

Alterungsneigung von Ölen.

(Bestimmung der Teerzahl, Verteerungszahl und Kokzahl nach der Methode des Benzolverbandes in Bochum).

1. Teerzahl.

50 g Öl (auf 0,1 g genau gewogen) werden am Rückflußkühler in einem 300 cm<sup>3</sup> - Erlenmeyerkolben mit Normalschliffverbindung nach Zusatz einiger Siedesteine 20 Minuten auf dem siedenden Wasserbade mit 50 cm<sup>3</sup> (Pipette) einer alkoholisch-wässrigen Natronlauge (75 g NaOH, 1000 cm<sup>3</sup> dest. Wasser, 1000 cm<sup>3</sup> 96 %iger reiner Alkohol) erhitzt. Anschließend schüttelt man das noch warme Gemisch von Öl und wässriger Lösung fünf Minuten lang, ohne den Rückflußkühler zu entfernen, wobei man den Kolben zweckmäßig mit einem Tuch umwickelt. Nach dem Erkalten bringt man das Ganze in einen Scheidetrichter und läßt über Nacht absitzen. Es haben sich zwei Schichten gebildet, die sich jedoch nicht ganz scharf gegeneinander absetzen.

Dann zieht man einen möglichst großen Teil der unteren, alkoholisch - wässrigen Schicht durch ein trockenes Faltenfilter in ein trockenes Kölbchen ab und führt nun von dieser Lösung mit einer Pipette zwei Mal je 20 cm<sup>3</sup> in einem zweiten Scheidetrichter über. Hier säuert man nach Zusatz von einigen Tropfen Methylorange mit Salzsäure bis zur deutlichen Rotfärbung an (ca. 6 cm<sup>3</sup> 25 %ige HCl), wodurch die Teerstoffe abgeschieden werden, und schüttelt nach Zusatz von 50 cm<sup>3</sup> dest. Wasser zwei Mal mit je 50 cm<sup>3</sup> Reinbenzol aus. Das zum Ausschütteln benutzte Reinbenzol muß einen Siedepunkt von 80 - 82° C haben und darf beim Eindampfen auf dem Wasserbad keine Spur eines Rückstandes zeigen. Ist der zweite Benzol-auszug noch etwas gefärbt, so muß man noch einmal mit Benzol ausschütteln.

Die vereinigten Benzolauzüge werden zur Entfernung der Salz- und Säurereste zwei Mal mit je 50 cm<sup>3</sup> dest. Wasser ausgewaschen, wobei darauf zu achten ist, daß man zur Vermeidung von Emulsionen nicht zu stark schütteln darf. Nach dem Absitzenlassen läßt man die letzten sichtbaren Wasserreste ab und führt die klare Benzollösung in einen mit einigen Siedesteinen gewogenen Soxhletkolben über. Aus diesem wird das Benzol in der bekannten Apparatur abdestilliert und oben abgezogen.

Nach dem Eindampfen setzt man zur Entfernung etwa noch vorhandenen Wassers etwas reinen Alkohol zu und läßt bei offenem Kolben abdampfen. Dann trocknet man 10 Minuten im Trockenschrank bei 105°. läßt den Kolben im Exsikator erkalten und wägt.

#### Berechnung.

Der Rückstand entspricht der gefundenen Menge Teer und ergibt nach Multiplikation mit 2,5 die Teerzahl in Gew.% nach der Gleichung

$$\frac{\text{Gef. Rückstand in g} \cdot 50 \text{ cm}^3 \cdot 100}{40 \text{ cm}^3 \cdot 50 \text{ g}}$$

$$\text{Teerzahl} = \text{Gef. Rückstand in g} \cdot 2,5$$

#### Beispiel.

$$\text{Kolben mit Teerrückstand} = 75,8621 \text{ g}$$

$$\text{ " " leer} = 75,5153 \text{ "}$$

$$\text{Rückstand} = 0,3468 \text{ g}$$

$$\text{Teerzahl} = 0,3468 \cdot 2,5 = 0,867$$

$$\text{Teerzahl} = 0,87$$

#### 2.) Verteerungszahl.

100 g (auf 1 g genau gewogen) des zu untersuchenden Öles (bei Ölen unter 5° E/50° C nimmt man besser 150 g Öl) werden in einem 300-cm<sup>3</sup>-Erlenmeyerkolben (s. Abb. im Anhang) fünf Stunden lang unter Durchleiten von Linde-Sauerstoff (2 Blaser in der Sekunde) im Ölbad auf 170° C erhitzt. Zur Reinigung des Sauerstoffs werden zwei 250-cm<sup>3</sup> fassende, bis zu 1/5 ihrer Höhe gefüllte Waschflaschen vorgeschaltet, von denen die erste mit Kalilauge (33 %, s = 1,32), die zweite mit konz. Schwefelsäure beschickt ist. Die Erwärmung erfolgt in einem zuverlässig regulierbar geheizten, mit Rührwerk versehenen Ölbad, dessen Niveau mindestens 5 mm über den Ölspiegel im Kolben stehen soll. Elektrische Heizung mit Thermo-Regulator Birker-Regler Type F 902 I/220 Volt/1,8 KW.

Nach Beendigung des Versuches werden 50 g des gut durchgerührten Öles wie bei der Bestimmung der Teerzahl behandelt. Das Ergebnis wird als Verteerungszahl angegeben und bedeutet den Rückstand an Teer in Gew.% nach der oben angegebenen Gleichung.

Beispiel.

Sexhletkolben mit Teerrückstand	=	90,5288 g
"	leer	= 90,2171 "
		Rückstand = 0,3117 g

Verteerungszahl =  $0,3117 \cdot 2,5 = 0,7793$

Verteerungszahl = 0,78

3. Kokzahl.

Im allgemeinen führt man die Bestimmung der Teerzahl bei gebrauchten, natürlich gealterten Ölen durch, während man die Alterungsneigung von frischen Ölen durch die Verteerungszahl zu bestimmen sucht, wobei das Öl durch die Sauerstoffbehandlung künstlich gealtert werden soll. Nachdem die Teer- bzw. die Verteerungszahl in der oben beschriebenen Weise bestimmt worden ist, wird die Kokzahlbestimmung in derselben Probe folgendermaßen durchgeführt:

Man trennt in dem Scheidetrichter die noch restliche alkalische alkoholisch-wässrige Schicht von dem Öl und verdünnt dieses mit  $100 \text{ cm}^3$  Normalbenzin. Die Abscheidungen werden dann durch einen Schottsohen Glasfiltertiegel 1 G 4 filtriert, der in folgender Weise vorbereitet wird: Der Tiegel wird mit Chromschwefelsäure gereinigt, mit dest. Wasser ausgewaschen und im Trockenschrank getrocknet. Dann füllt man etwa 5 g Kryolithpulver in den Tiegel und wäscht mit Normalbenzin, wobei man den Tiegel auf eine Saugflasche setzt und das Pulver mit dem breit gedrückten Ende eines Glasstabes - vor allem an den Tiegelwandungen - feststampft.

Der Tiegel wird dann trocken gesaugt, abgewischt und eine Stunde bei  $105^\circ$  im Trockenschrank getrocknet. Nach dem Erkalten im Exsikkator wird er gewogen. Der Rückstand wird nun auf dem so vorbereiteten Tiegel filtriert, zwei Mal mit je  $25 \text{ cm}^3$  Normalbenzin gewaschen, eine Stunde bei  $105^\circ$  im Trockenschrank getrocknet und gewogen. Er entspricht nach Multiplikation mit 2 (da 50 g Öl angewandt worden sind) der Kokzahl in Gew.%.  
Multiplikation mit 2 (da 50 g Öl angewandt worden sind) der Kokzahl in Gew.%.  
Kokzahl = 2 \cdot 0,0296 = 0,0592

Beispiel.

Filtertiegel mit Rückstand	=	26,3975 g
"	leer	= 26,3679 g
		Rückstand = 0,0296 g

Kokzahl =  $2 \cdot 0,0296 = 0,0592$

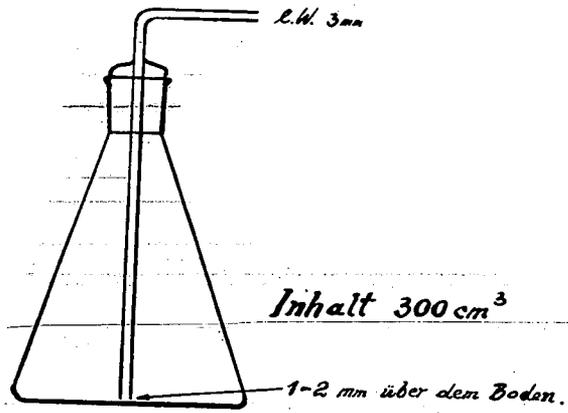
Kokzahl = 0,06

redigiert:

gez.: Dr. Tramm

gez.: Dr. Henke-Stark

gez.: Bay



*Erlenmeyerkolben für Verteerungszahl.*

*Hfr. 74 29.*