stöpselflasche in 10 ccm Essig aufzulösen. Sollte sich die Kraftstoffprobe in Eisessig nicht auflösen, so ist eine neue Probe in 10 ccm Chloroform zu lösen. Auf die aufgelöste Probe läßt man nun 25 ccm Hanuslösung unter wiederholtem Umschwenken $\frac{1}{4}$ Stunde, bei einer Jodzahl über 120 etwa $\frac{3}{4}$ Stunde einwirken. Nach Zusatz von 15 ccm Jodkaliumlösung (1:9) und 50 ccm Wasser ist unter stetem Umschwenken mit $n/10$ -Thiosulfatlösung bis zur Gelbfärbung zu titrieren, 1 ccm Stärkelösung hinzugeben und bis zur Farblosigkeit zu titrieren.

Der Überschuß an Hanuslösung soll etwa 60 bis 70% der davon zugesetzten Menge betragen.

In einer blinden Probe wird unter gleichen Bedingungen der Titer der Hanuslösung gestellt; obwohl sich der Titer, namentlich bei Verwendung von reistem Eisessig, wenig (weniger als 0,075% Abnahme täglich) ändert, empfiehlt sich öftere Nachprüfung, besonders an warmen Tagen.

000094

Aus der Einwaage a. dem Titerwert b der zugesetzten und c der zurücktitrierten Hanuslösung und dem Faktor f der Thiosulfatlösung berechnet sich die Jodzahl

$$J.-Z. = \frac{(b - c) \cdot 0,01269 \cdot f \cdot 100}{a}$$

Beispiel: Auf 0,1402 g Elaidinsäure wurden 100 ccm JBr entsprechend 19,9 ccm n/10-Thios. ($f = 1,0057$) vorgelegt. Der Überschuß an Hanuslösung (51%) wurde mit 10,8 ccm n/10-Thios. zurücktitriert.

$$J.-Z. = \frac{(19,90 - 10,08) \cdot 0,01269 \cdot 1,0057 \cdot 100}{0,1402} \\ = 89,4 \text{ (theor.: } 89,9\text{)}.$$

b) Alkoholhaltige Kraftstoffe:

Alkoholhaltige Kraftstoffe werden zunächst durch Ausschütteln mit Wasser vom Alkohol befreit und dann geprüft.

Jodzahl nach Rosenmund und Kühnhenn.Lösung:

Pyridinsulfatdibromid in Eisessig gelöst ($C_5H_5N \cdot H_2SO_4 \cdot Br_2$).

8 gr Pyridin und 10 gr conc. Schwefelsäure werden gesondert unter Kühlung in je 20 ccm Eisessig gelöst und diese Lösungen vorsichtig zusammengegeben. Zu dem Gemisch fügt man 8 gr Brom in 20 ccm Eisessig und füllt mit Eisessig zu 1000 ccm auf. Die Lösung ist dann ca. n/10.

Titerstellung:

Zur Titerstellung der Pyridindibromidlösung werden 20 ccm n/10 Arsenigsäure mit 10 ccm verdünnter Schwefelsäure und Methylorange versetzt und mit Py Br₂ auf farblos titriert.

Beispiel:

Vorlage: 20 ccm Arsen.

Verbrauch: 19,2 ccm Py Br₂.

Faktor: 20 : 19,2 = 1,041

Ausführung der Bestimmung:

Man wiegt in einem Glaskügelchen, das vorher gewogen und nach Einsaugen des Kraftstoffes zugeschmolzen ist, ca. 0,12 - 0,25 g des zu untersuchenden Kraftstoffes. In einer Pulverflasche wird es unter Zugabe von 16 ccm Eisessig zertrümmert. Man läßt so viel der Py-Br₂-Lösung zu, daß die Farbe des Kolbeninhalts deutlich gelb und klar ist. Der Halogenüberschuß soll 20-30 % der erforderlichen Menge betragen. Es wird 2 Min. lang geschüttelt und darauf mit 50 ccm Wasser verdünnt. Dann gibt man n/10 arsenige Säure bis zum Verschwinden der Bromfärbung hinzu. Mit Methylorange wird geprüft, ob noch Bromlösung vorhanden ist. (Brom zerstört den Farbstoff.)

000096

Berechnung:a = Vorlage Py Br₂b = Verbrauch As₂O₃,

c = Faktor der Titerstellung.

$$\text{Jodzahl} = \frac{(a \cdot c) - b}{\text{Einwage}} \cdot 1.269$$

Beispiel:Einwage: 0,3703 gefüllte Ampulle

- 0,1956 "leere" "

0,1747 g Kraftstoff

a Vorlage 4,0

b Faktor 1,03

4,12

b Verbrauch -3,3 - 0,82

0,82 • 1,269

1,04058 : 0,1747 = 5,9

000097

Dimethylsulfatzahl.

Bei etwa 20° füllt man in einen in 0,1 ccm geteilten Meßzylinder 15 ccm frisches Dimethylsulfat, überschichtet mit 10 ccm des Benzens und schüttelt durch. Die ermittelte Volumenabnahme der Benzinschicht, mit 10 multipliziert, ergibt die Dimethylsulfatzahl (Di). Aus dieser berechnet sich der ungefähre Gehalt an Aromaten unter Zugrundelegung einer mittleren Dimethylsulfatzahl von 12 für die zur Mischung verwendeten Straight run Benzin nach der Gleichung:

$$\text{Vol\% Benzolkohlenwasserstoffe} = \frac{100(\text{Di}-12)}{(100-12)} = 1,136$$

(Di-12).

Bei Crackbenzinen mit einer mittleren Dimethylsulfatzahl von 16 würde die entsprechende Gleichung laufen:

$$\text{Vol\% Benzolkohlenwasserstoffe} = \frac{100(\text{Di}-16)}{(100-16)} = 1,190$$

(Di-16)

Da bei höheren Gehalten an Aromaten die Dimethylsulfatlösung ~~vergassbar~~ auch mehr gesättigte Kohlenwasserstoffe löst, so verdünnt man entsprechend dem in einer Vorprobe ermittelten angenäherten Gehalt das Benzin mit soviel Normalbenzin, daß die Dimethylsulfatzahl der Mischung nicht mehr als etwa 4% beträgt. Unter Berücksichtigung des Gehaltes des Normalbenzins an in Dimethylsulfatlöslichen Anteilen (etwa 10%) ist aus der Volumenverminderung der Benzinschicht der Gehalt an Aromaten und ungesättigten Kohlenwasserstoffen zu berechnen.

Verdampfbarkeit.

Die Verdampfbarkeit wird im Verdampfungsprüfer des Heereswaffenamtes bestimmt.

Der Verdampfungsprüfer besteht aus dem Verdampfungstiegel mit aufschraubbarem Deckel mit Ableitungsrohr, dem elektrisch beheizten Metallblock, dem Meßthermometer, der Heizdrahtvacuumschütze, dem Vorschaltwiderstand, der Woulff'schen Flasche, dem beiderseits offenen mit Wasser gefüllten Manometer und einer Saugpumpe. Die schnellere Wärmeübertragung auf den Tiegel und die Thermometer wird durch Wood-Metall erreicht.

Zur Prüfung wägt man in den Tiegel 65 g Oel ein, schraubt den Deckel auf und setzt den so vorbereiteten Tiegel in das vorher auf 250°C gebrachte Metallbad. Man verbindet darauf das Ableitungsrohr durch ein kurzes Gummistück mit dem T-Stück der Woulffschen Flasche. Man erhitzt das Oel 1 Stunde auf 250° , wobei man durch drei im Deckel befindliche Bohrungen saugt, den man so reguliert, daß die Wasserspiegel-Differenz im Manometer, das mit der Woulffschen Flasche verbunden ist, 20 mm beträgt. Nach Versuchsende wird der Tiegel herausgenommen, das anhaftende Wood-Metall quantitativ durch Abwischen entfernt und in eine Schale mit kaltem Wasser gestellt. Nach Temperaturausgleich wird der Tiegel (ohne Deckel) zurückgewogen. Der Gewichtsverlust in Prozent ergibt die Verdampfbarkeit.

Bei dieser Arbeitsweise ist folgendes zu beachten:

- a) Genaueste Einhaltung der Wasserspiegeldifferenz
- b) Zur einwandfreien Wärmeübertragung muß der Kontaktthermometer-Stutzen mit ca. 15g, das Aufnahmegefäß für den Tiegel immer mit 200 g Woodmetall gefüllt sein; d.h. die Menge muß ausreichend genug sein, um den Tiegel nach dem Einsetzen bis zum Einsetzrand mit Wood-Metall zu umgeben
- c) Die Verbindungen zwischen dem Ableitungsrohr des Tiegels und dem T-Stück, bzw. zwischen dem Manometer und dem T-Stück müssen in Richtung des Ableitungsrohres des Tiegels oder des Manometers ausgeführt sein. Nur kurze Schlauchverbindungen verwenden.

- d) Das Einsetzen des Tiegels geschieht bei 250° , wo-
bei man für die ersten 3-5 Minuten den Knopf des
Vorschaltwiderstandes nach oben dreht, um ihn da-
nach in die Mitte zurückzudrehen und ihn dann über
den ganzen Versuch dort zu belassen.
- e) Die Kontrolle der Temperatur erfolgt am Meßther-
mometer und nicht am Kontaktthermometer. Größere
Temperaturschwankungen als $\pm 1^{\circ}$ dürfen nicht auf-
treten.
- f) Zur besseren Ablesung färbt man das Wasser des
Manometers an.
- g) Das Gerät ist peinlichst sauber zu halten; am Deckel
kondensierte und nicht mitgewogene Oelreste gelten
als verdampftes Oel, und werden mit Benzol-Alkohol
entfernt. Die Löcher des Tiegel-Deckels müssen
immer frei und sauber sein.

Harz und Asphalt.

10g Oel werden in eine 250 cm³ fassende Steilbrustflasche mit eingeschliffenem Glasstopfen eingewogen und mit 100 cm³ Normalbenzin versetzt. Diese Lösung wird portionsweise mit einem gleichmässigen trockenen Gemisch aus den folgenden Bleicherdesorten: Terrane Spezial, Terrana Extra und Terrana A Superior derart versetzt, daß man bis zur rotbraunen Färbung je 5g und dann - bis zum Erreichen der Farbe der Standardlösung 2-32 oder 1g zugibt. Nach jeder Zugabe wird umgeschüttelt und dann läßt man die Bleicherde absitzen, um in der klaren Oellösung das Aussehen zu prüfen und mit der Standardlösung zu vergleichen. Bei gefetteten Oelen vollzieht sich das Absitzen der Bleicherde etwas langsamer, die Oellösung bleibt längere Zeit trübe, sodaß der Vergleich der Farben erschwert ist. Ist der Farbton (Farbhelligkeit) erreicht, läßt man noch eine Stunde stehen und filtriert dann durch eine Schott-Glasfilternutsche 11-a-G-4. Das der Bleicherde anhaftende Oel wird dann fünfmal mit je 50 cm³ Normalbenzin quantitativ ausgewaschen. Nach Durchfluß von je 50 cm³ wird die Bleicherde getrocknet und nach Aufhebung des Vakuums mit einem Spatel gründlich aufgelockert und verrieben.

Nach dem Auswaschen des Oeles aus der Bleicherde werden anschließend die Harze und Asphalte aus der Bleicherde mit je 50 cm³ einer Mischung von Benzol-Arko hol 1:1 bis zur schwach hellbraunen bis farblosen Färbung ausgewaschen. Wie bei der Benzin-Auswaschung ist auch bei dem Auswaschen der Harze und Asphalte darauf zu achten, daß die Zugabe von je 50 cm³ Lösungsmittelgemisch die Bleicherde gut verrührt wird (Klumpchen mit dem Spatel verteilen). Nach dem jeweiligen Verrühren der Bleicherde mit dem Lösungsmittel läßt man einige Minuten, ohne zu saugen, absitzen, um dann völlig trocken zu saugen.

Das gesammelte Lösungsmittelgemisch mit den extrahierten Harzen und Asphalten wird in einer gewogenen Aluminiumschale von 10 cm Durchmesser, 4 cm hohen und 0,5

000101

mm starken Wänden abgedampft. (Die gesammelten Benzinlösungen, die das Oel enthalten, können in gleicher Weise behandelt werden.)

Im Tropenschrank werden die Harze und Asphalte bei 105°C 15 Minuten getrocknet. Wägung nach Abkühlung im Exsikkator. Gewichtszunahme der Al-Schale auf 100g Ausgangsöl bezogen ergibt die Gesamtmenge an Harzen und Asphalten in %.

Die Summe des extrahierten Oeles und der extrahierten Harze und Asphalte darf 99,5% nicht unter- und 100% nicht überschreiten.

Zur Filtration werden Saugflaschen mit eingeschliffenem Filterstutzen verwandt. Zur Entspannung des Vacuums ist es vorteilhaft, dem Schlauch zur Saugpumpe einen Zweiweghahn zwischenzuschalten.

G e s a m t v e r s c h m u t z u n g .

10g Oel werden in einem Erlenmeyer-Kolben (300 cm³) eingewogen und mit 200 cm³ Normalbenzin(Kahlbaum) vermischt. Der verschlossene Kolben wird 24 Stunden im Dunkeln stehen gelassen. Die Gesamtverschmutzung wird folgendermassen abfiltriert:

In einem sauberen(jeweils mit Chromschwefel→säure,Wasser,Benzol und Normalbenzin gereinigten) Jenaer Glasfilter-Tiegel 1 G 4, der mittels Glasvorstoßes auf eine Saugflasche gesetzt ist, werden ca.5 g Kryolithpulver,rein (Kahlbaum) eingefüllt und nacheinander mit Normalbenzin und Reinbenzol 80/81 (thiophenfrei) gewaschen, wobei das Kryolithpulver festgestampft wird. Nachdem das Benzol durch filtriert ist, wird noch 1-2 Minuten lang Luft durchgesaugt. Sodann wird der Tiegel eine Stunde bei 105°C getrocknet. Nach Trocknung und sorgfältiger Abkühlung im Exsikkator wird der Tiegel gewogen. Danach wird der gewogene Tiegel wieder auf den Glasvorstoß der Saugflasche gesetzt und die Normalbenzin-Öllösung durchfiltriert. Der Tiegel, der die Gesamtverschmutzung enthält, wird mit kaltem Normalbenzin bis zur Ölfreiheit und anschließend mit heißem Normalbenzin, um die Paraffine und Ceresine zu lösen, ausgewaschen und dann eine halbe Stunde wiederum bei 105°C getrocknet. Abkühlung und Wägung wie oben. Die Gewichtszunahme auf 100 g Oel bezogen ergibt die Gesamtverschmutzung in %.

A s p h a l t .

Aus der im Tiegel befindlichen Gesamtverschmutzung wird der Asphalt in oben beschriebener Weise mit heißem Benzol herausgelöst und zwar solange, bis die durchlaufende Flüssigkeit farblos erscheint. Alsdann wird der Tiegel wie oben getrocknet und gewogen. Die Gewichtsdifferenz bezogen auf 100 ergibt den Asphaltgehalt in %.

000103

H a r z e .

Weiteres Auswaschen mit heißem Benzol-Alkohol.
Trocknen und Wägen wie oben. Gewichtsdifferenz = herausgelöstes Harz auf 100 bezogen ergibt den Harzgehalt in %.

Feste Fremdstoffe

Der im Tiegel zurückbleibende Rückstand auf 100 bezogen ergibt den Gehalt an festen Fremdstoffen in %.

Verbrennbares

Verbrennbares ist die Differenz von festen Fremdstoffen und Asche, Angabe in %.

A s c h e .

Der Asche-Gehalt wird nach der DIN DVM Vorschrift Nr. 3657 ermittelt.

Prüfung von Schmierstoffen

Fließpunkt und Tropfpunkt

DIN

DVM 3654

000104

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 Aufnahmegläschens bildet.

Der **Tropfpunkt** ist die Temperatur, bei welcher der erste Tropfen des schmelzenden Stoffes von dem Aufnahmegläschen abfällt¹⁾.

Zweck der Prüfung

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

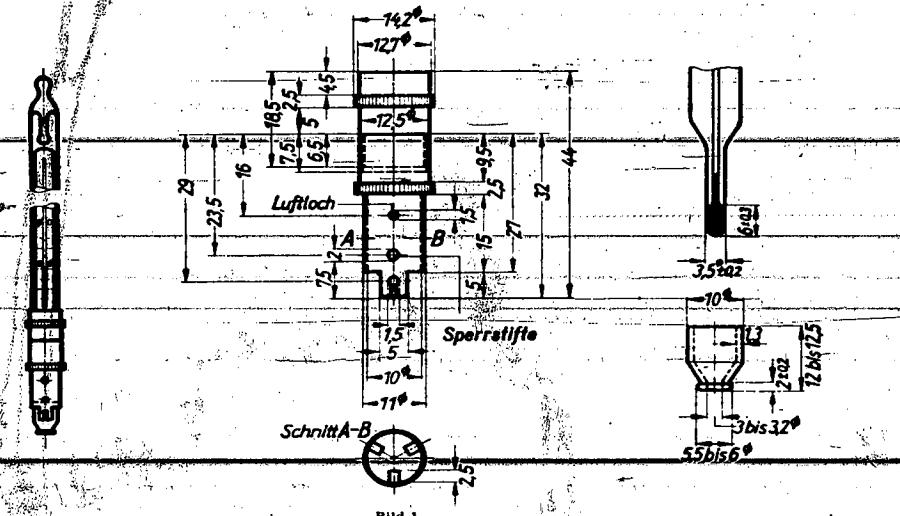
Maßeinheit

Temperatur °C

Prüfgerät

Tropfpunktmeter nach Ubbelohde (Bild 1).

Jüngendes Aufnahmegläschen (Glasnippel) von 12 bis 12,5 mm Länge, etwa 1,3 mm Wanddicke und einer Nippelöffnung von 3 bis 3,2 mm Durchmesser. Der Nippel trägt unten an seiner Öffnung einen Wulst von einer Höhe von $2 \pm 0,2$ mm, der in die Länge des Nippels von 12 bis 12,5 mm eingerechnet ist. Die Sperrstifte gestatten, diesen Tropfpunktnippel so in die Metallhülse hineinzuschlieben, daß das Quecksilbergefäß des Thermometers (Länge $6 \pm 0,3$ mm, Durchmesser $3,5 \pm 0,2$ mm) mit dem unteren Teil der Metallhülse abschneidet und überall gleichweit von den Wandungen des Nippels entfernt ist. Hierzu ist erforderlich, daß die Maße nach Bild 1 eingehalten werden. Für Schiedsanalysen sind beglaubigte, verkürzte Thermometer zu verwenden, die die Aufschriften tragen: „Thermometer für das Tropfpunktmeter nach Ubbelohde“. Ihre Skala soll den Bereich von 0 bis 110°C oder von 50 bis 160°C oder von 100 bis 230°C umfassen. Der Abstand der Skalenleiste soll 1 mm je Grad betragen. Berichtigungen für den herausragenden Quecksilberfaden sind unzulässig.



Prüfung von Schmierstoffen
Fließpunkt und Tropfpunkt

DIN
DVM 3654

000105

7 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 30 befestigt, das als Luftbad dient. Das Reagenzglas wird bis zu zwei Dritteln seiner Länge senkrecht in ein hohes Becherglas 1000 DENOG 1 aus Jenaer 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.

Prüf Fehler

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

Toleranz²⁾

$\pm 5^\circ\text{C}$. Abweichungen nach oben sind zulässig.

²⁾ Angebot. Werden in Angeboten zwei Grenzwerte angegeben, so dürfen diese nicht mehr als 10°C aufeinander liegen.

Prüfung von Schmierstoffen

Probenahme	siehe DIN DVM 3651
Toleranz	siehe DIN DVM 3652
Spezifisches Gewicht	siehe DIN DVM 3653
Zähigkeit (Viskosität)	siehe DIN DVM 3655
Wassergehalt	siehe DIN DVM 3656
Aschegehalt	siehe DIN DVM 3657
Neutralisationszahl (bisher Säurezahl)	siehe DIN DVM 3658
Verseifungszahl	siehe DIN DVM 3659
Hartaspalt	siehe DIN DVM 3660

Zündwilligkeit (Cetanzahl)

Die Bestimmung der Zündwilligkeit der Dieselkraftstoffe wird nach den einheitlichen Richtlinien im HWA-Prüfmotor durchgeführt.

~~000107~~

M i s c h b a r k e i t .

von

D i e s e l k r a f t s t o f f e n .

(Die Vorschrift wird z.Zt. neu bearbeitet)

Äußere Erscheinung von Getriebeoel :

- a. Zur Prüfung der äußerem Erscheinung wird die gesamte Probe herangezogen.
- b. Im Restoel, nach Bestimmung der Verdampfbarkeit, darf keinerlei Entmischung oder Ausfällung festgestellt werden.

000109

- 75 -

Korrosionstest für Getriebeöl :

Ein blankpolierter Kupferstreifen
(100 x 10 x 1 mm) darf nach 24 stündigem Eintauchen
bei 70°C keine korrosiven Erscheinungen aufweisen.

Straßenklopftestzur Ermittlung der ungefähren Oktanzahl der Ottokraftstoffe.

Folgende Einrichtungen am Kraftfahrzeug sind erforderlich:

- 1.) Ein behelfmässiger Kraftstofftank (3-5 l-Kanister), der durch Dreiwegehahn vor dem Vergaser mit der Kraftstoffleitung verbunden ist, sodaß wechselweise aus dem Haupttank oder Versuchstank gefahren werden kann.
- 2.) Ein Kühlwasserthermometer
- 3.) Ein Beschleunigungsmesser (Tachometer).

Folgendes Meßverfahren wird angewandt:

Das Kraftfahrzeug wird auf ebener Straße bei Kühlwassertemperatur 80°C und früher Zündpunkteinstellung mit einem Kraftstoff bekannter OZ auf 20 km/Std. gebracht. Bei genau 20 km wird das Gaspedal ganz durchgetreten und beschleunigt. Nun beobachtet der Beifahrer, bei welcher Geschwindigkeit das Klopfen aufhört (d.h. mit dem Ohr nicht mehr wahrnehmbar ist). Dieser Versuch wird dreimal auf der gleichen Strecke wiederholt, und die mittlere Geschwindigkeit aus den drei Versuchen wird als "Klopfwert" angesehen. Derselbe Versuch wird mit dem unbekannten Kraftstoff auf gleicher Strecke unter gleichen Bedingungen ausgeführt. Aus den drei Versuchen wird ebenfalls der Mittelwert gewählt. Vor Benutzung eines neuen Kraftstoffes muß der vorher geprüfte Kraftstoff aus der Kraftstoffleitung und dem Vergaser entfernt werden.

Liegt die Geschwindigkeit, bei der das Klopfen des unbekannten Kraftstoffes aufhört, höher als die des Vergleichskraftstoffes, so ist seine OZ geringer, und dem unbekannten Kraftstoff muß solange Bleitetraäthyl oder Benzol zugesetzt werden, bis der gleiche "Klopfwert" erreicht ist