

Zu untersuchen auf	Prüfverfahren	siehe unter
A. Abdampfdruckstand	Abblasetest/Glasschale nach den Richtlinien des HWA und RLM	<u>Abdampfdruckstand</u>
Alkoholgehalt	Ausschüttelung mit Wasser oder mit 50%iger wässriger Chlorcalciumlösung	<u>Spritgehalt</u>
Alterung	Bombentest bei 70°C	<u>Lagerbeständigkeit</u>
Anilinpunkt	Entmischungstemperatur	<u>Anilinpunkt</u>
Aromatengehalt	a) Phosphorpentoxyd-Schwefelsäure nach Kattwinkel b) Dimethylsulfat nach Valenta	<u>Sulfurierungszahl</u> <u>Dimethylsulfatzahl</u>
Aschegehalt	Norm-Blatt DIN DVM 3657	<u>Aschegehalt</u>
B. Beschaffenheit	Augenschein	<u>Farbe</u>
Beginn d. Kristallbildg.	Abkühlung	<u>Kältebeständigkeit</u>
Beginn d. Paraffinausscheidung	Abkühlung	<u>Kältebeständigkeit</u>
Bleigehalt	qualitativ nach Steiger quantitativ " Ulrich	<u>Bleigehalt</u>
Bombentest	Bombentest	<u>Lagerbeständigkeit</u>
C. Cetanzahl	motorische Prüfung nach HWA-Methode	<u>Cetanzahl</u>
Cetanzahl	Aräometer nach Marder	<u>Cetanzahl</u>
Conradsontest	Normblatt DIN Entw. 2 DVM 3796	<u>Verkokung</u>
D. Dampfdruck	nach Reid	<u>Dampfdruck</u>
Destillation	in Anlehnung an Normblatt DIN. Entw. 2, DVM 3672	<u>Sieverhalten</u>
Dichte	Normblatt DIN DVM 3653	<u>Wichte</u>
Dimethylsulfatzahl	nach Valenta	<u>Dimethylsulfatzahl</u>
E. Entmischungstemperatur	Abkühlung	<u>Kältebeständigkeit</u>
Emulgierbarkeit	nach OKM-Methode	<u>Emulgierbarkeit</u>
F. Farbe und äußere Beschaffenheit	Augenschein	<u>Farbe</u>
Feuchtigkeit	1) nach Dietrich u. Conrad 2) Normblatt DIN DVM 3656	<u>Wasserbestimmung</u>

<u>F</u> iltrierbarkeit	HWA-Methode	<u>F</u> iltrierbarkeit
<u>F</u> lammpunkt	i. g. T. Abel-Pensky	<u>F</u> lammpunkt
<u>G</u> . Geruch	i. g. T. Pensky-Martens	<u>G</u> eruch
<u>H</u> . Hartasphalt	praktische Geruchsprobe	<u>H</u> artasphalt
<u>H</u> arzgehalt	Normblatt <u>DIN</u> DVM 3660	<u>A</u> bdampfdruckstand
<u>H</u> eizwert	Abblasetest	<u>H</u> eizwert
<u>J</u> . Jodzahl	Normblatt <u>DIN</u> DVM 3716	<u>J</u> odzahl
<u>K</u> . Kältebeständigkeit	nach Hanus; Rosenmund u. Kuhnemann, nach Kaufmann	<u>K</u> ältebeständigkeit
	Beginn d. Kristallbildg. (VK) -Beginn d. Paraffin- ausscheidung (DK)	s. auch unter <u>S</u> tockpunkt
	Wasseraufnahmevermögen (Sprit-Kraftstoffe)	
<u>K</u> orrosion/VK	1) Kupferstreifentest/HWA	<u>K</u> orrosion
" /DK	2) Heinze-Marder	
	1) Normblatt <u>DIN</u> Entw. 2 DVM 3763	
	2) nach Heinze-Marder	
<u>K</u> lopfestigkeit	motorische Prüfung nach der Motor-Methode	<u>O</u> ktanzahl
<u>K</u> ristallisationsbeginn	Abkühlung	<u>K</u> ältebeständigkeit
<u>K</u> upferstreifentest	HWA-Methode	<u>K</u> orrosion
<u>L</u> . Lagerbeständigkeit	Bombentest	<u>L</u> agerbeständigkeit
<u>N</u> . Neutralisationszahl	Normblatt <u>DIN</u> DVM 3658	<u>N</u> eutralisationszahl
<u>O</u> . Oktanzahl	Motorische Prüfung nach der Motor-Methode	<u>O</u> ktanzahl
<u>P</u> . Paraffinausscheidung	Abkühlung	<u>K</u> ältebeständigkeit
<u>P</u> eroxyde	qualitativ quantitativ nach Youle und Wilson	<u>P</u> eroxyde
<u>S</u> . Säurewert	Normblatt <u>DIN</u> DVM 3678	<u>S</u> äurewert
<u>S</u> äurezahl	" " " 3658	<u>N</u> eutralisationszahl
<u>S</u> iedeverhalten	in Anlehnung an Normblatt <u>DIN</u> Entw. 2 DVM 3672	<u>S</u> iedeverhalten
<u>S</u> pez. Gewicht	Normblatt <u>DIN</u> DVM 3653	<u>W</u> ichte

Spritgehalt	Ausschüttelung mit Wasser oder mit 50%iger wässriger Chlorcalcium-Lösung	Spritgehalt
Sulfurierungszahl	Phosphorperoxyd-Schwefelsäure n.Kattwinkel	Sulfurierungszahl
<u>Sch.</u>		
Schwefel (gesamt)	1) nach Grothe-Krekeler 2) Normblatt DIN DVM 3716	Schwefel
a-Schwefel (korrod.)	nach Heinze-Marder für Vk Kupferstreifentest (HWA)	Korrosion
<u>St.</u>		
Stockpunkt	Normblatt DIN DVM 3662	Stockpunkt
<u>T.</u> Tel-Gehalt	qualitativ nach Steiger quantitativ " Ulrich	Bleigehalt
Trübungspunkt	Wasseraufnahmevermögen (Sprit-Kraftstoffe)	Kältebeständigkeit
<u>U.</u> Ungesättigte Kohlenwasserstoffe	nach Hanus; Rosenmund und Kuhnhen; Kaufmann	Jodzahl
<u>V.</u> Verkokung	Normblatt DIN Entw.2 DVM 3796	Verkokung
Viskosität	1) Normblatt DIN DVM 3655 2) Vogel-Ossag	Zähflüssigkeit
<u>W.</u> Wasserbestimmung	1) nach Dietrich u. Conrad 2) Normblatt DIN DVM 3656	Wasserbestimmung
Wasserfarbtest	nach OKM-Methode	Wasserfarbtest
Wasserwert	Wasseraufnahmevermögen (Sprit-Kraftstoffe)	Kältebeständigkeit
Wichte	Normblatt DIN DVM 3655	Wichte
<u>Z.</u> Zähigkeit	1) Normblatt DIN DVM 3655 2) Vogel-Ossag	Zähflüssigkeit
Zündwilligkeit	motorische Prüfung nach HWA-Methode	Cetanzahl

- Prüfverfahren:** Abblasetest/Glasschale nach den Richtlinien des HWA und RIM
- Anwendung:** Auf Vergaserkraftstoffe.
- Begriff:** Der Abdampfrückstand gibt an, wieviel unverdampfbare ölige und vor allem harzartige Bestandteile (vorgebildetes Harz) im Kraftstoff enthalten sind.
- Zweck:** Diolefinreiche und ungenügend raffinierte Kraftstoffe können firnirsartige, meist rotbraun gefärbte Ablagerungen in der Kraftstoffzuführung und insbesondere an den Ansaugventilen verursachen.

Durch den Abdampfrückstand können ferner Zusätze an Öl und Verunreinigungen, wie gelöster Gummi, Lack usw., nachgewiesen werden.

Masseinheit: mg/100 ccm

Arbeitsweise:

Der Kraftstoff wird durch ein Weissbandfilter (Schleicher & Schüll Nr. 589) filtriert. 100 ccm des Filtrats werden in einer gewogenen halbkugelförmigen Jenaer Glasschale von 9 cm Ø auf ein lebhaft siedendes Wasserbad gebracht. Die Glasschale soll bis zum Flüssigkeitsspiegel eingehängt werden. Durch ein 20 mm weites Glasrohr, das senkrecht zum Flüssigkeitsspiegel steht und 1 cm über diesem endet, wird ein durch Watte filtrierter lebhafter Luftstrom mit einer Geschwindigkeit von 1 bis 2 ltr/Sek. auf den Flüssigkeitsspiegel geblasen, so dass der Kraftstoff in längstens 20 Minuten verdampft ist.

- a) Trocknung bei 110°C: Die Glasschale mit Rückstand wird 90 Min. in einem Trockenschrank bei 110°C getrocknet, im Ohlorcalcium-Exsikkator 45 Min. zur Abkühlung belassen und gewogen.
- b) Trocknung bei 220°C: (Siehe Anmerkung). Die Glasschale mit Rückstand wird 20 Minuten direkt bei 220°C im Trockenschrank erhitzt und nach dem Erkalten im Exsikkator gewogen.

Bei Teihaltigen Kraftstoffen wird der Rückstand nach der Trocknung, wenn die zulässige Grenze für den Abdampfrückstand überschritten ist, mit Benzol-Alkohol (2:1) aufgenommen. Die Lösung wird filtriert und eingedampft. Der nun bleifreie Rückstand wird, wie vor beschrieben, getrocknet und gewogen.

b.w.

809A

Angabe:

In ganzen Zahlen mit der Trocknungstemperatur. Bei mehr als 10 mg auch Art und Beschaffenheit: harzartig, ölig usw.

Beispiel:

Gewicht der Schale nach der Trocknung bei 220°C 56,4622 g
 vorher ermitteltes Leergewicht 56,4560 "
 Rückstand: 0,0062 = 6,2 mg
 Abdampfrückstand = 6 mg bei 220°C

Prüffehler:

+ 1 mg bei weniger als 10 mg
 bei mehr als 10 mg, besonders bei öligen Rückständen,
 + 2 mg und mehr.

Anmerkungen:

- 1) Wenn Abdampfrückstand bei 220°C gefordert ist, so kann auch bei 110°C getrocknet werden. Wird jedoch mehr als jeweils zulässig gefunden, so ist Trocknung bei 220°C unerlässlich.
- 2) Es darf nicht zugleich bei 110°C und anschliessend die Glasschale im Trockenschrank bei 220°C getrocknet werden, sondern es muss für jede Trockentemperatur eine neue Probemenge in der Glasschale, wie vorgeschrieben, verdampft werden.

Prüfverfahren: Entmischungstemperatur

Anwendung: Auf Dieselkraftstoffe und Vergaserkraftstoffe.

Begriff: Man versteht unter dem Anilinpunkt diejenige Temperatur, bei welcher sich eine homogene Mischung aus gleichen Raumteilen Kraftstoff und Anilin beim Abkühlen entmischt.
Der Ap ist annähernd die wahre kritische Lösungstemperatur; er liegt etwas tiefer als diese.

Zweck: Die KW-stoffarten lassen sich erst oberhalb der kritischen Lösungstemperatur in jedem Verhältnis mit Anilin mischen.
Diese liegt
für Aromaten unter 0°C
" gesättigte Naphthene zwischen 30 und 50°C
" " Paraffin-KW-stoffe bei etwa 70°C

Aufgrund dessen kann der Ap zur Ermittlung bestimmter KW-stoffarten dienen; z.B. Naphthengehalt in aromaten- und olefinfreien Benzinen. Nachweis von Aromaten in eng geschnittenen Fraktionen usw.. Im übrigen charakterisiert der Ap bis zum gewissen Grade bestimmte Eigenschaften: Naphthen- und aromatenreiche Benzine (niedriger Ap) lassen meist hohe Klopfestigkeit erwarten. Bei Dieselkraftstoffen lässt der Ap Rückschlüsse auf die Zündwilligkeit zu.

Maßeinheit: °C

Prüfgerät:

Das Probeglas ist ein Glasrohr von 14 cm Länge und 3 cm lichter Weite mit flachem Boden.

Als Thermometer dient ein Einschlussthermometer mit 1/5° Teilung, dessen Skala von 0 bis 100°C reicht und das ganztauchend justiert ist. Es ist ein Normalthermometer gemäss Din-Denog. 775 mit folgenden Abmessungen:

Länge:	400	± 10 mm
Teilungslänge der Skala:	260	± 10 "
Durchmesser:	9	± 0,5 "

Der Rührer ist ein etwa 2 bis 3 mm starker Metalldraht. Dieser läuft unten zu einem Kreis aus, der rechtwinklig umgebogen ist, so dass die Kreisebene parallel zum Gefässboden liegt.

Das Thermometer wird durch einen auf das Probeglas passenden Korken senkrecht so gehalten, dass sich das Thermometergefäss über der Mitte des Bodens und in der Mitte der Flüssigkeit befindet. Der Rührer wird durch eine seitliche Bohrung des Korkens geführt. Das Probeglas steht auf einem Korken in einem als Luftmantel dienenden entsprechend weiteren und längeren Glasgefäss, etwa in einem Reagenzglas von mindestens 40 mm lichter Weite. Dieses wieder-

b.w.

um taucht in ein mit Wasser gefülltes Becherglas bis auf 4-5 cm über dessen Boden ein.

Als Antrieb für den Rührer bewährt sich ein kleiner Synchron-Motor (Saja Kleinmotor für Wechselstrom - 100 UpM.)

Arbeitsweise:

10 ccm Kraftstoff werden zusammen mit 10 ccm frisch destilliertem, wasserfreiem Anilin im Wasserbad erwärmt. Nach Klarwerden der Lösung lässt man unter ständigem Rühren langsam abkühlen und ermittelt als Anilinpunkt diejenige Temperatur, bei welcher durch eintretende Trübung die Thermometerkugel unsichtbar wird. Bei Wiederholung des Anwärmens und Abkühlens lässt sich der Entmischungspunkt auf $0,1^{\circ}$ genau feststellen.

Angabe:

Auf $1/10$ Temperaturgrade - $0,1$

Prüffehler:

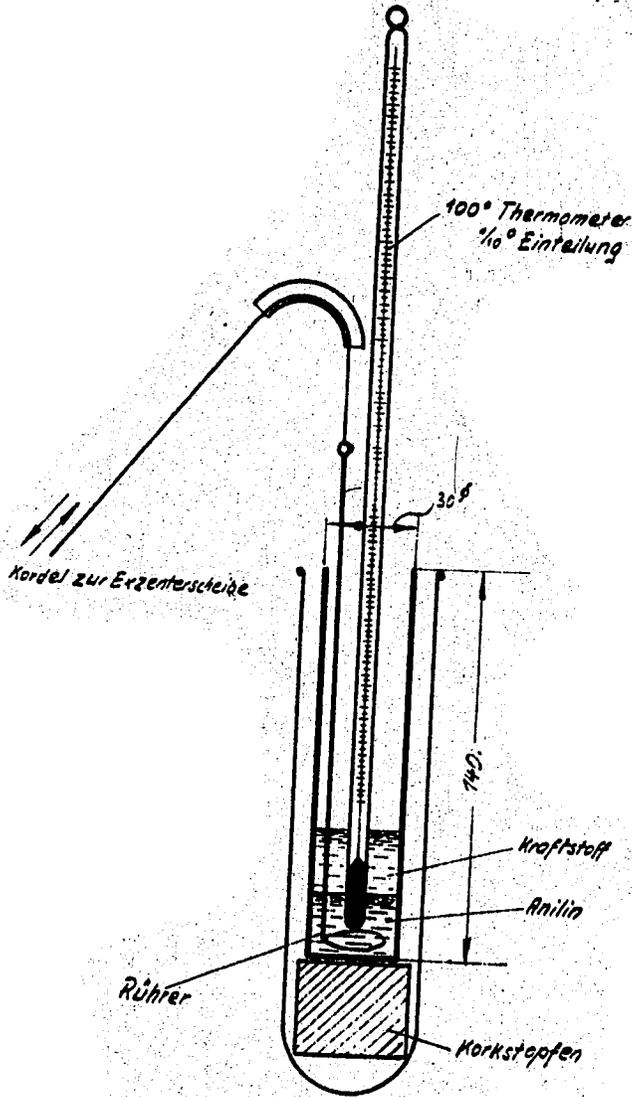
$\pm 0,1^{\circ}\text{C}$

Literatur:

- 1) Fizard und Marshall: Journal Soc. chem. Ind. 40 (1921) 20
- 2) Ormandy und Craven: J.P.T. 10 (1924) 151
- 3) Egloff u. Morrell: Ind. enging. Chem. 18 (1926) 354
- 4) Erdöl und Teer 2 (1926) 430
- 5) Holde, 7. Aufl. (1933) 211

Anmerkung:

Bei DK kann bei entsprechend vorsichtigem Erwärmen des Wasserbads ohne Luftmantel gearbeitet werden.



Bestimmung des Anilinpunktes.

Prüfung von Schmierstoffen

Aschegehalt

DIN
DVM 3657

813

Begriff

1 Der **Aschegehalt** ist der mineralische Rückstand in vorher gefilterten Ölen oder in Maschinenschmierfetten.

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 Versiefungsmitteln hin.

Maßeinheit

3 g/100 g (%)

Prüfverfahren

Schmieröle

4 Man wägt in einem ausgeglühten und gewogenen Porzellan- oder Quarztiegel (oberer Durchmesser etwa 65 mm, unterer Durchmesser etwa 25 mm, Höhe etwa 45 mm)¹⁾ 40 bis 50 g gefiltertes Öl (0,3 mm Maschenweite, Prüfsiebgewebe Nr. 20 DIN 1171) ab und setzt den Tiegel in ein Tondreieck. Mit kleiner Flamme wird zunächst vorsichtig erhitzt, bis die entweichenden Dämpfe sich entzünden lassen. Dann wird die Erhitzung derart geregelt, daß der Tiegelinhalt ruhig abbrennt. Sind schließlich nur noch kohlige Anteile vorhanden, so wird der Tiegel geglüht, bis diese verschwinden. Schwer verbrennliche Kohlerückstände veraschen sich leicht nach Befeuchten mit aschefreiem Wasserstoffsperoxyd 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 versifbaren Fetten und Ölen, die biswilen flüchtige Alkalisalze 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.

Bei der Veraschung wasserhaltiger Proben oder größerer Mengen von gefetteten (kompundierten) 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 Quarztiegel 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. Aus dem so gefundenen Sulfatwert wird die Asche als Oxyd berechnet.

Umrechnungszahlen ²⁾

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 Bohröle 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 Bohrölen im Platintiegel ausgeführt.

Prüffehler

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

Toleranzen

Bei Schmierölen + 0,005
bei unbeschwerten Maschinenschmierfetten + 0,5
bei beschwerten Maschinenschmierfetten + 2,0

²⁾ Bei Maschinenschmierfetten, die u. B. zwei verschiedene Seifen enthalten, sind selbstverständlich obige Umrechnungszahlen direkt nicht anwendbar. Für eine exakte Bestimmung muß man hier nach den üblichen Verfahren der quantitativen Analyse arbeiten. In sehr vielen Fällen wird es jedoch genügen, den Aschegehalt derartiger Fette nur durch direkte Veraschung im Platintiegel zu bestimmen. Dasselbe gilt für beschwerte Maschinenschmierfette je nach der Art des verwendeten Versiefungsmittels. Auch hier läßt sich ein einfaches, allgemein gültiges Schema nicht aufstellen.

Prüfung von Schmierstoffen

Probenahme siehe DIN DVM 3651	Verseifungszahl siehe DIN DVM 3659
Toleranz siehe DIN DVM 3652	Hartasphalt siehe DIN DVM 3660
Spezifisches Gewicht siehe DIN DVM 3653	Bestimmung des Flammpunkts	
Fleßpunkt und Tropfpunkt siehe DIN DVM 3654	im offenen Tiegel mit Gas-	
Zähigkeit (Viskosität) siehe DIN DVM 3655	heizung und Gaszündung siehe DIN DVM 3661
Wassergehalt siehe DIN DVM 3656	Stockpunkt siehe DIN DVM 3662
Neutralisationszahl			
(bisher Säurezahl) siehe DIN DVM 3658		

Deutscher Verband für die Materialprüfungen der Technik

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des Deutschen Normenausschusses gestattet - Anschrift: DINorm, Berlin NW 7, Gerechenstraße 49 - Copyright by Dierna

Prüfverfahren:	Nach Ulrich (abgeändert)
Anwendung:	Auf alle verbleiten Vergaserkraftstoffe (Anmerkung 1)
Begriff:	Gehalt an Bleitetraäthyl, das dem Kraftstoff zur Erhöhung seiner Klopfestigkeit beige-mischt ist.
Zweck:	Nachprüfung hergestellter Mischungen, deren Gehalt an Tel ein bestimmtes Maß nicht überschreiten darf, da sonst schädliche Ablagerungen im Verbrennungsraum auftreten können.
Maßeinheit:	Raum%
Prüfgerät:	Erlenmeyer-Kolben aus Quarz ^{x)} (für 100 ccm Inhalt) mit verlängertem Hals, der rechtwinklig umgebogen ist. (Anmerkung 2)
Lösungen und Reagenzien:	Konzentrierte Salpetersäure (zur Analyse, etwa Verdünnte Salpetersäure (10%ig) 65%ig) 70 raum%ige Lösung von Brom in Tetrachlor-kohlenstoff Konzentrierte Schwefelsäure.
Arbeitsweise:	100 ccm des bleitetraäthylhaltigen Kraftstoffes von 20°C werden mit 200 ccm eines Reinbenzins, dessen Jodzahl unter 5 liegt, verdünnt und in einem Scheidetrichter von 500 ccm Inhalt mit 10 ccm der Bromlösung versetzt und das Gemisch etwa 1/2 Minute lang stark geschüttelt, nötigenfalls unter Kühlen. Bei der Untersuchung von Konzentraten werden nur 50 ccm des bleihaltigen Kraftstoffes angesetzt. Anschliessend schüttelt man mit 5 ccm konzentrierter Salpetersäure kräftig durch, bis sich der Niederschlag von Bleibromid vollkommen gelöst hat. Nach kurzem Stehen lässt man die abgesetzte Salpetersäure in einen gewogenen vorher geglühten Quarzkolben ab. Das im Scheidetrichter verbliebene Benzin wird anschliessend noch zweimal mit je 5 ccm verdünnter Salpetersäure ausgewaschen. Die Säureauszüge werden in den Quarztiegel abgelassen und mit 1/2 ccm konzentrierter Schwefelsäure versetzt. Der Kolbeninhalt wird anschliessend über freier Flamme bis zur Trockne eingedampft und der Kolben bis zum Verschwinden der Schwefelsäuredämpfe geglüht. Beim Glühen wird der Kolben durch 3 Brenner (2 unter dem Kolbenbauch, einer unter dem Kolbenhals) erhitzt und mehrmals gedreht. Man lässt im Exsikkator erkalten und wägt. (Anmerkung 3)
Berechnung:	$g\text{-Auswaage} \times 0,644 = \text{Raum\% Tel.}$
Angabe:	Auf 3 Dezimalstellen - 0,001

b. w.

Anmerkung:

- 1) Bei sprithaltigen VKK muss der Alkohol vorher durch Ausschütteln mit Wasser entfernt werden.
- 2) Der rechtwinklig umgebogene Kolbenhals vermeidet ein Herausspritzen der Flüssigkeit, deren Eindampfen dadurch beschleunigt werden kann.
- 3) Das Glühen dauert etwa 15-20 Minuten und die ganze Bestimmung kann in etwa 45 Minuten bequem durchgeführt werden.
- 4) Bei Flugmotoren-Kraftstoffen und Automobilkraftstoffen mit Jodzahl unter 20 wird nicht mit Reinbenzin verdünnt und in einem 250 ccm Scheidetrichter mit einer nur lo raumigen Lösung von Brom in Tetrachlorkohlenstoff gearbeitet.

x)

Zu beziehen durch die Deutsche Quarzschmelze Albert Hopf, Berlin-Staaken.

Bleigehalt.

Prüfverfahren:	Qualitativ nach "Steiger"
Anwendung:	Auf alle (auch sprithaltigen) Vergaserkraftstoffe.
Zweck:	Nachweis, ob dem Kraftstoff Bleitetraäthyl zugesetzt ist.
Lösungen und Reagenzien:	1%ige Dithizon-Lösung in Benzol.
Arbeitsweise:	Einige Tropfen des zu untersuchenden Benzins gibt man auf Filtrierpapier, lässt das Benzin eindunsten und fügt einen Tropfen der Dithizon-Lösung hinzu und setzt schliesslich das Filtrierpapier dem Sonnenlicht aus. Die grüne Dithizon-Lösung verfärbt sich in schmutzig-grün. Bei Anwesenheit von Blei erscheint ein rötlicher Ring.
Anmerkung:	Es sind bis 0.005 Raum% Tel nachweisbar. Sprit stört die Reaktion nicht.
Literatur:	Petroleum 1930 vom 7.7.

Prüfverfahren:	Qualitativ.
Anwendung:	Auf Vergaserkraftstoffe.
Zweck:	Nachweis von Spuren Bleitetraäthyl im Kraftstoff.
Lösungen u. Reagenzien:	<ol style="list-style-type: none">1. Konzentrierte Salpetersäure.2. Ammoniak.3. Essigsäure.4. 10%ige Kaliumbichromatlösung.

Arbeitsweise:

500 ccm des zu untersuchenden Kraftstoffes werden in einem Scheidetrichter mit 20 ccm konzentrierter Salpetersäure versetzt und 15 Min. kräftig durchgeschüttelt. Die Reaktion verläuft ohne nennenswerten Temperaturanstieg, selbst bei Benzin, das an ungesättigten Verbindungen reich ist. Nach dem Schütteln wird der Stopfen gelüftet. Man lässt die Säureschicht absetzen und zieht sie in ein 200 ccm fassendes Becherglas ab. Wenn das Benzin reich an ungesättigten Verbindungen ist, kann es Schwierigkeiten machen, die Säureschicht abzutrennen, da infolge dunkel gefärbter Verbindungen die Trennungslinie zwischen Säure- und Benzinschicht nicht zu erkennen ist. In diesem Falle spritzt man mit der Waschflasche einige ccm Wasser ein, indem man den Strahl rings an der Wand des Scheidetrichters entlang laufen lässt. Nach dem Abziehen der Säure wird das Benzin im Scheidetrichter 2mal mit 10 ccm Wasser ausgewaschen (5 Min. schütteln). Die Waschflüssigkeiten werden mit der Säure im Becherglas vereinigt. Falls sich beim Auswaschen mit Wasser zwischen den beiden Schichten eine Emulsion bildet, so wird diese mit der wässrigen Schicht abgelassen.

Die vereinigten sauren und wässrigen Auszüge werden im Becherglas auf ca. 10 ccm eingedampft. Harzartige Produkte, die beim Eindampfen infolge des evtl. ungesättigten Charakters des Benzins entstehen können, werden durch Zugabe einiger ccm konzentrierter Salpetersäure möglichst weitgehend zerstört. Die eingedampfte Lösung lässt man etwas abkühlen, neutralisiert sie mit Ammoniak und macht sie schwach essig-sauer. Man filtriert die Lösung und überzeugt sich davon, dass das Filtrat vollkommen klar ist. Man erhitzt die Lösung schwach zum Sieden und fügt 5 ccm der 10%igen Kaliumbichromatlösung hinzu. Nach Stehen über Nacht ist bei Gegenwart von Spuren Bleitetraäthyl im Benzin auf dem Boden des Becherglases eine geringe Trübung von ausgeschiedenem Bleichromat festzustellen.

b.w.

Anmerkung: Es lassen sich noch 0,0001% Tel gut nachweisen.

Literatur: Mitteilung von der Prüfstelle "Olex".

- Prüfverfahren:** Arkometer nach Marder.
- Anwendung:** Auf Dieselmotorkraftstoffe jeglicher Herkunft, denen keine Zündpeitsche zugesetzt wurde.
- Begriff:** Die Cetenzahl ist ein Maß für die motorische Eignung des Dieselmotorkraftstoffes.
- Zweck:** Die mittels Arkometer errechnete Cetenzahl dient zur Überwachung der laufenden Produktion. Maßgebend für die motorische Bewertung des Dieselmotorkraftstoffes bleibt jedoch allein die nach der HWA-Methode motorisch ermittelte Cetenzahl.
- Arbeitsweise:** Der am Arkometer bei 20°C abgelesene Wert (CZ abgelesen) ist durch die Siedekennziffer des Kraftstoffes zu berichtigen, da die auf den Arkometern verzeichneten Cetenzahlen nur für Kraftstoffe der Siedekennziffer 300 gelten.
- Berechnung:** Mit fallender Siedekennziffer nimmt die Cetenzahl der Kraftstoffe bei gleichbleibender Dichte ab, mit steigender Kennziffer zu. Diese Siedekennziffer-Abhängigkeit der Cetenzahl wird durch folgende Umrechnung erfaßt:
- $$CZ = CZ_{\text{abgelesen}} - (300 - KZ) \cdot f;$$
- CZ = motorische Cetenzahl
KZ = Siedekennziffer, f = Berichtigungswert.
- Für Kraftstoffe mit der Siedekennziffer 200 beträgt der Berichtigungswert f 0,4; mit steigender Siedekennziffer fällt er ab, und zwar von 10 zu 10 Kennziffereneinheiten um 0,01. Für die Siedekennziffer 210 beträgt er demnach 0,39, für die Kennziffer 220 also 0,38 usw.
- Beispiel:** Die Siedekennziffer eines Kraftstoffes sei 273. Der an der Spindel abgelesene Cetenzahlwert 50; daraus errechnet sich für den betr. Kraftstoff eine Cetenzahl von
- $$CZ = 50 - \{(300 - 273) \cdot 0,33\} = 41.$$
- Bemerkung:** Die Siedekennziffer nach W. A. Ostwald erhält man, wenn man bei der Destillation in der Engler-Ubbelohde'schen Apparatur die Temperaturen, bei denen 5, 15, 25 usw. bis 95 % des zu untersuchenden Kraftstoffes übergehen, addiert und durch 10 dividiert.
- Literatur:** M. Marder: Brennstoffchemie Bd. 17 S. 181-185 (1936)
M. Marder: Oel u. Kohle/Erdöl u. Teer, Bd. 12, S. 1061-1067, S. 1087-1093 (1936).

D a m p f d r u c k .

- Prüfverfahren:** Nach W.Reid (in Anlehnung an die ASTM-Methode D 323/38 T.)
- Anwendung:** Auf Vergaserkraftstoffe und V_k-enthaltende Dieselmkraftstoffe (SDK 1 und LDK).
- Begriff:** Der Dampfdruck ist der (grösste) Druck, welchen der Dampf über seiner flüssigen Phase im geschlossenen Raum bei der herrschenden Temperatur ausübt (Sättigungsdruck).
- Zweck:** Der Dampfdruck gibt einen Anhaltspunkt für die Verdampfungsneigung eines Kraftstoffes.
Ein hoher Dampfdruck lässt bei Lagerung und Transport Verdunstungsverluste, besonders in der wärmeren Jahreszeit, erwarten, und bei der motorischen Verwendung besteht die Gefahr von Dampfblasenbildung. Zu niedriger Dampfdruck kann zu Anspringeschwierigkeiten von Vergasermotoren, besonders bei kalter Maschine, führen.
- Masseinheit:** kg/qcm bei 40°C (atü)
- Prüfgerät (Abb.):** Der im "Holds" beschriebene Dampfdruckprüfer nach W.Reid mit genau festgelegten Abmessungen.
Der Kraftstoffbehälter b (zur Probenahme bei Überdruck Behälter c) kann durch dichtes Gewinde (Bleiringe) unten an die Luftkammer a angeschraubt werden. Ebenso lässt sich der Druckmesser gasdicht auf die Luftkammer aufschrauben. Der Druckmesser soll ein Röhrenfeder-Manometer sein mit einem Durchmesser von 115 bis 140 mm. Er soll des öfteren nachgeprüft und gegebenenfalls nachgestellt werden. Die Teilung soll für einen Dampfdruckbereich
- | | | | | | |
|----------|--------|-----|-----|-----------|--------------------------------|
| | | | | | bis 0,85 kg/qcm bis etwa 1 atü |
| von 0,85 | " 1,40 | " " | " " | " " | 1,5 " |
| " 1,40 | " 3 | " " | " " | " " | 3,2 " |
| | | | | höchstens | 4,2 " |
- anzeigen.
- Das Wasserbad soll so beschaffen sein, dass das Druckgerät bis zur Unterkante des Druckmessers eintaucht. Es soll ferner mit einer geeigneten Vorrichtung versehen sein, um die Temperatur konstant auf $40 \pm 0,2^\circ\text{C}$ zu halten.
- Arbeitsweise:** Kraftstoffe mit üblichem Dampfdruck (unter 1 kg/qcm) werden vor dem Einfüllen im noch ungeöffneten Probegefäss mit Eiswasser oder im Eisschrank auf annähernd 0°C abgekühlt, ebenso der Kraftstoffbehälter. Um Gasverluste zu vermeiden, wird der Kraftstoff mit einem bis auf den Boden der Kraftstoffkammer reichenden Glasrichter bis
- b. w.

zum unteren Teil des Gewindes der Kraftstoffkammer eingefüllt. Vor dem Anschrauben an die Luftkammer ist diese (ohne aufgeschraubten Druckmesser) sorgfältig von Kraftstoffdämpfen aus vorhergegangener Prüfung zu befreien, und zwar am besten durch mindestens fünfmaliges Füllen mit warmem Wasser (25 bis 35° C). Das Wasser lässt man jeweils ablaufen und spült, besonders wenn sehr warmes Wasser benutzt wurde, mit Wasser von annähernd Raumtemperatur derart nach, dass die Luftkammer nicht mehr zu warm ist. War die Reinigung schon einige Zeit vor der Vornahme der Prüfung erfolgt, und ist die Luftkammer bereits trocken, so muss diese unmittelbar vor Beginn der Prüfung nochmals mit Wasser ausgespült werden. Dann schraubt man den Druckmesser, welcher zuvor durch vorsichtiges Schütteln von Kraftstoffresten aus vorhergegangener Prüfung befreit wurde, auf die Luftkammer auf und bestimmt die Temperatur im Innern der Luftkammer derart, dass man ein Thermometer einführt und dieses mindestens 5 Minuten bis zur Ablesung darin belässt. Unmittelbar nach dem Ablesen der "Anfangstemperatur in der Luftkammer" wird die Kraftstoffkammer angeschraubt und das Gerät mindestens bis zum Gewinde des Druckmessers in das auf 40° C temperierte Wasserbad eingehängt. Dabei ist das Gerät sorgfältig auf Undichtigkeiten zu beobachten. Wenn solche bemerkt werden, ist der Versuch zu unterbrechen.

Nach 3 Minuten wird das Gerät aus dem Wasserbad genommen, umgekippt, leicht geschwenkt und wieder in das Bad gesetzt. Dieser Vorgang soll in so kurzer Zeit erfolgen, dass keine wesentliche Abkühlung des Gerätes und seines Inhaltes eintreten kann. Jeweils nach 2 Minuten wird dieser Vorgang wiederholt, und zwar so oft, bis der Druck konstant geworden ist. Jedesmal vor dem Herausnehmen liest man den Druck ab, wobei der Druckmesser leicht zu beklopfen ist. Sobald die letzte Ablesung gegenüber der vorhergegangenen keine Zunahme mehr aufweist, wird diese Ablesung als "unberichtigter Dampfdruck" vermerkt.

Für die Änderung des Teildruckes des im oberen Gefäß enthaltenen Gemisches aus Luft und Wasserdampf ist der abgelesene Höchstdruck anhand der beiliegenden Tabelle (Anmerkung) zu berichtigen.

Angabe:

Auf 2 Dezimalstellen - 0,01

Beispiel:

Bei einer Anfangstemperatur in der Luftkammer von 14,5° C bei 754 mm Hg	
abgelesener Dampfdruck	0,80 kg/qcm
Berichtigung nach Tabelle	0,15 " "
Dampfdruck =	0,65 kg/qcm

Prüffehler: $\pm 0,01$ kg/qcm

Anmerkung:

Die Tabelle ist anhand einer neuen deutschen Formel zur Berichtigung des Dampfdrucks nach Dannefölscher berechnet und aufgestellt, da die Tabelle 53 auf Seite 200 im "Holde" auf die Temperatur von $37,8^{\circ}$ C bezogen ist und nur amerikanische Einheiten enthält.

Literatur:

- 1) Nat.-Petr.News. 20, Nr.34; 25 (1928)
- 2) ASTM-Iber. 1932 des Comm.D 2, S.247, Meth. 323.32 T.
- 3) Holde 7.Aufl. (1933) 199
- 4) Osl und Kohle (1942) 1005.

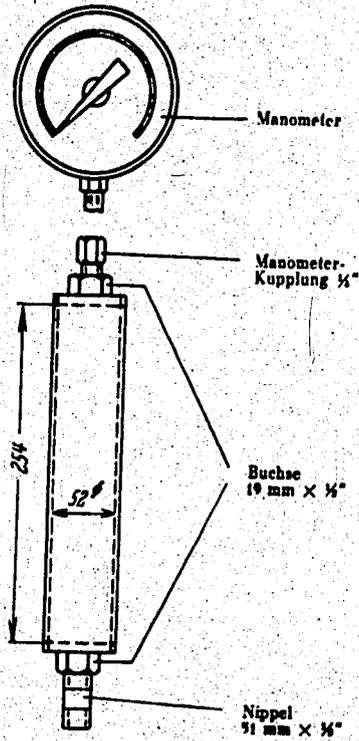
Berichtigung des bei 40°C gemessenen Dampfdrucks
für verschiedene Anfangs-Temperaturen und ver-
schiedenen Barometerstand.

823

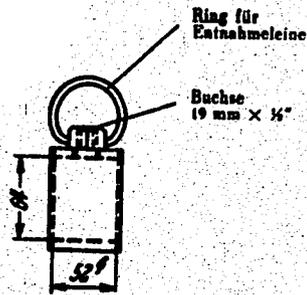
Anfangstemp. d. Luft °C	Barometerstand in Torr.					
	780	760	740	720	700	680
0	0,22	0,22	0,22	0,21	0,21	0,20
1	22	21	21	21	20	20
2	21	21	21	20	20	19
3	21	20	20	20	19	19
4	20	20	20	19	19	18
5	20	19	19	19	18	18
6	19	19	19	18	18	18
7	19	18	18	18	17	17
8	18	18	18	17	17	17
9	18	18	17	17	17	16
10	17	17	17	17	16	16
11	17	17	16	16	16	15
12	16	16	16	16	15	15
13	16	16	15	15	15	15
14	15	15	15	15	14	14
15	15	15	14	14	14	14

Berichtigung des bei 40°C gemessenen Dampfdrucks
für verschiedene Anfangs-Temperaturen und ver- 824
schiedenen Barometerstand.

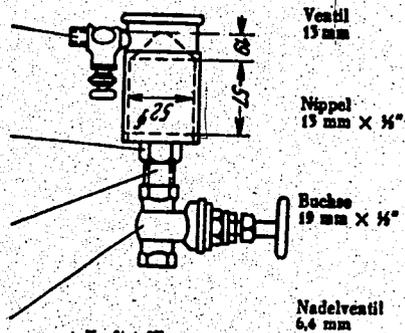
Anfangstemp. d. Luft	Barometerstand in Torr.					
	780	760	740	720	700	680
00	Verminderung des gemessenen Dampfdrucks in kg/cm ²					
15	0,15	0,15	0,14	0,14	0,14	0,14
	14	14	14	14	13	13
16	14	14	14	13	13	13
	14	14	14	13	13	13
17	14	14	13	13	13	13
	13	13	13	13	13	13
18	13	13	13	13	13	13
	13	13	13	13	13	12
19	13	13	12	12	12	12
	12	12	12	12	12	12
20	12	12	12	12	11	11
	12	12	12	11	11	11
21	12	12	11	11	11	11
	11	11	11	11	11	11
22	11	11	11	11	10	10
	11	11	11	10	10	10
23	11	10	10	10	10	10
	10	10	10	10	10	10
24	10	10	10	10	09	09
	10	10	09	09	09	09
25	10	09	09	09	09	09
	09	09	09	09	09	09
26	09	09	09	09	08	08
	08	08	08	08	08	08
27	08	08	08	08	08	08
	08	08	08	08	08	07
28	08	08	07	07	07	07
	07	07	07	07	07	07
29	07	07	07	07	07	07
	07	07	07	07	06	06
30	07	06	06	06	06	06



a) Luftkammer mit Manometer



b) Kraftstoffkammer zur Probenentnahme bei Atmosphärendruck



c) Kraftstoffkammer zur Probenentnahme bei Überdruck

Prüfverfahren:	Nach Valenta
Anwendung:	Auf Vergaserkraftstoffe
Begriff:	Die DZ gibt den %Gehalt der in Dimethylsulfat unter bestimmten Bedingungen löslichen Raum-Anteile an.
Zweck:	Die Dimethylsulfatzahl gibt rasch Aufschluss über einen ungefähren Gehalt an Aromaten, besonders von Benzin-Benzol-Gemischen, denn in Dimethylsulfat sind bei Zimmertemperatur die Aromaten völlig löslich, während Paraffine und Naphthene darin schwer löslich sind.
Maßeinheit:	Raum%
Arbeitsweise:	Bei etwa 20° füllt man in einen in 0,1 ccm geteilten Messzylinder 15 ccm frisches Dimethylsulfat, überschichtet mit 10 ccm des Benzins, schüttelt durch und ermittelt die Volumenzunahme der Dimethylsulfatschicht.
Berechnung:	Volumenabnahme mit 10 multipliziert ergibt die Dimethylsulfatzahl (DZ)
Angabe:	In ganzen Zahlen.
Literatur:	1) Valenta: Chem.Ztg. 30 (1906) 266 2) Weller: Auto-Technik 17, Nr.3 (1928) 7 3) Holde 7. Aufl. (1933) S.209

Centraldruckerei
G.m.b.H.

1. Okt. 1943

Emulgierbarkeit

827

- Prüfverfahren:** Schütteln mit destilliertem Wasser
- Anwendung:** Auf Dieselkraftstoff für Kriegsmarine
- Begriff:** Die Emulgierbarkeit gibt an, ob ein Dieselkraftstoff bei Zutritt von Wasser eine Emulsionsneigung zeigt.
- Zweck:** Bei Zutritt von Wasser zum Dieselkraftstoff können sich durch die schlingende Bewegung z.B. des Schiffstanks mehr oder weniger beständige Emulsionen bilden, die zu Motorstörungen Anlaß geben können.
- Arbeitsweise:** 10 ccm des zu untersuchenden Dieselkraftstoffes sind mit 10 ccm destilliertem Wasser im 50 ccm-Schüttelzylinder eine halbe Minute kräftig zu schütteln. Hierbei darf sich keine beständige Emulsion bilden; die Abscheidung des Wassers beim Stehen muß innerhalb der ersten Minute im Anschluß an die Schüttelprobe beginnen; nach halbstündigem Stehen müssen sich Öl und Wasser ohne Bildung einer Zwischenschicht oder Blasen getrennt haben.
- Angabe:** Positiv oder negativ.

Farbe und äussere Beschaffenheit.

828

- Prüfverfahren:** Nach Augenschein.
- Anwendung:** Auf Vk und Dk
- Begriff:** Aus der Angabe soll hervorgehen, ob die Probe
klar,
durchsichtig,
trübe oder
mit Bodensatz behaftet,

ferner, ob sie
wasserhell,
gefärbt oder
fluoreszierend
ist.
- Zweck:** Feste Verunreinigungen und ungelöstes Wasser im Kraftstoff verstopfen Filter und Düsen, und bei Dieselmotoren schleifen feste Verunreinigungen die Kolben von Pumpen und Düsen aus.
- Arbeitsweise:** Die Beurteilung erfolgt nach Augenschein unter stets gleichbleibenden Bedingungen:
- Bei VK:** Am besten bei der Bestimmung der Dichte im Spindelzylinder durch etwa 20 cm Schichthöhe
- Bei DK:** Die Farbe ist in 4 cm dicker Schicht (Stockpunktaglas) zu beurteilen.

Prüfverfahren: Nach den Richtlinien des Heereswaffenamtes.

Anwendung: Auf Dieselkraftstoffe.

Begriff: Filtrierbarkeit ist die Zeit, welche eine bestimmte Menge des Kraftstoffes benötigt, um unter bestimmten Bedingungen des Drucks und der Temperatur ein genau festgelegtes Filter (Drahtsieb) zu durchfließen.

Zweck: Dieselkraftstoffe dürfen in der Kälte nicht zu zähflüssig werden und kein Kristallat abscheiden, um keine Störungen der Kraftstoffförderung zu verursachen; Durchgang durch die feinen Bohrungen der Düsen und durch die feinen Poren der Filter wird erschwert, u. U. werden die Filter verschleimt und verstopft.

Masseinheit: Sekunden bei 0°

Prüfgerät: Das Prüfgerät besteht aus dem Gefäß 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 versehenen Kältebad s und kann durch das Knierohr g unter Zwischenschaltung der Hähne h und i wahlweise mit der Saugvorrichtung p (Saugflasche), r (Entlüftungshahn), u (Handpumpe) oder mit den Waschflaschen v (Schwefelsäure) und m (Chlorcalcium) 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 10facher Kupfergaze mit 0,1 mm Maschenweite besteht und eine freie Filtrierfläche von 6 mm ϕ besitzt. Die 200 ccm fassende Kugel b stellt das Messgefäß dar und besitzt bei t eine Strichmarke. Die darüber angeordnete Kugel a von 400 ccm Inhalt dient als Auffanggefäß und ist unter Zwischenschaltung des Manometers o und des Hahnes q mit den Waschflaschen w (Schwefelsäure) und n (Chlorcalcium) verbunden.

Das Gerät ist zu beziehen von der Firma "Werkstätte für Chemie und Fotografie", Berlin-Charlottenburg 2, Hardenbergstr. 40.

Arbeitsweise: 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 ccm) eingefüllt. Das Faltenfilter hält anhaftendes

b.w.

Wasser- und feste Schwebestoffe zurück. Nach dem Einsetzen des Kugelrohres a, b, d und des Thermometers l in die Schliche o und k wird zur Durchmischung ein schwacher Luftstrom durch den Kraftstoff gesaugt. Hierzu wird mit der Handpumpe u in der Saugflasche p ein Unterdruck 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 Hahnes l und verstärktes Ansaugen wird ein am Manometer o abzulesender Unterdruck von 40 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 b angeordnete Filter in die Messkugel a gesaugt. Die Zeit, die der Kraftstoff bis zu Erreichung der Strichmarke t benötigt, wird mit der Stoppuhr gemessen und stellt die Filtrierzeit dar. Durch Öffnen 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.

Ermittlung der Grenztemperatur der Filtrierbarkeit.

Der zu prüfende Kraftstoff wird mittels Luft in gleichmässiger Bewegung gehalten und - wie im vorigen Abschnitt 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 erneute 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.

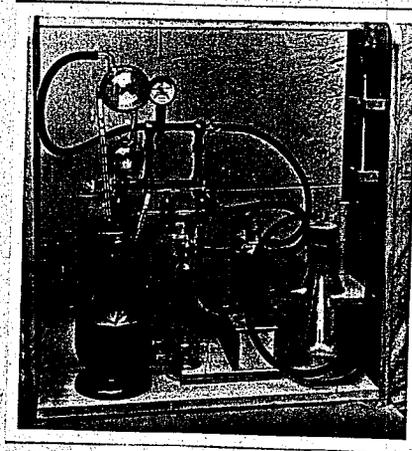
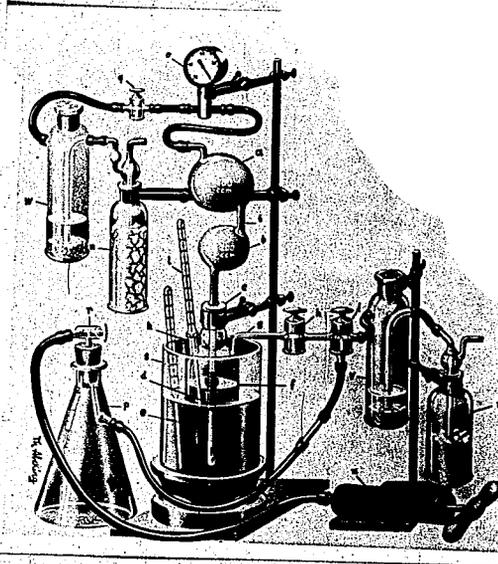
Sobald nach weiterer stufenweiser Unterkühlung des Kraftstoffes übereinstimmende Filtrierzeiten gemessen werden, die die Dauer von 60 Sekunden eben überschreiten, ist die Grenztemperatur der Filtrierbarkeit erreicht. Filtrierzeiten von mehr als 60 Sekunden gelten als unendlich gross.

Angabe:

In ganzen Zahlen.

Prüffehler:

+ 3 Sek.



Prüfverfahren:

Im geschlossenen Tiegel - i.g.T./Abel-Pensky

Anwendung:

Auf Dieselkraftstoffe, Leuchtöl und andere niedrig entflammende Mineralölerzeugnisse.

Die Untersuchung nach AP ist entscheidend für die Bestimmung der Gefahrklasse gemäss Polizeiverordnung über den Verkehr mit brennbaren Flüssigkeiten.

Begriff:

Der Flammpunkt ist die niedrigste Temperatur, bei welcher der Kraftstoff auf einem Gerät bestimmter Abmessungen und Benutzungsweise soviel Dämpfe entwickelt, dass deren Gemisch mit der über der Kraftstoffoberfläche befindlichen Luft die untere Explosionsgrenze erreicht und daher bei Annäherung einer Zündquelle erstmalig entflammt wird, ohne dass die Flamme weiter brennt.

Zweck:

Der Flammpunkt ist wegen der behördlichen Lagerungsvorschriften und zur Beurteilung ihrer Feuergefährlichkeit von Bedeutung:

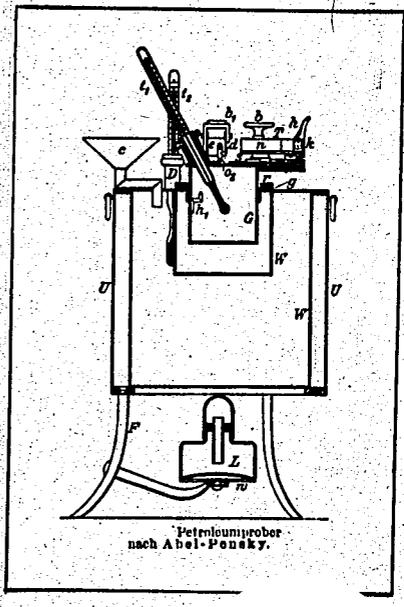
Gefahrklasse	I	Flammpunkt	< 21°C
"	II	"	21 bis 55°C
"	III	"	> 55 " 100°C.

Maßeinheit:

°C.

Prüfgerät:

Petroleumprober nach Abel-Pensky.



Petroleumprober nach Abel-Pensky.

Das Gerät besteht aus dem zur Erwärmung dienenden Wasserbad W, dem Petroleumgefäss G und dem Verschlussdeckel, welcher Thermometer t_1 und die Zündvorrichtung e trägt, die durch ein Triebwerk T in Bewegung gesetzt wird. Der Wasserbehälter W trägt Fülltrichter c und Ablaufrohr sowie Thermometer t_2 . Das in der Mitte von W eingelötete Kupfergefäss bildet einen Hohlraum, in welchen das Gefäss G eingesenkt wird. Der Deckel von Gefäss G trägt ausser dem Thermometer t_1 den flach aufliegenden Schieber S, welcher durch das Triebwerk T in bestimmtem Tempo bewegt wird. Sowohl der Deckel als auch der Schieber sind mit mehreren entsprechenden Durchbrechungen versehen, welche in der einen Endlage des Schiebers verdeckt, in der anderen geöffnet sind.

Zum Aufziehen des Triebwerks wird Schraube b soweit wie möglich nach rechts gedreht;

b. w.

Beim Herunterdrücken des Hebels h dreht das Triebwerk selbsttätig den Schieber. Hierbei senkt sich das kleine um eine horizontale Achse drehbare Lämpchen e derart, dass es bei völliger Öffnung der Durchbrechungen der Deckplatte mit der eine kleine Zündflamme tragenden Dochtöhse d durch die grösste Öffnung hindurch in den mit Luft und Öldämpfen gefüllten oberen Teil des Ölgefässes 2 sec. lang eintaucht.

Arbeitsweise:

Das in den Tiegel G mittels Pipette bis zur Marke h_1 gefüllte Öl wird, da das Proben je nach dem Barometerstand bei verschiedenen Temperaturen beginnt, auf 2° unter die aus Tabelle 13 ermittelte Anfangstemperatur abgekühlt. Dies kann direkt im Tiegel G geschehen, bevor dieser in das erwähnte Wasserbad W vorsichtig eingesenkt wird; das Öl darf die Wände des Gefässes oberhalb der Auffüllmarke nicht benetzen.

Zunächst wird das bis zum Überlauf gefüllte Wasserbad auf $54,5-55^\circ$ erwärmt, dann wird der mit der Probe beschickte und mit Deckel und Thermometer versehene Tiegel eingesetzt. Während des ganzen Versuches wird die Badtemperatur konstant auf $54,5-55^\circ$ gehalten. Das Zündflämmchen (ein Gasflämmchen oder, bei älteren Geräten, ein durch Anzünden eines mit der Probe gespeisten Wattedochtes des Zünders d erzeugtes Flämmchen), das so gross sein soll wie die auf dem Deckel befindliche weisse Perle, wird durch Andrehen des Triebrades b und Drücken gegen den Auslösungshebel h von $1/2$ zu $1/2^\circ$ eingetaucht. Das Zündflämmchen vergrössert sich etwas in der Nähe des Entflammungspunktes durch eine Art von Lichtschleier, doch bezeichnet erst das plötzliche Auftreten einer grösseren blauen Flamme, welche sich über die ganze freie Fläche der Probe ausdehnt, den Flamm-

punkt. Liegt der Flammpunkt über 35° , so erhitzt man das Wasserbad W auf etwa 99° , liegt er über 60° , so füllt man ausserdem in den als Luftbad dienenden Raum zwischen W und G etwa 5 cm Wasser ein.

Der erste Versuch ist in der beschriebenen Weise mit einem frischen Teil derselben Probe zu wiederholen. Während man den erwärmten Gefässdeckel abkühlen lässt, wird das Probegefäss entleert, in Wasser abgekühlt, ausgetrocknet und frisch beschickt.

Thermometer und Gefässdeckel sind vor der Neufüllung des Gefässes sorgfältig mit Fließpapier zu trocknen; alle etwa dem Deckel oder den Schieberöffnungen noch anhaftenden Spuren sind zu entfernen. Vor dem Einsetzen des Gefässes in den Wasserbehälter wird das Wasserbad wieder auf die oben angegebene Temperatur (55° bzw. 99°) gebracht.

Weicht das zweite Ergebnis von dem ersten um weniger als 1° ab, so gilt als Flammpunkt das Mittel aus beiden Bestimmungen; bei grösseren Differenzen wird die Prüfung wiederholt. Wenn dann die Unterschiede zwischen den drei Werten nicht über $1,5^{\circ}$ betragen, gilt der Durchschnittswert aus allen dreien als Flammpunkt.

Der bei einem beliebigen Barometerstand gefundene Flammpunkt im kritischen Gebiet um $F_{lp} = 21^{\circ}\text{C}$ ist auf den bei normalem Barometerstand (760 mm) ihm entsprechenden Flammpunkt gemäss anliegender Tabelle 2 zu berichtigen.

- Angabe:** Auf halbe Temperaturgrade, unter Bezeichnung des benutzten Gerätes.
- Beispiel:** $28,5^{\circ}\text{C}$ (AP)
- Anmerkung:** Unmittelbar im Anschluss an eine vorhergegangene Untersuchung muss das Gerät für die anschließende Untersuchung einer Probe mit niedrigem Flammpunkt zuerst genügend abgekühlt sein, besonders wenn die vorherige Untersuchung einen hohen Flammpunkt hatte.
- Prüffehler:** $\pm 1^{\circ}\text{C}$
- Literatur:** Holde 7. Aufl. (1933) S. 57 bis 59.

Tabelle I.Ermittlung der Anfangstemperatur für die Flammpunktprüfung.

Beim Barometer- stand in mm:		beginnt das Proben bei +°C
von mehr als	bis ein- schl.	
685	695	14,0
695	705	14,5
705	715	15,0
715	725	15,5
725	735	16,0
735	745	16,0
745	755	16,5
755	765	17,0
765	775	17,0
775	785	17,5

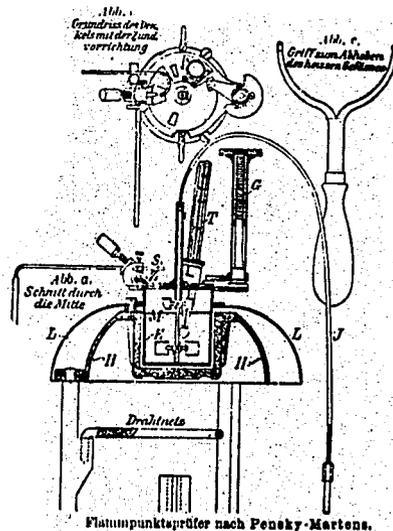
Umrechnung des bei einem beliebigen Barometerstand gefundenen Flammpunktes (Abel) auf den bei normalem Barometerstand (760 mm) entsprechenden Flammpunkt.

Barometerstand Torr										
710	715	720	725	730	735	740	745	750	755	760
17,3	17,4	17,6	17,8	18	18,1	18,3	18,5	18,7	18,8	19
17,8	17,9	18,1	18,3	18,5	18,6	18,8	19	19,2	19,3	19,5
18,3	18,4	18,6	18,8	19	19,1	19,3	19,5	19,7	19,8	20
18,8	18,9	19,1	19,3	19,5	19,6	19,8	20	20,2	20,3	20,5
19,3	19,4	19,6	19,8	20	20,1	20,3	20,5	20,7	20,8	21
19,8	19,9	20,1	20,3	20,5	20,6	20,8	21	21,2	21,3	21,5
20,3	20,4	20,6	20,8	21	21,1	21,3	21,5	21,7	21,8	22
20,8	20,9	21,1	21,3	21,5	21,6	21,8	22	22,2	22,3	22,5
21,3	21,4	21,6	21,8	22	22,1	22,3	22,5	22,7	22,8	23
21,8	21,9	22,1	22,3	22,5	22,6	22,8	23	23,2	23,3	23,5
22,3	22,4	22,6	22,8	23	23,1	23,3	23,5	23,7	23,8	24
22,8	22,9	23,1	23,3	23,5	23,6	23,8	24	24,2	24,3	24,5
23,3	23,3	23,6	23,8	24	24,1	24,3	24,5	24,7	24,8	25

Barometerstand Torr

785	780	775	770	765	760
19,9	19,7	19,5	19,4	19,2	19
20,4	20,2	20	19,9	19,7	19,5
20,9	20,7	20,5	20,4	20,2	20
21,4	21,2	21	20,9	20,7	20,5
21,9	21,7	21,5	21,4	21,2	21
22,4	22,2	22	21,9	21,7	21,5
22,9	22,7	22,5	22,4	22,2	22
23,4	23,2	23	22,9	22,7	22,5
23,9	23,7	23,5	23,4	23,2	23
24,4	24,2	24	23,9	23,7	23,5
24,9	24,7	24,5	24,4	24,2	24
25,4	25,2	25	24,9	24,7	24,5
25,9	25,7	25,5	25,4	25,2	25

Prüfverfahren:	Im geschlossenen Tiegel - i.g.T./Pensky-Martens
Anwendung:	Auf Dieselkraftstoffe, Leuchtöl und andere niedrig entflammende Mineralölerzeugnisse. Die Prüfweise nach Pensky-Martens wird in den meisten Fällen angewandt, da sie schneller durchzuführen ist als diejenige nach Abel-Pensky. Wenn jedoch im PM-Gerät Werte gefunden werden, die bei 18 bis 24°C oder bei 52 bis 55°C liegen, so ist die Bestimmung im AP-Gerät zu wiederholen. Flammpunkte, welche unterhalb der Raumtemperatur liegen, sind ohnehin nur im AP-Gerät zu untersuchen, welches die erforderliche Abkühlung gestattet.
Begriff:	Der Flammpunkt ist die niedrigste Temperatur, bei welcher der Kraftstoff soviel Dämpfe entwickelt, dass deren Gemisch mit der über der Oberfläche befindlichen Luft die untere Explosionsgrenze erreicht und daher bei Annäherung einer Zündquelle erstmalig entzündet wird, ohne dass die Flamme weiterbrennt.
Zweck:	Der Flammpunkt ist lediglich wegen der behördlichen Lagerungsvorschriften der Mineralöle und zur Beurteilung ihrer Feuergefährlichkeit von Bedeutung. Entscheidend für die Gefahrklasse ist die Bestimmung nach Abel-Pensky.
Maßeinheit:	°C
Prüfgerät:	Flammpunktsprüfer nach Pensky-Martens.



D. W.

Arbeitsweise:

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 das Prüfgerät erhitzt man durch einen genügend starken Gasbrenner oder auf elektrischem Wege so, dass die Temperatur anfangs um 6-10°/Min., bei Annäherung an den Flammpunkt um 4-6°/min. steigt. Zwischen E und dem Eisenkörper H befindet sich eine Luftschicht. Asbestpappe schützt den Messingmantel L vor zu starker Wärmeabgabe. Von 100°, bzw. bei niedrigerem Flammpunkt entsprechend früher, bewegt man ständig 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 Rührens in den Dampfraum des Gefässes E, bis deutliches Aufflammen der Dämpfe eintritt. 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 beobachtet.

Angabe:

Auf volle Temperaturgrade unter Bezeichnung des benutzten Prüfgerätes.

Beispiel: 340C. (PM)

Prüffehler:

Die Ergebnisse der Wiederholungsversuche sollen sich im allgemeinen um nicht mehr als 3° unterscheiden.

Anmerkungen:

Eine einmal zum Versuch benutzte Probe ist für Wiederholungsversuche ungeeignet, da sich der Flammpunkt meistens durch Abgabe von Dämpfen erhöht hat.

Die Flammpunktsthermometer werden von der PTR so geeicht, dass sie, wie beim eigentlichen Flammpunktversuch, bis zur Hülse in das Heizbad eintauchen, wodurch eine Berichtigung für den herausragenden Faden erspart wird.

Der Barometerstand ist nur bei erheblichen Abweichungen gegenüber dem Normaldruck (760 mm) zu berücksichtigen. Die Berichtigung beträgt für je 20 mm Druckdifferenz 0,7°.

Literatur:

Holde, 7. Aufl. (1933) 61 ff.

Anwendung: Auf Vlk und Dk.

Arbeitsweise: Die Prüfung erfolgt zweckmässig durch Verreiben einiger Tropfen auf der Handfläche.

Angabe: Auffälliger Geruch ist durch entsprechenden Zusatz, wie

stechend,
penetrant,
nach H₂S oder Merkaptanen,
" Phenolen
parfümiert, usw.

zu kennzeichnen.

Prüfung von Schmierstoffen

Hartasphalt¹⁾

DIN
DVM 3660

840

Copyright by Diconor

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des Deutschen Normenausschusses gestattet — Anschrift: Diconor, Berlin NW 7, Dorotheenstraße 40

Begriff

- 1 Als **Hartasphalt** bezeichnet man solche Oxydations- und Polymerisationsprodukte von Erdölen, die beim Lösen der Öle in Normalbenzin²⁾ ausfallen und in Alkohol unlöslich sind.

Zweck der Prüfung

- 2 Die Prüfung auf Hartasphalt gibt Anhaltspunkte für das Verhalten der Öle im Betriebe. Größerer Gehalt an Hartasphalt kann zu störenden asphalt- oder teerartigen Ausscheidungen führen.

Maßeinheit

- 3 g/100 g (%)

Prüfverfahren

- 4 4 bis 5 g Öl (bei Ölen mit einem voraussichtlichen Hartasphaltgehalt von unter 0,1% entsprechend mehr) werden in der 40-fachen Raummenge Normalbenzin Kahibaum gelöst. Nach 12- bis 20-stündigem Stehen im Dunkeln bei Zimmertemperatur wird der Hauptteil der Lösung durch zwei übereinander gestellte Filter (Schleicher & Schüll, Weißband Nr. 589) gefiltert, der Niederschlag auf die Filter gespült und mit kaltem Normalbenzin möglichst ölfrei gewaschen.
- 5 Die Filter mit dem Niederschlag werden dann zur Entfernung von mitgefälltem Paraffin oder Ceresin in einem Extraktionsgerät mit Rückflußkühler $\frac{1}{2}$ Stunden lang mit Normalbenzin ausgezogen. Es ist notwendig, daß die Filter während der Extraktion dauernd von Benzindämpfen umspült werden, da sonst hochschmelzende Ceresine, wie sie in dunklen Zylinderölen vorkommen, nicht entfernt werden. Bewährt hat sich zum Beispiel das Extraktionsgerät nach Graefe. Nach der Extraktion mit Benzin werden die Filter in dem gleichen mit Benzol vorher gut ausgespülten Gerät $\frac{1}{2}$ Stunden lang erschöpfend mit Benzol ausgezogen. Das Benzol wird fast bis zur Neige abdestilliert, die rest-

liche Menge quantitativ in eine gewogene Jenaer Glasschale von 60 mm Durchmesser und etwa 45 cm³ Inhalt (Abdampfschale 60 ohne Ausguß DENOG 2) übergeführt und vollends eingedampft. Der Rückstand wird im Trockenschrank bei 105°C bis zur Gewichtsbeständigkeit getrocknet. Der so erhaltene Asphalt soll glänzend und schwarzbräunlich aussehen und von spröder Beschaffenheit sein. Mattes und schmieriges Aussehen deutet auf noch vorhandene Öl- und paraffinartige Stoffe hin.

Um festzustellen, ob der Hartasphalt öl- und paraffinfrei ist, muß man ihn unabhängig von seinem Aussehen noch wie folgt prüfen:

- a) Der Hartasphalt wird in der Schale mit kaltem Normalbenzin übergossen und durch Rühren mit einem kleinen Glasstab soweit wie möglich von den Wänden abgelöst. Das Normalbenzin wird abgefiltert. Es darf nicht gelb gefärbt sein, beobachtet in einem Reagenzglas von 16 mm Außendurchmesser (Reagenzglas 16 DENOG 30).
- b) Der nach a) behandelte wieder vollständig in die Glasschale übergeführte Hartasphalt wird getrocknet und mit absolutem Alkohol ausgekocht. Der Alkohol wird abgefiltert; er darf weder gefärbt, noch nach dem Abkühlen durch abgeschiedenes Paraffin getrübt sein.

Sollte nach a) oder b) eine Färbung oder Trübung des Benzins bzw. Alkohols darauf hinweisen, daß der Hartasphalt noch nicht frei von öligen oder paraffinartigen Stoffen ist, so muß er solange mit absolutem Alkohol ausgekocht werden, bis die alkoholischen Auszüge farblos und nach dem Abkühlen klar bleiben.

Hat die Nachbehandlung nach a) und b) sich als notwendig erwiesen, so wird das nach der Behandlung ermittelte Gewicht des Hartasphaltes in Rechnung gesetzt. Andernfalls gilt das bereits vorher ermittelte Gewicht.

Prüffehler

± 0,02 %

10

Toleranz

+ 0,04 %

Abweichungen nach unten siehe DIN DVM 3652. 11

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	siehe DIN DVM 3658
(bisher Säurezahl)	siehe DIN DVM 3658
Versetzungszahl	siehe DIN DVM 3659
Bestimmung des Flammpunkts	
im offenen Tiegel mit Gas-	
heizung und Gaszündung	siehe DIN DVM 3661
Stockpunkt	siehe DIN DVM 3662

Heizwert.

Prüfverfahren:	Nach Din DVM 3716 (abgeändert) - 841
Anwendung:	Auf Vergaser- und Dieselkraftstoffe
Zweck:	Der HW ist das Maß für den Energiegehalt des Kraftstoffs. Er hat nur indirekt praktische Bedeutung, da z.B. für die Motorleistung der Gemischheizwert maßgebend ist.
Maßeinheit:	WE/kg (= kcal/kg)
Prüfgerät:	a) Berthelot-Kalorimeter neuerer Bauart b) Junkers-Kalorimeter
Arbeitsweise:	Siehe Gebrauchsanweisungen und Normblatt; vgl. auch Anmerkungen.
Angabe:	Unterer Heizwert in ganzen Zahlen (UHW)
Prüffehler:	± 30 kcal

Anmerkungen: Da die Durchführung des genormten Verfahrens bei Leichtkraftstoffen durch unvollkommene Verbrennung gewisse Schwierigkeiten bereitet, kann nach Verbesserungsvorschlägen der GTR die Arbeitsweise mit der Berthelot-Mahler-Bombe wie folgt geändert werden:

- 1) Der Zünddraht wird nicht durch den Kraftstoff selbst, sondern lediglich durch den oberen Teil der Gelatine-Kapsel geführt und somit die Verbrennungswelle senkrecht von oben nach unten geleitet.
- 2) Der Quarztiegel wird so hoch angefertigt, dass die Kapsel vollkommen aufgenommen wird und nicht wie früher mit dem oberen Teil über den äusseren Rand herausragt. Dadurch können feste Bestandteile der Hülse oder unvollkommen verbrannte Kraftstoffe nicht herausgeschleudert werden.

Abmessungen des neuen Quarztiegels:

Höhe:	30 mm
Äusserer Ø:	22 mm
Innerer Ø:	18 mm
Wandstärke somit:	2 mm
Im Abstand	21 mm

vom Boden sind kleine seitliche Haken angebracht, die als Aufsitzflächen für den Ring dienen.

- 3) Es ist darauf zu achten, dass die in der Bombe befindliche Luft möglichst vollständig durch Sauerstoff ersetzt wird und dass Sauerstoff im Überschuss vorhanden ist.

Prüfung von Brennstoffen⁸⁴³

Oberer und unterer Heizwert fester und flüssiger Brennstoffe

DIN
DVM 3716

842

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:

- die Temperatur des Stoffes vor der Verbrennung und der Stoffe nach der Verbrennung 20° beträgt,
- die Verbrennungsergebnisse von Kohlenstoff und Schwefel restlos als Kohlendioxyd und Schwefeldioxyd in gasförmigem Zustand vorhanden sind. Eine Oxydation des Stickstoffs soll nicht stattfinden.
- 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:

- die für den oberen Heizwert gestellten Bedingungen a und b erfüllt sind,
- 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 beigelegte 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 Klappen der Bombe eingefüllt wird und dessen Temperatur mit einem in Hundertstel Grade geteilten, amtlich geprüften Thermometer be-

stimmt werden muß (Ablestung 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 abgemessen 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 Brikkettpresse. Der Wasserwert (siehe Abschnitt 5) des Isoliermantels soll mindestens fünfmal so groß sein wie der Wasserwert des Kalorimetergefäßes einschließlich Bombe und Wasserfüllung.

Die Abkühlungskonstante $K = \frac{\Delta n + \Delta v}{t_n - t_v}$ des Kalorimeters

(Bedeutung der Buchstaben siehe Abschnitt 6) soll bei 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 Wärmeisolation des Kalorimetergefäßes schließen.

Prüfverfahren

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

Nichtbrikkettierbare 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 ausgeglühtem Asbestpapier ausgekleideten Platinschälchen, in das ein Zündfaden (Zündbaumwolle) hineintragt, zu verbrennen. Höher siedende flüssige Brennstoffe werden wie feste Brennstoffe in offenen Verbrennungsschälchen, leicht flüchtige Brennstoffe in kleinen dünnwandigen Glaskugeln oder in Gelatine-kapseln, 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 wasserstofffreien Sauerstoffs soll in der Bombe bei der Wasserwert- und Heizwertbestimmung 25 bis 30 kg/cm² betragen. Die Messung beginnt nach erreichtem Temperaturengleich. 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 Ablesung, 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 internationalen Bezeichnungen und Indizes übernommen.

²⁾ Nach dem Gesetz über die Temperaturskala und die Wärmeeinheit 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 8731 Prüfung von Brennstoffen, Feste Brennstoffe, Chemische Prüfverfahren.

Deutscher Verband für die Materialprüfungen der Technik
Fachnormenausschuß für Bergbau

Prüfung von Brennstoffen

Oberer und unterer Heizwert fester und flüssiger Brennstoffe

DIN
DVM 3716

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 berichtigte Temperaturanstieg $t_m + c - t_0$ (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 ausgetauscht wird dessen Wasserwert von wesentlicher Bedeutung ist.

Berechnung des oberen Heizwertes einer lufttrockenen Probe⁵⁾

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

$$H_o \text{ (lufttr.)} = \frac{W_w \cdot (t_m + c - t_0) - \Sigma b}{G} \quad (1)$$

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-Pfaunderschen Formel bestimmt:

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

wobei

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

5) Beispiele einer Berechnung siehe Seite 3.
 6) Es wird angenommen, daß die im Prüfungsgeschein angegebenen Berichtigungen des Thermometers an t_0 und t_m bereits angebracht sind. Dasselbe gilt auch für die in dem Zahlenbeispiel mitgeteilten Temperaturen. Der Gradwert eines Beckmann-Thermometers kann = 1,000 gesetzt werden, wenn die Einstellung des Thermometers bei der Wasserwert- und Heizwertbestimmung dieselbe ist. Der Fehler des herausragenden Fadens kann unberücksichtigt bleiben, wenn sich die Temperatur des Isoliermantels um nicht mehr als 3° von der Temperatur des Versuchsraumes 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_n mittlerer Temperaturabfall für jede Minute des Nachversuches
 t_v mittlere Temperatur des Vorversuches
 t_0 mittlere Temperatur des Nachversuches
 $\sum_{i=1}^{m-1} t_i$ 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 angesehen werden, so daß eine ein- bis 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 Annäherung 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 Verbrennungserzeugnisse in der Bombe der Begriffbestimmung für die Verbrennungswärme nicht genau entsprechen.

Es gehören hierzu:

- a) die Wärmemenge (b_D), die durch teilweises Verbrennen des Zünddrahtes, eines Hilfsstoffes oder einer brennbaren Umhüllung 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 Schwefeldioxyd 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

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

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 Bezugstemperatur 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 verbrenlichem Schwefel.

843

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 (Gesamtfeuchtigkeit 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 min	Temperatur (Beckmann-Thermometer)		
	0	1,313		
Vorversuch . . .	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_o		
	6	1,940		$m = 9$
	7	2,780		
Hauptversuch . . .	8	3,020	$m-1$	
	9	3,086	$\sum_{i=1}^m t = 23,263$;	$\frac{t_o + t_m}{2} = 2,216$
	10	3,103		
	11	3,107		
	12	3,109		
	13	3,108		
	14	3,108 = t_m		
Nachversuch . . .	15	3,107		
	16	3,106	$\Delta_n = + 0,0008$;	$m \Delta_n = + 0,0072$
	17	3,106		
	18	3,105	$t_n = 3,100$;	$t_n - t_v = 1,788$
	19	3,104		

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

$$\text{Berichtigung: } c = + 0,0072 - 0,0028 \cdot 1,38 = + 0,0033^\circ$$

(Nach dem angenäherten 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 $c = 0,0033^\circ$.)

Abkühlungskonstante $K = 0,0028/1,788 = 0,0016$ 1/min.

Berichtigung Σb :

Durch Titration wurden im Verbrennungswasser gefunden:

2,2 cm ³ $\frac{1}{10}$ normale Salpetersäure	$b_N = 2,2 \cdot 1,5 = 3$ cal
6,6 cm ³ $\frac{1}{10}$ normale Schwefelsäure	$b_S = 6,6 \cdot 3,6 = 24$ "
Gewicht des verbrannten Eisendrahtes 6,2 mg	$b_D = 6,2 \cdot 1,6 = 10$ "
	$\Sigma b = 37$ cal

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

Wasserwert des Kalorimeters (Bombe mit Inhalt, Kalorimetergefäß, Wasserfüllung, Rührer, Thermometer) . . $W_w = 3975$ cal

Oberer Heizwert des lufttrockenen Brennstoffes

$$H_o (\text{lufttr.}) = \frac{3975 (3,108 + 0,003 - 1,323) - 37}{0,9123} = 7750 \text{ cal/g oder kcal/kg}$$

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.

Prüfverfahren: Nach "Hanus".
Anwendung: Auf Vergaserkraftstoffe.
Begriff: Die Jodzahl gibt an, wieviel % Jod ein Kraftstoff unter bestimmten Bedingungen addiert.
Zweck: Die Jodzahl dient zur Beurteilung des Olefingehaltes von Kraftstoffen.
Maßeinheit: Gew. % Jod.

- Lösungen und Reagenzien:**
1. Hanuslösung von 10 g Jodmonobromid in 500 ccm Eisessig (hält sich gut in Stöpselflaschen).
 Titerstellung erfolgt unter den gleichen Bedingungen, wie in der nachfolgenden Arbeitsweise beschrieben, in einer blinden Probe. Obwohl sich der Titer, namentlich bei Verwendung von reinstem Eisessig, wenig (weniger als 0,075% Abnahme täglich) ändert, empfiehlt sich öftere Nachprüfung, besonders an warmen Tagen.
 2. Eisessig.
 3. Chloroform.
 4. 10%ige Jodkaliumlösung.
 5. n/10-Thiosulfatlösung.
 6. 1%ige Stärkelösung als Indikator.

Arbeitsweise:

Einwaage:

Bei JZ	> 120	etwa 0,1 - 0,2 g
	60 - 120	" 0,2 - 0,3 "
	20 - 60	" 0,2 - 0,5 "
	< 20	" 0,5 - 1,0 "

Leichtsiedenden Kraftstoff wägt man zweckmäßig in einer Ampulle mit 1 Kapillare ein, höher siedenden in einem Mikrobechergläschen. Die Ampullen lassen sich sehr leicht durch Einsaugen füllen, ohne dass durch Verdunsten der niedrig siedenden Bestandteile Verluste entstehen.

Hilfsweise können etwa obigen Gewichtsgrenzen entsprechende Raummengen mit Hilfe einer Mikropipette (1/100 Teilung) "eingewogen" werden.

Die eingewogene Kraftstoffprobe wird in einem Jodkolben (200 bis 300 ccm) oder in einer Stöpselflasche in 10 ccm Eisessig aufgelöst. Sollte sich die Probe in Eisessig nicht auflösen, so wird eine neue Probe in gleicher Weise in 10 ccm Chloroform gelöst. Man lässt dann 25 ccm Hanuslösung unter wiederholtem Umschwenken ¼ Std., bei einer Jodzahl über 120 etwa ¾ Std., auf die gelöste Probe einwir-

b.w.
 1. Okt. 1943

ken. Nach Zusatz von 15 ccm Jodkaliumlösung und 50 ccm Wasser wird unter stetem Umschwenken mit der Thiosulfatlösung bis zur Gelbfärbung und dann nach Zugabe von 1 ccm Stärkelösung weiter bis zur Farblosigkeit titriert.

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

Berechnung:

$$JZ = \frac{(b - c) \times 0,01269 \times f \times 100}{a}$$

a = Einwaage

b = Titerwert der zugesetzten Hanuslösung

c = Titerwert der zurücktitrierten Hanuslösung

f = Faktor der Thiosulfatlösung.

Angabe:

Bis 5% auf 1 Dezimalstelle - 0,1

Über 5% in ganzen Zahlen.

Beispiel:

Auf 0,1402 g wurden 100 ccm Hanuslösung entsprechend 19,9 ccm Thiosulfatlösung (f = 1,0057) vorgelegt. Der Überschuss an Hanuslösung (51%) wurde mit 10,8 ccm Thiosulfat zurücktitriert.

$$JZ = \frac{19,90 - 10,08 \times 0,01269 \times 1,0057 \times 100}{0,1402} = 89,4$$

$$JZ = 89$$

Anmerkung:

Alkohohaltige Kraftstoffe werden zuvor durch Ausschütteln von Alkohol befreit.

Literatur:

BVM, Prüfvorschriften für Flugmotorenkraftstoffe zur Verwendung in Otto-Motoren. (RLM, Ausgabe April 1938).

Jodzahl.

847

- Prüfverfahren:** Nach "Kaufmann".
- Anwendung:** Auf Vergaserkraftstoffe.
- Begriff:** Die Jodzahl gibt an, wieviel % Halogen, berechnet als Jod, ein Kraftstoff unter bestimmten Bedingungen addiert.
- Zweck:** Die Jodzahl dient zur Beurteilung des Oefin-
gehaltes von Kraftstoffen.
- Maßeinheit:** % Halogen, berechnet als Jod.
- Lösungen und Reagenzien:**
1. Methylalkohol p.a. oder puriss. (Acetonfrei); oder techn. Methanol über CaO destilliert.
 2. Natriumbromid puriss. bei 130° im Trockenschrank getrocknet.
 3. Brom p.a.
 4. Gesättigte NaBr-Lösung in Methanol: Etwa 12 - 15 % trockenes NaBr bei Zimmertemperatur in Methanol gelöst und filtriert. Zu 1 Ltr. der klaren Lösung werden 5,2 ccm Brom aus einer Bürette zugegeben (sehr titerbeständig; bei etwaigem Titerrückgang wieder Brom zugeben).
 5. 10%ige Jodkaliumlösung.
 6. n/10 Thiosulfatlösung.
 7. 1%ige Stärkelösung als Indikator.

Arbeitsweise:

Einwaage;

Bei JZ	> 120	etwa	0,1 - 0,2 g
	60- 120	"	0,2 - 0,3 "
	20- 60	"	0,2 - 0,5 "
	< 20	"	0,5 - 1,0 "

Leichtsiedenden Kraftstoff wägt man zweckmässig in einer Ampulle mit 1 Kapillare ein, höher siedenden in einem Mikrobechergläschen.

Die Ampullen lassen sich sehr leicht durch Einsaugen füllen, ohne dass durch Verdunsten der niedrig siedenden Bestandteile Verluste entstehen.

Hilfsweise können etwa obigen Gewichtsgrenzen entsprechende Raummengen mit Hilfe einer Mikropipette (1/100 Teilung) "eingewogen" werden.

In eine gut schliessende Glasschliffflasche werden als Lösungsmittel 10 ccm CHCl_3 gegeben, ferner 25 ccm der Bromlösung und die Ampulle. Nach dem Verschliessen der Flasche wird die Ampulle durch Schütteln zertrümmert. Man lässt 30 Min. bei Zimmertemperatur einwirken. Dann

b.w.

werden 15 ccm der 10%igen KJ-Lösung und 50 ccm Wasser zugesetzt und mit n/10 Thiosulfat titriert.

Mit den gleichen Mengen der Lösungen wird ein Blindversuch angesetzt.

Berechnung:
$$JZ = \frac{1,269 \times (a - b)}{c}$$

a = $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Verbrauch im Blindversuch

b = " " " Hauptversuch

c = Einwaage

Angabe: Bis 5% auf 1 Dezimalstelle - 0,1
Über 5% in ganzen Zahlen.

Beispiel: Mit Mikropipette 0,47 ccm
Wichte 0,724

$$\text{Einwaage} = 0,47 \times 0,724 = 0,340 \text{ g}$$

Blindversuch a = 29,2 ccm $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Hauptversuch b = 1,6 " "

Verbrauch = 27,6 ccm

$$JZ = \frac{27,6 \times 1,269}{0,340} = 103$$

Literatur: Holde, 7. Aufl. (1933) 771.

J o d z a h l .

849

- Prüfverfahren:** Nach "Rosenmund und Kuhnhehn"
- Anwendung:** Auf Vergaserkraftstoffe
- Begriff:** Die Jodzahl gibt an, wieviel % Jod ein Kraftstoff unter bestimmten Bedingungen addiert.
- Zweck:** Die Jodzahl dient zur Beurteilung des Olefingehaltes von Kraftstoffen.
- Maßeinheit:** Gew.% Jod
- Lösungen und Reagenzien:**
1. Pyridin-Sulfat-Dibromid in Eisessig gelöst (C_5H_5N , H_2SO_4 , Br_2): 8 g Pyridin und 10 g konz. Schwefelsäure werden gesondert unter Kühlung in je 20 ccm Eisessig gelöst und diese Lösungen werden dann vorsichtig vereinigt. Zu diesem Gemisch fügt man noch 7 g Brom in 20 ccm Eisessig und füllt mit Eisessig auf 1000 ccm auf.
 2. n/10 arsenige Säure - As_2O_3
 3. wässrige Methylorange-Lösung: ca. 0,5 g/Ltr.
 4. Eisessig.

Titerstellung: Zur Titerstellung der Pyridindibromid-Lösung werden 20 ccm n/10 Arsenigsäure-Lösung mit 10 ccm verdünnter Schwefelsäure und Methylorange versetzt und mit $Py Br_2$ auf farblos titriert. Der Titer ist von Zeit zu Zeit zu kontrollieren.

Beispiel:

Vorlage:	20,0 ccm Arsen
Verbrauch:	19,2 " $Py Br_2$
Faktor:	$\frac{20,0}{19,2} = 1,041$

Arbeitsweise:

Zur Einwaage des zu untersuchenden Kraftstoffes dient ein Glaskügelchen mit Kapillare. Durch kurzes Erwärmen der Glaskugel lässt man die Probe einsaugen und schmilzt dann die Kapillare zu. Ca. 0,12 bis 0,25 g werden so eingewogen. Das Glaskügelchen wird in einer Pulverflasche zertrümmert, die vorher mit 20 ccm Eisessig beschickt worden ist (Anmerkung). Dann wird aus einer Bürette n/10 $PyBr_2$ -Lösung zugegeben und zwar soviel, dass der Kolbeninhalt eine deutlich gelbbraune Farbe annimmt; der Bromüberschuss soll nämlich bei 20 - 30% der erforderlichen Menge liegen. Man schüttelt den Kolben 2 Minuten und verdünnt anschließend mit etwa 50 ccm Wasser. Man fügt dann aus einer Bürette n/10 arsenige Säure hinzu, bis die Bromfärbung gerade verschwindet. Mit Hilfe von Methylorange als Indikator, der mehrmals tropfenweise zugesetzt wird, titriert man soweit, bis gerade die Rotfärbung stehen bleibt, d.h.

bw.

kein freies Brom mehr anwesend ist.

Berechnung:

a = Vorlage Py Br_2 in ccm

b = Verbrauch As_2O_3 in ccm

f = Faktor der Titerstellung

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

Angabe:

Bis 5 auf 1 Dezimalstelle - 0,1
Über 5 in ganzen Zahlen

Beispiel:

	0,3703 gefüllte Ampulle	
	-0,1956 leere "	
	<hr/>	
e Einwaage	0,1747 g Kraftstoff	
a Vorlage	4,0	
f Faktor	1,041	a · f = 4,16
b Verbrauch	3,3	- b = -3,3
		<hr/>
		0,86

$$0,86 \cdot 1,269 = 1,0913$$

$$\frac{1,0913}{0,1747} = 6,25$$

$$\text{Jodzahl} = 6$$

Prüffehler:

etwa $\pm 1\%$

Anmerkung:

Steht eine Analysenwaage nicht zur Verfügung, so wird der Kraftstoff mit Hilfe einer Mikropipette - und zwar etwa 0,2 ccm - "eingewogen". Man lässt dann die Pipette in den mit Eisessig beschickten Erlenmeyer ausfließen.

Literatur:

Holde, 6.Aufl. (1924) S.582

- Prüfverfahren:** Beginn der Kristallbildung.
- Anwendung:** Auf unverspritzte Vergaserkraftstoffe.
- Begriff:** Die Kältebeständigkeit von Vergaserkraftstoffen wird durch diejenige Temperatur gekennzeichnet, bei welcher der Kraftstoff bei seiner Abkühlung Kristalle auszuscheiden beginnt.
- Zweck:** Bei Abkühlung von Vergaserkraftstoffen kann zunächst gelöstes Wasser ausfallen und dadurch eine Trübung verursacht werden. Bei weiterer Abkühlung können sich Kristalle ausscheiden (insbesondere bei benzolhaltigen Kraftstoffen, Benzoleis). Durch solche Kristallausscheidungen treten Störungen bei der Kraftstoffförderung auf. Ferner werden z.B. benzolhaltigen Kraftstoffen bei ihrer Lagerung durch die Ausscheidungen in der Kälte Benzolanteile entzogen.
- Maßeinheit:** °C
- Prüfgerät:** Als Probegefäß dient ein Glasrohr von 18 cm Länge und 4 cm lichter Weite mit flachem Boden und einer Strichmarke in 4,5 cm Höhe über dem Boden, wie es für die Ermittlung des Stockpunktes nach Din DVM 3662 vorgeschrieben ist.
- In Abweichung von der dort vermerkten Arbeitsweise sitzt der Verschlusskorken fest auf dem Probeglas auf und besitzt in seitlicher Bohrung einen Rührer aus Metalldraht, dessen unteres Ende parallel zu dem Gefäß umgebogen ist.
- Als Thermometer dient das zur "Stockpunktprüfung nach Din DVM 3662" vorgeschriebene Thermometer, welches bei einer Eintauchtiefe von 180 mm und einer Temperatur des herausragenden Fadens von 15°C richtig anzeigt, so dass nur auf dem Prüfschein vermerkte Berichtigungen zu berücksichtigen sind.
- Arbeitsweise:** 45 ccm des Kraftstoffes werden in das Probegefäß eingefüllt. Sodann wird in einem Kältebad derart abgekühlt, dass bis zu etwa 15° oberhalb des für den betreffenden Kraftstoff vorgeschriebenen Beginns der Kristallbildung der Temperaturabfall rasch erfolgen kann. Von da ab muss die weitere Abkühlungsgeschwindigkeit auf 2° je Minute eingestellt werden. Dieses wird dadurch erreicht, dass das Kältebad jeweils etwa 5° unterhalb der Temperatur des Kraftstoffes gehalten wird. Während der Abkühlung und besonders in der Nähe der Kristallausscheidungs-Temperatur muss der Kraftstoff dauernd gerührt werden.

Sobald deutliche Kristallnebel auftreten, wird die abgelesene Temperatur als Beginn der Kristallbildung bezeichnet. Dieser Punkt ist innerhalb 1°C genau zu beobachten, da bei Anwendung des Rührers dem Auftreten der ersten Kristalle unmittelbar eine starke Trübung folgt, die meist sofort bis zum Unsichtbarwerden der Quecksilberkugel des Thermometers führt.

Anschliessend beobachtet man den Wiederauflösungspunkt, wobei das Kältebad etwa 5° über den Kristallausscheidungspunkt eingestellt wird und bestimmt nun nochmals die Temperatur der beginnenden Kristallausscheidung. Dadurch wird der zuerst gefundene Wert überprüft, welcher nicht mehr als um 1°C vom zuletzt gefundenen Wert abweichen soll.

Auf volle Temperaturgrade.

$\pm 1^{\circ}\text{C}$

Angabe:

Prüffehler:

Anmerkungen:

- 1) Eine durch Feuchtigkeit verursachte vorzeitige Trübung der Probe bleibt unberücksichtigt für die Kristallausscheidung. Dieser Trübungspunkt wird jedoch besonders vermerkt. Ist der Feuchtigkeitsgehalt der Probe so hoch, dass dadurch eine einwandfreie Ermittlung der Kristallbildung nicht möglich ist, so muss der Kraftstoff vorher über Chlorcalcium getrocknet werden.
- 2) Soll nur festgestellt werden, ob der Beginn der Kristallbildung unterhalb einer bestimmten Temperatur z.B. unter -25 oder -40°C liegt, so kann die erste schnelle Abkühlung zunächst bis auf 5° unter die betreffende Temperatur, z.B. bis -30 oder -45° , durchgeführt werden. Tritt bis dahin eine Kristallbildung nicht ein, so liegt ihr Beginn mit Sicherheit unter der vorgeschriebenen Grenze und es genügt die Angabe z.B.: "unter -25°C " (oder: "unter -40°C "). Tritt jedoch Kristallbildung bis 5° unter der bestimmten Temperatur ein, so muss nach obiger Arbeitsweise verfahren und genau bestimmt werden.

- Prüfverfahren:** Beginn der Paraffinausscheidung.
- Anwendung:** Auf Dieselkraftstoffe.
- Begriff:** Der Beginn der Paraffinausscheidung ist diejenige Temperatur, bei welcher ein DK bei seiner Abkühlung in Ruhe am Boden eine deutliche Trübung oder Nebel zeigt.
- Zweck:** Durch die bei tiefer Temperatur in einem Kraftstoff sich ausscheidenden Kristalle, meist Paraffin, treten Störungen bei der Kraftstoffförderung auf. Fließ- und Filtrierbarkeit werden beeinträchtigt.
- Maßeinheit:** °C
- Prüfgerät:** Es wird das gleiche Gerät, wie bei der Feststellung des Stockpunktes nach Din DVM 3662, verwendet. Lediglich wird das Thermometer in das Probegefäß soweit eingeführt, dass die Thermometerkugel auf den Boden aufstößt.
- Arbeitsweise:** Es wird, wie bei der Stockpunktbestimmung, im Kühlbad langsam abgekühlt, bis sich am Boden des Prüfgefäßes die ersten Ausscheidungen in Form einer Trübung oder eines Nebels zeigen. Diese Temperatur wird notiert. Sodann wird um weitere 2° abgekühlt. Nimmt hierbei die Paraffin-Ausscheidung deutlich zu, so wird die zuerst notierte Temperatur als Beginn der Paraffin-Ausscheidung gewertet. Nimmt die zuerst beobachtete Ausscheidung jedoch nicht zu, so wird weiter abgekühlt, bis neue Ausscheidungen auftreten.
- Angabe:** Auf volle Temperaturgrade.
- Prüffehler:** ± 2°C
- Anmerkungen:** 1) Bei undurchsichtigen Ölen, bei denen das erste Auftreten der Trübung schwer zu erkennen ist, genügt die ungefähre Temperaturangabe:
" Etwa bei°C "
- 2) Für die anschliessend im gleichen Arbeitsgang durchzuführende Stockpunktbestimmung ist das Thermometer wieder auf die in der Vorschrift Din DVM 3662 angegebene Höhe einzustellen.

+deutlichen

Anwendung:	Auf verspritzte Vergaserkraftstoffe.
Begriff:	Bei sprithaltigen Kraftstoffen gibt die Kältebeständigkeit den Temperaturgrad an, bei welchem nach Zufügen von 0,1 ccm Wasser zu 100 ccm Kraftstoff bei dessen Abkühlung Entmischung eintritt.
Zweck:	Bei Entmischung des Kraftstoffes im Fahrzeugtank werden Start und Betrieb des Fahrzeugs behindert.
Maßeinheit:	°C
Prüfgerät:	1. Schüttelzylinder 2. Probeglas von 18 cm Länge und 4 cm lichter Weite, in 4,5 cm Höhe über dem Boden mit Strichmarke versehen (Stockpunktsglas) 3. Kühlbad.
Arbeitsweise:	100 ccm Kraftstoff werden in dem gut getrockneten Schüttelzylinder mit 0,1 ccm destilliertem Wasser aus einer Mikrobürette versetzt. Nach gutem Umschütteln wird ein Teil des so behandelten Kraftstoffes in das Probeglas bis etwa zur Strichmarke gegeben. In einem geeigneten Kühlbad wird unter leichtem Schütteln bis zur Entmischung abgekühlt und dann an der Luft unter kräftigem Schütteln so lange erwärmen lassen, bis die Thermometer-Kugel wieder sichtbar wird.
Angabe:	Auf volle Temperaturgrade.
Prüffehler:	± 1

K o r r o s i o n (V K).

855

- Prüfverfahren:** Nach Heinze-Marder.
- Anwendung:** Auf Vergaserkraftstoffe.
- Begriff:** Gewichtsabnahme, welche ein Metallstreifen von bestimmten Abmessungen in einem druckbeständigen Bombenrohr unter festgelegten Bedingungen durch korrosiven (aktiven) Schwefel im Kraftstoff erfährt.
- Zweck:** Enthalten Vergaserkraftstoffe a-Schwefel, so greifen sie die Metalle und ihre Legierungen an, mit welchen sie bei der Lagerung und Kraftstoffzufuhr zum Motor in Berührung kommen. a-Schwefel verursacht ferner im Verbräunungsraum und in den Auspuffleitungen Metallanfressungen (schweflige bzw. Schwefelsäure).
- Prüfgerät:** Die Korrosionsbombe nach Heinze-Marder ist ein äußerlich 6-kantiges, innen zylindrisches und unten geschlossenes Eisenrohr mit aufschraubbarem Eisendeckel. Als Einsatz dient ein 60 ccm fassendes Glasrohr (bei 50 ccm markiert) mit eingeschliffenem Stöpsel, welcher durch eine im Eisendeckel befindliche Spiralfeder auf das Glasgefäß aufgedrückt wird, sodass leichtflüchtige Kraftstoffanteile aus dem Glaseinsatz praktisch nicht entweichen können. In den Boden des Eisengefäßes ist eine etwa 1 cm dicke Asbestschicht eingelassen.
- Werkstoff:** Ein Kupferstreifen von 100 mm Länge, 10 mm Breite und 1 mm Stärke.
- Arbeitsweise:** Das Glasrohr wird bis zur Marke (50 ccm) mit dem zu untersuchenden Kraftstoff gefüllt. In den Kraftstoff wird ein mit "Abrazzo" gereinigter und mit Schmirgelpapier 00 aufgerauhter Kupferstreifen völlig eingetaucht. Das Glasgefäß wird dann in das Eisenrohr getan und dieses sorgfältig verschlossen. Dasselbe wird dann 24 h in einen auf 50° C + 1 geregelten Trockenschrank gestellt und dann nach kurzem Köhlen am fließenden Wasser geöffnet. Der entnommene Metallstreifen wird dem Augenschein nach hinsichtlich der eingetretenen Korrosion geprüft.
- Angabe:** "Positiv" oder "negativ".
- Literatur:** Chemische Fabrik (1937) 519.

- Prüfverfahren:** Nach Heinze-Märder.
- Anwendung:** Auf Dieselkraftstoffe.
- Begriff:** Gewichtsabnahme, welche ein Metallstreifen von bestimmten Abmessungen in einem druckbeständigen Bombenrohr unter festgelegten Bedingungen durch saure Bestandteile im Kraftstoff erfährt.
- Zweck:** Enthalten Dieselkraftstoffe saure Bestandteile, so greifen sie die Metalle und ihre Legierungen an, mit welchen sie bei Lagerung und Kraftstoffzufuhr zum Motor in Berührung kommen.
- Masseinheit:** mg.
- Prüfgerät:** In ein äusserlich 6-kantiges, innen zylindrisches und unten geschlossenes verchromtes Eisenrohr ist ein etwa 60 ccm fassendes Glasrohr eingesetzt, das mit einer Marke für die Füllung mit 50 ccm Kraftstoff versehen ist. Das Glasgefäss wird durch einen mit schrägem Schliff eingefassten Glasstöpsel verschlossen, der durch einen auf das Eisenrohr aufzuschraubenden Eisendeckel und eine darin befindliche Spiralfeder fest auf das Glasgefäss aufgedrückt wird, sodass 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.
- Werkstoff:** Ein Metallstreifen von 100 mm Länge, 10 mm Breite und 1 - 0,3 mm Stärke aus gewalztem Raffinadezink (über 99% Zn, 0,5 - 1,0 % Pb und 0,2 % Restmetall).
- Arbeitsweise:** Das Glasrohr wird bis zur Marke (50 ccm) mit dem zu untersuchenden Kraftstoff gefüllt. Ein Zinkstreifen wird mit Schmirgelleinen (00) behandelt und leicht aufgeraut, dann durch einen mit einem Gemisch aus Benzol und Alkohol (1:1) getränkten Wattebausch gereinigt, eine 1/4 h bei 105° C getrocknet und gewogen. Der so behandelte Zinkstreifen wird nun in das Glasgefäss eingesetzt, wo er in die Kraftstoffprobe völlig eintaucht. Das Glasgefäss wird in die Korrosionsbombe getan und diese sorgfältig verschlossen. Das Eisenrohr wird jetzt 24 h in einen auf 100° C \pm 1 geregelten Trockenschrank gestellt und dann nach kurzem Kühlen am fließenden Wasser geöffnet.
- Der dem Glasgefäss entnommene Zinkstreifen wird mit Benzol-Alkoholgemisch (1:1) abgespritzt und mit einem mit Benzol getrockneten Wattebausch abgerieben, sodass alle anhaftenden
- b.w.

Fremdkörper entfernt werden. Nach dem Trocknen (1/4 h bei 105° C) wird der Zinkstreifen gewogen.

Berechnung:

Gewichtsabnahme des Zinkstreifens.

Angabe:

Gewichtsverlust in mg
auf 1 Dezimalstelle - 0,1.

Prüffehler:

± 1 mg.

Anmerkung:

- 1.) Es empfiehlt sich, bei der quantitativen Bestimmung stets Doppelproben anzusetzen und das Mittel der erhaltenen Werte anzugeben.
- 2.) Bei der Untersuchung von benzinhaltigen Dieseldieselkraftstoffen (SDK 1 und 1DK) sind etwa 5 cm derselben in die Korrosionsbombe einzugießen, um einen Druckausgleich zwischen Glasgefäß und Bombe zu haben.

Literatur:

Chemische Fabrik (1937) 519.

K o r r o s i o n (Kupfer).

858

Prüfverfahren:	Cu-Streifentest (HWA)
Anwendung:	Auf Vergaserkraftstoffe
Begriff:	Die Prüfung stellt fest, ob ein blankgeschmirgelter Kupferstreifen durch den Kraftstoff angegriffen wird.
Zweck:	Prüfung auf a-Schwefel. (Aktiver Schwefel greift Kupfer und seine Begierungen an.)
Prüfgerät:	Glaskölbchen mit Rückflusskühler. Heizbad: Tetrachlorkohlenstoff. Kupferblechstreifen von 50 mm Länge und 10 mm Breite
Arbeitsweise:	In das Glaskölbchen wird ein blank polierter Kupferstreifen gegeben, sowie 10 ccm des zu untersuchenden Kraftstoffes, so dass der Streifen völlig bedeckt ist. Nun wird im siedenden Bad eine Stunde lang erhitzt. Der Kupferstreifen muss hierbei blank bleiben und darf sich nicht dunkel färben. Das Auftreten von Anlauffarbe wird bei der Beurteilung nicht berücksichtigt.
Angabe:	"Positiv" bzw. "Negativ".

Prüfung von Dieselmotoren Verhalten gegenüber Zink

DIN
ENTWURF 2
DVM 3763

Zweck der Prüfung

1. Dieselmotoren 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

3. Als Werkstoff ist gewalztes Raffinadzink 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 Sehmürgelleinen (00) behandelt und leicht aufgeraut. 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. Ein so behandelter Zinkstreifen wird dann in 50 cm³ des zu prüfenden Dieselmotoren getaucht; bei Verwendung eines Meßzylinders 50 E DENG 52 soll der Zinkstreifen in ganzer Länge von dem Dieselmotoren benetzt sein. Der Meßzylinder wird in einen auf 100° konstant beheizten Trockenschrank gestellt und dort 24 h belassen.

5. Dann wird der Zinkstreifen mit Benzol-Alkohol-Gemisch (Verhältnis 1:1) abgespritzt und mit einem in Benzol getränkten Wattebausch kräftig abgerieben, so daß alle anhaftenden Fremdkörper entfernt werden. Nach dem Trocknen (1/2 h bei 105°) wird der Zinkstreifen gewogen. Die Gewichtsabnahme kennzeichnet das Verhalten des Dieselmotoren gegen Zink (Korrosion).

6. Es empfiehlt sich, stets Doppelproben anzusetzen und das Mittel der erhaltenen Werte (Gewichtsabnahme) anzugeben.

Zulässiger Prüffehler

7. ± 1 mg.

Deutscher Verband für die Materialprüfungen der Technik. November 1933

Lagerbeständigkeit.

860

- Prüfverfahren:** Bombentest (Durchführung bei 70°C)
- Anwendung:** Auf Vergaserkraftstoffe.
- Begriff:** Die Lagerbeständigkeit gibt an, ob ein Kraftstoff längere Zeit eingelagert werden kann, ohne dabei vor allem wesentlich zu störender Harzbildung zu neigen, ausgedrückt durch diejenige Harzmenge, welche sich unter Einwirkung von Sauerstoff unter bestimmten Bedingungen (Druck, Temperatur, Zeit) bildet.
- Zweck:** Ausser vorhandenen Harzen können Benzine solche Verbindungen (mehrfach ungesättigte KWstoffe) enthalten, welche sich erst unter Einfluss von Zeit und Sauerstoff (Luft) durch Oxydation und Polymerisation in Harze umwandeln.
- Maßeinheit:** mg/100 ccm
- Prüfgerät:** Autoklav mit Wasserbad.
- Arbeitsweise:** Für jede Prüfung werden 200 ccm des Kraftstoffes bei 20°C in das Glaseinsatzgefäß, das vorher mit Chromschwefelsäure, Soda und destilliertem Wasser einwandfrei gereinigt wurde, gefüllt und dieses in die sorgfältig gereinigte Stahlbombe eingesetzt, die bis zum unteren Flansch in Wasser von 20°C steht. Nach Einbringen der Probe wird der Deckel eingesetzt und mit Sechskantmuttern vorsichtig befestigt, wobei wechselseitig die beiden gegenüberliegenden Schrauben anzuziehen sind, um eine Beschädigung der Dichtungsfläche zu vermeiden. Sodann wird der Wasserbehälter mit Wasser von 20°C bis zum Überlauf aufgefüllt und jede einzelne Bombe mit Sauerstoff mit einem Überdruck von 7 atü beschickt. Dann wird das Druckminderventil an der Sauerstoffvorratsflasche geschlossen, mit der Entlüftungsschraube der Sauerstoff aus der Bombe bis zum normalen Atmosphärendruck abgelassen. Dieser Vorgang ist noch einmal zu wiederholen. Nach diesem zweimaligen Durchspülen, das dazu dient, die Luft in den Bomben möglichst weitgehend durch Sauerstoff zu ersetzen, wird die Bombe zum drittenmal mit Sauerstoff von genau 7 atü gefüllt und nun das abschliessende Feinregelventil an der Bombe geschlossen, so dass der Bombeninhalt nur noch durch die Kanäle des Feinregelventils mit dem Druckschreibgerät in Verbindung steht. Zur letzten Überprüfung der absoluten Dichtigkeit der Bomben ist der Wasserspiegel nach aufsteigenden Gasblasen zu beobachten und die gesamte Einrichtung bei 20°C 15 Minuten stehen zu lassen.

b.w.

In dieser Zeit muss die vom Schreibgerät ⁸⁶¹ aufgezeichnete Druckkurve bei 7 atü genau horizontal verlaufen. Ein gelindes Abfallen der Schreiblinie deutet auf eine Undichtigkeit der Einrichtung hin. Solche Undichtigkeit ist vor der eigentlichen Prüfung durch genaue Nachprüfung aller Anschlüsse und Verschraubungen zu beseitigen und der Sauerstoffdruck in der Bombe wieder genau auf 7 atü zu bringen. Hat sich die Einrichtung als völlig dicht erwiesen, so wird das kalte Wasser abgelassen und der Wasserbehälter mit dem inzwischen auf 70°C angewärmten Wasser aus dem heizbaren Warmwasserspeicher gefüllt und die mit Thermostat versehene elektrische Zusatzheizung des Wasserbades eingeschaltet. Innerhalb von 15 Minuten soll das Wasser, welches sich beim Einfüllen in das kalte Badgefäß etwas abgekühlt hat, wieder auf 70°C angewärmt sein. Damit ist die eigentliche Prüfung eingeleitet; der Kraftstoff bleibt diesen Bedingungen 240 Min., vom Erreichen der Prüftemperatur des Wasserbades ab gerechnet, ausgesetzt. Es ist selbstverständlich, dass die Einrichtung dauernd überwacht werden muss. Zweckmässig wird der Beginn der Prüftemperatur des Wasserbades durch eine Marke auf der Drucklinie gekennzeichnet und ebenso nach Ablauf von 240 Min. (von der ersten Marke ab gerechnet) eine zweite Marke auf der Drucklinie angebracht, die den Abschluss der Prüfung kennzeichnet. Sowie diese zweite Marke erreicht ist, wird die Prüfung beendet und der Bombeninhalt so schnell wie möglich abgekühlt. Zu diesem Zweck wird das Wasser sofort abgelassen und gleichzeitig kaltes Wasser durch die vorgesehene Zuführung am Boden des Wasserbades eingeleitet. Der Zufluss des kalten Wassers wird so geregelt, dass die obere Öffnung des Überlaufes gerade mit dem Wasserspiegel abschliesst. In dieser Frischwasserzuführung lässt man die Einrichtung 30 Min. Nach dieser Zeit sind die Bomben samt Inhalt hinreichend abgekühlt, und es wird das kalte Wasser wieder bis unter die Flanschen abgelassen.

Die Bomben werden geöffnet, nachdem der Druck durch das Entlüftungsventil abgelassen ist und durch erneutes Einleiten von Sauerstoff aus der Vorratsflasche ein sehr geringer Überdruck hergestellt ist, der die zwischen Dekel und Flansch befindlichen Wasserreste abbläst und auf diese Weise das Eindringen von Wasser in das Innere der Bomben verhindert.

Die Proben werden sofort durch ein Faltenfilter filtriert, um den gelösten Sauerstoff schneller zu entfernen, danach wird der Abdampfrest bei 110°C bestimmt.

Angabe:

In ganzen Zahlen.

Anmerkung:

Die Prüfung auf Lagerbeständigkeit soll möglichst am selben Tag abgeschlossen werden, da durch längeres Stehen der mit Sauerstoff behandelten Proben Unstimmigkeiten im Abdampftest entstehen.

Literatur:

Vorhees u. Eisinger: Nat. Petr. News Nr. 51, S. 75

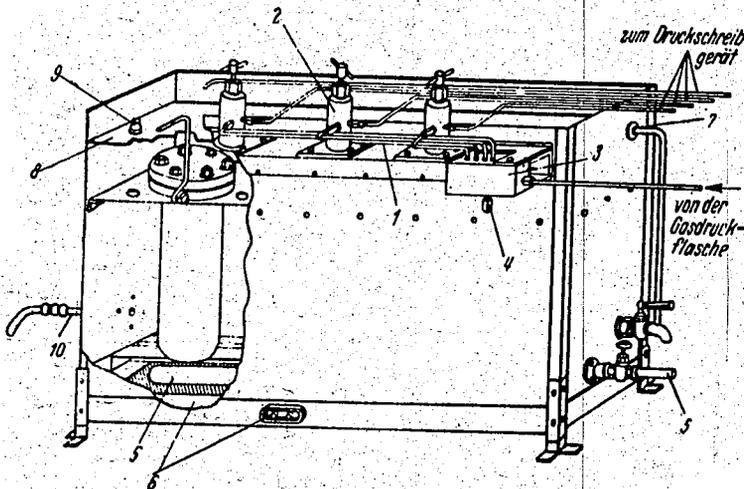
Ramsay: Ind. Eng. Chem. 24 (1932) 539
und 25 (1933) 934

Egloff, Morell, Lowry u. Dryer: Ind. Eng. Chem. 24
(1932) 1375
und 25 (1933) 804

Conrad: Oel u. Kohle 11 (1935) 728

Weller (WTA-BV): Oel u. Kohle 13 (1937) 935

BVM: Prüfungsvorschriften für Flugmotoren-
Kraftstoffe des RLM (Ausg. April 1938,
S. 25)



Einrichtung zur Prüfung auf neugebildetes Harz.

Prüfung von Schmierstoffen 863

Neutralisationszahl (bisher Säurezahl¹⁾)

DIN
DVM 3658

Begriff

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

Zweck der Prüfung

- 2 Freie Mineralsäure, die von der Raffination der Schmieröle herrühren könnte, sind in Schmierölen überhaupt 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 (komponierten) 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

- 3 mg Kaliumhydroxyd/g Öl

Prüfgerät

- 4 Zur Bestimmung der Neutralisationszahl verwendet man zweckmäßig einen Erlenmeyer-Kolben 300 DENOG 11 aus Glas der 1. 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**

- 5 100 g des Öles werden mit 100 cm³ destilliertem Wasser in einem Erlenmeyer-Kolben 300DENOG 11 auf dem Wasserbade einige Zeit erwärmt und wiederholt gut durchgeschüttelt. Man filtert die wässrige Lösung durch ein mit destilliertem Wasser angefeuchtetes Filter ab und setzt zu einem Teil des Filtrates 1 bis 2 Tropfen Methylorange-Lösung (0,1 % in destilliertem Wasser gelöst).

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

hinzü. Führt 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 $\frac{1}{10}$ normaler wässriger Kalilauge unter Zusatz von Methylorange als Indikator titriert, bis die rote Farbe der Lösung verschwindet.

Prüfung auf Gesamtsäuren

Man stellt zunächst ein Lösungsgemisch her, indem man 1,20 g Alkaliblauf 6B 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 absetzen und filtert die blanke Lösung von dem Ungelösten ab. In dem vorher beschriebenen Baader-Kolben mit dem seitlichen Glasrohr wägt 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 alkoholischer $\frac{1}{10}$ 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 $\frac{1}{10}$ normaler Lauge verbraucht, so erhält man bei einer Einwaage von c g Öl die Neutralisationszahl aus der Gleichung

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

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	± 0,05 ²⁾
über 0,5 bis 2	± 10 %
über 2	± 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
Hartasphalt	siehe DIN DVM 3660
Flammpunkt im offenen Tiegel	siehe DIN DVM 3661
Stockpunkt	siehe DIN DVM 3662

Deutscher Verband für die Materialprüfungen der Technik

Prüfverfahren:	Nach Youle und Wilson (quantitativ).
Anwendung:	Auf Vergaserkraftstoffe.
Begriff:	Die Peroxydzahl ist die Anzahl ccm einer n/100 Titanochloridlösung, welche für das aus Ferrosalz durch Oxydation mittels im Kraftstoff vorhandener Peroxyde entstandene Ferrisalz verbraucht wird.
Zweck:	Peroxyde bilden sich unter dem Einfluss von Luft und Licht, besonders in stark ungesättigten Benzin. Sie verursachen deren schlechte Lagerbeständigkeit und vermindern die Klopfestigkeit.
Maßeinheit:	mg-Äquivalente O ₂ /Ltr Kraftstoff

Lösungen:

- 1.) Ferro-Sulfat-Lösung: 5 g Ferro-Sulfat (FeSO₄) und 5 g Ammoniumrhodanid werden unter Zusatz von 5 ccm konzentrierter Schwefelsäure in 500 ccm Wasser gelöst. Der fertigen Lösung werden 500 ccm Aceton zugesetzt und gut durchgemischt. Zu dieser Lösung gibt man einige g Eisen in Form von Blumendrahtwendeln, um etwa vorhandenes Ferri-Salz zu Ferro-Salz zu reduzieren. Da die Lösung etwas luftempfindlich ist, muss an die Vorratsflasche eine geschlossene Bürette angeschlossen werden. Ferner wird die überstehende Luft durch Wasserstoff verdrängt, die Lösung dann immer unter Wasserstoff gehalten, und die Füllung der Bürette mit Wasserstoffdruck vorgenommen. (Kohlensäure darf an Stelle von H₂ nicht verwandt werden).

Die Lösung ist erst gebrauchsfertig, nachdem sie völlig farblos geworden ist.

Setzt man die Lösung der Luft aus, so findet in ungefähr ¼ Std. keine wahrnehmbare Oxydation statt, so dass die Gegenwart von Luft während des Versuches das Ergebnis nicht beeinflusst. Bedingt kann also ohne H₂ gearbeitet werden, besonders dann, wenn nur gelegentlich einzelne Untersuchungen angestellt werden. Dann muss ohnehin stets neue Titerstellung vorgenommen werden.

- 2.) Die Titanochlorid-Lösung: 25 ccm käuflicher 10-15%iger Titanochloridlösung werden, um etwa vorhandenen Schwefelwasserstoff zu entfernen, mit der doppelten Menge konzentrierter Salzsäure versetzt und gekocht. Die Lösung wird dann auf ca. 2 ¼ Ltr. mit destilliertem Wasser verdünnt und unter CO₂-Atmosphäre aufbewahrt. Zweckmäßig wird auch hier die Bürette fest mit der Flasche verbunden und die Füllung der Bürette mit CO₂-Druck vorgenommen.

3.) Titerstellung der $TiCl_3$ -Lösung: Zur Titerstellung bedient man sich einer $n/100$ Ferrichlorid-Lösung, die 0,5584 g Eisen im Liter enthält. Hierzu wägt man zweckmässig ca. 2 g Eisenchlorid (purissimum oder pro Analyse) ein, löst in 1 Ltr. dest. Wasser, das etwa 5 ccm konzentrierte Salzsäure enthält, auf, und bestimmt den genauen Eisengehalt dieser Lösung. Die Lösung ist dann zu stark. Man kann nunmehr entweder diese Lösung auf den genauen Titer durch Verdünnen einstellen, oder auch direkt mit der zu starken Lösung unter Berücksichtigung des entsprechenden Faktors arbeiten.

Zur Titerstellung der Titanochloridlösung legt man 10 ccm Eisenchloridlösung vor, setzt einige Tropfen Rhodan-Amon-Lösung als Indikator zu und titriert mit der Titanochloridlösung auf farblos. Die Titerstellung der Titanochloridlösung ist täglich vorzunehmen. (Anmerkung 1)

Arbeitsweise:

10 ccm des zu untersuchenden Benzins werden in einem Erlenmeyerkolben mit eingeschlif-fenem Stopfen mit 50 ccm der Ferro-Sulfat-Lösung versetzt und 5 Min. kräftig geschüttelt. In Gegenwart von Peroxyden färbt sich die Lösung durch Bildung von Ferricyanat kräftig rot. Das entstandene Ferrithiocyanat wird mit $n/100$ Titanochloridlösung sofort auf farblos titriert.

Liegt die Peroxydzahl eines Benzins über 10, so ist das Benzin zuvor mit einer angemessenen Menge peroxydfreiem Benzin (z.B. Normalbenzin) zu verdünnen und zwar je nachdem 1:5, 1:10, 1:20 usw., so dass eine Titration der verdünnten Probe eine Peroxydzahl unter 10 ergibt.

Liegt die POZ unter 0,4, so werden für genauere Versuche 50 ccm der unverdünnten Probe angewandt.

Berechnung:

Die verbrauchten ccm Titanochloridlösung werden mit dem Faktor aus der Titerstellung multipliziert.

Die so gefundene Zahl bedarf noch einer Berichtigung, da hauptsächlich für grosse Mengen Peroxyde immer zu niedrige Werte gefunden werden. Diese Berichtigungen sind errechnet auf Grund der willkürlichen Annahme, dass das Prüfverfahren für Benzine mit der Peroxydzahl 3 richtige Werte liefert. (Anmerkung 2)

Die endgültige POZ wird dem nachstehenden Schaubild entnommen. Wurde die Probe vorher verdünnt, so wird für die gefundene Zahl erst der berichtigte Wert aus dem Schaubild abgelesen. Diese mit dem Verdünnungsgrad multipliziert ergibt die POZ.

Angabe:

Unter 10 auf 1 Dezimalstelle - 0,01 **866**
über 10 in ganzen Zahlen.

Beispiel:

Ein Benzin verbraucht in Verdünnung 1:10
(1 ccm Benzin mit 10 ccm Normalbenzin ver-
dünnt) 7,5 ccm n/100 Titanochlorid. Das ent-
spricht nach dem Schaubild einem Wert von 8,5
POZ des Benzins = 85

Anmerkung 1:

Veränderungen in der Konzentration der Rea-
genzien ändern die erhaltenen Ergebnisse. Die
Fehler haben 3 Ursachen:

1. werden gewisse Arten von Peroxyden durch
Ferroeisen katalytisch zersetzt. Im Falle
von Diäthylperoxyd haben *W i e l a n d*
& *G r o m e t s k a* gefunden, dass Ferro-
salz durch Bildung von Aethalkohol und
Acetaldehyd Zersetzung herbeiführt.
2. kann ein kleinerer Teil der Peroxyde nicht
durch Ferrosulfate reduziert werden. Wenn
ein Krackbenzin, das viel Peroxyde enthält,
mit alkoholischem Ferrochlorid reduziert
wird, bis ein Versuch mit Ferrosulfat kein
Peroxyd mehr anzeigt, zeigt ein Versuch von
M a r k s & M o r r e l s mit der Jod-
kaliummethode noch die Gegenwart von kleinen
Peroxydmengen an. Zersetzt man die Peroxyde
durch Erhitzen auf 150°C, bis der Ferro-
sulfatetest kein Peroxyd mehr anzeigt, ergibt
der Test von *Marks & Morrels* wieder eine po-
sitive Reaktion.
3. ist die Reduktion durch Schütteln während
einer Zeit von 5 Minuten nicht ganz voll-
ständig. Trotz dieser Nachteile gibt der Test
Werte, die relativ ausreichend genau sind, um
die Selbstoxydation der Benzine zu studieren;
und die aussergewöhnlich kurze Zeit, die für
einen Versuch beansprucht wird, macht ihn be-
sonders brauchbar.

Anmerkung 2:

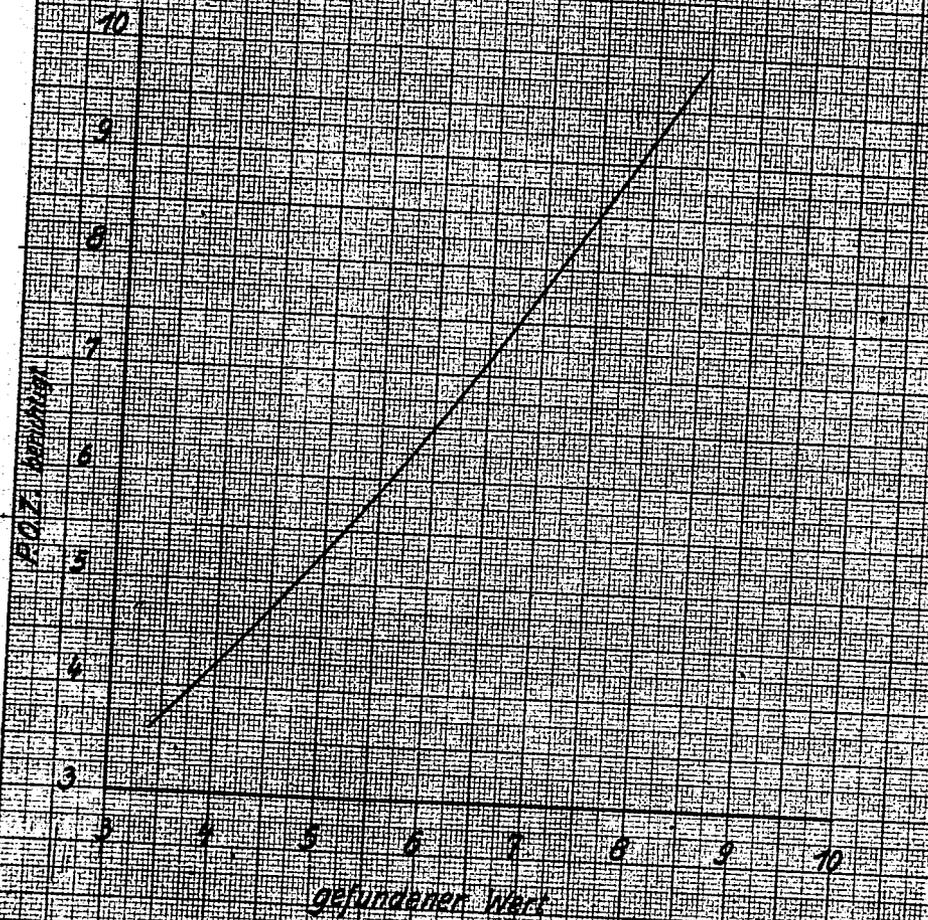
Die Berichtigung ist wie folgt ermittelt:

Ein peroxydreiches Benzin wird mit peroxydfreiem
Benzin gemischt, bis die POZ 3 erreicht hat. Die
Peroxydzahl des Originals kann dann durch ein-
fache Proportion errechnet werden. Dieser er-
rechnete Wert ist immer höher gefunden worden
als der Wert, der durch die direkte Bestimmung
der Peroxydzahl des Originals gefunden wurde.
Das Verhältnis der 2 Werte wird als Berichti-
gungsfaktor der einzelnen Peroxydzahlen der Ben-
zine benutzt. Auf diese Weise können durch Unter-
suchung einer grossen Anzahl von Benzinen mit
verschiedenen Peroxydzahlen die Faktoren der
ganzen Reihe der Peroxydzahlen gefunden werden.

Literatur:

- J.A.Youle und P.C.Wilson jr: Ind.Eng.Chem.23
(1931) 1254
und 24 (1932) 590
H.Koch u.Herb.Pohl: Brennstoff-Chemie 19 (1938)

Berichtigung der POZ



P e r o x y d e .

868

Prüfverfahren: Qualitativ.

Anwendung: Auf Benzine

Lösung: ca. 5%ige Jod-Kalium-Lösung, jeweils frisch zu bereiten.

Arbeitsweise: 10 bis 15 ccm des zu prüfenden Benzins werden mit etwa 2 ccm einer frisch bereiteten ca. 5%igen Jod-Kalium-Lösung 5 Minuten lang geschüttelt. Die Gegenwart von Peroxyden wird durch Ausscheiden von freiem Jod (Gelbwerden der wässrigen Lösung) angezeigt. Ist der Peroxydgehalt der Benzine nur gering, gibt man zweckmässig etwas Stärkelösung zu, so dass sich die wässrige Lösung blau färbt.

Prüfung von Leichtkraftstoffen

Säurewert

DIN

DVM 3678

869

Begriff

1. 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

2. 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 Metallteile angegriffen werden. Aus demselben Grunde muß der Gehalt an organischen Säuren in mäßigen Grenzen bleiben.

Maßeinheit

3. Kaliumhydroxyd in mg je 100 cm³ Kraftstoff bei 20°

Prüfverfahren

4. In einem enghalsigen Erlenmeyer-Kolben 200 DENOG 11 mit Rückflußkühler werden 50 cm³ Kraftstoff, abgemessen bei 20°, auf dem Wasserbade 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 alkoholischen Kaliumhydroxyd.

Zulässiger Prüffehler

5. $\pm 0,3$ mg

VERÖFFENTLICHUNGEN DES DEUTSCHEN NORMENAUSSCHUSSES

Über **vorbereitende Arbeiten** zur Normung im In- und Ausland sowie über ihren Abschluß wird laufend in den »DIN-Mitteilungen« (Zeitschrift Maschinenbau, VDI-Verlag) berichtet. (Die satzungsmäßigen Mitglieder des Deutschen Normenausschusses (DNA) erhalten die »Mitteilungen« kostenlos.)

Arbeitsergebnisse des DNA

- Normblätter (Format A 4)
- DIN-Taschenbücher (Format A 5, in Gruppen vereinigte Normblätter, verkleinert wiedergegeben)

Die Übersicht über alle Normungsgebiete und das Deutsche Normenwerk gibt das **Normblattverzeichnis** (Format A 5), das den Stand der Normung bei Herausgabe des Verzeichnisses zeigt und eine ausführliche Stichwortangabe enthält. Verkauf zu dem jeweils festgesetzten Preis.

Die Veröffentlichungen werden einzeln abgegeben. Dauerbezug ist zu empfehlen, weil Bestellarbeit gespart wird und die Bezieher über wichtige Neuerscheinungen laufend unterrichtet werden. Je nach Wahl kann sich der Dauerbezug auf sämtliche Veröffentlichungen, auf Einzelgruppen (z. B. Maschinenelemente, Baunormen) oder auf geschlossene Fachgebiete (z. B. Lokomotivbau, Elektrotechnik, Krankenwesen) erstrecken. Alles Nähere ist bei der Vertriebsstelle des DNA, dem Beuth-Vertrieb, Berlin SW 68, zu erfahren. Vom Beuth-Vertrieb werden in zwangloser Folge Benachrichtigungen „Neues aus dem Beuth-Vertrieb“ herausgegeben. Sie enthalten u. a. die Bekanntgabe der neu erschienenen und geänderten Normblätter. Diese Benachrichtigungen werden auf Anforderung kostenlos zugestellt.

ANWENDUNG DER VERÖFFENTLICHUNGEN

Normblätter sind Arbeitsmittel für Konstruktions- und Einkaufsbüros, für Lager und Werkstatt und sollten in einem zeitgemäßen Betrieb in genügender Anzahl vorhanden sein. Sie werden zweckmäßig in Mappen oder Ordnern nach einer auf die Organisation des betreffenden Betriebes zugeschnittenen Einteilung oder nach der Gruppengliederung des Normblattverzeichnisses eingeordnet.

DIN-Taschenbücher sind für den Handgebrauch bestimmt. Sie dienen als Nachschlagewerk, nicht aber als Unterlagen für Bestellung und Fertigung.

BESTELLUNG NACH NORMEN

Einsendung von Zeichnungen und Mustern erübrigt sich, wenn die auf den Normblättern ange deutete Bezeichnung sachgemäß gebildet und angewendet wird. Dabei sind alle Einzelheiten des Blattes, besonders auch die Fußnoten, genau zu beachten.

Um etwaige Mißverständnisse zu vermeiden, wird empfohlen, bei Bestellung und Auftragsbestätigung auch auf das Ausgabedatum des Normblattes hinzuweisen.

DEUTSCHER NORMENAUSSCHUSS EV
Berlin NW 7 Dorotheenstraße 40 • Anruf: 12 61 45

Siedeverhalten. 871

Prüfverfahren:

In Anlehnung an Din DVM 3672, Entwurf 2, (abgeändert)

Anwendung:

Auf Vergaserkraftstoffe und Dieselkraftstoffe.

Begriff:

Das Siedeverhalten gibt an, in welchem Temperaturbereich der Kraftstoff in den Dampfzustand übergeht.

Zweck:

Der Siedeverlauf kennzeichnet das Verhalten des Kraftstoffes beim Lagern (Lagerverlust), im Fahrzeugtank und im Vergaser (Verdampfung bei niederen und mittleren Temperaturen) und gibt bei Dk einen Anhalt für die richtige Zusammensetzung, evtl. auch für die Herkunft. Auf den Verbrennungsverlauf ermöglicht das Siedeverhalten nur gewisse Rückschlüsse.

Maßeinheit:

Raum $\%$ bei Grad Celsius.

Prüfgerät:

Wie Din-Entwurf 2, jedoch Anwendung eines auf 9 cm Eintauchtiefe korrigierten Engler-Thermometers.

Messbereich: 0-360°C.

Länge der Skala:

von 0 - 100°	55 ± 2 mm
" 0 - 360°	200 ± 10 "

Der Null-Teilstrich befindet sich 9 mm über dem Boden des Quecksilberfadens.

Die Temperaturangaben gelten für den bis zum Nullgrad-Teilstrich eintauchenden Quecksilberfaden. Es werden also wahre Temperaturen abgelesen, welche bei geeichten Thermometern gegebenenfalls nur um die im Prüfschein angegebenen Fehlerangaben zu berichtigen sind.

Werden für den täglichen Gebrauch ungeeichte Thermometer verwendet, so sind sie vor dem erstmaligen Gebrauch und dann in regelmäßigen Zeitabständen unter Beachtung der gleichen Eintauchtiefe von 9 cm mit geeichtem Thermometer zu überprüfen.

Der Siedekolben hat (in Abweichung von der Angabe im Din-Entwurf) einen Raum-Inhalt von etwa 135 cm³.

Als Messglas wird im allgemeinen das im Din-Entwurf 2 beschriebene verwendet.

In den Fällen, in denen Dieselkraftstoffe durch Wärmeausdehnung oder starkes Schäumen in den Kolbenhals steigen und damit die Durchführung der Destillation gefährden, ist die Siedeanalyse mit nur 80 cm³ der Probe in dem gleichen Kolben durchzuführen. Die ermittelten Destillat-Mengen sind auf 100 cm³ umzurechnen und die so erhaltenen Raumprozent in den Analysen-Berichten anzugeben. Die Umrechnung kann

erspart werden, wenn ein in 100/80.000 eingeteilter Messzylinder von gleicher Gesamthöhe wie im Din-Entwurf verwendet wird.

Arbeitsweise:

Wie im Din-Entwurf² angegeben.

Angabe:

Auf halbe Procente, bzw. auf halbe Temperaturgrade.

Bei Raumprozenten ist stets der Destillationsverlust mit einzubeziehen.

Prüffehler:

± 1 Raum-%.

Anmerkung:

Wurde die Siede-Analyse mit 80.000 durchgeführt, so ist im Untersuchungsbericht ein entsprechender Hinweis zu machen.

Begriff

1. Der Siedeverlauf gibt an, in welchem Temperaturbereich der Kraftstoff in den Dampfszustand übergeht.

Zweck der Prüfung

2. Der Siedeverlauf kennzeichnet das Verhalten des Kraftstoffes beim Lagern (Lagerverlust), im Fahrzeugtank und im Vergaser (Verdampfung bei niederen und mittleren Temperaturen), ermöglicht aber nur gewisse Rückschlüsse auf den Brennungsverlauf.

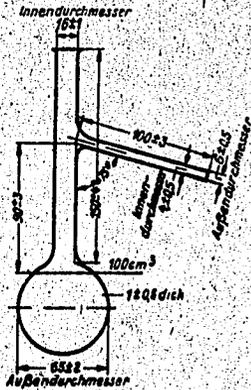


Abb. 1

Maßeinheit

3. Raum-% je Grad Celsius.

Prüfgerät

Kolben

4. Als Siedekolben wird ein Engler-Kolben nach Abb. 1 von etwa 100 cm³ Rauminhalt verwendet. Der Ansatz des Ableitungsrohres soll 90 ± 3 mm über dem Flüssigkeitspiegel sein, wenn der Kolben mit 100 cm³ gefüllt ist.

Kühler

5. Der Kühler (siehe Abb. 2) besteht aus einem nahtlosen Messingrohr von 14 mm Außendurchmesser, 1 mm Wanddicke und 560 mm Länge. Das Rohr bildet einen Winkel

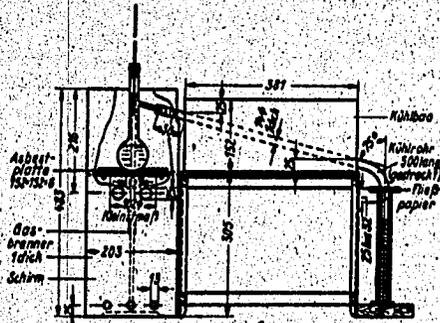


Abb. 2: Einrichtung zur Prüfung des Siedeverhaltens

von 75° mit der Senkrechten und wird von einem Kühlbad von 801 mm Länge, etwa 102 mm Breite und 162 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 Ableitungsrohr 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 Laboratoriumsbanart mit 102 mm oder größerem Durchmesser auszuführen und befindet sich auf einem Ständer innerhalb des Schirmes. Es sind 2 Asbestplatten vorhanden. Die eine in den Abmessungen 152×152×6 mm mit einem Loch von 32 mm Durchmesser¹⁾ 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 den 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 Schirmes 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 emailliertem Rücken, am oberen Ende mit einem Glasring 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 emaillierten Rückens): 10 bis 15 mm.

Durchmesser (mit Ringlehre gemessen): 5 bis 6 mm.

Teilung: Alle Linien, Zahlen und Buchstaben klar und deutlich eingeschnitten. Teilstriche für je 1°; Teilstrich für 0° und jeder Teilstrich für Vielfache von 5° länger als die übrigen. Teilung beschriftet 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 35 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 Kraftstoffe²⁾.

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 geeicht werden.

Prüfung auf Beständigkeit der Anzeigegenauigkeit: Nach Erwärmung auf 280° 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 cm³ versehen; die Teilung soll zwischen 178 und 203 mm hoch sein; hieraus ergibt sich ein Innendurchmesser des Meßglases von etwa 25 mm. Teilstriche sind für je 1 cm³ vorgesehen, jeder fünfte Teilstrich ist länger als die übrigen, jeder zehnte Teilstrich ist, von unten nach oben steigend, beschriftet. Der Teilungsfehler soll an keiner Stelle der Teilung 1 cm³ 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° gehalten werden, bei benzolhaltigen Kraftstoffen auf +10° ± 2°.

b) Das Kühlrohr soll zur Entfernung etwaiger von früheren Prüfungen verbliebener Flüssigkeiten mit einem weichen Tuch ausgewischt werden, das mit einem Bindfaden oder Kupferdraht durch das Kühlrohr gezogen wird.

c) 100 cm³ des zu prüfenden Kraftstoffes sollen im Meßglas bei 13° bis 16° abgemessen und unmittelbar in den Engler-Kolben gebracht werden. Von der Kraftstoffprobe darf nichts in das Ableitungsrohr fließen.

d) Das Thermometer³⁾ wird mit einem Korken dicht in den Kolben eingesetzt, 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 Ableitungsrohres an seiner Verbindungsstelle mit dem Hals des Kolbens. Bei Einsetzen in den

¹⁾ Bei Verdampfung von Kraftstoffen mit einem Siedepunkt über 245° soll das Loch in der Asbestplatte 38 mm Durchmesser haben.

²⁾ Der Teilungsfehler des Thermometers für hochsiedende Kraftstoffe gilt nur für 0° bis 370°. Unter gewissen Umständen ist auch 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 Bereich des Glases. Es ist daher nicht zweckmäßig, dieses Thermometer bei höheren Temperaturen als 371° zu verwenden, ohne daß der Schmelzpunkt nachgeprüft wird.

³⁾ Für Kraftstoffe mit Siedepunkten bis zu 250° oder Siedepunkten 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 152x152 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 gedient 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 Filzspanner 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 Kühler fällt. Das Thermometer im Kolben soll 2 min nach Anstellen der Heizung abgelesen und die Anzeige als "Berichtigungs-temperatur" vermerkt werden. Diese Zahl hat nur dann Bedeutung, wenn der Siedebeginn genau bestimmt werden soll¹⁾.

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 Wärmezufuhr 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 Quecksilbersäule des Thermometers einen Teilstrich erreicht, der ein Vielfaches von 10° bezeichnet, somit bei 30°, 40°, 60°, 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 eines gegebenen Gütevorschrift genügt, so sollen alle notwendigen Beobachtungen gemacht und vermerkt werden, gleichgültig, ob solche zu den vom betreffenden Laboratorium üblicherweise vorgenommenen Prüfungen gehören.

Die Wärmezufuhr 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 Wärmezufuhr 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, des im Meßzylinder aufgefundenen 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.

Genauigkeit

Bei sorgfältiger Ausführung und Beachtung der Einzelheiten dürfen die Ergebnisse von wiederholten Bestimmungen des Siedebeginns und Siedendes 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 Teilstriichen vorgenommen, so sollen die Temperaturunterschiede höchstens Werte entsprechend 3 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 Streitfall vorgenommen werden. In solchen Fällen sollen die Temperaturpunkte auf 760 mm QS nach folgender Formel umgerechnet werden:

$$C_c = 0,00018 \cdot (760 - P) / (273 + t_c)$$

worin C_c die zu beobachtete Temperatur t_c zuzuschlagende Berichtigung und P den Barometerstand in Millimeter QS bedeuten.

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

Temperaturbereich	Berichtigung ¹⁾ 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°

¹⁾ 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 Ausarbeitung eines ganzen Verfahrens zur Berücksichtigung dieser unvermeidlichen Unterschiede im Verfahren hat sich nicht als nützlich erwiesen. Die praktische Bedeutung des Siedebeginns ist nicht so wesentlich, daß die die Vorschriften bestimmter Zimmertemperaturen bei Ausführung der Versuche rechtfertigen könnte. Nachstehende Richtlinien werden als Hilfsmittel zur Bewältigung gewisser Schwierigkeiten angenommen, die sich aus der Gefflogenheit ergeben, die Grenzen des Siedebeginns in Gütevorschriften für Kraftstoffe einzuschließen. Die Grenzen des Siedebeginns sind Berichtigungsstemperatur unter 210 oder über 370, so kann der beobachtete Siedebeginn, sofern er nie tiefer als 60° ist, als ungenau um einen Wert betrachtet werden, der mindestens 1/10 des Unterschiedes zwischen der Berichtigungsstemperatur und 24° ausmacht. Bei Schlussvermerken ist der Siedebeginn nach der folgenden Formel zu berichtigen:

$$\text{Berichtigungsstemperatur (°C)} - 24$$

Denominator Siedebeginn
 Neben alle berichtigten Werte innerhalb der vorgeschriebenen Grenzen, so soll der betreffende Kraftstoff als abnormmäßig gelten. Andernfalls soll, wenn möglich, eine Variationszahl getroffen werden, daß eine Prüfung des Siedeverhaltens bei Zimmertemperatur zwischen 81° und 97° ausgeführt wird.

²⁾ Zusätzen, wenn der Barometerstand niedriger als 760 mm, abzulesen, wenn er höher als 760 mm war.

Prüfverfahren: Ausschüttelung
Anwendung: Auf sprithaltige Vergaserkraftstoffe.
Begriff: Unter Spritgehalt versteht man den Gehalt an Kraftspiritus (Motorenäthanol, auch im Gemisch mit Methanol oder/und höheren Alkoholen).

Maßeinheit: Gewichts-%

Lösung: 50%ige wässrige Chlorcalcium-Lösung

Arbeitsweise: In einem vorher austarierten Tropftrichter werden 100 g des sprithaltigen Kraftstoffes eingewogen. Es wird dann die doppelte Menge Chlorcalcium-Lösung zugegeben und kräftig geschüttelt. Der Alkoholanteil wird nach Absitzenlassen mit der wässrigen Chlorcalcium-Lösung abgelassen und der wasserunlösliche Rest zurückgewogen. Die in dem Scheidetrichter zurückbleibenden Wasserspuren werden bei mehreren Bestimmungen ermittelt und entsprechend berücksichtigt.

Angabe: Auf 1/10 Gew.% - 0,1

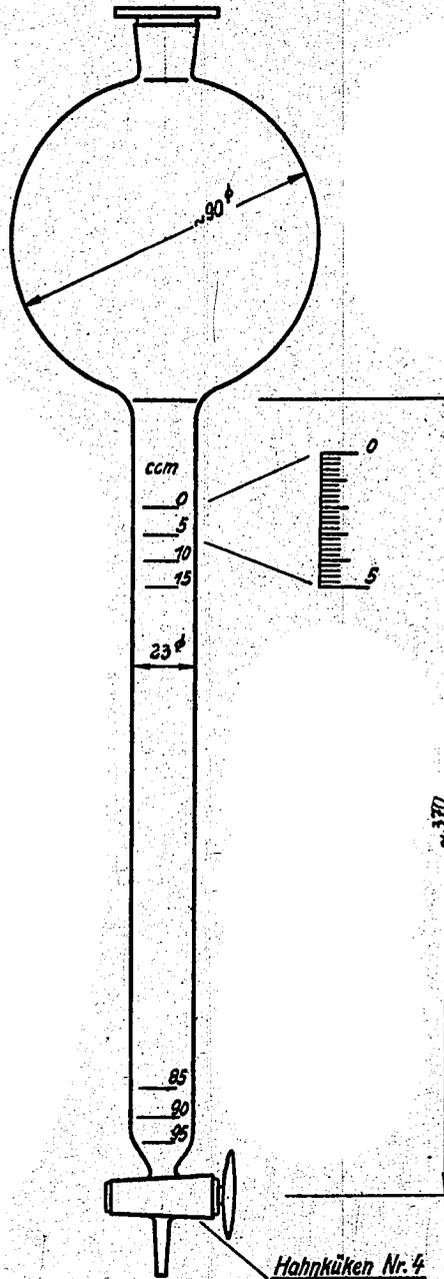
Anmerkung: Im allgemeinen genügt die Ermittlung der Raumprozentage durch Ausschütteln mit Wasser. Hierzu eignet sich gut die abgebildete Schüttelburette (Modell Olex), wobei wie folgt gearbeitet wird:

In die abgebildete Schüttelburette (Modell Olex) werden 100 ccm Kraftstoff, also genau bis zur Null-Marke, eingefüllt. Danach werden 100 - 150 ccm Wasser, welches mit 1-2 Tropfen verdünnter Schwefelsäure¹⁾ versetzt wird, hinzugegeben und der Inhalt der Burette kräftig etwa 1/2 Minute lang durchgeschüttelt. Dann lässt man absitzen, bis eine klare Trennung eingetreten ist. Die untere wässrig-alkoholische Schicht wird abgelassen. An der Burette ist dann die Volumenabnahme des Kraftstoffes abzulesen.

1) Das Wasser wird deshalb mit 1-2 Tropfen verdünnter Schwefelsäure angesäuert, um ein besseres Abfließen des Wassers an der Glaswand zu erzielen.

Angabe: auf 2/10 Gew.% - 0,2

Schüttelbürette zur Alkoholbestimmung (Modell-Olex)



- Prüfverfahren:** Nach Kettwinkel/Phosphorpentoxyd-Schwefelsäure.
- Begriff:** Der Anteil, der von dem betreffenden Kraftstoff bei Behandlung mit konzentrierter Schwefelsäure bestimmter Zusammensetzung in Lösung geht (Aromaten und ungesättigte KW-stoffe).
- Zweck:** Ermittlung des Gehaltes an Aromaten und Olefinen, gegebenenfalls deren Entfernung. Bei rein paraffinischem Benzin (z.B. aus der Fischer-Tropsch-Synthese) gibt die Sulfurierungszahl den Olefingehalt an.
- Anwendung:** Auf spritfreie Vergaserkraftstoffe.
- Maßeinheit:** Raum%
- Prüfgerät:** Ein Meßrohr mit je einer Glaskugel an beiden Enden. Die untere Kugel fasst bis zur untersten Marke des zylindrischen Teiles (Null-Marke) genau 50 ccm. Der zylindrische Teil ist in 1/10 ccm geteilt und fasst 15 ccm. Die obere Kugel fasst etwa 100 ccm.
Ausser dem vorgeschriebenen Maßrohr kann auch eine in 1/10 ccm geteilte 50 ccm-Eggerts-Röhre oder das beiliegend abgebildete Spezialröhrchen für die Zentrifuge verwendet werden.
- Reagenz:** Phosphorpentoxyd-Schwefelsäure;
300 g P_2O_5 werden in 1 ltr. konzentrierter Schwefelsäure ($\gamma = 1,840$) gelöst. Vorsicht wegen starker Erhitzung bei der Auflösung! Die fertige Säure ist stark hygroskopisch und muss zur Erreichung reproduzierbarer Ergebnisse absolut vor Luft geschützt aufbewahrt werden.
- Arbeitsweise:** In ein trockenes und sauberes Meßrohr werden 30 ccm Phosphorschwefelsäure (Anmerkung 1) eingefüllt und ca. 5 Minuten absitzen lassen. Hier-nach wird der Stand der Säure genau abgelesen und die Säure mit 10 ccm der zu untersuchenden Probe überschichtet. Nach sorgfältigem Verschluss wird der Säurestand überprüft, der Benzinstand abgelesen und das Reaktionsgefäß zunächst vor-sichtig geschüttelt. Dabei muss sorgfältig gekühlt werden, u.U. in Eiswasser, besonders wenn die Reaktionswärme über Handwärme (ca 40°) hinaus ansteigt. Nach Abklingen der Hauptreaktion wird an freier Luft bis 5 Minuten lang kräftig weiter geschüttelt, um die Reaktion bis zum Ende durch-zuführen.
War die Reaktionswärme ziemlich stark, so dass mehr als ein mittlerer Gehalt an reaktionsfä-higen Bestandteilen zu erwarten ist, so muss die Untersuchung nach Verdünnung mit Normal-Benzin (1:1) durchgeführt werden. Von dem Normal-Benzin muss die Sulfurierungszahl bekannt sein (Anmer-kung 2). Verdünnung mit Normal-Benzin ist evtl. erforderlich bei
b.w.

Gemisch-Bo und anderen benzolhaltigen VKK
Synthesebenzinen
Spaltbenzin.

Nach 5 Minuten Schütteln ist das Gemisch er-
kaltet. Dann lässt man absitzen. Nach 1/2
Stunde kann die Benzinabnahme festgestellt wer-
den, und zwar aus der Veränderung von Säure-
und Benzinstand.

Das Schütteln nach Abklingen der Hauptreaktion
kann auch in einer geeigneten Schüttelmaschine
(Anmerkung 3) mit Wasserkühlung vorgenommen
werden. Hierbei bedient man sich des Spezial-
rührchens für die Zentrifuge. Nach Beendigung
des Schüttelns wird das Reaktionsgefäß in
einer Zentrifuge geschleudert, bis sich die
Schwefelsäure vom Restbenzin getrennt hat. Die
Dauer des Schüttelns ist von der Umdrehungszahl
der Zentrifuge und dem Olefingehalt abhängig;
sie wird im Mittel 10 bis 15 Minuten betragen
müssen.

Angabe:

Auf eine Dezimalstelle - 0,1.

Beispiel:

Für eine mittlere Sulfurierungszahl, bei Ver-
dünnung mit Normal-Benzin:

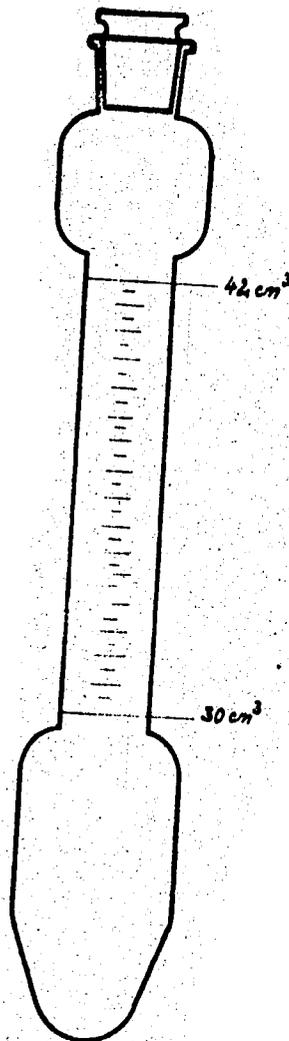
Benzinstand vorher	40,2
" nachher	<u>39,6</u>
Abnahme des Benzinstan- des	0,6
Säurebestand nach dem Schütteln	31,6
Säurebestand vor dem Schütteln	<u>30,2</u>
Zunahme des Säurestandes	1,4
Abnahme des Benzinstand.	<u>0,6</u>
Benzinabnahme	2,0
Anteil der 5 com Normal- B1	<u>0,15</u>
Abnahme der 5 com-Probe	1,85
Sulfurierungszahl = $1,85 \times \frac{100}{5}$	= 37.

Anmerkungen:

- 1) Die Menge ist ziemlich genau einzuhalten!
Es kommt genau auf das Verhältnis Benzin
zu Säure an.
- 2) Blindversuch von jedem frischen Normal-
Benzin; 10 com mit 30 com Säure.
- 3) Lieferer: Fa. Haage, Mülheim/Ruhr.

Literatur:

Brennstoff-Chemie 8 (1937) 353
Bandte: Erdöl und Teer IV (1928) 107, 131.



Maßstab 1:1

Olefinröhrchen für Zentrifuge.

Zentrifuge für Mineralöl

19. 10. 1941

1. Okt. 1941

Schwefel.

Prüfverfahren:	Verbrennung in der Calprimeterbombe in Anlehnung an Din DVM 3716 (Heizwert).
Anwendung:	Auf Dieselkraftstoffe und Vergaserkraftstoffe bei einem Schwefelgehalt von mehr als 0,1%.
Maßeinheit:	Gew.%
Prüfgerät:	Berthelot-Mahler-Bombe neuerer Bauart. Vgl. Beschreibung im Din-Blatt DVM 3716.
Arbeitsweise:	Nach der im Normblatt gegebenen Vorschrift. Dabei sind folgende Punkte nach Erkenntnissen und Vorschlägen der Chem. Techn. Reichsanstalt besonders zu beachten bzw. etwas abweichend:

- 1) Einwaage: Diese darf wegen der Explosionsgefahr nicht mehr als 1 g betragen. Andererseits soll sie möglichst so gross sein, dass mindestens 10 mg BaSO₄ zur Wägung gelangen, also z.B. 0,7 g Dk bei 0,2% S-Gehalt.

Vor der Regelung des Drucks ist die Bombe mit 20 ccm destilliertem Wasser zur Absorption der sauren Verbrennungsgase zu beschicken. Die in der Bombe befindliche Luft muss möglichst vollständig durch Sauerstoff ersetzt werden, damit Sauerstoff im Überfluss vorhanden ist. Nur so ist die Gewähr für völlige Verbrennung gegeben.

- 2) Der Sauerstoffdruck wird zweckmässig für leicht verbrennliche Stoffe (Dk und Vk) niedriger bemessen als bei schweren Stoffen (Schmieröl 20 at) üblich. Bei Dk z.B. 18 at.
- 3) Der Zünddraht wird nicht durch den Kraftstoff selbst, sondern lediglich durch den oberen Teil der Gelatine-Kapsel geführt und somit die Verbrennungswelle senkrecht von oben nach unten geleitet.
- 4) Der Quarztiegel wird so hoch angefertigt, dass die Kapsel vollkommen aufgenommen wird und nicht wie früher mit dem oberen Teil über dem Aussenrand hinausragt. Dadurch können feste Bestandteile der Hülse, bzw. unvollkommen verbrannter Kraftstoff nicht herausgeschleudert werden; die gesamte organische Substanz verbrennt vollständig.

Die Maße des neuen Quarzkolbens sind:

Höhe.....	30 mm
Ausserer Durchmesser.....	22 "
Innerer.....	18 "
Wandstärke also.....	2 "

Im Abstand..... 21 " vom Boden sind kleine seitliche Haken angebracht, die als Aufsatzflächen für den Ring dienen.

b.w.

- 5) Auswertung der Verbrennung für den Schwefelgehalt: Nach Öffnen des Ventils derart, dass der Druck langsam (mindestens eine Minute) auf 1 at abfällt und anschließendem Öffnen der Bombe, wird der Inhalt unter Nachwaschen aller Teile mit destilliertem Wasser in ein Becherglas gespült. Die vereinigten filtrierten wässrigen Lösungen (einschl. der Waschwässer höchstens 350 ccm) werden zusammen von 2 ccm Salzsäure und 10 ccm gesättigten Bromwassers auf dem Wasserbad auf 75 ccm eingedampft. Hierauf wird die Schwefelsäure in der üblichen Weise durch Füllen mit Bariumchlorid bestimmt.

Angabe:

Auf 2 Dezimalstellen - 0,01

Literatur:

Hölde, 7. Aufl. (1933) S. 103

Prüfverfahren:	Nach Grote und Krekeler.
Anwendung:	Auf Dieselkraftstoffe und Vergaserkraftstoffe.
Zweck:	Im Kraftstoff enthaltener Schwefel wird bei der motorischen Verbrennung zu SO_2 bzw. SO_3 oxydiert, welche im Verbrennungsraum Korrosionen hervorrufen. Weiterhin ist die Bestimmung des Schwefelgehaltes aus hygienischen Gründen von Wichtigkeit wegen der Verbrennungsprodukte in den Auspuffgasen.
Maßeinheit:	Gew. %
Lösungen und Reagenzien:	<u>3%ige H_2O_2-Lösung als Absorptionsflüssigkeit</u> Für titrimetrische Bestimmung muss H_2O_2 säurefrei sein (z.B. aus säurefreiem Perhydrol von Merck. Diese säurefreie 3%ige Lösung ist nicht haltbar und soll nicht älter als 14 Tage sein!) <u>1/16-n Na_2CO_3-Lösung</u> (z.B. aus Fixanallösung von Haen. Die konzentrierte Na_2CO_3 -Lösung in Ampullen hat gegenüber Kalilauge den Vorteil, sich nicht durch Angriff in ihrer Konzentration zu ändern!)
Prüfgerät:	Die Prüfeinrichtung (Abb. 1) besteht aus einem mit Gas auf eine Strecke von etwa 80 mm beheizten Quarzrohr und einer angeschliffenen Absorptionsvorlage. Das Quarzrohr (300 mm Länge, 17 mm lichte Weite) ist etwa in der Mitte mit 3 eingeschmolzenen Einsätzen versehen, einer durchlochten Klarquarzplatte (a) und zwei Quarzfilterplatten (b) und (c). Die Klarquarzplatte (a) dient dazu, die brennbaren Dämpfe mit der Luft gut zu mischen, sowie ein etwaiges Weiterlaufen flüssigen, noch nicht verdampften Kraftstoffes zur ersten Filterplatte (b) hin zu vermeiden. Letztere soll ein Zurückschlagen der sich hinter ihr entzündenden Flamme verhindern. Filterplatte (c) hält den bei unvorsichtigem Verbrennen infolge Sauerstoffmangels etwa vorübergehend gebildeten Russ zurück. Das Quarzrohr ist in einem einfachen Gestell mit ganz geringem Gefälle in Richtung des Luftstromes gelagert. Das Gestell trägt ausserdem verschiebbar auf zwei Schienen ein mit Asbest ausgekleidetes Gehäuse, innerhalb dessen die Beheizung des Quarzrohres zwischen den Filterplatten (b) und (c) erfolgt. Die <u>Absorptionsvorlage</u> enthält eine dicke, feinsporige Glasfilterplatte, die zum Teil mit Glaskugeln gefüllt ist. Die in die Vorlage hineinzugehenden 50 ccm Absorptionsflüssigkeit werden etwa bis zur Hälfte auf diese beiden Räume verteilt. Im unteren Raum findet die Hydratisierung des in den Verbrennungsgasen enthaltenen Schwefeltrioxyds statt. Dieses wird alsdann in der Filterplatte aggregiert. In der über dieser stehenden Flüssigkeit erfolgt die Absorption der letzten Reste von sauren Bestandteilen.

Um, besonders bei Kraftstoffen mit höherem S-Gehalt, ganz sicher zu gehen, wird an die Vorlage noch eine Gasflasche angeschlossen, die ebenfalls mit 3%iger H_2O_2 -Lösung gefüllt ist.

Zum Schluss wird mittels *w e i d h e n* Vakuumschlauches eine Luftpumpe angeschlossen, mit deren Hilfe die zur Verbrennung der Kraftstoffprobe benötigte Luft durch die ganze Einrichtung gesaugt wird. Die Klemmschraube (e) dient zur Regelung des Verbrennungsluftstromes bei gleichmässig weiterlaufender Pumpe. Bei Verwendung einer Wasserstrahlpumpe ist die Zwischenschaltung einer Wulff'schen Flasche und - zwischen dieser und der Pumpe - eines kleinen Gasrückschlagventils erforderlich, um ein Zurücklaufen von Wasser beim Drosseln des Verbrennungsluftstromes zu verhindern.

Die Verbrennungsluft strömt zuvor durch eine Waschflasche mit Kalilauge und eine trockene, mit Glaswolle gefüllte Waschflasche, die über ein besonderes Luftzuführungsrohr (Abb. 2) mittels dessen Normalschliff mit dem Verbrennungsrohr verbunden ist.

Das Luftzuführungsrohr für die Verdampfung vor dem Verbrennungsrohr (Abb. 2b für VK und Benzinhaltige DK) ist so ausgeführt, dass der Luftstrom regelbar geteilt wird, und zwar geht die Hauptmenge der für die Verbrennung erforderlichen Luft direkt in das Verbrennungsrohr, während der andere Luftstrom durch das Verdampfungsgefäss geführt wird. Dieses ist ein zylindrisches, am Boden schwach kugelig ausgebildetes Quarzgefäss mit Normalschliff für die Verbindung mit dem Luftzuführungsrohr. Das Einwiegen der Kraftstoffprobe erfolgt direkt in dem Verdampfungsgefäss, welches zu diesem Zweck mit einem passend eingeschliffenen Deckel versehen werden kann. Das in das Verdampfungsgefäss hineinragende Luftpfeilerrohr soll fast bis zum Boden des Gefässes reichen, damit der grösste Teil der Probe allein mittels der durchströmenden Luft verdampft werden kann.

Für die Verdampfung im Verbrennungsrohr (für normale und nicht mit Benzin vermischte Dieselkraftstoffe) ist ein einfaches Luftzuführungsrohr (Abb. 2a) ebenfalls mit Normalschliff vorgesehen. In diesem Fall wird die Probe in einem Porzellanschiffchen eingewogen, das in das Verbrennungsrohr hineingeschoben wird, und zwar bis auf 1-3 cm Entfernung von der durchlochten Quarzplatte (a).

Zur Sicherung aller mit Normalschliff verbundenen Teile gegeneinander sind jeweils beiderseits kleine Oesen angebracht, die mit Federn verbunden werden können.

Zur Einwaage von Dk dient ein Schiffchen Nr. 0,4360 der Staatlichen Porzellanmanufaktur, Berlin.
Hersteller des gesamten verbesserten Gerätes: Fa. Müller & Co., Berlin N 4, Elsässerstr. 37.

Arbeitsweise:

Zunächst ist der Brenner unter der Mitte des Quarzrohres zu entzünden, wobei darauf zu achten ist, dass nur der Raum, der hinter der ersten Quarzfilterplatte (b) liegt, beheizt werden darf. Dann ist die Vakuumpumpe bei geschlossener Klemmschraube am Schlauch hinter der Absorptionsvorlage anzustellen.

Die Verbrennung geht wie folgt vor sich: Sobald das Quarzrohr zwischen den Filterplatten (b) und (c) rotglühend geworden ist, wird die Klemmschraube (e) hinter der Absorptionsvorlage langsam etwas geöffnet, bis durch die Luftwaschflasche und durch die Absorptionsvorlage einzelne Luftblasen (etwa 3 in der Sekunde) durchperlen. Mit allmählich eintretender Verdampfung der Kraftstoffprobe wird nun bald auf der Rückseite der ersten Quarzfilterplatte (b) ein blaues Flämmchen auftreten. Sobald es grösser wird, muss durch allmähliches Öffnen der Klemmschraube (e) der Luftstrom derartig gesteigert werden, dass vollkommen ruffreies Verbrennen stattfindet. Dabei müssen die letzten hochsiedenden Anteile aus dem Verdampfungsgefäss durch vorsichtiges Fächeln mit dem Bunsenbrenner vertrieben werden. Im Falle der Anwendung eines Porzellan-schiffchens zur Verdampfung der Probe wird dasselbe mit ganz kleiner Bunsenflamme, am vorderen Ende beginnend, beheizt.

Die Verbrennung, deren Dauer 5 bis 10 Minuten beträgt, endet, indem mittels Klemmschraube (e) der Verbrennungsluftstrom langsam wieder bis auf wenige Luftblasen gedrosselt wird, während gleichzeitig etwaige Niederschläge zwischen Schiffchen und erster Filterplatte vorsichtig mit einem Brenner verdampft werden. Schliesslich wird das Quarzrohr hinter der zweiten Filterplatte (c) bis zum Schliff hin durch Fächeln mit einer Flamme ziemlich kräftig erwärmt, damit die geringe SO_3 -Haut, die sich auf der Innenoberfläche des Quarzrohres niederschlägt, in die Absorptionsvorlage hinübergetrieben wird.

Die Prüfung wird beendet, indem nach Abstellen der Pumpe die Absorptionsvorlage und die Gasflasche entleert und zweimal mit destilliertem Wasser gut ausgespült wird. Das Entleeren und Spülen der Vorlage gelingt leicht, wenn abwechselnd an den einen oder anderen Schenkel ein kleines Gummi- oder Metallgebläse angesetzt

b.w.

und mit dessen Druck die Flüssigkeit durch die Filterplatte hindurchgedrückt wird.

Der Gehalt der so gewonnenen Lösung wird gravimetrisch oder durch Titration bestimmt.

- a) gravimetrisch als Ba-SO_4 (bei Schiedsanalyse)
- b) titrimetrisch mit $1/16$ normaler Na_2CO_3 -Lösung.

Die Genauigkeit des Titrierens kann durch Verwendung von in $1/20$ ccm geteilten Büretten, möglichst auch mit Nullpunkteinstellung, erhöht werden. Als Indikator dient Methylorange.

Berechnung:

1 ccm Na_2CO_3 -Lösung entspricht 0,001 g Schwefel.

Angabe:

Auf 2 Dezimalstellen = 0,01

Anmerkung:

Nach erfolgter Verdampfung können alle Teile, da sie aus Quarz gefertigt sind, gut ausgeglüht werden.

Literatur:

Bauvorschriften für Flugmotoren, Ausgabe April 38, S.28.

Holde, 7. Aufl. (1933) 102 (weniger vollkommen beschrieben).

Ergänzung: Änderungen und Ergänzungen nach Vorschlägen der Chem.-Techn.Reichsanstalt, Berlin.

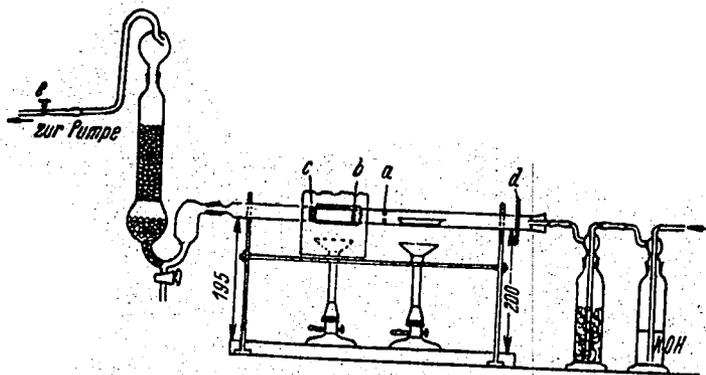
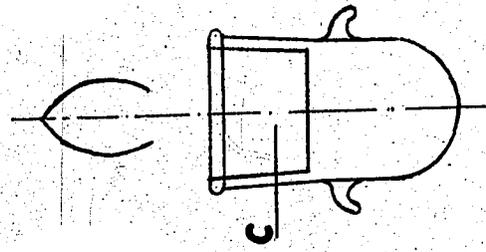
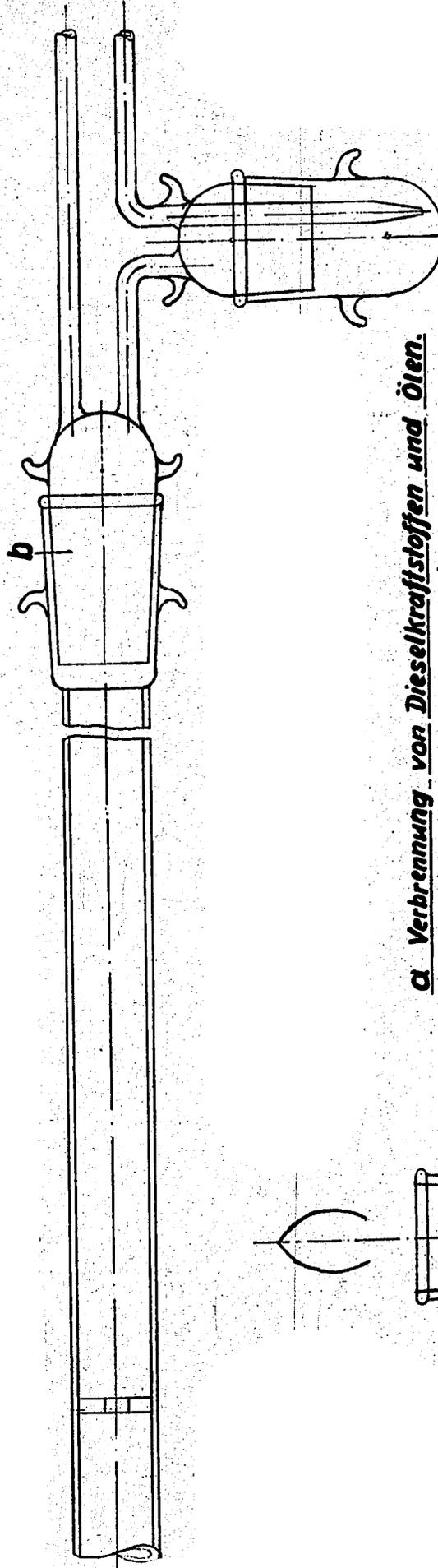
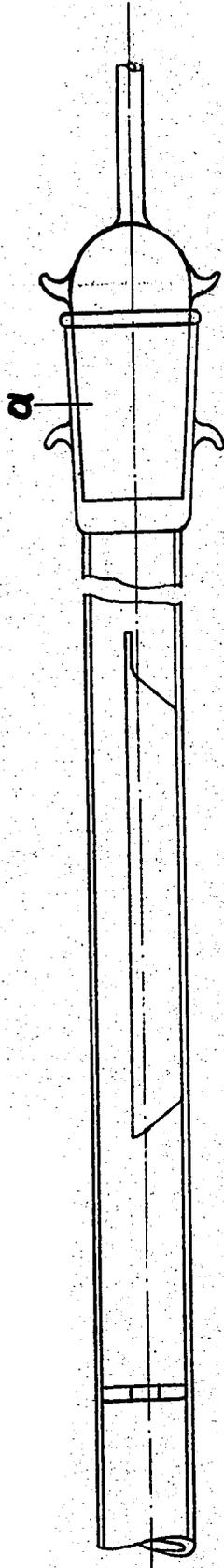


Abb. 1 Prüfeinrichtung zur Bestimmung des Schwefelgehaltes

- a) Klarquarzplatte
- b) Quarzfilterplatten
- c) Klemmschraube
- d) Asbestplatte

Abbildung 2

886



a Verbrennung von Dieselmotoren und Ölen.

b Verbrennung von Leichtkraftstoffen.

c Einwaagegefäß mit Deckel.

Maßstab 1:1

Prüfung von Schmierstoffen

Stockpunkt

DIN

887

DVM 3662

Copyright by Elsevier
Vertriebsstelle des Deutschen Normenausschusses - Anschrift: Elsevier, Berlin NW 7, Reichensucherstr. 49
Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des Deutschen Normenausschusses gestattet

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 Isollerölen bei Abkühlung auf tiefere Temperaturen geben.
- 3 Die Maßeinheit ist °C.

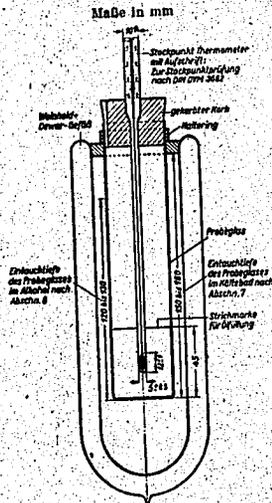
Prüfverfahren

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 hinunterfließt. 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 Probeglasses steht. Da bei dieser Stellung seine Wandungen überall gleich weit von den Wandungen des Probeglasses entfernt sind, wird ein gleichmäßiges Vordringen der Abkühlung zum Thermometergefäß erreicht. Das Probeglas mit dem Öl wird in einem Wasserbade von 19 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



1) Isolierröle werden zuvor über getrocknete Filterpapierschicht gefüllt.

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 1/30 des Gefäßinhalts 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 unstatthaft. 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 tief²⁾ nacheinander in Kältebäder von 0°, -5°, -10° und -20°C gebracht³⁾. Es wird stets dann in das nächst kältere Bad gebracht, wenn das Thermometer nur mehr 3° höher als die Badtemperatur anzeigt. Unterhalb -20°C wird nach Abschnitt 8 weitergeköhlt.

b) gleichmäßig fortschreitende Abkühlung

Das Probeglas wird senkrecht 15 bis 16 cm tief²⁾ in ein passendes Weinhold-Dewar-Gefäß gebracht, das bis mindestens 12 cm über dem Boden des Probeglasses mit Alkohol gefüllt ist, der unter dauerndem Rühren durch Zugabe fester Kohlensäure langsam abgekühlt wird; dabei soll der Unterschied zwischen der Anzeige des Thermometers im Alkohol und desjenigen im Öl 5 bis 6°C betragen. Man soll so eine Abkühlungsgeschwindigkeit von etwa 1 Grad in 3/4 bis 4 Minuten erreichen.

Endbeobachtung

Nach je 2° Temperaturabnahme des Öles wird das Probeglas herausgenommen und geneigt. Die Temperatur, bei der sich beim Neigen unmittelbar am Thermometer kein Wulst mehr bildet und auch anschließend bei waagrecht gehaltenem Probeglas während 10 Sekunden keine Bewegung des Öles beobachtet wird, gilt als Stockpunkt. Bewegungen des Thermometers und Erschütte-

2) Die oben angegebenen Temperaturstufen können beispielsweise erreicht werden bei 0° mit Eis; bei -5°C mit einem gekühlten Gemisch von 13 g Kaliumnitrat und 3,5 g Kochsalz in 100 Teilen Wasser; bei -10°C mit einer gekühlten Salzlösung von 22,5 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.

Deutscher Verband für die Materialprüfungen der Technik

Prüfung von Schmierstoffen

Stockpunkt

DIN
DVM 3662

888

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.

Prüffehler
± 2°C.

Toleranz

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

Prüfung von Schmierstoffen

Probenahme	siehe DIN DVM 3651	Asehegehalt	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	Hartasphalt	siehe DIN DVM 3660
Zähigkeit (Viskosität)	siehe DIN DVM 3655	Flammpunkt im offenen Tiegel	siehe DIN DVM 3661
Wassergehalt	siehe DIN DVM 3656		

Prüfung von Heizölen und Dieselkraftstoffen Verkokung nach Conradson

DIN
ENTWURF 2
DVM 8706

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 Dieselkraftstoffen 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) Méker-Brenner,
- h) Drahtbrücke (als Maß für Flammenhöhe),
) Dreifuß.

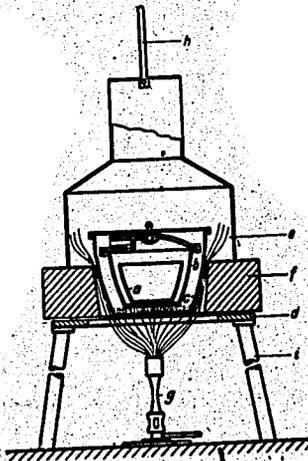


Abb. 1.

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, 59 ± 1 mm Höhe und $1 \pm 0,1$ mm Wandstärke. Auf den Boden ist eine so dicke Schicht trockenen 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 eingebnet.

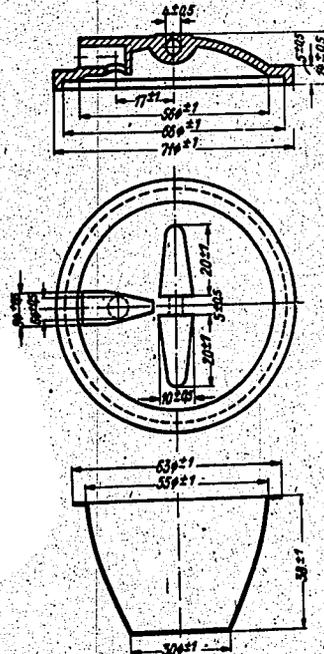


Abb. 2.

Zu d) Ein Chromnickeldraht-Dreieck (nach den Seiten unbeweglich auf dem Draßfuß i gelagert), mit einer solchen Öffnung, daß der Boden des Stahlblechtiegels in gleicher Höhe mit der Unterseite der hohlen Metallblechbüchse (f) steht.

Zu e) Eine runde Stahlblechhaube von 125 ± 5 mm Durchmesser, deren unterer zylindrischer Teil (51 ± 1 mm hoch) und deren oberes Abzugsrohr (55 ± 5 mm Höhe, 53 ± 8 mm lichte Weite) durch ein kegeliges Zwischenstück verbunden sind. Die Gesamthöhe der Haube soll 127 ± 5 mm sein.

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

In der Mitte befindet sich eine kegelige Öffnung von 83 ± 1 mm unterem und 89 ± 1 mm oberem Durchmesser.

Zu g) Ein Méker-Brenner von 24 ± 1 mm Durchmesser und 155 ± 5 mm Höhe, für jedes 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 Abzugsrohres überragt. 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 155 ± 5 mm außen und 80 ± 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 Dieselmotorenstoff und zwar eine Probe von $10 \text{ g} \pm 5 \text{ mg}$ in den Tiegel eingewogen.

Der Porzellantiegel wird in die Mitte des Tiegels h und dieser in die Mitte des Tiegels c eingesetzt, nachdem der Sand geordnet worden ist. Dann sind die Deckel auf Tiegel h 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 Méker-Brenners derart erhitzt, daß die Zeit bis zur Entzündung

der Dämpfe 10 ± 1 min beträgt. Sobald über dem Abzugsrohr Raucherscheit, 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 oberhalb 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 Stahlblechtiegels 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 Koksrückstand zu ermitteln.

Sollten Heizöle durch Schäumen bei der Prüfung Schwierigkeiten bereiten, so sind geringere Einwaagen 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. $\pm 10\%$.

Prüfverfahren: Magnesium-Nitrid-Methode nach **D i e t r i c h** und **C o n r a d**.

Anwendung: Auf alle Vergaserkraftstoffe, insbesondere sprithaltige, ferner Äthyläther, Aceton u.a. Es können kleinste Mengen Wasser quantitativ erfasst werden, d.h. auch solche Mengen, wie sie evtl. in Benzin oder Benzol gelöst enthalten sind.

Maßeinheit: Gew.-%

Prüfgerät: Vgl. Abbildung.

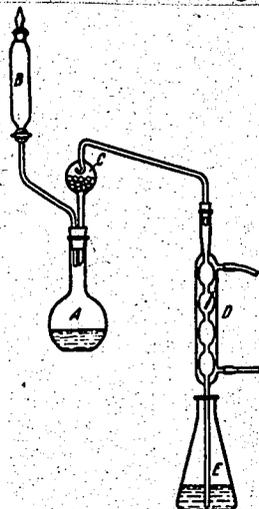
Lösungen und Reagenzien: n bis n/10 Schwefelsäure (je nach Wassergehalt).

Magnesiumnitrid:

Wenn Magnesiumnitrid im Handel nicht erhältlich ist, im Laboratorium herstellen, indem man trockenen Stickstoff durch eine mit Magnesiumpulver beschickte Glasröhre leitet und diese im Verbrennungsofen auf beginnende Rotglut erhitzt.

Das im Handel befindliche Magnesiumnitrid muss frei von Ammoniak sein. Zur Entfernung der letzten Ammoniakspuren gibt man das Magnesiumnitrid in eine über der Bunsenflamme erhitzte Porzellanschale und kühlt im Exsikkator über Phosphorpentoxyd (bei Abwesenheit von Calciumchlorid) ab.

Arbeitsweise: In den trockenen Kolben A wird eine Menge Magnesiumnitrid gegeben, die etwa das Doppelte - jedoch in jedem Fall mindestens 5 g - der vermutlich zu bestimmenden Wassermenge beträgt. Nachdem der Kolben



Wasserbestimmungsapparat nach Dietrich und Conrad.

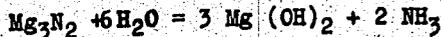
mit dem Gummistopfen, durch dessen zwei Bohrungen der Scheidetrichter B und der Destillationsaufsatz C geführt sind, gut verschlossen und mit dem Kühler und der Vorlage E verbunden ist; lässt man aus dem Scheidetrichter 50 g des auf den Wassergehalt zu prüfenden Alkoholkraftstoffes langsam zulaufen. Danach werden die im Scheidetrichter zurückgebliebenen Reste mit wasserfreiem Benzin (über CaCl_2) getrocknet) in den Rundkolben gespült. Je nach dem Wassergehalt der Flüssigkeit setzt die Reaktion unter Ammoniakbildung schwächer oder stärker ein.

b.w.

Das Ammoniak wird quantitativ in der Vorlage E, die mit einer bekannten Menge Normal- bzw. 1/2, 1/5 oder 1/10-Normal-Schwefelsäure (je nach voraussichtlichem Wassergehalt) im Überschuss beschickt ist, aufgefangen, indem man den Kolben A auf dem Wasserbade oder auf freier Flamme erhitzt, bis etwa Dreiviertel des Alkoholkraftstoffes übergetrieben ist. Um zu vermeiden, dass Magnesiumnitrid mit in die Vorlage übergerissen wird, empfiehlt es sich, langsam zu destillieren und den Destillationsaufsatz zur Hälfte mit Raschig-Ringen zu füllen. Der Überschuss an Säure wird zurücktitriert.

Berechnung:

Gemäss der Gleichung



gebildetes Ammoniak wird mit Schwefelsäure titriert. Dabei entsprechen:

$$1000 \text{ ccm } n/1 \text{ H}_2\text{SO}_4 = 54,05 \text{ g H}_2\text{O}$$

oder

$$1000 \text{ " } n/10 \text{ Säure} = 5,405 \text{ g Wasser}$$

$$0,5405 = \frac{\text{ccm } n/10 \text{ Säure} \cdot 5}{\text{g-Einwaage}} = \text{Gew.} \% \text{ Wasser}$$

Angabe:

Auf 2 Dezimalstellen - 0,01.

Anmerkung:

Einwandfrei den gesamten W-Gehalt zu erfassen, ist nur bei frischen Proben möglich, da sich beim Stehen ein Teil des Wassers an den Wänden des Probegefässes absetzt.

Literatur:

Z.f.Ang.Ch.25 (1931) 532

Hölde: 7.Aufl. (1933) S.205

Prüfung von Schmierstoffen 893

Wassergehalt

DIN
DVM 3656

Begriff

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

Zweck der Prüfung

- 3 Die Prüfung wird angestellt, weil Wasser im Öl die Schmierwirkung beeinträchtigen kann. Bei Dichtschrüfung wird die Saugfähigkeit der Dichte schon durch Spuren von Wasser erheblich vermindert.
- 4 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.
- 5 In konsistenten Fetten ist das über das notwendige Maß hinaus vorhandene Wasser als minderwertiger Zusatz anzusprechen.

Maßeinheit

- 6 g/100 g (%)

Prüfverfahren¹⁾

7 In dem Kurzhals-Rundkolben 500 mit aufgelegtem Rand DENOG 2 werden je nach dem vermuteten Wassergehalt 20 bis 100 g Öl oder Fett eingewogen und mit 100 cm³ Xylol gemischt. Das Xylol wird vorher durch Schütteln mit Wasser gesättigt und durch Filtern oder Absitzenlassen geklärt. Bei größeren Probemengen muß entsprechend mehr Xylol genommen werden. Zur Verhütung 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 1/100 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-Xylol-Gemisch langsam zum Sieden erhitzt.

Das von dem Liebigkühler abtropfende Xylol-Wassergemisch sammelt sich im Meßgefäß. Sind die abfallenden Xyloltropfen nicht mehr wassertrüb (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 Xylol mit der Hauptmenge des,

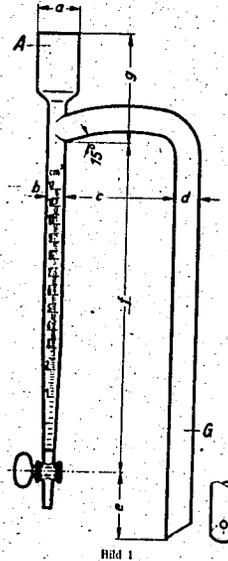


Bild 1

Wassers vereinigt. Die vom Xylol scharf getrennte Wassermenge wird alsdann abgelesen.

Prüffehler
± 0,05.

Toleranzen

- Für Maschinenöle + 0,1
 - für Zylinderöle + 0,2
 - für Maschinenschmierfette + 1
- Abweichungen nach unten sind zulässig.

Abmessungen des Gerätes zur Wasserbestimmung

- a = 23 bis 25 mm
- b = 10 bis 12 mm
- c = 65 bis 75 mm
- d = 12 bis 16 mm
- e = 25 bis 38 mm
- f = 180 bis 190 mm
- g = 60 bis 62 mm

Prüfung von Schmierstoffen

Probennahme	siehe DIN DVM 3083	Versäifungszahl	siehe DIN DVM 3080
Toleranz	siehe DIN DVM 3089	Hartauphalt	siehe DIN DVM 3080
Spezifisches Gewicht	siehe DIN DVM 3085	Bestimmung des Flammpunktes	
Fließpunkt und Tropfpunkt	siehe DIN DVM 3084	im offenen Tiegel mit Heizung und Quarzleitung	siehe DIN DVM 3081
Zähigkeit (Viskosität)	siehe DIN DVM 3086	Stockpunkt	siehe DIN DVM 3082
Aschengehalt	siehe DIN DVM 3087		
Neutralisationszahl (bisher Säurezahl)	siehe DIN DVM 3088		

Deutscher Verband für die Materialprüfungen der Technik
Deutscher Normenausschuß

Copyright by Dinorm
Anschritt: Dinorm, Berlin NW 7, Dortheastrasse 40
Dieses Normblatt ist nur mit Genehmigung des Deutschen Normenausschusses gestattet

W a s s e r f a r b t e s t

- Prüfverfahren:** Schütteln mit destilliertem Wasser unter Zugabe von NaOH oder mit Seewasser.
- Anwendung:** Auf Dieselkraftstoff für Kriegsmarine.
- Begriff:** Der Wasserfarbtest gibt an, ob der Dieselkraftstoff wasserfärbende Bestandteile (z.B. Phenole) enthält.
- Zweck:** Bei Zutritt von Wasser zum Dieselkraftstoff kann durch wasserlösliche Bestandteile des Kraftstoffes eine derartige Anfärbung des Wassers erfolgen, daß durch Augenschein eine Unterscheidung zwischen Wasser und Kraftstoff nicht mehr möglich ist.
- Arbeitsweise:** Nach der Prüfung auf die Emulgierbarkeit ist der Probe 1 ccm n/10 Natronlauge hinzuzufügen; nach anschließendem einhalbinütigem kräftigen Schütteln muß das Wasser nach einer Stunde ungefärbt bleiben.
- Angabe:** Wasserhell - schwach rötlich - hellrot - intensiv rot.
- Bemerkung:** Maßgebend für die Beurteilung der Färbung ist die Einwirkung von Seewasser, das nur der einfachen Beschaffungsmöglichkeiten halber durch verdünnte Natronlauge ersetzt wird und in manchen Fällen mildere Einwirkung zeigt. Deshalb soll in den Grenzfällen, in denen der Wasserfarbtest mit verdünnter Natronlauge "schwach rötlich" gefunden wird, eine Prüfung mit Seewasser (ohne Zugabe von Natronlauge) in gleicher Weise wiederholt werden. Als Untersuchungsbefund ist in diesem Fall neben dem Befund für den "Wasserfarbtest" der "Seewasserfarbtest" mit den gleichen Farbtonangaben einzutragen.

Prüfung von Schmierstoffen 895

Spezifisches Gewicht

Dichte

DIN
DVM 3653
Begriff 1)

Das spezifische Gewicht wird definiert als die unbenannte Zahl, die angibt, wieviel mal schwerer ein Körper im luftleeren Raum ist als die Menge eines Normalstoffes, 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. Hiernach 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 und ihrem Volumen 0,0013 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.

Maßeinheit

5) Spezifisches Gewicht:

$$\frac{\text{unbenannte Zahl (g Flüssigkeit)}}{\text{g Wasser von 4°}}$$

Dichte: g/cm³

Prüfgeräte

6) Spindeln (Aräometer)³⁾ sind zylindrische Schwimmkörper (Bild 1), die am unteren Ende durch Quecksilber oder Schrot beschwert sind und an dem nach oben stabförmig 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 Standzylinders für das zu prüfende Öl soll nicht unter 40 mm sein, damit die Spindel bei der Untersuchung nicht am Glase haftet. Die Spindeln tragen die Bezeichnung: Öl-Dinspindel — 20°/4° — Mineralöl-Dichte.

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

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

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 über die Zollbehandlung der Mineralöle“ ermittelten „Eigengewicht“. Dieses ist das Gewicht in Luft, gewogen mit Eisengewichtsstücken.

3) Spindeln (Aräometer) für allgemeine chemische Analyse siehe DIN DENOG

4) Pyknometer für allgemeine chemische Analyse siehe DIN DENOG

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-Westphalische 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 (Aräometer)

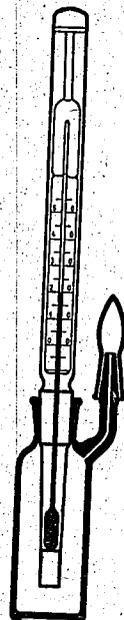


Bild 2
Pyknometer

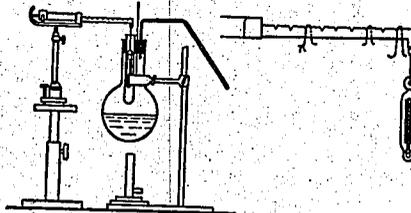


Bild 3
Mohr-Westphalische Waage

Die bildliche Darstellung ist für die Ausführung nicht verbindlich.

Deutscher Verband für die Materialprüfungen der Technik Fortsetzung Seite 2

glichen. Die Teilstriche des Waagbalkens, 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

Spindeln dienen zur betriebsmäßigen Untersuchung. Sie können zur Bestimmung des spezifischen Gewichtes nicht zu zäher Öle gebraucht werden. Man bringt einen Standzylinder mit Öl und die Spindel in einen Raum, dessen Temperatur sich nicht stark ändert. Durch mehrmaliges Umrühren des Öles im Standzylinder 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 durchgerührt, dann läßt man die Spindel, die schon nach etwa 10 Minuten die Temperatur des Raumes angenommen haben wird, in das Öl gleiten 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 „Ablesung am oberen Wulstrand“ oder eine ähnliche trägt, so darf die Spindel nicht in durchsichtigen Ölen gebraucht werden; bei undurchsichtigen Ölen gibt ihre Ablesung ohne weiteres das gesuchte spezifische Gewicht. Wird eine Spindel ohne die Aufschrift „Ablesung am oberen Wulstrand“ in undurchsichtigen Ölen gebraucht, so ist der am Stengel sich ausbildende Wulst von durchschnittlich 2 mm Höhe dadurch zu berücksichtigen, daß man der Ablesung so viel Skalenteile hinzuzählt, als 2 mm auf der Skala ausmachen.

Pyknometer werden möglichst bei 20°C gefüllt und gewogen. Der Ausdruck

$$0,0012 + \frac{\text{Vollgewicht des Pyknometers in Luft} - \text{Leergewicht in Luft}}{\text{Inhalt des Pyknometers bei } 20^{\circ}\text{C}}$$

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 vaserartige 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 Ausgleichgewichten 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 0,00085 und bei sehr zähen Ölen 0,0006 zuzurechnen, bei niedrigerer Arbeitstemperatur abzuziehen.

Prüffehler

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

Toleranz ¹⁾

+ 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
Hartasphalt	siehe DIN DVM 3660
Flammpunkt im offenen Tiegel	siehe DIN DVM 3661
Stockpunkt	siehe DIN DVM 3662

Prüfung von Schmierstoffen

Zähigkeit (Viskosität)

897

DIN
DVM 3655
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 der Schmierstoffe muß so groß sein, daß die flüssige Reibung zwischen den gleitenden Teilen während des Betriebes aufrecht erhalten bleibt, d. h., daß die Belastung und die Bewegungsvorgänge im Betriebe den Schmierstoff nur in dem Maße zwischen den gleitenden Teilen herausdrücken, wie er durch Schmiervorrichtungen oder Bewegungsvorgänge zugeführt wird. Es ist gebräuchlich, die Zähigkeit der dünnflüssigen Öle (Spindelöle) bei 20°C, die der gewöhnlichen Maschinenöle bei 50°C und die der Zylinderöle bei 100°C anzugeben: Da die Zähigkeit der Öle mit wachsender Temperatur stark abnimmt, legt man der eingehenden Beurteilung eines Öles zweckmäßig die aus Messungen bei mindestens drei verschiedenen Temperaturen abgeleitete Zähigkeitskurve (vorteilhaft in logarithmischem Maßstab) zugrunde.
- 3 Die Schmiereigenschaften der Öle und die beim Betrieb auftretenden Reibungsverluste können allgemein aus der Zähigkeit allein nicht abgeleitet werden.

Maßeinheiten

- 4 Im CGS-System sind die Maßeinheiten für die dynamische Zähigkeit $\text{cm}^2 \text{sek}^{-1}$ und für die kinematische Zähigkeit $\text{cm}^2 \text{sek}^{-1}$. Als konventionelle Maße sind in Gebrauch in Deutschland der Englergrad (E), in England die Redwood-Sekundenzahl (R), in Amerika die Saybolt-Sekundenzahl (S).

Bei laminarer Strömung einer Flüssigkeit sind die darin auftretenden Schubspannungen proportional der Geschwindigkeitsänderung senkrecht zur Strömungsrichtung. Der Proportionalitätsfaktor (η) heißt dynamische Zähigkeit. Ihre Einheit im CGS-System führt den Namen Poise (P), der hundertste Teil davon Centipoise (cP). Wasser von 20,2°C hat die dynamische Zähigkeit 1 cP, Rüböl bei 20°C rund 1 P. Im technischen Maßsystem erhält man die dynamische Zähigkeit in $\text{kg} \cdot \text{sek} \cdot \text{m}^{-2}$, wenn man sie in Poise durch 98,1 dividiert.

Kinematische Zähigkeit (ν) [$\text{cm}^2 \text{sek}^{-1}$] ist der Quotient

dynamische Zähigkeit η } beide Werte für
 Dichte der Flüssigkeit } die gleiche Temperatur genommen.

Der Englergrad (E) ist das Verhältnis Ausflußzeit von 200 cm^3 Öl bei der Meßtemperatur Ausflußzeit von 200 cm^3 destilliertem Wasser b. 20°. Die Ausflußzeit von Wasser bei 20°C ist ein für allemal bei der Eichung jedes Viskosimeters (Zähigkeitsmessers) zu ermitteln (Schludmessungen durch die Physikalisch-Technische Reichsanstalt, Berlin).

Bei den im Ausland gebräuchlichen Viskosimetern (Zähigkeitsmessern) nach Redwood und Saybolt wird als Zähigkeitsmaß die Ausflußzeit in Sekunden (R bzw. S) angegeben.

Prüfgeräte

Das Engler-Viskosimeter (Zähigkeitsmesser) ist in Bild 1 dargestellt. Die Maße, soweit sie die Auslaufzeit beeinflussen, sind in Bild 2 festgelegt. Zur Ermittlung der dynamischen und der kinematischen Zähigkeit können u. a. das Vogel-Ossang- oder das Lawaczek-Viskosimeter (Zähigkeitsmesser) benutzt werden.

Prüfverfahren

Man filtert eine Ölmenge von etwa 250 cm^3 durch 10 ein Sieb von 0,3 mm Maschenweite (Prüfsiebengebe Nr. 20 DIN 1171), erwärmt sie auf die

1) Es wird vorgeschlagen, die Einheit der kinematischen Zähigkeit Stokes (abgekürzt St, nach Stokes), den hundertsten Teil Centistok (abgekürzt cSt) zu nennen.

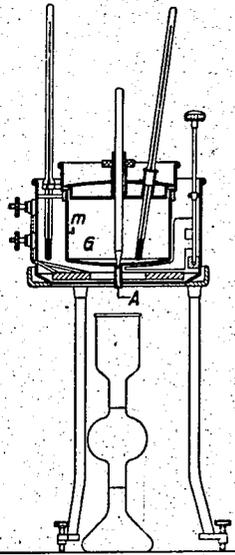


Bild 1

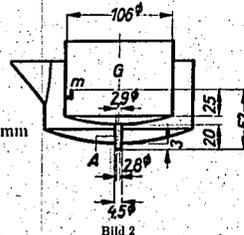


Bild 2

Abmessungen des Viskosimeter (Zähigkeitsmesser)-Gefäßes mit den festgelegten Fehlergrenzen

- a) Für das innen vergoldete Gefäß G: Fehlergrenze
 Weite (innerer Durchmesser) 106 mm ± 1,0 mm
 Höhe des zylindrischen Teils unterhalb der Markenspitzen m 25 mm ± 1,0 mm
 Höhe der Markenspitzen über der unteren Röhrenmündung 20 mm ± 0,5 mm
- b) Für das Ausflußröhrchen A:
 Länge 20 mm ± 0,10 mm
 Weite (innerer Durchmesser):
 oben 2,90 mm ± 0,02 mm
 unten 2,80 mm ± 0,02 mm
 Höhe der Markenspitzen über der unteren Röhrenmündung 2,80 mm ± 0,02 mm
 Höhe der Markenspitzen über der unteren Röhrenmündung 2,80 mm ± 0,02 mm
 Höhe der Markenspitzen über der unteren Röhrenmündung 2,80 mm ± 0,02 mm
 Außendurchmesser 4,5 mm ± 0,2 mm

Prüfung von Schmierstoffen

Zähigkeit (Viskosität)

DIN
DVM 3655

898

Meßtemperatur und füllt sie in das Meßgerät, das vorher so ausgerichtet sein muß, daß die drei Markenspitzen m (Bild 1 und 2) in einer waagerechten Ebene liegen. Durch wiederholtes Lüften des Verschlusstiftes füllt man das Ausflußröhrchen ganz mit der Versuchsflüssigkeit und benetzt die Fläche der unteren Mündung, so daß ein Tropfen hängen bleibt. Um den Flüssigkeitsstand genau auf die Markenspitzen einzustellen, saugt man den Überschuß mit einer Pipette ab. Dann setzt man den Deckel auf das Gefäß G und wartet ab, bis das im Gefäß befindliche Thermometer (Bild 1) die Meßtemperatur genau anzeigt. Die Versuchsflüssigkeit ist dabei zu rühren, indem das Thermometer durch Hin- und Herdrehen des Deckels darin bewegt wird. Die Temperatur des Wasserbades soll betragen:

20°C bei 20°C Meßtemperatur
 50,25°C bei 50°C
 101°C bei 100°C

Nach Einstellung der Temperaturen läßt man durch Anheben des Verschlusstiftes 200 cm³ Prüflin in einen untergestellten Meßkolben laufen und mißt die Ausflußzeit mit einer Stoppuhr. Während der Messung ist lediglich das Thermometer im Wasserbade zu beobachten und die Temperatur des Wasserbades danach konstant zu halten. Die Quecksilbersäule des Thermometers im Gefäß G sinkt, da sie von Flüssigkeit entblößt wird.

- Die Ausflußmenge ist in einem gereinigten trockenen auf Einguß geeichten Meßkolben - 200 E DENOG 48 zu messen.
- Für dickflüssige Öle können Engler-Viskosimeter (Zähigkeitmessers) nach Ubbelohde verwendet werden, in die ein kleineres Ölgefäß (Zehntel-Gefäß) eingesetzt werden kann. Für Annäherungsbestimmungen der Ausflußzeit von 200 cm³ genügt es, bei dickflüssigen Ölen die Ausflußzeit von 20, 50 oder 100 cm³ zu messen, die entsprechend mit 11,95, 5,05 oder 2,35 zu multiplizieren sind.

Umrechnung¹⁾

- Die konventionellen Meßzahlen der Zähigkeit in Englergraden bzw. Redwood- oder Saybolt-Sekunden geben kein zutreffendes Bild von der wirklichen Zähigkeit der Schmierstoffe. Deshalb empfiehlt sich, der Angabe in Englergraden stets die kinematische Zähigkeit in absolutem Maß in Klammern hinzuzufügen. Zur Umrechnung dient die nebenstehende Tafel, die zum Vergleich auch die Redwood-Sekundenzahlen und Saybolt-Sekundenzahlen enthält.

Prüffehler

- Da die Zähigkeit sehr stark von der Temperatur abhängt, muß bei allen Messungen die Temperatur des Wasserbades sorgfältig konstant gehalten werden.
- Für nicht homogene und für kolloide Flüssigkeiten (Emulsionsöle, Fette, stark paraffinhaltige Öle) sind die beschriebenen Meßverfahren nur bedingt verwendbar. Bei stark paraffinhaltigen Ölen z. B. kann man nur dann auf zuverlässige Ergebnisse rechnen, wenn die Meßtemperatur wesentlich (etwa 30° bis 50°C) über dem Stockpunkt des betreffenden Öles liegt.

Prüfung von Schmierstoffen

Probenahme	siehe DIN DVM 3651	Neutralisationszahl	
Toleranz	siehe DIN DVM 3652	(bisher Säurezahl)	siehe DIN DVM 3658
Spezifisches Gewicht	siehe DIN DVM 3653	Versetzungszahl	siehe DIN DVM 3659
Fließpunkt und Tropfpunkt	siehe DIN DVM 3654	Hartasphalt	siehe DIN DVM 3660
Wassergehalt	siehe DIN DVM 3656	Flammpunkt im offenen Tiegel	siehe DIN DVM 3661
Aschegehalt	siehe DIN DVM 3657	Stockpunkt	siehe DIN DVM 3662

¹⁾ Empfohlen wird die Auswertung der Meßergebnisse mit dem Temperaturviskositätsblatt. (Siehe Ubbelohde, Zur Viskosimetrie, Verlag B. Hirtel, Leipzig C. 1.)

Toleranzen	Englergrad	Toleranz
Meßtemperatur	bis 10 E	± 1 E
20°C	über 10 E	± 10 %
50°C	bis 10 E	± 0,5 E
	über 10 E	± 5 %
100°C	bis 10 E	± 10 %

Tafel

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

Absolutes Maß	Konventionelle Maße		
	Kinematische Zähigkeit*) ν cm ² /sek	Englergrade E sek/sek	Redwood-Sekundenzahl R sek
0,010	1,00	29,2	31,1
0,018	1,10	30,5	32,9
0,028	1,20	32,8	35,6
0,039	1,30	35,4	38,8
0,050	1,40	38,2	42,1
0,0625	1,50	41,4	46,0
0,0745	1,60	44,9	49,6
0,085	1,70	48,2	53,8
0,096	1,80	51,0	57,8
0,107	1,90	54,5	62,1
0,118	2,00	57,9	66,3
0,128	2,10	61,1	70,0
0,138	2,20	64,5	73,6
0,148	2,30	67,8	77,2
0,157	2,40	70,8	81,2
0,166	2,50	73,7	85,2
0,211	3,00	89,0	104
0,254	3,50	105	122
0,293	4,00	119	140
0,333	4,50	133	157
0,373	5,00	149	174
0,412	5,50	163	192
0,451	6,00	178	209
0,520	7,00	206	242

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

$$\nu = 0,076 E$$

$$R = 29,2 E$$

$$S = 34,5 E$$

Die Tafelwerte sind unabhängig von der Meßtemperatur.

*) Bei der Berechnung der flüssigen Lagerreibung ist die dynamische Zähigkeit ν einzusetzen, die aus der kinematischen Zähigkeit ν durch Multiplikation mit der Dichte erhalten wird (vgl. Ziffer 6). Näherungsweise kann man die Dichte von Ölen mit 0,9 g/cm³ annehmen; damit ist

$$\eta = 0,9 \nu \left[\frac{\text{cm}^2}{\text{sek}} \cdot \frac{\text{g}}{\text{cm}^3} \right] = 0,9 \nu \left[\frac{\text{g}}{\text{sek} \cdot \text{cm}} \right]$$

Für technische Rechnungen verwendet man meist das kg-m-sec-System. Man erhält dann:

$$\eta = \frac{0,9 \nu \cdot 100^3}{981 \cdot 1000} \sim \frac{0,9}{100} \nu \left[\frac{\text{kg} \cdot \text{sek}}{\text{m}^2} \right]$$

Vogel-Osag-Viskosimeter (nicht genormt)

Prüfgerät

Als Prüfgerät dient das in nachstehender Abbildung dargestellte Vogel-Osag-Viskosimeter. Es besteht im wesentlichen aus dem Prüfgefäß, der Meßkapillare mit den beiden Ringmarken M_1 und M_2 , dem Prüfgefäß-Thermometer, dem Bad-Thermometer und dem Thermostat. Die Abmessungen, die die Auslaufzeit beeinflussen, sind wie folgt festgelegt worden:

$$\begin{aligned} d &= 24,0 \pm 0,2 \text{ mm} \\ l &= 26,0 \pm 0,1 \text{ mm} \\ p &= 3,0 \pm 0,1 \text{ mm} \\ r &= 3,0 \pm 1,5 \text{ mm.} \end{aligned}$$

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

Prüfverfahren

Vorbereitung der Messung.

Man filtert die Probe, von der etwa 15 cm³ für die Messung benötigt werden, durch ein Sieb von 0,3 mm Maschenweite (Prüf-siebgewebe Nr. 20) (DIN 1171).

Nachdem man den Prüfgefäßdeckel *a* abgeschraubt hat, wird der zu messende Probe so weit gefüllt, bis sie in den Ringraum überzufließen droht.

Hat man das Gewinde der am Deckel befindlichen Verschraubung *c* gesäubert und die Dichtungsfläche mit Habnfeil ein wenig eingefeilt, 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, Glaspumpe bzw. dem Mund so viel Flüssigkeit und saugt mit einer Erweiterung angeschlossen ist. Dann schließt man den Pumpenhahn (bzw. Quetschhahn), so daß die Flüssigkeit nicht zurückfließen kann.

Jetzt wird der Prüfgefäßdeckel mit dem Aufnahmegefäß fest mit der Hand verschraubt, so daß der Dichtungsring gut abdichtet.

Fortsetzung

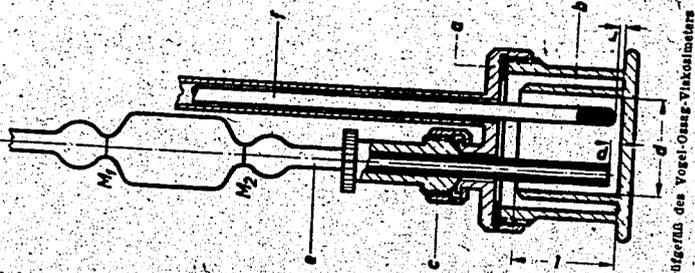
Vogel-Osag-Viskosimeter Fortsetzung

Das so verschraubte Prüfgefäß setzt man senkrecht in den Thermostat und führt erst jetzt das Prüfgefäß-Thermometer in das Aufnahmegefäß ein. Man stellt nun die gewünschte Versuchstemperatur ein, öffnet den Pumpenhahn bzw. Quetschhahn und läßt die Flüssigkeit in das Aufnahmegefäß zurückströmen. Der Flüssigkeitsspiegel stellt sich jetzt selbstständig ein; und nach etwa 10 Minuten kann mit der Messung begonnen werden.

Wegen der starken Temperaturabhängigkeit der Zähigkeit ist darauf zu achten, daß sich die Temperatur während des Versuches nicht verändert. Die am Prüfgefäß- bzw. Bad-Thermometer abgelesenen Temperaturen dürfen um nicht mehr als 0,1°C voneinander abweichen. Die Thermostatenflüssigkeit (für Temperaturen bis etwa 100°C Wasser und für höhere Temperaturen ein durchschütteltes Öl) muß zu diesem Zweck gut gerührt werden.

Messung der dynamischen Zähigkeit

Nach der Einsetzung des Flüssigkeitsspiegels im Aufnahmegefäß drückt man die Flüssigkeit mit einem konstanten Überdruck



Fortsetzung

von 60 cm Wassersäule von unten nach oben. Die Durchlaufzeit t_0 zwischen den Marken M_5 und M_1 wird gestoppt. Die Durchlaufzeit t_1 multipliziert mit der Kennzahl c der Meßkapillare ergibt V_0 das Hundertfache der dynamischen Zähigkeit η , in Centipoise:

$$V_0 = \eta \cdot c.$$

Ist die Dichte ρ der zu untersuchenden Flüssigkeit größer als 0,95 oder kleiner als 0,85, so ist c mit dem Berichtigungsfaktor 0,196 ($0 - \rho$) zu multiplizieren.

Messung der kinematischen Zähigkeit

Man saugt die Flüssigkeit vorsichtig bis in die oberste Kugel-erweiterung, nimmt das Schlauchstück ab und läßt nun die Flüssigkeit unter ihrem eigenen Druck ausfließen.

Die Durchlaufzeit t_2 multipliziert mit der Kennzahl k der Meßkapillare ergibt V_2 , das Hundertfache der kinematischen Zähigkeit ν , in Centistok:

$$V_2 = \nu \cdot k.$$

Jede Messung kann durch einfließendes Ansaugen wiederholt werden, jedoch nur wenn man 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 nicht kleiner als 25 Sekunden sein.

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

Die in Centistok gemessenen Viskositäten können an Hand der Internationalen Tabellen für Viskositäten^{*)} von Prof. Dr. L. Ubbelohde²⁾ in Englergrade umgerechnet werden (siehe auch Teil D. S. 125).

*) Zur Viskositätsmessung (Leipzig 1930).