

000135

Holten, den 8. April 1938

Conradson - Apparat zur Bestimmung des Verkokungsrückstandes.

Amerikanisches Verfahren. In den U S A. gilt die von Conradson³⁾ vorgeschlagene Tiegelprobe als offizielles Verfahren zur Bestimmung des Verkokungsrückstandes von Mineralölen⁴⁾. Die Methode hat sich in den letzten Jahren auch in Deutschland immer mehr eingebürgert.

Apparat (s Abb. 128): a. glasierter Porzellantiegel oder Quarztiegel, weite Form, 29 bis 31 ccm Inhalt, 46-49 mm oberer Durchmesser.

b. Skidmore-Eisentiegel mit Flansch, 65 bis 82 ccm Inhalt, 60 - 67 mm äußerer, 53 - 57 mm innerer oberer Durchmesser, 30 - 32 mm äußerer Bodendurchmesser, 37 - 39 mm hoch, mit Deckel, dessen vertikale Öffnung zu verschließen und dessen etwa 6,5 mm weite horizontale Öffnung sauber zu halten ist.

c. Gedrehter Eisenblechtiegel mit Deckel, 78 - 82 mm äußerer, oberer Durchmesser, 58 bis 60 mm hoch, etwa 0,8 mm stark. Dieser Tiegel wird so weit mit trockenem Sand beschickt (etwa 25 ccm), daß die Deckel der beiden Eisentiegel sich nahezu berühren.

d. Chromnickeldeckel, daß den Eisentiegel so einzusetzen gestattet, daß sein Boden in gleicher Höhe liegt wie der Boden des Asbestblockes oder Blechkastens f.

e. Ringförmiger Eisenblechmantel, 120 bis 130 mm \emptyset , bis 53 mm hoch, oben mit Schornstein versehen (50 bis 60 mm hoch, 50 bis 56 mm lichter Durchmesser), der mit dem unteren, ringförmigen Teil durch ein konisches Zwischenstück verbunden ist. Gesamthöhe des Mantels somit 125 bis 130 mm.

f. In der Mitte ausgehöhlter Asbestblock oder Blechkasten, 150 bis 175 mm \emptyset , 32 bis 38 mm hoch, mit einem blechbelegten, zentrischen, konischen Ausschnitt von 89 mm oberem und 83 mm unterem Durchmesser.

g. Meker - Brenner, 155 mm hoch, 24 mm \emptyset .

Etwa 3 mm starker Drahtbügel, 50 mm hoch, als Maß für die Höhe der aus dem Schornstein herausschlagenden Flammen.

Arbeitsweise. Der Tiegel a wird gemeinsam mit zwei Glasperlen (von etwa 2,5 mm \varnothing genau gewogen, mit genau 10 g (\pm 5 mg) des zu prüfenden, weder Wasser noch suspendierte Stoffe enthaltenden Öles beschickt und zentrisch in den Skidmoretiegel b eingesetzt. Dieser wird dann genau in der Mitte des mit Sand beschickten, größeren Eisentiegels c gestellt. Die Deckel beider Eisentiegel werden aufgelegt, und zwar so, daß der äußerste Tiegel nur lose verschlossen ist und die entstehenden Öldämpfe frei abziehen können.

In den Asbestblock oder Blechkasten f, der, durch das Drahtdreieck getragen, auf einem Dreifuß ruht, wird darauf der Eisentiegel zentrisch so eingesetzt, daß er auf dem Dreieck steht, und der Blechmantel darübergestülpt, damit die Wärme gleichmäßig verteilt wird.

Die Flamme des Mekerbrenners ist so einzustellen, daß bis zur Entzündung der Öldämpfe 10 min (\pm 90 sec) vergehen. Bei schnellerem Erhitzen kann die Destillation so stürmisch verlaufen, daß schäumen auftritt oder die Flamme zu groß wird. Sobald Rauch aus dem Schornstein tritt, ist der Brenner sofort so zu neigen, daß die Flamme die Tiegelfwand bestreicht, um die Dämpfe zu entzünden. Der Brenner ist von Zeit zu Zeit zu entfernen und die Flamme zu regulieren, daß die Öldämpfe gleichmäßig oberhalb des Schornsteins verbrennen, die Flamme jedoch nicht über den Bügel h. hinausreicht.

Sobald die Flamme erlischt und sich kein blauer Rauch mehr zeigt, wird der Brenner wieder voll aufgedreht und der Boden des Eisentiegels genau 7 min lang auf Kirschrotglut erhitzt. Die Erhitzungsdauer soll insgesamt 30 \pm 2 min lang betragen. Nach Entfernung des Brenners läßt man den Apparat abkühlen, bis kein Rauch mehr auftritt (etwa 15 min), und öffnet den Skidmore-Tiegel. Der Porzellantiegel a wird mit angewärmter Zange herausgenommen und nach dem Erkalten im Exsiccator gewogen. Die Bestimmung ist doppelt auszuführen und nötigenfalls zu wiederholen, bis die Einzelwerte um nicht mehr als 10 % vom Mittelwert abweichen.

3) Conradson: Verhandl. 8. internat. Kongr. angew. Chem 1,131 (1912).

4) American Standard No. Z-11.25-1932; s. auch A.S.T.M. Jber. 1932 des Comm. D 2, S 53. Die Maße der Tiegel sind gegenüber früheren Vorschriften zum Teil geändert.