

#### 41. Bestimmung der Neutralisationszahl und der Verseifungszahlen in Ölen.

1. Literatur. a) Deutsches Normenblatt DIN DVM 3658 u. 3659  
 b) Richtlinien für Einkauf und Prüfung von Schmiermitteln. 6. Aufl. Düsseldorf 1933, S. 85.88.  
 c) D. Holde, Kohlenwasserstofföle und Fette, 7. Aufl. 1933 S. 110-111.
2. Allgemeines. Unter der Neutralisationszahl oder NZ versteht man bei Schmierölen die Anzahl mg KOH, welche die freien Säuren in einem Gramm des Öles neutralisieren. Fortsetzung s. am Schluss.

##### I. Bestimmung der Neutralisationszahl NZ.

3. Reagentien. Titerlösung: n/10 alkoholische Kalilauge (Alkohol 96%ig)
- Lösungsmittel und Indikator: Benzol-Alkohol-Gemisch + Alkaliblau 6 B. Benzol, rein; Alkohol (96%ig) = 2:1 + 0,1% Alkaliblau, z.B. 1000 cm<sup>3</sup> Benzol, 500 cm<sup>3</sup> 96% Alkoh. 1,2 g Alkaliblau 6 B
4. Ausführung. Die Bestimmung der NZ erfolgt durch Titration der freien Säuren mit n/10 alkoholischer Kalilauge unter Verwendung von Alkaliblau als Indikator, der dem Lösungsmittel (Benzol-Alkohol-Gemisch) zweckmässig vorher zugefügt wird. Der Titrationskolben muss vorher mit dem neutralisierten Lösungsmittel ausgespült werden. Zur Analyse werden 40 cm<sup>3</sup> Lösungsmittel mit n/10 alk. KOH neutralisiert. Farbumschlag von Blau auf ein deutliches Rot. Man beobachtet den Umschlag im durchfallenden Licht. (Blau-Violett-Rot). Anschliessend wägt man, je nach Säuregehalt, 2 - 10 g Öl ein, die sich nach kurzem Umschütteln lösen und titriert dann mit n/10 alkoh. KOH die vorhandenen freien Säuren.

$$NZ = \frac{\text{verbr. cm}^3 \cdot n}{\text{Einwaage in g}} \cdot 5,611$$

##### II. Bestimmung der Verseifungszahl VZ.

Die VZ wird bestimmt durch Kochen des Öles am Rückflusskühler mit einer gemessenen überschüssigen

- 2 -

Menge n/10 alkoh. Alkalilauge bis zur völligen Verseifung und Rücktitration des Laugenüberschusses mit n/10  $H_2SO_4$  oder HCl.

5. Apparatur: Erlenmeyerkolben ( 300 cm<sup>3</sup> ) mit Normalschliff, Rückflusskühler mit N-Schliff, Wasserbad.

6. Ausführung: 2 - 10 g des zu untersuchenden Öles werden in 75 cm<sup>3</sup> des vorher neutralisierten Lösungsmittels gelöst, mit 25 cm<sup>3</sup> n/10 alkoh. KOH versetzt und 1/2 h am Rückflusskühler gekocht. Daneben wird eine Blindprobe mit dem gleichen Lösungsmittel und n/10 alkoh. KOH ( ohne Öl ) angesetzt. Nach vollständiger Verseifung, die nach 1/2 h eingetreten ist, wird der Versuch abgesetzt. Die Kochdauer von 1/2 h wird vom Siedebeginn an gerechnet. Anschliessend wird die überschüssige Lauge in der Wärme mit n/10  $H_2SO_4$  ( HCl ) zurücktitriert.

War die Einwaage c g, der Verbrauch an n/10  $H_2SO_4$  ( HCl ) für die Blindprobe a cm<sup>3</sup>, für die Hauptprobe b cm<sup>3</sup>, so ist V.Z. =

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

Wenn NZ und VZ bestimmt werden sollen, so führt man diese Untersuchung in einem Arbeitsgang durch. Man verfährt, wie bei der Bestimmung der NZ angegeben ist, in der Weise, dass statt 40 cm<sup>3</sup> Lösungsmittel 75 cm<sup>3</sup> angewendet und neutralisiert werden. Nach der Einwaage des Öles titriert man die freien Säuren, fügt eine gemessene Menge n/10 alkoh. KOH im Überschuss hinzu, kocht und titriert zurück. Beim Beginn der Untersuchung stellt man den Stand der n/10 alkoh. KOH in der Bürette auf den Nullpunkt ein. Nach Neutralisation des Lösungsmittels und Titration der freien Säuren werden die noch an der Vorlage ( 5,0 bzw. 25,0 cm<sup>3</sup> ) fehlenden cm<sup>3</sup> n/10 alkoh. KOH zugesetzt. Es wird dann wie bei der Bestimmung der V.Z. verfahren.

Anwendung der Alkaliblaulösung: Nachdem man das Lösungsmittel, Benzol-Alkohol-Gemisch + Alkaliblau 6 B wie

oben angegeben hergestellt hat, wird die Lösung gut geschüttelt und anschliessend durch ein Faltenfilter filtriert. Dann kocht man jeweils die benötigte Menge Lösungsmittel 1/2 h am Rückflusskühler. Nach dem Erkalten wird die so behandelte Alkaliblaulösung zur Analyse verwendet:

7. Beispiel.

Angewandt: c = 10,000 g Öl

Verbrauchte cm <sup>3</sup> n/10 KOH zur Neutralisation des Lösungsmittels	0,05
" " " " "NZ.Bestimmung	0,05
Verbr. ccm $\frac{n}{10}$ H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> f.d.Blindversuch a	4,45
" " " f.d.Haupt " b	4,02

$$NZ = \frac{\text{verbr. cm}^3 \frac{n}{10} \text{ alk.KOH} \cdot 5,611}{\text{Einwaage}} = \frac{0,05 \cdot 5,611}{10,000} = 0,028$$


---

= 0,028 mg KOH/g Öl

$$VZ = \frac{(a - b) \cdot 5,611}{c} = \frac{(4,45 - 4,02) \cdot 5,611}{10,000} = 0,241$$


---

= 0,241 mg KOH/g Öl

NZ = 0,028;      VZ = 0,241.

Zu 2. Unter VZ versteht man die Anzahl mg KOH, die erforderlich ist, um die in einem Gramm Öl enthaltenen freien Säuren zu neutralisieren und die vorhandenen Ester zu verseifen.

---

gez. Bay

redigiert:      gez. Tramm      Henke-Stark