

DEUTSCHES REICH


 AUSGEBEBEN AM
 18. SEPTEMBER 1941

 REICHPATENTAMT
 PATENTSCHRIFT

№ 710 665

KLASSE 421 GRUPPE 7 04

K 154739 IX b/421


Dr. phil. Walter Demann und Hans Bodo Asbach in Wanne-Eickel


sind als Erfinder genannt worden.

Fried. Krupp Akt.-Ges. in Essen
**Verfahren zur Bestimmung der Mischungsverhältnisse von Ölen,
 bei denen Ausfällungen auftreten**

 Patentiert im Deutschen Reich vom 14. Juni 1939 an
 Patenterteilung bekanntgemacht am 7. August 1941

Bei der Mischung verschiedener Öle miteinander können u. U. Ausfällungen oder Ausflockungen z. B. von Hartasphalten und von sogenanntem freiem Kohlenstoff auftreten, die je nach Art und Umfang die Verwendung solcher Mischungen erschweren oder gar unmöglich machen. Es hat daher nicht an Versuchen gefehlt, die Mischbarkeit von Ölen miteinander einwandfrei festzustellen, zumal mit bloßem Auge die bei der Mischung von Ölen auftretenden Ausfällungen von Hartasphalten oder von freiem Kohlenstoff oder von beiden Körpergruppen nicht immer zu erkennen sind. Vor allen Dingen bereitet es Schwierigkeiten, Ausfällungen aus höher viscosen und dunklen Ölen und ihren Mischungen zu erkennen, während man bei niedriger viscosen und hellen Ölen und ihren Mischungen durch Filtration gegebenenfalls in Verbindung mit einer durch Temperaturerhöhung bewirkten Alterung, die eine Verkürzung der sonst erforderlichen Absetzzeit zum Ziel hat,

die Ausfällungen häufig qualitativ und u. U. auch quantitativ ermitteln kann.

Die Erfindung bezweckt, auch bei solchen Ölmischungen, bei denen Ausfällungen nicht mit Sicherheit zu erkennen sind, also bei höher viscosen oder dunklen Ölen oder bei Ölmischungen, bei denen Ausfällungen erst nach längerer Lagerung auftreten, sofort nach erfolgter Mischung einen Nachweis für das sofortige oder spätere Eintreten solcher Ausfällungen zu finden. Dies geschieht erfindungsgemäß dadurch, daß man prüft, ob bei irgendeinem Mischungsverhältnis der zu mischenden Öle eine Erhöhung der Viscosität oder eine Verringerung des spezifischen Gewichts gegenüber der sich theoretisch ergebenden Viscosität bzw. dem sich theoretisch ergebenden spezifischen Gewicht feststellbar ist. Ist dies der Fall, so muß bei den betreffenden Mischungsverhältnissen mit Ausfällungen gerechnet werden. Dann sieht man aber in der Regel von der Mischung dieser Öle

überhaupt ab, um der Gefahr vorzubeugen, daß sich beim Zusammengießen der Öle in Vorratsbehältern das ungünstige Mischungsverhältnis einstellt.

5 Eingehende Versuche haben nämlich gezeigt, daß, wenn in einem Ölgemisch bei bestimmten Mischungsverhältnissen unmittelbar nach der Mischung oder nach mehr oder minder langer Lagerung des Gemisches Ausfällungen auftreten, diese Erscheinung verbunden ist mit einer unmittelbar nach der Mischung feststellbaren Erhöhung der absoluten Viscosität gegenüber der sich theoretisch auf Grund der von Ubbelohde und Walter aufgestellten Viscositätstemperaturblätter für ein unbeschränkt mischbares, keine Ausfällungen zeigendes Ölgemisch ergebenden Viscosität. Ebenso ist auch eine Verringerung des spezifischen Gewichts gegenüber dem sich theoretisch ergebenden spezifischen Gewicht feststellbar. Man kann also bei Gemischen aus zwei oder mehreren Ölen durch Ermittlung der Viscosität oder des spezifischen Gewichts bei verschiedenen Mischungsverhältnissen einwandfrei feststellen, ob die Öle beschränkt oder unbeschränkt miteinander mischbar sind und bei welchen Mischungsverhältnissen Ausfällungen zu erwarten sind. Für diese Ermittlungen setzt man aus den zu mischenden Ölen eine Mischungsreihe an, deren Viscositäten man mißt. Es hat sich als ausreichend erwiesen, die Gemischanteile in den Ölgemischen einer solchen Reihe um etwa 20% zu verändern, also, z. B. 10 : 90%, 35 30 : 70%, 50 : 50% usw. Bei Gemischen mit drei Ölbestandteilen setzt man zunächst eine Mischungsreihe aus zwei Ölen an, geht dann von einem Gemisch dieser Reihe, das man als einheitlichen Bestandteil ansieht, aus und setzt aus diesem Bestandteil sowie dem dritten Öl eine Mischungsreihe an usw. Die Viscositäten werden im absoluten Maßsystem gemessen.

Die Bestimmung der Viscosität erfolgt besonders vorteilhaft mittels des Höppler-Viscosimeters, bei dem Kugeln durch die zu untersuchende Flüssigkeit fallen bzw. gleiten und die Viscosität aus den gemessenen Gleitzeiten errechnet wird. Wenn man mittels dieses Viscosimeters eine homogene Flüssigkeit oder ein Flüssigkeitsgemisch, in dem keine Ausfällungen enthalten sind, mißt, so erhält man übereinstimmende Werte für die Viscosität, auch wenn man der Messung die verschiedenen Gleitzeiten verschieden großer Kugeln zugrunde legt. Wenn dagegen Ausflockungen in einem Flüssigkeitsgemisch enthalten sind, dann üben diese Ausflockungen auf Kugeln verschiedenen Durchmessers verschieden große Randwirkungen aus. Das hat zur Folge, daß man für dieses Flüssigkeitsgemisch unter-

schiedliche Viscositätswerte erhält, wenn man der Rechnung die an Kugeln verschiedenen Durchmessers ermittelten Meßwerte zugrunde legt. Ergeben sich also bei Verwendung des Höppler-Viscosimeters mit verschiedenen großen Kugeln für ein Ölgemisch unterschiedliche Viscositätswerte, so ist dies das Zeichen einer durch beginnende oder bereits beendete Ausflockungen gekennzeichneten Inhomogenität des Gemisches. Daran läßt sich in sehr einfacher Weise einwandfrei erkennen, ob Öle beschränkt oder unbeschränkt miteinander mischbar sind und bei welchen Mischungsverhältnissen mit Ausfällungen zu rechnen ist.

Es ist in vielen Fällen vorteilhaft, die zu untersuchenden Ölgemische vor der Prüfung nach dem geschilderten Verfahren einer Alterung zu unterziehen, d. h. sie einige Zeit, z. B. 1 bis 2 Stunden, auf höhere Temperaturen von etwa 50 bis 150° zu erwärmen, sofern die Siedepunkte die Anwendung solcher Temperaturen gestatten, um Ausfällungen möglichst deutlich feststellbar zu machen.

Das geschilderte Verfahren ergibt z. B., daß ein Rhenaniaöl mit einem entasphaltierten Schwelteer unbegrenzt mischbar ist. Die experimentell ermittelten Viscositäten stimmen mit den errechneten eindeutig überein. Dieses Ergebnis wird durch praktische Versuche bestätigt. Die beiden Öle zeigen nämlich bei beliebigen Mischungsverhältnissen auch nach längerem Lagern keine Ausfällungen.

Bei Ölgemischen kann es vorkommen, daß ein Gemischpartner auf den anderen oder beide gegenseitig einen lösenden Einfluß aufeinander ausüben, insbesondere auf in ihnen enthaltene mikrokristalline oder kristalloide Paraffine und ähnliche Verbindungen. Dies zeigt sich z. B. bei einer Mischung aus Gasöl und Rhenaniaöl. In diesen Fällen liegen, obwohl Ausfällungen nicht auftreten, die durch Messung festgestellten Viscositätswerte nicht auf der rechnerisch ermittelten Viscositätsmischungskurve, sondern darunter. Das Gemisch hat also eine geringere Viscosität als die rechnerisch ermittelte. Das Höppler-Viscosimeter zeigt, da Ausfällungen nicht stattgefunden haben, auch mit verschiedenen Kugeln übereinstimmende Viscositätswerte an.

In einem Gasöl-Schwelteer-Gemisch sind bei einem Mischungsverhältnis von 55% Schwelteer und 45% Gasöl durch das Höppler-Viscosimeter in der geschilderten Weise deutliche Ausfällungen feststellbar. Mischungen, die zwischen 100 und 70% Schwelteer enthalten, bleiben homogen. Ausfällungen sind jedoch bei Schwelteergehalten zwischen etwa 55 und 70% nachweisbar. Bei Mischungen innerhalb dieses Bereichs ergeben verschiedene Kugeln stark voneinander abweichende Viscositätswerte. Selbst die bei

Wiederholungen mit einer einzigen Kugel gewonnenen Werte sind bereits voneinander verschieden. In dem genannten Bereich sind jedoch unmittelbar nach der Mischung durch
 5 den Augenschein irgendwelche Ausfällungen nicht festzustellen. Trotzdem zeigt die viscosimetrische Messung innerhalb kürzester Frist mit größter Deutlichkeit das Vorhandensein von Ausfällungen an. Dieser Befund
 10 wird durch Beobachtung von Standproben voll bestätigt.

Ein Gemisch aus einem Spaltrückstand und Schwelteer ergibt bei Gehalten von mehr als 50% Schwelteer keine Ausfällungen, da
 15 das Höppler-Viscosimeter mit verschiedenen Kugeln übereinstimmende Viscositätswerte anzeigt. Bei Gemischen mit weniger als etwa 50% Schwelteer weichen dagegen die Viscositätswerte voneinander ab; die Kugel von größerem Durchmesser zeigt eine Viscosität an,
 20 die über der nach der Mischungsregel zu fordernden Mischungsviscosität liegt. Dieses Ergebnis wird durch den praktischen Versuch bestätigt. Durch Beobachtung von Proben
 25 solcher Gemische läßt sich feststellen, daß sich aus diesen Gemischen freier Kohlenstoff abscheidet.

Die durch die vorliegende Erfindung gegebene Möglichkeit, in kürzester Zeit festzustellen, ob und gegebenenfalls in welchem
 30 Umfange verschiedene Öle miteinander mischbar sind, ohne Ausfällungen zu zeigen, ist für die Verwendung von Ölen für Heiz- und Treibzwecke von größter Bedeutung. Durch
 35 Ausfällungen würden nämlich Verstopfungen in Ölleitungen, Feuerungen und Motoren her-

vorgerufen, was diese Maschinen und Vorrichtungen bald zum Erliegen bringen müßte. Dies würde sich insbesondere auf Schiffen sehr nachteilig auswirken. 40

PATENTANSPRÜCHE:

1. Verfahren zur Bestimmung der Mischungsverhältnisse zweier oder mehrerer
 45 insbesondere höher viscoser oder dunkler Öle, bei denen Ausfällungen z. B. von Hartasphalten und freiem Kohlenstoff unmittelbar oder nach mehr oder minder langer Lagerung auftreten, dadurch gekennzeichnet, daß diejenigen Mischungsverhältnisse der Öle ermittelt werden, bei denen eine Erhöhung der Viscosität oder eine Verringerung des spezifischen Gewichts gegenüber der sich theoretisch ergebenden Viscosität nach Ubbelohde
 50 und Walther bzw. dem sich theoretisch ergebenden spezifischen Gewicht feststellbar ist. 55

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß unter Verwendung des Höppler-Viscosimeters diejenigen Mischungsverhältnisse ermittelt werden; bei denen durch Kugeln verschiedenen Durchmessers bzw. deren Gleitzeiten für ein
 60 Ölgemisch verschiedene Viscositäten angezeigt werden. 65

3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß die Ölgemische vor der Prüfung einige Zeit, z. B. 70
 1 bis 2 Stunden, auf höhere Temperaturen von etwa 50 bis 150° erwärmt werden.