

3445 - 30/5.01 - 1

B - 34

000001

# Dienstanweisung

für

## Betriebsstoff-Untersuchungstrupps

angefangen  
beendet:

*[Handwritten signature]*



**Oberkommando des Heeres**

(Ch H Rüst u. B d E)

Wa Prüf 6/IV e

000002

**Vorläufige**

**Dienstanweisung**

**für**

**Betriebsstoff - Untersuchungstrupps**

# Inhalts - Verzeichnis . 000003

	<u>Seite</u>
1. <u>Aufgaben der Betriebsstoff-Untersuchungstruppe</u>	1
2. <u>Richtlinien für die Untersuchung und Grenzwerten von Beutebetriebsstoff.</u>	2 - 5
3. <u>Verwendung der Waffenpflegemittel, Schmiermittel, Bremsflüssigkeit und Kochbadflüssigkeit bei großer Kälte</u>	6 - 6a
4. <u>Technische Lieferbedingungen für</u>	
<u>Kühlwasserfrostschutzmittel Glysantin K</u>	7
<u>Abschmierfett TL Nr. 6014</u>	8 - 8b
<u>Ottokraftstoffe</u>	9 - 10
<u>Dieselmotorenstoffe</u>	11
<u>Motoreinheitsöl</u>	12
<u>Getriebeöl</u>	12a
<u>Waffenschmieröl TL Nr. 6021</u>	12b
<u>Waffenreinigungsöl TL Nr. 6007</u>	12c
<u>Lederöle und Lederfette TL Nr. 6003</u>	12d
<u>Schutzfett 40 TL Nr. 6017</u>	12e
<u>Schutzöl 39 TL Nr. 6018</u>	12f
<u>Öle für Feinmechanik TL Nr. 6010</u>	12g
<u>Wagenschmiere TL Nr. 6022</u>	12h
<u>Schutzfett 40Tp TL Nr. 6023</u>	12i - 12m
5. <u>Untersuchungsmethoden</u>	
<u>Probennahme</u>	13 - 16
<u>Dichte</u>	17 - 18
<u>Siedeverhalten</u>	19 - 21
<u>Verdampfungsrückstand</u>	22
<u>Dampfdruck nach Reid</u>	23 - 24
<u>Bleitetraäthylgehalt</u>	25 - 25a
<u>Schwefelgehalt</u>	26
<u>Wassergehalt</u>	27
<u>Heizwert</u>	28 - 30
<u>Kältebeständigkeit</u>	31 - 32
<u>Verhalten gegen Kupfer</u>	33
<u>Verhalten gegen Zink</u>	34 - 35
<u>Flammpunkt (nach Pensky-Martens)</u>	36 - 37
<u>Flammpunkt (Marcuson)</u>	38 - 40

000004

Aschegehalt	41
Zähflüssigkeit und Polhöhe	42 - 48
Filtrierbarkeit	49 - 53
Neutralisationszahl	54
Säurewert	55
Verseifungszahl	56
Verkokbarkeit	57 - 58
Klopffestigkeit	59
Außere Beschaffenheit v. Otto-Kraftstoffen	60
Jodzahl	61 - 62b
Dimethylsulfatzahl	63
Verdampfbarkeit	64 - 65
Harz und Asphalt	66 - 67
Gesamtverschmutzung	68 - 69
<del>Fließpunkt- und Tropfpunkt</del>	<del>70 - 71</del>
Zündwilligkeit	72
Mischbarkeit von Dieselkraftstoffen	73
<del>Außere Erscheinung von Getriebeöl</del>	<del>74</del>
Korrosionstest für Getriebeöl	75
<del>Straßenklopftest</del>	<del>76</del>

~~Standardpunkte~~  
~~Reparatur~~

000005

Aufgaben der Betriebsstoff-Untersuchungstrupps.

- 1.) Untersuchung aller bereits vorhandenen und künftig aus dem Heimatgebiet ankommenden Betriebsstoffe.

Die Untersuchungsergebnisse sind lt. Befehl OKH (Gen St d H/Gen Qu) Az. 417/37 Qu 3/II Nr. I.6496/41 vom 27.3.41 in Abschrift unmittelbar an Oberkommando des Heeres -Ch H Rüst u. BdE- (Wa Prüf 6/IV) zu übersenden.

In Zweifelsfällen, bei denen die Beschaffenheit der Stoffe nicht einwandfrei feststeht, oder ein Abweichen von den technischen Lieferbedingungen vermutet wird, sind Proben an das OKH (Wa Prüf 6/IVe) zu senden. Bei allen Meldungen und Probesendungen ist die Herkunft der Stoffe (Firma, Ankunftsort und Zeit usw.) genau anzugeben.

~~Die Untersuchung der aus dem Heimatgebiet stammenden Betriebsstoffe hat nach den Vorschriften von OKH (Wa Prüf 6) soweit, wie es feldlaboratoriumsmässig möglich ist, zu erfolgen. Die Betriebsstoffe müssen in den untersuchten Punkten den technischen Lieferbedingungen entsprechen.~~

- ~~2.) Nach Beginn von Kampfhandlungen ist der Schwerpunkt der Tätigkeit auf die Untersuchung von Beutebeständen zu legen. Berichte über die Qualitäten der vorgefundenen Betriebsstoffe sind wie unter 1) vorzulegen. Es ist anzustreben, daß auch während der Operationen die Überwachung der aus dem Heimatgebiet ankommenden Betriebsstoffe durchgeführt wird.~~

~~Für die Beurteilung und Untersuchung von Beutebetriebsstoffen gelten die mitgegebenen Richtlinien.~~

- 3) Die Heranziehung der Trupps zu anderen als im Rahmen des Betriebsstoffgebietes liegenden Aufgaben (z. B. Untersuchung von Metallen, Wasser usw.) ist zulässig, soweit die technische Ausrüstung des Trupps dies gestattet. Jedoch ist die Untersuchung von Kampfstoffen mit dem Hinweis auf die hierfür ungeeignete Ausrüstung des Trupps abzulehnen.

Richtlinienfür die Untersuchung und Grenzdaten von Beutebetriebsstoff.

Die Untersuchung von Beutebetriebsstoffen erstreckt sich auf die Prüfung auf Verseuchung und die Feststellung der Qualität.

Prüfung auf Verseuchung:

Nach den bisher gemachten Erfahrungen können Betriebsstoffe mit Zucker, Kolophonium oder anderen Harzen, Heizöl, Rohöl, Teer, Wasser, Kresol und Phenol verseucht sein. Es ist daher schon beim Erkunden der Betriebsstoff-Lager, beim Besteigen der Tankbehälter, beim Probenehmen usw. darauf zu achten, ob äusserlich Spuren von Verseuchungsstoffen festzustellen sind. Teer-, Kolophonium-, Zuckerspuren usw. sind dann gewöhnlich schon in der Nähe der Einfüllstutzen, auf Innenverstreubungen von Hochbehältern und dergleichen wahrzunehmen. Auch auf Büchsen und Kanister sowie deren Restinhalt in der Nähe der Tankbehälter ist zu achten. Verseuchte Betriebsstoffe sind sofort zu sperren und die betreffenden Behälter deutlich zu kennzeichnen. Ist alkoholfreier Kraftstoff mit Zucker verunreinigt, so genügt einfaches Filtrieren durch Tuch zwecks weiterer Verwendung.

Ottokraftstoffe werden laboratoriumsmässig auf Verseuchung überprüft durch:

- a) Ermittlung der Siedekurve,
- b) Bestimmung des Rückstandes aus der Destillation und durch den Abdampftest.

Ein Rückstand von 20 mg/100 cm<sup>3</sup> und weniger ist ohne Bedeutung, vor allem, wenn der Kraftstoff ihn wieder aufzulösen vermag. Größere Rückstandsmengen, besonders wenn sie kraftstoffunlöslich sind, weisen auf Verseuchung mittels Teer, Kolophonium und anderen Harzen hin. Solche Kraftstoffe dürfen wegen der Verpichtungsgefahr (Kolbenringe, Ventile, Vergaser) keinesfalls vor einer Redestillation freigegeben werden.

- c) Verfärbung von Lackmuspapier deutet auf Verseuchung durch Laugen oder anorganische Säuren

Dieselmotorkraftstoffe werden durch Siedeanalyse, Bestimmung des Rückstandes und Verfärbung von Lackmuspapier überprüft.

Schmieröle durch Rückstand und Verfärbung von Lackmuspapier.

Feststellung der Qualität:

Beute-Ottokraftstoffe für Kettenfahrzeuge müssen wegen der starken thermischen Belastung der Motoren bei niederen Drehzahlen den technischen Lieferbedingungen entsprechen, besonders hinsichtlich Oktanzahl und Dampfblasenbildung. Beute-Ottokraftstoffe, die für Räderfahrzeuge in Betracht kommen, können während des Einsatzes von den technischen Lieferbedingungen abweichen. Die Prüfung auf Zusammensetzung geschieht zur Feststellung, ob es sich um Reinbenzin, Benzin-Benzol-Gemisch, Benzin-Alkohol-Gemisch oder Bleibenzen handelt.

Eine Dimethylsulfat-Zahl unter 20 deutet im allgemeinen auf Reinbenzin. Alkoholgehalt wird durch Auslaufen von Kopierstift und durch Ausschütteln mit Wasser festgestellt. Bleibenzen ist immer gefärbt (im Ausland gewöhnlich rot). Bleibenzen mit über 0,8 cm/Ltr. Bleitetraäthyl ist Fliegerbenzin und kommt für erdgebundene Fahrzeuge wegen der starken Verbleiung nicht in Betracht. Solche Bestände werden der Luftwaffe überwiesen, wobei betont wird, daß für die Verwendbarkeit keine Verantwortung übernommen werden kann. Eine Jodzahl über 20 deutet auf Spaltbenzin, bzw. Mischung von Spaltbenzin und Straight-run-Benzin. Diese Benzine besitzen eine Oktanzahl von mindestens 65, soweit sie in normalen Siedegrenzen liegen. Siedeanalyse, Verdampfungstest, spez. Gewicht dienen zur Kennzeichnung der Qualitäten. Bei der Siedeanalyse kann folgende Abweichung zugelassen werden:

bis 75° n.u. 35 R.-% im Sommer wegen Dampfblasenbildung  
 " 100° n.u. 25 R.-% im Winter wegen Startfähigkeit.

Im Sommer und in wärmeren Zonen ist wegen der Gefahr der Dampfblasenbildung, möglichst auf die Innehaltung der vorgeschriebenen Siedekurve zu achten. Da nach den bisherigen Feststellungen die Oktanzahl im Ausland unter 74 liegt, können Otto-Kraftstoffe mit unter 74 liegender OZ in besonderen Mangelfällen für Räderfahrzeuge freigegeben werden, wobei betont wird, daß durch die über-

000008

mässige Beanspruchung der Motoren dieser Fahrzeuge, da sie auf OZ 74 eingestellt sind, ernsthafte Schäden entstehen, und zwar sind die Schäden um so schwerer und umfangreicher, je niedriger die OZ ist, und je länger mit diesem Kraftstoff gefahren wird. Diese Maßnahme kann also nur während des besonderen Einsatzes im Interesse der kämpfenden und vorwärtseilenden Truppe ausnahmsweise ergriffen werden. Die Truppe müssen mit Hilfe der Verbleiungsanlage durch Zusatz von Bleitetraäthyl (Normal 0,4 ccm/Ltr., höchstens 0,6 ccm/Ltr.) oder durch Mischen mit Benzol die Klopfestigkeit der Kraftstoffe heraufzusetzen.

Beute-Dieselmotoren sollen im allgemeinen in der Siedelage zwischen  $140^{\circ}$  und  $400^{\circ}$ , in der Viskosität zwischen 1,0 und 2,0<sup>o</sup>E bei  $20^{\circ}$ C und im spez. Gewicht bei  $15^{\circ}$ C bis 0,900 liegen.

~~Da das Kälteverhalten der Beute-Dieselmotorenstoffe meist sehr schlecht ist, kann Petroleum oder Benzin bis zu 50% bzw. bis zu einer Viskosität von 1,0<sup>o</sup>E bei  $20^{\circ}$ C zugesetzt werden. Diese Maßnahme gilt nur für Aussentemperaturen unter  $0^{\circ}$ C.~~

~~Die Neutralisationszahl kann bis 1,0 steigen. Dieselmotorenstoffe mit hoher Neutralisationszahl sollen nicht eingelagert, sondern gleich verbraucht werden. Da die Zinkkorrosion nicht abhängig ist von der N Z, ist die Prüfung der Korrosion gegen Zink und die Bestimmung von Zink im Dieselmotorenstoff unbedingt notwendig, wenn es sich um größere Bestände handelt, die nicht dem laufenden Verbrauch dienen.~~

~~Ist Dieselmotorenstoff sehr knapp oder überhaupt nicht vorhanden, so kann vorübergehend Ersatz durch Mischung von Leichtmotorenstoff mit mindestens 3% bis zu 5% Motoreneinheitsöl geschaffen werden.~~

Beute-Motorenöle können folgende Abweichungen von den technischen Lieferbedingungen haben:

- 1) Dichte bei  $20^{\circ}$ C nicht über 0,920
- 2) Zähflüssigkeit bei  $50^{\circ}$ C nicht über 10,0<sup>o</sup>E (im Sommer vorübergehend auch 12<sup>o</sup>E),  
im Winter: Zähflüssigkeit bei  $-15^{\circ}$ C nicht über 1800<sup>o</sup>E (extrapoliert)
- 3) Polhöhe nicht über 2,5



000009

4) Neutralisationszahl nicht über 0,2

5) Verseifungszahl nicht über 0,4

Beute-Getriebeöle sollen in der Zähflüssigkeit nicht über 25°E bei 50°C und über 6000°E (extrapol.) bei -15°C liegen. Hochdruck-Getriebeöle können verwendet, Hypoid-Getriebeöle müssen wegen ihres korrodierenden Angriffes abgelehnt werden (Nachweis durch den Korrosionstest für Getriebeöl).

Beute-Abschmierfette müssen natronverseift sein und infolgedessen einen Tropfpunkt nach Ubbelohde von über 110°C haben. Kalkverseifte Fette, die zur Unterscheidung von natronverseiften Fetten einen Tropfpunkt von unter 110°C haben, sind abzulehnen. Das Einheitsabschmierfett des Heeres ist ein natronverseiftes Fett. Werden natronverseifte und kalkverseifte Fette gemischt, so fällt das Fett auseinander und verursacht ernsthafte Schäden.

Verwendung der Waffenpflegemittel, Schmiermittel,  
Bremsflüssigkeit und Kochbadflüssigkeit bei großer Kälte.  
(Auszug aus dem H.V.Bl.1941, 57. Ausgabe).

1. Waffenreinigungöl, Waffenschmieröl und - soweit noch vorhanden - M.G.Öl sind bei Temperaturen bis minus 30°C verwendbar.

Bei höheren Kältegraden müssen diese Öle zur Erhaltung in flüssigem Zustande nach Bedarf (jeweils zur Anpassung an die Außentemperatur) mit Petroleum vermischt werden. Die Beimischung von Petroleum darf jedoch 25 v.H. der Gesamtmenge nicht übersteigen (mithin höchstens 1 Teil Petroleum auf 3 Teile Öl). Sie bleiben dann bis zu etwa minus 50°C flüssig.

Für die Zeit größerer Kälte erhalten die Truppen im Osten und in Norwegen frostsicheres Waffenreinigungöl und frostsicheres Waffenschmieröl, brauchbar bis minus 40°C. Bei tieferen Temperaturen müssen auch diese Öle nach den Grundsätzen in Abs.2 mit Petroleum vermischt werden. Fässer mit frostsicherem Öl tragen die Aufschrift "Frostsicher".

2. Abschmierfett - für Gleit-, Kugel- und Rollenlager sowie für alle nicht durch Waffenschmieröl zu befriedigende Schmierzwecke - ist bis minus 15°C, bei Zusatz von Petroleum bis minus 50°C brauchbar. Der Petroleumzusatz kann bis zum Sechsfachen der Fettmenge (1 Teil Abschmierfett und bis zu 6 Teilen Petroleum) betragen.

3. Auch Wagenschmiere (für pferdebespannte Fahrzeuge) muß bei Gefahr des Gefrierens mit Petroleum - soweit erforderlich - vermischt werden.

4. Öl für Feinmechanik (das an Stelle des bisher zuständigen Knochenöls getreten ist) ist bis minus 35 bis 40°C kältebeständig.

Zum Ölen der Zieleinrichtungen erhalten die Truppen im Osten und in Norwegen für den Winter Vacuum-Servo-Öl 222, das bis minus 50°C frostsicher ist. Notfalls ist Waffenreinigungöl nach Ziffer 1 zu verwenden.

5. Bremsflüssigkeit, braun, für Geschütze, ist bis minus 40°C brauchbar.

6. Bremsöl. Für Geschütze, die bestimmungsgemäß mit Bremsöl gefüllt sein müssen, ist als Bremsöl nur noch Shell-Öl AB 11 zu verwenden, das bis minus 60°C kältebeständig ist.

Bremsöle tschechischen, polnischen, französischen Ursprungs für Geschütze sind nur bis minus 20°C brauchbar und daher nach Aufbrauch oder bei größerer Kälte durch Shell-Öl AB-11 zu ersetzen.

7. Kochbadflüssigkeit (in Geschützen verwendet) hält bis minus 55°C.

8. Die optischen Geräte sind erst zum Teil mit kältebeständigem Fett versehen.

Geräte, die in der Nähe des Firmenzeichens die Buchstaben "KF" tragen, sind mit kältebeständigem Fett

(Invarol) versehen, das bis zu minus 20°C einwandfreien Gang der Triebe gewährleistet.

Geräte, die statt des Zeichens "KF" oder zusätzlich eine ausgelegte hellblaue Kreisfläche tragen, sind mit Vacuumfett 1416 gefettet. Diese Geräte sind bis minus 40°C einwandfrei bedienbar.

9. Als Schmiermittel für Fahrräder ist Waffenschmieröl zu verwenden.

Technische Lieferbedingungen  
für  
Kühlwasserfrostschutzmittel Glysantin K.

- 1.) Reinheit: Das Frostschutzmittel muß klar und frei von festen Fremdstoffen sein.
- 2.) Dichte bei 20°C: 1,1120 - 1,1180  
Bestimmung nach DIN 3653.
- 3.) pH-Wert: Der pH-Wert einer Mischung von 45 R.T. Glysantin und 55 R.T. dest. Wasser darf nicht unter 7 und nicht über 8 betragen.  
Bestimmung mit Indikatorpapier "Merck" mit Farbskala für den Bereich pH 1 - pH 10.
- 4.) Kälteverhalten: Eine Mischung von ~~45 R.T. Glysantin und~~ 55 R.T. Wasser muß bei -27°C noch flüssig sein.  
~~Kristallbildungen dürfen vor Erreichung dieser Temperatur nicht auftreten.~~  
~~Bestimmung nach DIN 3662.~~

Anmerkungen: Glysantin K ist korrosionsgeschütztes Aethylenglykol. Di- und Triäthylenglykole werden in Anlehnung an die für Glysantin K festgelegten Richtlinien untersucht. Als behelfsmässiges Frostschutzmittel kann in dringenden Fällen Aethanol (Motorensprit) unter Beachtung der in der Vorschrift D 635/5 "Kraftfahrzeuge im Winter" gegebenen Hinweise verwendet werden. In Bezug auf Beute-Frostschutzmittel wird auf den Befehl OKH Gen St d H/Gen Qu/Qu 3/IIa Az. 416/36, Nr. I 25531/41 vom 23.8.41 verwiesen, nach dem Proben dieser Stoffe an OKH (Wa Prüf 6/IV) zur Nachuntersuchung und Freigabe einzusenden sind.

Heer

Vorläufige technische Lieferbedingungen für Abschmierfett

TL 6014

Allgemeines

000013

- 1. Für Prüfung erforderliche Proben, falls Wiederholungsprüfung notwendig auch hierfür, ebenso deren Verpackung und Versand werden nicht besonders bezahlt.
- 2. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.
- 3. Auftragnehmer ist verpflichtet, auf Verlangen der abnehmenden Stelle den Nachweis zu führen, daß die verwendeten Rohstoffe rein deutsche Erzeugnisse sind.
- 4. Abschmierfett ist in verschlossenen Fässern mit noch nicht gesichertem Verschuß zur Abnahme vorzustellen.

dem Fett nach Einwirkungsdauer von 2 Tagen nicht getrübt werden (Glasstreifenmethode). Das Fett muß möglichst unverändert bleiben, d. h. es darf sich nicht ablösen, noch an der Oberfläche aufquellen oder Zersetzungserscheinungen aufweisen.

- 8. Wasserbeständigkeit bei erhöhter Temperatur:  
Bei Einwirkung von ruhendem destilliertem Wasser von + 50° C während 5 Stunden muß das Fett die gleichen Bedingungen wie unter Ziffer 7 erfüllen.
- 9. Wasserbeständigkeit beim Rührversuch:  
Bei Einwirkung von bewegtem Wasser von + 50° C während 2 Stunden muß das Fett die gleichen Bedingungen wie unter Ziffer 7 erfüllen.

Technische Forderungen

- 5. Abschmierfett muß ein homogenes, transparentes, ungefärbtes Fett sein.
- 6. Tropfpunkt: nicht unter + 130° C  
 Konsistenz bei + 50° C: " " 0,5 kg  
 " - 10° C: " " über 3,0 "  
 Aktiver Schwefel im Grundöl: frei.
- 7. Wasserbeständigkeit bei normaler Temperatur:  
Ruhendes destilliertes Wasser von + 20° C darf von

- 10. Wärmebeständigkeit:  
Nach 24-stündiger Lagerung bei + 75° C darf das Fett nicht mehr als 0,5% Öl abscheiden. Das Fett darf möglichst keine Veränderungen zeigen, d. h. es darf an der Oberfläche nicht verharzen, hart oder bröckelig werden.
- 11. Abschmierfett in handelsübliche Fässer füllen. Der Deckeldurchmesser des Fasses muß mindestens 3/4 des Faßdurchmessers betragen.
- 12. Je einen Inhaltzettel (weißer Grund, Größe 105x148 mm) nach folgendem Muster auf jedem Faß haltbar anbringen.

<p>kg</p> <p><b>Abschmierfett</b></p>	
(Fertigungsfirma):	(Fertigungstag, -monat, -jahr)
abgenommen	
(Ort)	(Abnahmestempel)

Oberkommando des Heeres  
Heereswaffenamt (Wa Chef Ing 1)

Fortsetzung s. Seite 2

Geändert gegenüber der Ausgabe vom 28. 9. 38 Ziff. 17

## Abnahme

13. Abschmierfett auf Einhaltung der in Ziffer 5 gestellten Forderungen — Ölabscheidung, mechanische Verunreinigungen sowie Knötchenbildung — stichprobenweise prüfen.

Zeigen sich mehrmals dieselben Beanstandungen, vorgestellte Menge zurückweisen.

14. Zur Prüfung der in Ziffer 6 bis 10 gestellten Forderungen sind von jeder hergestellten Charge 1500 g einzusenden.

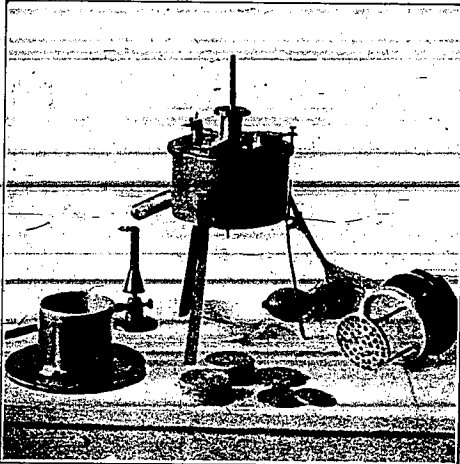
Fässer nach der Probeentnahme verschließen (plombieren, siegeln u. ä.).

15. Die folgenden Prüfungen an jeder eingesandten Probe vornehmen.

Bei Nichtgenügen auch nur einer Prüfung vorgestellte Menge zurückweisen.

16. Prüfung des Tropfpunktes (Ziff. 6) nach DIN DVM 3654, mit der Maßgabe, daß als Tropfpunkt erst die Temperatur gilt, bei der geschmolzenes Fett abtropft.

17. Prüfung der Konsistenz (Ziff. 6) im Brunn'schen Konsistenzprüfer, Hersteller des Apparates: Firma Julius Peters, Berlin NW 21, Stromstraße 39.

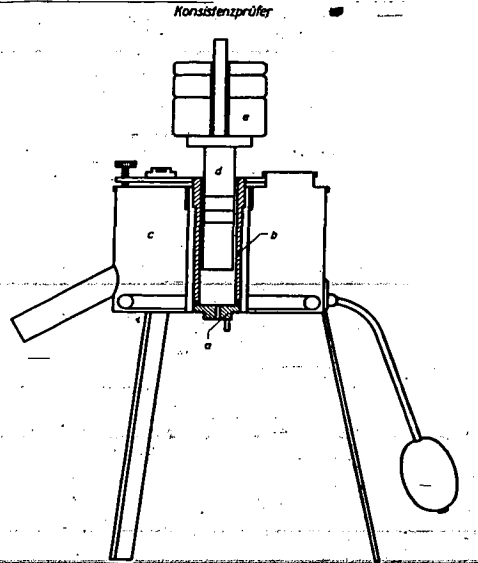


Unter Konsistenzzahl wird das geringste Gewicht in Kilogramm verstanden, das in einer Zeit bis zu 60 Sekunden einen Fettstrang von 1 cm aus dem in der Abbildung dargestellten Konsistenzprüfer herauspreßt.

Zunächst wird das zu prüfende Fett während 5 bis 6 Minuten im Knetapparat (Petroleum 1934, Nr. 15, S. 1 ff.) in 200 gleichmäßigen Hüben durchgeknetet, wobei ein Hin- und Hergang des durchlöchernten Kolbens in dem Knetapparat einen Hub bedeutet.

Das so geknetete Fett wird dann sofort in etwa 10 mm dicker Schicht auf eine Glasplatte blasenfrei ausgestrichen. Nach Entfernung des abschraubbaren Unterteils (a) und des Versuchszyinders (b) wird das geknetete Fett sowohl in letzteren, als auch in den abschraubbaren Unterteil (a) völlig blasenfrei eingefüllt. Das Füllen geschieht durch senkrecht Aufsetzen des Zylinders auf die mit Fett be-

strichene Glasplatte an immer wieder anderer Stelle der Fettschicht und durch scharfes Herunterdrücken und seitliches Abziehen zum Rande der Glasplatte hin, ohne daß der Zylinder dabei gekantet wird.



Nach jedesmaligem Abziehen überzeuge man sich von der Blasenfreiheit der eingebrachten Fettschicht durch Aufsicht von unten. Etwa vorhandene Hohlräume sind vorsichtig mittels Spatels mit Fett auszufüllen. Das Unterteil schraubt man wieder an den Versuchszyylinder und setzt letzteren in den Thermostaten (c). Der Zylinder selbst ist vor der Prüfung mit dem zu untersuchenden gekneteten Fett leicht einzuschmieren. Bei der Prüfung bei  $+ 50^{\circ} \text{C}$  wird Wasser, bei  $- 10^{\circ} \text{C}$  wird Brennspritus und Kohlensäure als Heiz- bzw. Kühlmittel in dem Thermostat verwendet. Mit Hilfe einer Schraube wird der Versuchszyylinder senkrecht nach der Libelle in dem Thermostat ausgerichtet. Dann wird der Prüfkolben (d) durch langsames Herunterdrücken bis zu der unteren der drei auf ihm angebrachten Strichmarken eingeführt. Der Stempel darf nicht schneller als innerhalb einer halben Minute bis zur unteren Strichmarke eingedrückt und muß mit dem beigegebenen Distanzstück festgelegt werden. Die überschüssige Fettmenge tritt dann aus der Öffnung des Unterteils aus. Bei der Prüfung bei  $+ 50^{\circ} \text{C}$  wird nach 45 Minuten, bei der Prüfung bei  $- 10^{\circ} \text{C}$  nach 2 Stunden der Versuch durchgeführt. Steht nur ein Konsistenzmesser zur Verfügung, so muß unmittelbar vor der zweiten Prüfung eine neue Menge im Originalzustand angeliefertes Fett hierfür 200 mal geknetet werden, da das Fett unter Umständen seine Konsistenz sehr schnell ändert.

Die Konsistenz des Fettes wird folgendermaßen ermittelt:

Wird durch die eigene Schwere des Kolbens, der 0,5 kg wiegt, 1 cm Fett in einer Zeit bis zu 60 Sekunden nicht heraufgedrückt, so muß eine zusätzliche Belastung vorgenommen werden und zwar:

- bei einer Konsistenzzahl von 0,5 bis 1,0
  - eine zusätzliche Belastung v. 100 g
- bei einer Konsistenzzahl von 1,0 bis 2,95
  - eine zusätzliche Belastung v. 150 g

Die Gewichte (e) müssen vorsichtig aufgelegt werden, Belastungsänderungen dürfen stets nur unter Gewichtszunahme erfolgen, wobei es aber gestattet ist, im Vorversuch eine solche durch Gewichts austausch vorzunehmen. Nach jeder Belastung wird 2 Minuten bis zur Ausführung der Messung bzw. bis zur Neubelastung gewartet, wobei je nach der Struktur des Fettes schon ein Austreten des Fettes aus der Düse erfolgen kann. Die erforderliche Belastung muß während des Vorversuches (zwischen der unteren und mittleren Strichmarke) ermittelt werden. Vom Beginn des Hauptversuches (mittlere Strichmarke) bis zu seinem Ende (oberen Strichmarke) werden fortlaufend Messungen ausgeführt, wobei zwischen jede Messung eine Pause von einer Minute eingeschaltet wird. Vor jeder Messung wird der aus der Düse herausgedrückte Fettstrang mit einem Spatel glatt abgestoßen.

Bei Fetten, die den angeführten Beschaffenheitsbedingungen entsprechen, tritt bei Steigerung der Belastung der Fettstrang in einer der Gewichtssteigerung entsprechenden kürzeren Zeit aus. Einen plötzlichen Konsistenzabfall dürfen die Fette nicht zeigen. Tritt z. B. bei zusätzlicher Belastung von 100 g — das sind 0,6 kg Gesamtbelastung — 1 cm Fett in 80 Sekunden aus der Düse aus, und nach weiterer Gewichtssteigerung von 100 g (das sind dann 0,7 kg Gesamtbelastung) plötzlich schon in 10 Sekunden, dann sind derartige Fette als untauglich zu bezeichnen. Während der Hauptversuchsperiode müssen unter Zugrundelegung obiger Angaben mindestens 10 Messungen vorgenommen werden können.

18. Prüfung auf aktiven Schwefel (Ziff. 6) wird wie folgt durchgeführt.

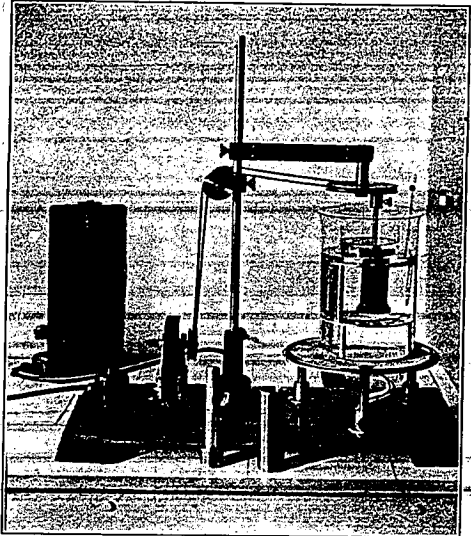
Ein blanker Kupferstreifen 100×10×1 mm wird 2 Stunden bei + 50° C im Trockenschrank in dem aus dem zu prüfenden Fett abgeschiedenen Grundöl erhitzt. Der Kupferstreifen muß blank bleiben oder höchstens schwach dunkel anlaufen.

19. Prüfung der Wasserbeständigkeit (Ziff. 7 und 8) wie folgt durchführen.

Auf einen Glasstreifen von 160 mm Länge und 15 mm Breite, der zum besseren Halten des Fettes geätzt ist, wird mit Hilfe einer Messingschablone (VDE — Schrift Nr 0351 [1927]) von 1 mm Dicke und einem Fenster von 100×10 mm eine Fettschicht von 100 mm Länge und 10 mm Breite und 1 mm Dicke aufgetragen. Der so vorbereitete Glasstreifen wird in ein 10 cm<sup>3</sup> destilliertes Wasser enthaltendes sogenanntes Milchprobefläschchen (etwa 1/10 l Inhalt) gestellt und während der vorgeschriebenen Zeiten beobachtet. Es ist darauf zu achten, daß die Fettschicht auf dem Glasstreifen so aufgetragen wird, daß die oberen 5 mm der Fettschicht aus dem Wasser herausragen, damit der Grad der Veränderung des Fettes während der Lagerung besser beurteilt werden kann. Hat sich die Fettschicht nach den vorgeschriebenen Zeiten nicht verändert, so kann die Prüfung abgebrochen werden, das gleiche gilt bei wesentlicher Abweichung von den Anforderungen. Sollte bei dem Ver-

such bei normaler Temperatur nach 2 Tagen eine geringe Wassertrübung oder eine geringe Veränderung der Fettoberfläche aufgetreten sein, so ist die Beobachtung auf eine Woche auszudehnen.

20. Prüfung der Wasserbeständigkeit beim Rührversuch (Ziff. 9) wird in der in nachfolgender Abbildung wiedergegebenen Apparatur durchgeführt. Hersteller: Firma Julius Peters, Berlin NW 21, Stromstraße 39.



Das Fett wird in dem Drahtzylinder von 0,7 mm Maschenweite und 0,5 mm Drahtdicke gepreßt und der herausgedrückte Überschuß entfernt. Auf diese Weise erhält man immer die gleiche Fettoberfläche. Nach dem Einsetzen des Zylinders in die Apparatur rührt man das Fett 2 Stunden bei + 50° C in 750 cm<sup>3</sup> destilliertem Wasser mit 50 U/Min., wobei das Auftreten von Flüssigkeitsschichten, wie dies im ruhenden System der Fall ist, vermieden wird. Die 750 cm<sup>3</sup> destilliertes Wasser befinden sich in einem 1 l-Becherglas, das in einem mit Wasser von + 51° C gefüllten 4 l-Becherglas steht. Die Beheizung erfolgt elektrisch. Die Rührvorrichtung wird durch einen Motor angetrieben.

21. Zur Prüfung der Wärmebeständigkeit (Ziff. 10) werden 25 g Fett in einem 1-G-3-Tiegel der Firma Schott eingefüllt. Nach Anbringen von 3 Büroklemmern unterhalb der Siebplatte als Füße — um dem durchfließenden Öl freien Abfluß zu ermöglichen — wird der gefüllte Tiegel in einer Petrischale 24 Stunden bei + 75° C im Trockenschrank erhitzt. Nach dem Abkühlen im abgeschalteten Trockenschrank und Abwischen des unteren Tiegelrandes erfolgt die Wägung.

22. Nach erfolgter Abnahme, Abnahmestempel mit lichtbeständiger Farbe auf Inhaltszettel setzen.

000016

Zur Zeit gelten folgende Abweichungen von den  
Vorläufigen technischen Lieferbedingungen  
für Abschmierfett (TL 6014).

a) Zu Punkt 6, Konsistenz bei + 50°C:

Die Konsistenzzahl darf von 0,5 kg bis auf  
0,3 kg gesenkt werden.

b) Zu Punkt 7 und 8, Wasserbeständigkeit bei normaler  
und erhöhter Temperatur:

Eine leichte Trübung des Wassers nach 1 Tag bzw.  
2 Stunden ist zulässig.

c) Zu Punkt 9, Wasserbeständigkeit beim Rührversuch:

Bei der Einwirkung von bewegtem Wasser von 50°C  
darf bereits nach einer Stunde eine leichte Trübung  
des Wassers eintreten.



Technische Lieferbedingungen für Otto-Kraftstoffe.

Gültig im Winter 1941/42.

Kraftstoff-Art	Fahrbenzin-Tel	Bi-Bo-Tel-Gemisch
Farbe	gelb	rot
Allgemeines	Die Kraftstoffe müssen klar, frei v. ungelöstem Wasser u. festen Fremdstoffen sein und dürfen Kupfer nicht angreifen.	
Dichte (15°C)	0,720 - 0,780	0,740 - 0,780
Oktanzahl (Research-Methode)	74 <sup>1)</sup>	74 <sup>1)</sup>
Siedeverlauf bis 75°C	n.ü. 40 Vol.%	n.ü. 40 Vol.%
" 100°C	n.u. 30 "	n.u. 38 "
" 200°C	n.u. 95 "	n.u. 95 "
Dampfdruck (Reid) kg/cm <sup>2</sup> b. 40°C:	0,20 - 0,80	0,20 - 0,80
Verdampfungsrückst. 100ccm/220°C:	nicht über 10 mg	
Kältebeständigkeit	bis -25°C klar und frei v. Kristallen <sup>2)</sup>	
Heizwert in WE/ltr.	7 500	7 650
Schwefelgehalt	nicht über 0,2 Gew.%	
Eleitetetraäthyl-Gehalt	n.ü. 0,04 Vol.% <sup>3)</sup>	n.ü. 0,04 Vol.%

1) Mindest-OZ: 73,5

2) Für Ostsee ab 1.11.41 -40°C

3) Vorübergehende Ausnahme: n.ü. 0,06 Vol.%

Technische Lieferbedingungen für Otto-Kraftstoff

Gültig im Winter 1941/42.

Kraftstoff-Art	Bi-Bo-Gemisch	T-Kraftstoff
Farbe	rot	violett
Allgemeines	Die Kraftstoffe müssen klar, frei v. ungelöstem Wasser u. festen Fremdstoffen sein u. dürfen Kupfer nicht angreifen.	
Dichte (15°C)	0,750-0,780 <sup>1)</sup>	0,740 -0,780
Oktanzahl (Research-Meth.)	74 <sup>2)</sup>	78 <sup>3)</sup>
Siedeverlauf bis 75°C	n.ü. 40 Vol.-%	n.ü. 25 Vol.-%
"    100°C	n.u. 45 "	n.u. 38 "
"    200°C	n.u. 95 "	n.u. 95 "
Dampfdruck (Reid) kg/cm <sup>2</sup> b. 40°C	0,20 - 0,80	0,20 - 0,60
Verdampfungsrückst. 100ccm/220°C	nicht über 10 mg	
Kältebeständigkeit	bis -25°C klar u. frei v. Kristallen 4)	
Heizwert in WE/ltr.	7-700	7-650
Schwefelgehalt	nicht über 0,2 Gew.-%	
Bleitetraäthylgehalt		n.ü. 0,04 Vol.-%

- 1) Vorläufige Ausnahme 0,795
- 2) Mindest-OZ 73,5
- 3) Mindest-OZ 77,5
- 4) Für Ostheer ab 1.11.41 -40°C

Technische Lieferbedingungen

für

000019

Dieseldieselkraftstoffe.

Gültig vom 1.9.41 bis 31.3.42.

	Dieseldieselkraftstoff	Sonderdieseldieselkraftst. 2)
Allgemeines	Der Dieseldieselkraftstoff muß frei v. festen Fremdstoffen sein.	
Dichte bei 20°C	0,805 <sup>1)</sup>	bis 0,860
Zähigkeit n. Engler bei 20°C (Vogel-Ossag)	1,1	bis 2,0 <sup>2)</sup>
Stockpunkt	nicht über - 20°C <sup>2)</sup>	
Filtrierbarkeit	200 com nicht über 60 sek. bei -15°C <sup>3)</sup>	
Flammpunkt (Pensky-Martens)	nicht unter 55°C	nicht unter 21°C
Neutralisationszahl	nicht über 0.4	
Korrosion - Zink	nicht über 4,0 mg Gewichtsabnahme	
<del>Schwefelgehalt</del>	<del>nicht über 1,0 Gew.-%</del>	
Unterer Heizwert	nicht unter 9.900 WE/kg	
Zündwilligkeit	nicht unter 45 Cetanzahlen	
Wassergehalt	nicht über 0,5 Gew.-%	
Aschegehalt	nicht über 0,05 Gew.-%	
Verkokbarkeit <sup>4)</sup>	nicht über 2,0 Gew.-% Kok und Hartasphalt (Hagemann Hammerich) bzw. n.üb. 0,05 Gew.-% Kok (Conradson-Test)	
Siedeverhalten	bis 360°C mindestens 80 Vol.-%	
<del>Mischbarkeit</del>	<del>Alle Dieseldieselkraftstoffe müssen untereinander mischbar sein.</del>	

1) Ausnahme 0,800

2) Vom 1.10. bis 31.10. für Osttheer: nicht über -30°C  
vom 1.11. bis 28.2. für Osttheer: nicht über -40°C  
ab 1.3. für Osttheer: nicht über -30°C  
für Heimat und Westtheer: nicht über -15°C

3) Vom 1.10. bis 31.10. für Osttheer: bei -25°C  
vom 1.11. bis 28.2. für Osttheer: bei -35°C  
ab 1.3. für Osttheer: bei -25°C  
für Heimat und Westtheer: bei -10°C

4) Die Bestimmung der Verkokbarkeit wird noch umgestellt auf das neue Verfahren des HWA. Dementsprechend wird ein anderer Grenzwert festgelegt.

Technische Lieferbedingungenf ü r" Motoreinheitöl der Wehrmacht "

- |                                     |                                    |
|-------------------------------------|------------------------------------|
| 1. Dichte 20°C                      | nicht über 0,91                    |
| 2. Verdampfbarkeit                  | nicht unter 7% - nicht über 14%    |
| 3. Zähflüssigkeit -15°C             |                                    |
| cSt:                                | nicht über 13 800                  |
| E :                                 | nicht über 1 800                   |
| <del>4. Zähflüssigkeit +100°C</del> |                                    |
| cSt:                                | nicht unter 10,8 - nicht über 12,8 |
| E :                                 | nicht unter 1,9 - nicht über 2,1   |
| 5. Polhöhe                          | nicht über 2,1                     |
| 6. Harz und Asphalt                 | nicht über 4,0 %                   |
| 7. Gesamtverschmutzung              | frei                               |
| a) Hartasphalt                      | frei                               |
| b) Feste Fremdstoffe                | frei                               |
| c) Verbrennbares                    | frei                               |
| d) Asche                            | Spuren                             |
| <del>8. Neutralisationszahl</del>   | <del>nicht über 0,07</del>         |
| <del>9. Verseifungszahl</del>       | <del>nicht über 0,25</del>         |
| 10. Wasser                          | frei                               |
| Flammpunkt                          | nicht unter 200°                   |

Vorläufige technischen Lieferbedingungen  
für

" Getriebeoel für die Wehrmacht "

Ausgabe vom 11.8.1941.

Allgemeines: "Getriebeoel für die Wehrmacht" wird in Getrieben und Hinterachsen aller Wehrmacht-Kraftfahrzeuge verwendet. Das "Getriebeoel für die Wehrmacht" ist ein Mineraloel, das einen Zusatz zur Erhöhung der Druckaufnahmefähigkeit besitzen soll. Zusätze, die ausfallen oder ausfällend wirken, dürfen nicht enthalten sein.

II. Technische Forderungen:

1. Äußere Erscheinung: Frei von Bodensatz oder irgendwelchen Ausscheidungen.
2. Dichte bei 20°: nicht über 0,950
3. Verdampfbarkeit: nicht über 4%(200° Prüftemperatur.)
4. Viskositäts-Temperatur-Verhalten:
  - a) Visk. b. 0°C nicht über 1500°E
  - b) " 100°C nicht unter 2,2°E n. über 2,7°E
  - c) Visk. Polhöhe: nicht über 2,5
5. Zusatz z. Erhöhung der Druckfestigkeit: Bei Verwendung von tier- u. pflanzl. Fettungsmitteln muß der Gehalt über 3% betragen.
6. Asche: nicht über 0,05%
7. Korrosionstest: keine korrosiven Erscheinungen. Leichte Anlauffarbe des Kupferstreifens ist gestattet.
8. Prüfung der Druckaufnahmefähigkeit: Prüfung im Vierkugelapparat. Belastung mindestens 200 kg während einer Minute.

III. Getriebeoel für Variorexgetriebe:

Es gelten die gleichen Bedingungen bis auf die Viskosität:

Bei 100°C ..... nicht unter 3°E  
..... nicht über 4°E.

Heer

Vorläufige technische Lieferbedingungen für Waffenschmieröl

TL 6021

000022

Allgemeines

1. Die zur Herstellung verwendeten Stoffe sind vor Zulassung des Waffenschmieröles an den Auftraggeber vertraulich mitzuteilen. Für diese Angaben als Herstellungsgeheimnis der Firma wird vom Auftraggeber Geheimhaltung zugesichert. Die Lieferfirmen sind verpflichtet, für jede beabsichtigte Abänderung der zugelassenen Zusammensetzung des Waffenschmieröles unaufgefordert die Einwilligung des Auftraggebers einzuholen.

2. Für Prüfung erforderliche Proben, falls Wiederholungsprüfung notwendig, auch hierfür, ebenso deren Verpackung und Versand werden nicht besonders bezahlt.

3. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.

4. Waffenschmieröl ist in verschlossenen, sauberen Fässern mit noch nicht gesichertem Verschluss zur Abnahme vorzustellen.

Technische Forderungen

5. Waffenschmieröl ist ein klares Mineralöl-Raffinat oder -Destillat mit Zusätzen, die Hochdruckeigenschaften bewirken.

6. Flammpunkt (o. T.): über 150° C  
Kälteverhalten: unter -25° C flüssig (s. Ziff. 13)  
Viscosität bei 20° C: zwischen 6 und 8° E  
Viscosität bei 50° C: über 2,0° E  
Neutralisationszahl: unter 0,1 (bei Verwendung von Fettsäure unter 3,0)  
Fettölgehalt: 1 bis 3%  
Gesamtschwefelgehalt: 0,5 bis 3,0%  
Wasser: unter 0,1%  
Hartasphalt: frei  
Asche: unter 0,2%.

7. Das Waffenschmieröl muß frei von Verunreinigungen und harzartigen Bestandteilen sein. Bodensatz darf sich nicht bilden.

8. Waffenschmieröl in gut schließende, handelsübliche Fässer füllen. Beim Versand Eisenbahnverkehrsordnung Anlage C beachten.

9. Je einen Inhaltzettel (weißer Grund, Größe 105 mal 148 mm) nach folgendem Muster auf jedem Faß haltbar anbringen:

kg	
<b>Waffenschmieröl</b>	
(Fertigungsfirma)	(Fertigungstag, -monat, -jahr)
abgenommen	
(Ort)	(Abnahmestempel)

Gesendet gegenüber der Ausgabe vom 25. 10. 40; Bezeichnung im Titel, in Ziff. 1, 4, 5, 7, & 10 und im Inhaltsverzeichnis. Ziff. 6.

Oberkommando des Heeres  
Heereswaffenamt (WaChef Ing 1)

Fortsetzung siehe Rückseite

## Abnahme

10. Aus jedem 10. Faß Waffenschmieröl, mindestens jedoch aus einem Faß jeder Lieferung, ist nach gründlichem Durchmischen eine Probe von etwa 1 kg vom Abnehmer zu entnehmen und zur Untersuchung einzusenden. Nach der Probeentnahme sind die Fässer zu verschließen (plombieren, siegeln o. ä.).

11. Die nachfolgenden Prüfungen an jeder eingesandten Probe vornehmen. Bei Nichtgenügen auch nur einer Prüfung vorgestellte Menge zurückweisen.

12. Prüfung der in Ziffer 6 und 7 gestellten Forderungen erfolgen nach DIN DVM 3661, 3655, 3658, 3656, 3660 und 3657.

13. Zur Ermittlung des Kälteverhaltens wird das Öl in der unter DIN 3662 beschriebenen Apparatur 1 Stunde lang auf  $-25^{\circ}\text{C}$  abgekühlt. Nach dieser Zeit muß es beim Umkehren des Probegläses noch fließen, darf keine festen Bestandteile abscheiden und muß klar bleiben.

14. Die Bestimmung des Fettöl- und Gesamtschwefelgehaltes erfolgt nach den üblichen Untersuchungsmethoden.

15. Nach erfolgter Abnahme Abnahmestempel auf Inhaltzettel setzen.

Heer

Vorläufige technische Lieferbedingungen  
für Waffenreinigungöl

TL 6007  
B

000024

**Allgemeines**

1. Die zur Herstellung verwendeten Stoffe sind vor Zulassung des Waffenreinigungöles dem Auftraggeber vertraulich mitzuteilen. Für diese Angaben, als Herstellungsgeheimnis des Lieferanten, wird vom Auftraggeber Geheimhaltung zugesichert. Die Lieferfirmen sind verpflichtet, für jede beabsichtigte Änderung der zugelassenen Zusammensetzung des Waffenreinigungöles, unaufgefordert die Einwilligung des Auftraggebers einzuholen.

2. Die Prüfungen zu Ziffer 16 bis 19 erfolgen mit im Lieferwerk oder in der Nähe befindlichen amtlich anerkannten Prüfeinrichtungen oder in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.

3. Das Waffenreinigungöl eines neu zugelassenen Herstellers muß mit den Ölen der bereits liefernden Hersteller ohne Änderung oder Beeinträchtigung dieser Öle mischbar sein.

4. Waffenreinigungöl in verschlossenen Fässern mit noch nicht gesichertem Verschluß zur Abnahme vorstellen.

**Technische Forderungen**

5. Das Öl wird auf der Grundlage von Erdölabkömmlingen hergestellt.

6. Das Öl muß eine klare Flüssigkeit sein. Es darf sich nicht entmischen und keinen Bodensatz bilden.

7. Der Gehalt an Wasser darf 0,5% nicht übersteigen.

8. Das Öl muß 2 bis 3% wasserfreie Kali- oder Natronseife auf Grundlage von Naphtensulfo- oder Naphtensäuren enthalten.

9. Das Öl muß folgenden Kennzahlen entsprechen:

Zähigkeit bei 20° C: 3 bis 6,5° E

Flammpunkt (o. T.): mind. + 50° C

Stockpunkt: unter - 20° C

Alkaligehalt: unter 1,5 mg KOH/g.

Die Reaktion der wässrigen Emulsion muß schwach alkalisch sein.

10. Das Öl muß bei 24-stündigem Erhitzen auf 65 bis 70° C ohne Ausscheidungen bleiben.

11. Das Öl ist in gut schließende, handelsübliche Fässer von etwa 200 kg Inhalt zu füllen. Beim Versand der Fässer ist die Eisenbahnverkehrsordnung Anlage C zu beachten.

12. Je einen Inhaltszettel (weißer Grund, Größe 105×148 mm) nach folgendem Muster auf jedem Faß haltbar anbringen:

kg	
<b>Waffenreinigungöl</b>	
(Lieferfirma)	(Liefertag, -monat, -jahr)
abgenommen	
(Ort)	(Abnahmestempel)

Oberkommando des Heeres  
Heereswaffenamt (Wa Chef Ing 1)

Fortsetzung s. Rückseite

Geändert festender TL 6007, Ausgabe vom 1. 6. 40; Ziff. 7, 8, 9, 16 und 17



## Abnahme

13. Für Prüfungen aus jedem 10. Faß, mind. jedoch aus einem Faß jeder Lieferung nach gründlichem Durchmischen des Öles eine 1 kg-Probe entnehmen.

14. Jede entnommene Probe auf Einhaltung der in Ziffer 6 gestellten Forderungen prüfen.

Genügt eine Probe nicht, Prüfung auf sämtliche Fässer ausdehnen und nichtgenügende Fässer zurückweisen.

15. Die nachfolgenden Prüfungen an jeder Probe vornehmen.

Genügt eine Probe nicht, vorgestellte Menge zurückweisen.

16. Die Untersuchung des Öles gemäß Ziffer 7 und 9 erfolgt nach DIN DVM 3656, 3655, 3661, 3662.

17. Die Bestimmung der wasserfreien Seife (Ziffer 8) wird wie folgt ausgeführt:

Man löst 10,0 g Waffenreinigungöl im Scheidetrichter in 100 cm<sup>3</sup> Petroläther, wobei auch mindestens 14 Tage altes Waffenreinigungöl eine klare Lösung ergeben muß, gibt 60 cm<sup>3</sup> etwa 30° C warmen 70%igen Alkohol hinzu und schüttelt gut durch. Der sich abscheidende wässrige

Alkohol enthält die Hauptmenge der Seifen der Naphtensulfosäure. Der Rest der Seife wird durch zwei- bis dreimaliges Ausschütteln mit je 30 cm<sup>3</sup> etwa 70%igem warmem Alkohol ausgezogen. Die alkoholischen Auszüge werden vereinigt, eingeengt und bei 105° C zur Konstanz getrocknet.

18. Zur Bestimmung des Alkaligehaltes (Ziffer 9) werden 10 g Öl in 40 cm<sup>3</sup> filtriertem Benzol-Alkohol-Gemisch aufgelöst und mit n/10 Salzsäure ausstitriert. Das Benzol-Alkoholgemisch besteht aus 2 Vol. Teilen Benzol (DAB) und 1 Vol. Teil Alkohol (96%ig) und 0,5 g Gewichtsprozent Alkali-blau (Blindversuch ist zu adieren).

19. Zur Prüfung der Alterung des Öles (Ziffer 10) sind 100 cm<sup>3</sup> klares Waffenreinigungöl in einem mit Uhrglas abgedeckten Erlenmeyerkolben in einem Trockenschrank 24 Stunden auf 65 bis 70° C zu erwärmen. Dabei darf das Öl keinen oder höchstens einen geringfügigen Bodensatz aufweisen. Keineswegs dürfen aber gallertige Auscheidungen auftreten.

20. Nach erfolgter Abnahme, Abnahmestempel mit lichtbeständiger Farbe auf Inhaltsettel setzen.

1. Für den jeweiligen Auftrag ist die zur Zeit der Auftragserteilung gültige Ausgabe maßgebend.
2. Nach Auftragserteilung erschienene Ausgaben gelten nur mit schriftlicher Zustimmung des Auftraggebers.

TL 6003

# Vorläufige technische Lieferbedingungen für Lederöle und -fette

Ausgabe vom 27. Januar 1937

## Allgemeines

1. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt oder in der Deutschen Versuchsanstalt für Lederindustrie in Freiberg in Sachsen.
2. Für Prüfung erforderliche Proben ebenso deren Verpackung und Versand werden nicht besonders bezahlt.

stoffen 2% und an in Äther unlöslichen organischen Substanzen 5% nicht übersteigen. Eisenverbindungen dürfen in den Lederölen und -fetten nicht über 0,1% als Eisenoxyd ( $Fe_2O_3$ ) berechnet, vorhanden sein.

7. Die Säurezahl der Lederöle und -fette darf 30, die Jodzahl (nach Hanus) 125 nicht übersteigen.

8. Die Lederöle und -fette müssen frei sein von für die Lederverfärbung schädlichen Bestandteilen, wie stark wirkenden freien Säuren, freien Alkalien, Harzen usw. und dürfen keinerlei gesundheitsschädliche Bestandteile enthalten.

## Technische Forderungen

3. Lederöle und -fette für Pflege des Oberleders (Stiefelblatt) von Schuhzeug und stärker gefetteter Lederarten haben als wesentliche Bestandteile Neutralöle und -fette tierischen oder pflanzlichen Ursprungs oder säurefreie Mineralöle und -fette zu enthalten.
4. Lederöle müssen klare Flüssigkeiten darstellen, die auch nach längerem Stehen bei Zimmertemperatur (18 bis 22° C) keinen stärkeren Bodensatz aufweisen.
5. Die Lederöle und -fette müssen gut und gleichmäßig in das Leder einziehen und dürfen auch bei längerer Lagerung des Leders nicht aus diesem ausharzen.
6. Der Gehalt der Lederöle und -fette an Wasser und sonstigen bei 100° flüchtigen Stoffen darf 10%, an Mineral-

## Abnahme

9. Zur Prüfung der in Ziffer 3 und 5 bis 8 gestellten Forderungen sind von jeder vorgestellten Menge (mindestens jedoch von jeder Mischung) 100 g Lederöl bzw. 100 g Lederfett einzusenden.

10. Lederöl bzw. Lederfett auf Einhaltung der in Ziffer 4 gestellten Forderungen stichprobenweise prüfen. Bei Nichtgenügen vorgestellte Menge zurückweisen.

11. Prüfung der in Ziffer 3 und 5 bis 8 gestellten Forderungen an jeder eingesandten Probe vornehmen. Bei Nichtgenügen vorgestellte Menge zurückweisen.

Oberkommando des Heeres  
Heereswaffenamt (Wa Prüf 3)  
Brauer

1. Für den jeweiligen Auftrag ist die zur Zeit der Auftragserteilung gültige Ausgabe maßgebend.
2. Nach Auftragserteilung erschienene Ausgaben gelten nur mit schriftlicher Zustimmung des Auftraggebers.

# Vorläufige technische Lieferbedingungen für Schutzfett 40

Ausgabe vom 27. Mai 1939

## Allgemeines

1. Die zur Herstellung verwendeten Stoffe sind vor Zulassung des Schutzfettes 40 an den Auftraggeber vertraulich mitzuteilen. Für diese Angaben als Herstellungsgeheimnis des Lieferanten wird vom Auftraggeber Geheimhaltung zugesichert. Die Lieferfirmen sind verpflichtet, für jede beabsichtigte Abänderung der zugelassenen Zusammensetzung des Schutzfettes unaufgefordert die Einwilligung des Auftraggebers einzuholen.

2. Für Prüfung erforderliche Proben, falls Wiederholungsprüfungen notwendig sind, werden nicht besonders bezahlt.

3. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.

4. Das Schutzfett 40 ist in verschlossenen reinen Behältern mit noch nicht gesichertem Verschuß zur Abnahme vorzustellen.

5. Das Fett eines neu zugelassenen Herstellers muß ohne Güteverlust in geschmolzenem Zustand mit den Fetten der bereits zugelassenen Hersteller ohne Änderung des vorgeschriebenen Tropfpunktes mischbar sein.

Wachs und Mineralöl und muß frei sein von festen, fremden Bestandteilen.

### 7. Konsistenz:

Das Schutzfett 40 muß bei einer Raumtemperatur von 15 bis 20° C gut verstreichbar sein.

### 8. Tropfpunkt: nicht unter 50° C.

### 9. Wärmebeständigkeit:

Das Fett darf bei 3-stündigem Erwärmen auf 100° C und darauffolgendem Abkühlen auf Raumtemperatur weder entmischet sein noch seine Streichbarkeit verloren haben.

### 10. Wasserbeständigkeit:

Das Fett muß gegen Wasser von 20° C beständig sein.

### 11. Aschengehalt:

Nicht über 0,5%.

### 12. Freie Säure:

Mineralsäuren dürfen nicht vorhanden sein, organische Säuren höchstens bis zu einer Säurezahl von 0,2.

### 13. Korrosionsschutzwirkung:

Das Fett muß auf Stahlproben einen mindestens 3-tägigen Rostschutz bei 40° C und 100% relativer Luftfeuchtigkeit gewähren.

14. Schutzfett 40 in handelsübliche Behälter füllen. Der Deckeldurchmesser des Behälters muß mindestens  $\frac{1}{2}$  des Behälterdurchmessers betragen.

15. Je einen Inhaltzettel (weißer Grund, Größe 105×148 mm) nach folgendem Muster auf jedem Behälter haltbar anbringen.

## Technische Forderungen

6. Das Schutzfett 40 besteht hauptsächlich aus einem Gemisch fester Kohlenwasserstoffe wie Paraffin, Vaseline,

<p>_____ kg</p> <p><b>Schutzfett 40</b></p>	
(Fertigungsfirma)	(Fertigungstag, -monat, -jahr)
<p>abgenommen</p>	
(Ort)	(Abnahmestempel)

**Abnahme**

- 16. Zur Prüfung der in Ziffer 6 bis 13 gestellten Forderungen sind bei Bestellung bis 100 kg eine Probe, bei größeren Mengen von jedem weiteren 100 kg je eine weitere Probe von 500 g einzusenden.  
Behälter nach der Probeentnahme verschließen (plombieren, siegeln u. ä.).
- 17. Schutzfett auf Einhaltung der in Ziffer 7 gestellten Forderungen stichprobenweise prüfen.  
Zeigen sich mehrmals dieselben Beanstandungen, vorgestellte Menge zurückweisen.
- 18. Die folgenden Prüfungen an jeder eingesandten Probe vornehmen.  
Bei Nichtgenügen auch nur einer Prüfung vorgestellte Menge zurückweisen.
- 19. Prüfung des Tropfpunktes (Ziffer 8) erfolgt nach DIN DVM 3654.
- 20. Zur Prüfung der Wärmebeständigkeit (Ziffer 9) wird etwas Fett auf einem Blech mit erhöhtem Rand verstrichen und in einen Trockenschrank gebracht. Nach 3-stündigem Erhitzen auf 100° C wird die Fettprobe herausgenommen und langsam abgekühlt. Das Fett darf sich gegenüber dem nicht erwärmten Fett nicht verändert haben, entmachtet sein oder seine Verstreichbarkeit verloren haben.
- 21. Prüfung der Wasserbeständigkeit (Ziffer 10) wie folgt durchführen: Auf einen Glasstreifen von 16 cm Länge und 1,5 cm Breite, der zum besseren Halten des Fettes getzt wird, wird mit Hilfe einer Schablone eine Fettschicht von 10 cm Länge, 1 cm Breite und 1 mm Dicke aufgetragen. Der so vorbereitete Glasstreifen wird in ein 100 cm<sup>3</sup> destilliertes Wasser enthaltendes sogenanntes Milchprobefläschchen (etwa 1/10 Ltr. Inhalt) gestellt und während der vorgeschriebenen Zeit beobachtet. Es ist darauf zu achten, daß die Fettschicht auf dem Glasstreifen so aufgetragen wird, daß die oberen 5 mm der

- Fettschicht aus dem Wasser herausragen, damit der Grad der Veränderung des Fettes während der Lagerung besser beurteilt werden kann. Hat sich die Fettschicht nach 2 Tagen nicht verändert, so kann die Prüfung abgebrochen werden, das gleiche gilt bei wesentlicher Abweichung von den Anforderungen. Bei geringer Wassertrübung oder geringer Veränderung der Fettoberfläche ist die Beobachtung auf 1 Woche auszudehnen.
- 22. Prüfung des Aschegehaltes (Ziffer 11) nach DIN DVM 3657.
- 23. Prüfung auf freie Säure (Ziffer 12) nach DIN DVM 3658.
- 24. Prüfung der Korrosionsschutzwirkung wie folgt vornehmen: Werkstoffproben in folgenden Abmessungen:
  - a) Rundstäbe aus St 60.11 nach DIN Vornorm 1012 von 10 mm  $\varnothing$  und 50 mm Länge.
  - b) Bleche aus St 60.23 nach DIN 1623 in den Abmessungen 20 x 50 x 1 mm
 werden mit Schmirgelpapier der Körnung 1/M geschliffen und durch einmaliges kurzes Eintauchen in das schmelzflüssige Fett (Temperatur 80° C) überzogen. Die Proben sind vorher nicht zu erwärmen. Nach dem Eintauchen müssen die Proben aufgehängt werden, damit das überschüssige Fett abtropfen kann.  
Die so vorbereiteten Proben werden bei 100%-iger rel. Luftfeuchtigkeit und 40° C Lufttemperatur waagrecht gelagert.  
Die Prüfung erfolgt in der Weise, daß die Proben über warmes Wasser von etwa 55° C in einem abgeschlossenen Lufräum gelagert werden, so daß im Lufräum eine konstante Temperatur von 40° C herrscht.  
Während einer dreitägigen Versuchsdauer soll keine Rostbildung (auch nicht in Spuren) auf den Stahlproben stattfinden.
- 25. Nach erfolgter Abnahme, Abnahmestempel mit lichtbeständiger Farbe auf Inhaltzettel setzen.

Oberkommando des Heeres  
Heereswaffenamt (Wa-Prüf 3)  
Brauer

Heer

Vorläufige technische Lieferbedingungen  
für Schutzöl 39

TL 6018

000029

**Allgemeines**

1. Die zur Herstellung verwendeten Stoffe sind vor Zulassung des Schutzöles an den Auftraggeber vertraulich mitzuteilen. Für diese Angaben als Herstellungsgeheimnis der Firma wird vom Auftraggeber Geheimhaltung zugesichert. Die Lieferfirmen sind verpflichtet, für jede beabsichtigte Abänderung der zugelassenen Zusammensetzung des Schutzöles unaufgefordert die Einwilligung des Auftraggebers einzuholen.
2. Für Prüfung erforderliche Proben, falls Wiederholungsprüfungen notwendig auch hierfür, ebenso deren Verpackung und Versand werden nicht besonders bezahlt.
3. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.
4. Schutzöl ist in verschlossenen reinen Fässern mit noch nicht gesichertem Verschluss zur Abnahme vorzustellen.

**Technische Forderungen**

5. Schutzöl 39 muß ein emulgierbares Mineralöl sein. Es muß bei + 20° C klar, frei von ungelösten Bestandteilen und festen Fremdstoffen sein.
6. Emulgierbarkeit:
  - a) Die Emulsion mit Leitungswasser normaler Härte (nicht über 15° deutscher Härte) 15 : 100 muß noch nach 24 Std. Stehen bei + 85° beständig sein.
  - b) Die Emulsion mit einer 33%igen Glykol-Wassermischung 15 : 100 muß nach 24 Std. Stehen bei 85° C beständig sein.

7. Kältebeständigkeit:

- a) Die 1,5%ige wässrige Emulsion darf nach dem vollständigen Gefrieren bei -10° und Wiederauftauen sich nicht entmischen. Eine geringe Rahmbildung an Öl ist zulässig.
- b) Die 1,5%ige aus Öl, Glykol und Wasser bestehende Emulsion darf nach Abkühlung auf -20° und Wiederauftauen auf Zimmertemperatur sich nicht entmischen. Eine geringe Rahmbildung an Öl ist zulässig.
- c) Die Emulgierfähigkeit des unverdünnten Schutzöles darf nach Abkühlung auf -10° und Wiedererwärmung auf Zimmer-Temperatur nicht beeinträchtigt werden.

8. Gesamtfettgehalt: über 85%.

9. Asche: unter 3,0%.

10. Mischbarkeit:

Dem Schutzöl soll bis 25% bleifreier Kraftstoff zugesetzt werden können, ohne daß Ausscheidungen oder Zersetzungen auftreten.

11. Lagerbeständigkeit:

Die Lagerbeständigkeit muß vom Tage der Auslieferung des Öles ohne Minderung der Emulgierbarkeit mindestens 6 Monate betragen.

12. Korrosionsschutzwirkung:

Die 1,5%ige wässrige Emulsion muß auf Stahlspänen einen wenigstens 5-stündigen Rostschutz bei 100% relativer Luftfeuchtigkeit und Zimmertemperatur gewähren.

13. Je einen Inhaltszettel (weißer Grund, Größe 105 × 148 mm) nach folgendem Muster auf jedem Faß haltbar anbringen:

kg

Schutzöl 39

---

(Fertigungsfirma) (Fertigungstag, -monat, -jahr)

---

abgenommen

---

(Ort) (Abnahmestempel)

Oberkommando des Heeres  
Heereswaffenamt (WaChef Ing 1)

Fortsetzung s. Rückseite

14. Schutzöl in gut schließende handelsübliche Fässer füllen.

### Abnahme

15. Zur Prüfung der in Ziffer 5 bis 12 gestellten Forderungen sind bei Bestellungen bis 600 Liter 1 Probe, bei größeren Mengen von jeden weiteren 600 Liter je 1 weitere Probe von 500 g einzusenden.

Fässer nach der Probeentnahme verschließen (plombieren, siegeln u. ä.).

16. Schutzöl auf Einhaltung der in Ziffer 5 gestellten Forderungen stichprobenweise prüfen. Zeigen sich mehrmals dieselben Beanstandungen, vorgestellte Menge zurückweisen.

17. Die folgenden Prüfungen an jeder eingesandten Probe vornehmen:

Bei Nichtgenügen auch nur einer Prüfung vorgestellte Menge zurückweisen.

18. Prüfung der Emulgierbarkeit (Ziffer 6) wie folgt durchführen:

1,5 cm<sup>3</sup> Schutzöl werden in 98,5 cm<sup>3</sup> Wasser und in 33% iger Glykol-Wassermischung unter Durchrühren oder Schütteln vollständig emulgiert. Diese Emulsion wird in einem 300 cm<sup>3</sup> fassenden Rundkolben mit aufgesetztem Rückflußkühler 24 Stunden auf 85° C erwärmt. Nach dieser Zeit darf die Emulsion sich nicht entmischen haben. Abscheidungen einzelner Öltröpfen spielen keine Rolle, wenn die Flüssigkeit weiß bleibt.

19. Zur Prüfung der Kältebeständigkeit (Ziffer 7) und Mischbarkeit (Ziffer 10) ist von jeder eingesandten Probe jeweils etwa 50 g zu entnehmen.

20. Prüfung des Gesamtfettgehaltes (Ziffer 8) wie folgt durchführen:

5 g Schutzöl werden in Wasser emulgiert; Salzsäure im Überschuß zugegeben und das Gemisch 1 Std. lang auf dem siedenden Wasserbad erwärmt. Nach dem Abkühlen wird die Flüssigkeit in einen Scheidetrichter übergeführt, der Kolben mit Petroläther nachgewaschen. Nach der vollständigen Trennung der beiden Schichten wird das Scherwasser abgelassen. Die das Mineralöl und die Fettsäuren enthaltende Petrolätherlösung wird einige Male

mit dest. Wasser nachgewaschen und dann in einen Erlenmeyerkolben übergeführt, mit wasserfreiem Natriumsulfat getrocknet und in eine Aluminiumschale mit dünnen, senkrechten Wänden abfiltriert. Das auf dem Filter befindliche Natriumsulfat wird noch mehrere Male mit Petroläther nachgewaschen. Nun wird das Filtrat samt dem Waschpetroläther in der Aluminiumschale eingedampft und anschließend noch etwa ¼ Stunde im Trockenschrank bei 105° belassen, um die letzten Anteile des Petroläthers zu verjagen.

Ein längeres nachträgliches Erhitzen im Trockenschrank ist nicht ratsam, da niedrig viskose Öle bei dieser Temperatur schon merklich verdampfen.

21. Prüfung des Aschegehaltes (Ziffer 9) nach DIN DVM 3657.

22. Prüfung auf Korrosionsschutzwirkung wie folgt durchführen:

Zur Feststellung der korrosionsschützenden Wirkung des Öles werden kurze Drehspäne aus Stahl St C 45 nach DIN 1661 mit der Ölemulsion (Öl mit dest. Wasser s. Ziffer 12) nach vorhergehender sorgfältiger Entfettung der Späne mit Äther-Alkohol-Gemisch (1 Äther : 4 Alkohol) benetzt. Für die Herstellung der kurzen Drehspäne ist eine Spantiefe von 0,75 mm erforderlich. Es ist darauf zu achten, daß die Späne nicht erhitzt werden und dadurch ihr Gefüge verändern. Die so erhaltenen Späne werden in einem Trichter mit folgenden Abmessungen: etwa 80 mm Ø; 15 mm-senkrechter-Rand und einer Trichtersteigung im Winkel etwa 120° eingebracht. Der Trichter ist zu einer Spitze ausgezogen und vermittels eines geschlitzten Korkstopfens in einem graduierten Rohr befestigt, welches eine Einteilung von 10 cm<sup>3</sup> in Unterteilung von 1/10 cm<sup>3</sup> besitzt. Das gradierte Rohr ist mit einem Standfuß versehen. Nachdem die Ölmulsion abgetropft ist, also nach etwa ½ stündigem Stehenlassen, wird der Trichter mit den Spänen einem Feuchtlagerversuch in einem geschlossenen Gefäß bei Zimmertemperatur und 100% rel. Luftfeuchtigkeit unterzogen.

Für die Auswertung der korrosionsschützenden Wirkung dient lediglich das Verhalten der obliegenden Späne, die nicht in Berührung mit dem Glasgefäß sind. An diesen Teilen soll eine Rostbildung innerhalb der ersten 5 Stunden nicht eintreten.

23. Nach erfolgter Abnahme, Abnahmestempel mit lichtbeständiger Farbe auf Inhaltzettel setzen.

1. Für den jeweiligen Auftrag ist die zur Zeit der Auftragserteilung gültige Ausgabe maßgebend.  
 2. Nach Auftragserteilung erschienene Ausgaben gelten nur mit schriftlicher Zustimmung des Auftraggebers.

TL 6010

# Vorläufige technische Lieferbedingungen für Öl für Feinmechanik

Ausgabe vom 16. April 1940

### Allgemeines

- 1. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.
- 2. Das Öl in unverschlossenen reinen Behältern mit noch nicht gesichertem Verschluß zur Abnahme vorstellen.

- Aschgehalt: unter 0,01%
- Fettölzusatz: 0%
- Verhalten gegen konz. Schwefelsäure: Volumenzunahme unter 8%.
- 5. Öl in gut schließende, handelsübliche Fässer von 160 bis 180 kg füllen.

### Technische Forderungen

- 3. Öl für Feinmechanik muß ein Mineralöl-Raffinat sein. Es muß frei von festen, fremden Bestandteilen sein und darf bei Lagerung keinen Bodensatz bilden.
- 4. Zähflüssigkeit: bei 20° C zwischen 4° E und 6° E
- Flammpunkt: über 150° C
- Stockpunkt: unter - 35° C
- Neutralisationszahl: unter 0,10
- Wassergehalt: 0%

### Abnahme

- 6. Zur Prüfung der in Ziffer 4 gestellten Forderungen ist eine Probe von etwa 1 kg bei Mengen unter 5000 kg aus jedem 10. Faß, bei Mengen von 5000 kg bis zu 20 000 kg aus jedem 20. Faß an die Chemisch-Technische Reichsanstalt einzusenden.
- 7. Jede eingesandte Probe auf Einhaltung der in Ziffer 4 gestellten Forderungen prüfen.  
Die Prüfungen erfolgen nach DIN DVM.  
Bei Nichtgenügen vorgestellte Menge zurückweisen.

Oberkommando des Heeres  
Heereswaffenamt (Wa Prüf 3)  
I. A. Brauer

Geändert gegenüber der Ausgabe vom 12. 1. 40: Ziff. 4

Heer

Vorläufige technische Lieferbedingungen für Wagenschmiere

TL 6022

000032

Allgemeines

- 1. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.
- 2. Für Prüfungen erforderliche Proben, ebenso deren Verpackung und Versand werden nicht besonders bezahlt.
- 3. Lieferer ist auf Verlangen über die Ergebnisse der Prüfung zu unterrichten.
- 4. Lieferer ist verpflichtet, auf Verlangen der abnehmenden oder untersuchenden Stelle Angaben über die Zusammensetzung und die für die Herstellung benötigten Rohstoffe zu machen.
- 5. Die Wagenschmiere ist in verschlossenen, sauberen Behältern mit noch nicht gesichertem Verschluss zur Abnahme vorzustellen.

Technische Forderungen

- 6. Wagenschmiere aus Abfallfetten fertigen, die von der Herstellung oder Reinigung mineralischer, tierischer oder pflanzlicher Öle und Fette herrühren. Nichttrocknende Teerfette können in geringerem Umfange mit verwendet werden. Reibvermindernde Zusätze wie Graphit, Talkum etc. sind zugelassen, aber nur bis zu einer durch den begrenzten Aschegehalt festgelegten Höchstmenge, sofern sie frei von schleifenden Bestandteilen sind.

Äußere Beschaffenheit

- 7. Die Wagenschmiere muß von gleichmäßiger, saßenartiger Beschaffenheit sein. Beim Verrühren in einem Tiegel oder Aufstreichen auf eine Glasplatte darf sie bei Anwendung leichten Druckes nicht flüssig werden.

Tropfpunkt: nicht unter + 60° C

Aschegehalt: nicht über 15%

Wassergehalt: nicht über 6%

Wärme- und Kältebeständigkeit: Auf einer Glasplatte in dünner Schicht aufgestrichen, darf die Wagenschmiere innerhalb 24 Stunden

a) bei Raumtemperatur von + 15 bis + 20° C sich nicht entmischen,

b) bei + 50° C weder eintrocknen noch lackartig kleben,

c) bei - 10° C nicht hart noch krümelig werden, sondern sie muß ihre Verstreichbarkeit behalten.

Wasserbeständigkeit: Die Wagenschmiere darf durch Wasser nicht verändert werden und auch mit Wasser nicht abwaschbar sein.

- 8. Die Wagenschmiere ist in handelsübliche Behälter von 50-200 kg Reingewicht zu verpacken. Der Deckeldurchmesser des Behälters muß mindestens 1/4 des Behälterdurchmessers betragen.

9. Je einen Inhaltszettel (weißer Grund, schwarze Schrift, Größe 105x148 mm) nach folgendem Muster auf jedem Behälter haltbar anbringen:

kg	
<b>Wagenschmiere</b>	
(Fertigungsfirma)	(Fertigungstag, monat, jahr)
abgenommen	
(Ort)	(Abnahmestempel)

Oberkommando des Heeres, Heereswaffenamt (Wa Chef Ing 1)

Fortsetzung s. Rückseite



## Abnahme

10. Zur Prüfung der in Ziffer 6 und 7 gestellten Forderungen sind bei Bestellungen bis 200 kg eine Probe, bei größeren Mengen von je 10 Behältern eine Probe von etwa 500 g einzusenden. Behälter nach der Probeentnahme verschließen (plombieren, siegeln u. ä.).

11. Die Prüfungen auf Einhaltung der Forderungen nach Ziffer 6 und 7 an jeder eingesandten Probe vornehmen. Bei Nichtgenügen auch nur einer Prüfung vorgestellte Menge zurückweisen.

12. Prüfung des Tropfpunktes	nach DIN DVM 8654
und	" " " " " 8657
" " " " " Wassergehaltes	" " " " " 8656

vornehmen.

13. Die Bestimmung der Wasserbeständigkeit (Ziffer 7) wird wie folgt ausgeführt:

Auf einen Glasstreifen von 160 mm Länge und 15 mm Breite, der zum besseren Haften des Fettes geätzt ist, wird mit Hilfe einer Messingschablone (DVE-Schrift Nr 0351-1927) von 1 mm Dicke und einem Fenster von 100×10 mm eine Fettschicht von 100 mm Länge, 10 mm Breite und 1 mm Dicke aufgetragen. Der so vorbereitete Glasstreifen wird 2 Tage in ein 100 cm<sup>3</sup> destilliertes, ca. 20° warmes Wasser enthaltendes sogenanntes Milchprobefläschchen (ca. 1/10 l Inhalt) gestellt. Es ist darauf zu achten, daß die Fettschicht auf dem Glasstreifen so aufgetragen wird, daß die oberen 5 mm aus dem Wasser herausragen, damit der Grad der Veränderung des Fettes während der Lagerung besser beurteilt werden kann. Nach dieser Zeit muß das Wasser klar bleiben, und darf auf der Wasseroberfläche höchstens eine geringfügige Menge ausgeschiedenen Öles sichtbar sein. Das Fett darf sich weder verändern noch von der Unterlage abheben.

14. Nach erfolgter Abnahme Abnahmestempel mit lichtbeständiger Farbe auf Inhaltsetzettel setzen.



000035

Allgemeines

1. Die zur Herstellung verwendeten Stoffe sind vor Zulassung des Schutzfettes 40 (Tp) an den Auftraggeber vertraulich mitzuteilen. Für diese Angaben, als Herstellungsgeheimnis des Lieferanten, wird vom Auftraggeber Geheimhaltung zugesichert. Die Lieferfirmen sind verpflichtet, für jede beabsichtigte Abänderung der zugelassenen Zusammensetzung des Schutzfettes unaufgefordert die Einwilligung des Auftraggebers einzuholen.
2. Für Prüfung erforderliche Proben, falls Wiederholungsprüfungen notwendig, auch hierfür, ebenso deren Verpackung und Versand werden nicht besonders bezahlt.
3. Die Prüfungen erfolgen in der Chemisch-Technischen Reichsanstalt.
4. Das Schutzfett 40 (Tp) ist in verschlossenen reinen Behältern mit noch nicht gesichertem Verschluss zur Abnahme vorzustellen.
5. Das Fett eines neu zugelassenen Herstellers muß ohne Güteverlust in geschmolzenem und nicht geschmolzenem Zustand mit den Fetten der bereits zugelassenen Hersteller ohne Änderung des vorgeschriebenen Tropfpunktes mischbar sein.

Technische Forderungen

6. Das Schutzfett 40 (Tp) besteht hauptsächlich aus einem Gemisch fester Kohlenwasserstoffe wie Paraffin, Vaseline, Wachs und Mineralöl und muß frei sein von festen, fremden Bestandteilen. Es soll ein transparentes, homogenes Fett sein und darf beim Verrühren nicht flüssig werden.
7. Konsistenz:  
Das Schutzfett 40 (Tp) muß sowohl bei 0° C als auch bei einer Raumtemperatur von etwa 20° C gut verstreichbar sein.
8. Tropfpunkt: nicht unter 75° C.
9. Wärmebeständigkeit:

Geändert gegenüber Ausgabe vom.....:

Ausgegeben:

1.9.41

000036

..... kg

Schutzfett 40 (Tp)

(Fertigungsfirma) (Fertigungstag, -monat, -jahr)

abgenommen

(Abnahmestempel)

A b n a h m e

16. Zur Prüfung der in Ziffer 6 bis 13 gestellten Forderungen sind bei Bestellung bis 1000 kg eine Probe, bei größeren Mengen von jeden weiteren 1000 kg je eine weitere Probe von 500 g einzusenden.  
Behälter nach der Probeentnahme verschließen (plombieren, siegeln u.ä.)
17. Schutzfett auf Einhaltung der in Ziffer 6 und 7 gestellten Forderungen stichprobenweise prüfen. Zur Prüfung wird ungeschmolzenes Fett verwandt. Die Lagerung des Fettes bei 0° C muß sich auf mindestens 15 Stunden erstrecken.  
Zeigen sich mehrmals dieselben Beanstandungen, vorgestellte Menge zurückweisen.
18. Die folgenden Prüfungen an jeder eingesandten Probe vornehmen.

Geändert gegenüber Ausgabe vom .....

Ausgegeben  
1.9.41

000037

Bei Nichtgenügen auch nur einer Prüfung vorgestellte Menge zurückweisen.

19. Prüfung des Tropfpunktes (Ziffer 8) erfolgt nach DIN DVM 3654. Das Fett muß kalt in den Nippel des Prüfgerätes eingebracht werden.
20. Zur Prüfung der Wärmebeständigkeit (Ziffer 9) wird etwas Fett auf einem Blech mit erhöhtem Rand verstrichen und in einen Trockenschrank gebracht. Nach 3-stündigem Erhitzen auf 150° C wird die Fettprobe herausgenommen und langsam abgekühlt. Das Fett darf sich gegenüber dem nicht erwärmten Fett nicht verändert haben, entmischt sein oder seine Verstreichbarkeit verloren haben.
21. Prüfung der Wasserbeständigkeit (Ziffer 10) wie folgt durchführen: Auf einen Glasstreifen von 16 cm Länge und 1,5 cm Breite, der zum besseren Haften des Fettes geätzt wird, wird mit Hilfe einer Schablone eine Fettschicht von 10 cm Länge, 1 cm Breite und 1 mm Dicke aufgetragen. Der so vorbereitete Glasstreifen wird in ein 100 cm<sup>3</sup> destilliertes Wasser enthaltendes sogenanntes Milchprobe-Fläschchen (etwa 1/10 Ltr. Inhalt) gestellt und während der vorgeschriebenen Zeit beobachtet. Es ist darauf zu achten, daß die Fettschicht auf dem Glasstreifen so aufgetragen wird, daß die oberen 5 mm der Fettschicht aus dem Wasser herausragen, damit der Grad der Veränderung des Fettes während der Lagerung besser beurteilt werden kann. Hat sich die Fettschicht nach 2 Tagen nicht verändert, so kann die Prüfung abgebrochen werden, das gleiche gilt bei wesentlicher Abweichung von den Anforderungen. Bei geringer Wassertrübung oder geringer Veränderung der Fettoberfläche ist die Beobachtung auf 1 Woche auszudehnen.
22. Prüfung des Aschegehaltes (Ziffer 11) nach DIN DVM 3657.
23. Prüfung auf freie Säure (Ziffer 12) nach DIN DVM 3658.
24. Prüfung der Korrosionsschutzwirkung wie folgt vornehmen: Werkstoffproben in folgenden Abmessungen:  
 Rundstähle von etwa 10 mm  $\phi$  und 50 mm Länge aus:
  - a) St C 10. 61 nach DIN 1661
  - b) St C 60. 61 " " 1661

090938

werden, um eine gleichmäßige, einheitliche Oberfläche zu erhalten, mit Schmirgelpapier der Körnung  $1/\text{M}$  bearbeitet, anschließend entfettet und bis zum Gebrauch im Exsikkator aufbewahrt. Vor dem Einfetten sollen die Rundstähle zur Vermeidung der Bildung von Feuchtigkeitsschichten auf den Proben wenigstens 3 Stunden in dem Exsikkator liegen.

Die Herstellung des Überzuges erfolgt durch einmaliges Eintauchen (Dauer 3 Minuten) der Rundstähle in das schmelzflüssige Fett (Temperatur  $100^{\circ}\text{C}$  für das Fett). Die Proben sind vorher nicht zu erwärmen.

Nach dem Eintauchen müssen die Proben aufgehängt werden, damit das überschüssige Fett abtropft und die Proben die Zimmertemperatur annehmen.

Die so vorbehandelten Proben werden dann umgehend bei 100 % relativer Luftfeuchtigkeit und  $40^{\circ}\text{C}$  Lufttemperatur senkrecht gelagert.

Die Prüfung erfolgt in der Weise, daß die Proben über warmem Wasser (von etwa  $50^{\circ}\text{C}$  bei Korrosionsprüfgeräten von  $60 \times 50 \times 60 \text{ cm}$ ) in einem abgeschlossenen Luftraum gelagert werden, so daß im Luftraum eine konstante Temperatur von  $40^{\circ}\text{C}$  herrscht.

Während einer dreitägigen Versuchsdauer darf keine Rostbildung (auch nicht in Spuren) auf den Mantelflächen der Rundstähle stattfinden.

25. Nach erfolgter Abnahme, Abnahmestempel mit lichtbeständiger Farbe auf Inhaltzettel setzen.

000039

U n t e r s u c h u n g s - M e t h o d e n .

=====

---

# Probenahme 000040

von ölartig-flüssigen, salbenartigen, breiartigen und fettartig-festen Stoffen

**DIN**  
**DVM 3651**

Dieses Normblatt ist in Zusammenarbeit mit der Wissenschaftlichen Zentralstelle für Öl- und Fettforschung e.V. (Wizöf) aufgestellt und von dieser für das Gebiet der verseifbaren Öle, Fette, Glycerine u. dgl. anerkannt worden.

## Vorbemerkungen

### Anwendung

- Nachstehende Anleitung gibt Richtlinien, welche die bei der Probenahme häufiger auftretenden Schwierigkeiten berücksichtigen. Sie steht besonderen Vereinbarungen der Beteiligten nicht im Wege, gibt aber auch für solche Vereinbarungen einen Anhalt.
- Die Anleitung gilt für ölartig-flüssige Stoffe, salbenartige, breiartige und fettartig-feste Stoffe. Solche Stoffe sind Schmieröle, Schmierfette, flüssige Brennstoffe, Teere, verseifbare Öle und Fette, Glycerine usw. Der Flüssigkeitsgrad oder der Konsistenzgrad, nicht aber die Herkunft oder der Verwendungszweck des zu untersuchenden Stoffes entscheiden über die Anwendung eines der nachfolgenden Verfahren.

### Begriff

- Probenahme ist das Entnehmen der Probe. Probennehmer ist die Person, welche die Probe entnimmt. Probegerät ist das Gerät, mit dem die Probe entnommen wird.
- Bei der Probenahme werden zunächst Einzelproben (Abschnitt 7 und 8) entnommen. Aus den Einzelproben werden Mischproben hergestellt, aus den Mischproben die Endproben entnommen.

### Probenehmer

- Die Wichtigkeit der Probenahme für das Prüfergebnis erfordert, daß stets eine in der Probenahme des jeweils vorliegenden Stoffes erfahrene Person die Proben entnimmt und über die Art der Probenahme von Fall zu Fall entscheidet. Über die Probenahme ist ein Bericht auszufertigen. Für Schiedsanalysen sind Vereinbarungen über den Probennehmer zu treffen.

### Probegeräte

- Die bei der Probenahme zu benutzenden Geräte einschließlich Zubehör müssen sauber und trocken sein. Während der Probenahme sind Verunreinigungen aller Art (Putzwollefasern, Staub usw.) und Feuchtigkeit fernzuhalten.

### Auswahl der Gebinde zur Entnahme der Einzelproben

- Beim Probenehmen aus Mengen über 5 t sind Einzelproben aus jedem einzelnen Kesselwagen, Schiffstank usw. in folgender Weise zu nehmen:
  - die Oberschichtprobe aus der Schicht, die um etwa 10% der Gesamthöhe unter der Oberfläche des Stoffes liegt;
  - die Mittelschichtprobe aus der Schicht, die um etwa 50% der Gesamthöhe unter der Oberfläche des Stoffes liegt;
  - die Unterschichtprobe aus der Schicht, die um etwa 10% der Gesamthöhe über dem Boden des Behälters liegt;

die Bodenprobe aus den untersten Teilen des Behälterinhalts.

Beim Probenehmen aus Mengen bis zu 5 t (kleineren Tanks, Fässern, Trommeln, Barrels usw.) werden Einzelproben wie folgt entnommen<sup>1)</sup>:

- bei Lieferung eines einheitlichen Stoffes in weniger als 4 Einzelgebinden aus jedem Gebinde,
- in 4 bis 100 Einzelgebinden aus wenigstens 20% der Gebinde, mindestens aber aus 4 Gebinden,
- in mehr als 100 Einzelgebinden aus wenigstens 10% der Gebinde, mindestens aber aus 20 Gebinden.

Erscheint die Lieferung nicht einheitlich (z. B. verschiedene Beschriftung der Fässer, verschiedene Flüssigkeitsgrade der Proben), so sind die einheitlich erscheinenden Gruppen von Gebinden zusammenzufassen und jede für sich nach den vorstehenden Grundsätzen (Abschnitt 7 und 8) zu behandeln.

### Behandlung der Einzelproben und Herstellung der Mischproben

Die Größe der Einzelprobe ist dem Volumen der betreffenden Stoffschicht entsprechend zu bemessen<sup>2)</sup>. Augenscheinlich gleichartige Einzelproben von ölartig-flüssigen Stoffen werden zu einer Mischprobe vereinigt. Dagegen dürfen von salbenartigen, breiartigen und fettartig-festen Stoffen keine Mischproben hergestellt werden, weil dadurch Konsistenzgrad und Tropfpunkt leiden können.

Einzelproben aus Mengen über 5 t sind für jeden einzelnen Kesselwagen, Tank usw. zu einer Mischprobe zusammenzufassen, wenn nicht vereinbart ist, daß die Proben mehrerer oder aller Kesselwagen, Tanks usw. zu einer einzigen Mischprobe vereinigt werden dürfen.

Besonders abweichende Einzelproben sind nicht mit den Mischproben zu vereinigen.

## Verfahren

### Einteilung

#### Ölartig-flüssige Stoffe:

Probenahme während des Ausfließens der Flüssigkeit mit einem Schöpfer, durch Abzweigen eines Nebenstromes.

Probenahme aus der ruhenden Flüssigkeit mit dem offenen Stechheber (Bild 1) („Richtlinien-Probegerät“), vorzugsweise für dünnflüssige und homogene Flüssigkeiten, mit dem Tauchheber (Bild 2) („Tank-Probegerät“), vorzugsweise für inhomogene Flüssigkeiten, mit dem Verschuß-Stechheber (Bild 3) (Probegerät der Verkaufsvereinigung für Teererzeugnisse), vorzugsweise für zähflüssige Stoffe.

<sup>1)</sup> Vor Öffnung kleiner Gebinde (Holzfässer) muß die Verschlusseinrichtung gereinigt werden, damit während des Öffnens kein Schmutz eindringen kann.

<sup>2)</sup> Man benutzt vorteilhaft eine Kesselinhaltsstafel, z. B. Tafel 57 zur Berechnung von Flüssigkeitsmengen in liegenden Zylindern oder Tafel 58, „Inhalt halbkugeliger Gefäßböden“, im Taschenbuch für die anorganisch-chemische Großindustrie von Bert-Lunge, 7. Auflage 1930, S. 97 und 98.



000041

**15 Salbenartige, breiartige und fettartig-feste Stoffe:**

**Probenahme**  
mit einem Spatel,  
mit dem schraubenförmigen Probestecher (Bild 4)  
(ASTM<sup>3)</sup>-Gefäß),  
mit dem rinnenförmigen Probestecher (Bild 5),  
mit dem hülsenförmigen Probestecher (Bild 6) (Bauart Allen-Auerbach).

**Ausführung**

**16** Vor der Probenahme ist der Stoff, soweit irgend möglich, auf geeignete Weise; (z. B. mit glattem Holzscheit, mit Druckluft, nach Aufschmelzen mit indirektem Dampf), gründlich zu mischen. Von Stoffen in Tanks veralteter Bauart (mit Aufschmelzvorrichtung für direkten Dampf) ist vor dem Aufschmelzen die Probe zu nehmen; ist keine Durchmischung möglich, so ist Abschnitt 19 zu beachten.

**Probenahme mit einem Schöpfer während des Ausfließens der Flüssigkeit**

**17** Durchmischung ist nicht notwendig. Ein etwa 1/4 Liter fassender Schöpflöffel wird in gleichen Zeitabständen mehrmals (etwa zehnmal) während der vollen Dauer des Auslaufens durch den ganzen Auslaufstrahl geführt. Der Inhalt der Schöpflöffel wird in einen Behälter gegossen und gut durchmischt (Mischprobe). Hiervon wird die „Endprobe“ nach Abschnitt 27 bis 30 genommen.

**Probenahme durch Abzweigen eines Nebenstromes während des Ausfließens der Flüssigkeit**

**18** Durchmischung ist nicht notwendig. Durch einen Ablaßhahn oder eine andere geeignete Vorrichtung wird vom Hauptstrom, zweckmäßig unmittelbar an der Ausflußöffnung oder bei Benutzung einer Pumpe unmittelbar hinter dieser, ein dauernd fließender Nebenstrom in einen Behälter geleitet. Der Inhalt des Behälters wird gründlich durchmischt (Mischprobe) und hiervon die „Endprobe“ nach Abschnitt 27 bis 30 genommen.

**Probenahme aus ruhenden Flüssigkeiten**

**19** Gründliche Durchmischung ist erwünscht. Fässer, deren Inhalt nicht durchmischt werden kann, werden mindestens 1/2 Stunde lang auf einer etwa 20 cm hohen Unterlage schräg gelegt, damit abgesetztes Wasser und Schlamm sich sammeln. Die Einzelprobe wird dann aus der Schicht über dem Bodensatz entnommen. Durch eine Probe ist möglichst genau die Menge des abgesetzten Wassers zu erfassen<sup>4)</sup>. Aus Öltanks (Kesselwagen, Tankschiffe, Lager tanks usw.) werden Schichtproben nach Abschnitt 1 entnommen. In allen Fällen ist eine besondere Bodenprobe zu entnehmen.

**Probenahme mit dem offenen Stechheber (Bild 1)**

**20** Das Probergerät besteht aus einem dickwandigen Glasrohr oder einem verzinkten oder verzinneten Stahlrohr (niemals Kupfer- oder Messingrohr) von etwa 32 mm lichter Weite und ausreichender Länge, das oben und unten bis auf 10 mm Lichtweite kegelig verengt ist. Bei der Probenahme von dünnflüssigen Stoffen, z. B. Benzin, ist ein Stechheber mit noch engeren oberen und unteren Öffnungen zu verwenden. An der unteren Öffnung sind drei Füße angebracht, die etwa 3 mm überstehen, um eine Beschädigung des Probergerätes beim Aufstoßen auf den Boden zu verhindern; am oberen Ende befinden sich zur besseren Handhabung zwei Ringe.

Zur Entnahme von Einzelproben führt man das Probergerät zunächst geschlossen bis zur vorgesehenen Tiefe in den Behälter ein, öffnet es einige Zeit, ver-

schließt die obere Öffnung mit dem Daumen oder einem Stopfen, zieht es vorsichtig heraus und läßt nach Entfernung des Verschlusses, ohne das Gerät außen abzuwischen, die Flüssigkeit in das Aufnahmegefäß fließen. Bei der Bodenprobe müssen die Füße des Probergerätes den Boden des Behälters berühren.

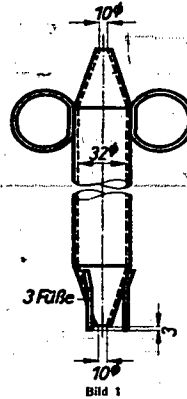


Bild 1

**Probenahme mit dem Tauchheber (Bild 2)**

Das Probergerät besteht aus einem zylindrischen Aufnahmegefäß von etwa 1 Liter Inhalt mit Fußventil.

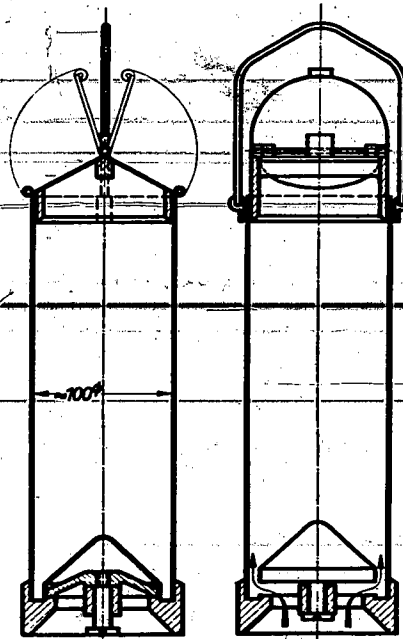


Bild 2

Beim Senken in den Behälter fließt das Öl durch das Probergerät hindurch, und man erhält die gewünschte Probe dadurch, daß man in der entsprechenden Tiefe

<sup>3)</sup> ASTM = American Society for Testing Materials

<sup>4)</sup> Für die Feststellung abgeschleudener Wassermengen eignet sich Wasserpapier (Zuckercollepapier).

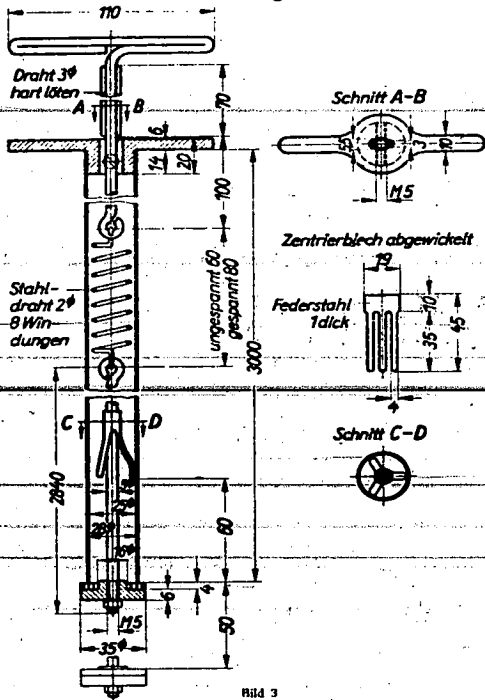
# Probenahme von flartig-flüssigen, salbenartigen, breiartigen und fettartig-festen Stoffen

DIN  
DVM 3651

das Probergerät etwa 5 Sekunden ruhen läßt, wodurch das bewegliche Ventil sich senkt und das Gefäß unten schließt. Beim Anziehen schließt sich außerdem das Tauchgefäß oben, so daß beim Herausziehen kein Öl aus einer anderen Schicht eindringen kann.

### Probenahme mit dem Verschluss-Stechheber (Bild 3)

Das Gerät besteht aus einem zylindrischen Rohr, an dessen oberem Ende sich ein durch Heben und Drehen um 90° feststellbarer Handgriff befindet, der durch

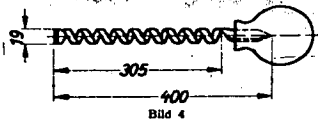


Zugfeder und Zwischenstück mit der Verschluss-scheibe des unteren Endes verbunden ist. Die Zugfeder sorgt dafür, daß der Heber beim Schließen, d. h. beim Feststellen des Handgriffes, vollständig abgedichtet wird. Der Stechheber wird geschlossen bis zur vorgesehenen Tiefe in das Öl eingeführt, hier kurz geöffnet und geschlossen wieder herausgezogen.

**Probenahme mit einem Spatel bei konsistenten Stoffen**  
Für Oberschichtproben benutzt man einen reinen, trockenen, rostfreien Spatel beliebiger Form.

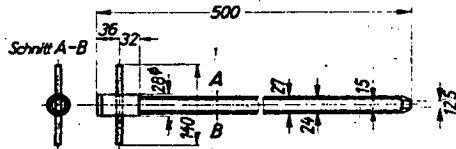
### Probenahme mit dem schraubenförmigen Probestecher (Bild 4)

Mit dem schraubenförmigen Probestecher können Einzelproben aus allen Schichten des Gebindeinhaltes entnommen werden.



### Probenahme mit dem rinnenförmigen Probestecher (Bild 5)

Das Gerät eignet sich für salbenartige, breiartige und fettartig-feste Stoffe und gestattet die Entnahme von Schichtproben.



### Probenahme mit dem hülsenförmigen Probestecher (Bild 6)

Dieser Probestecher, Bauart Allen-Auerbach, eignet sich auch für zähflüssige Stoffe. Er gestattet, einen Einblick in die etwaige uneinheitliche Zusammensetzung eines Gebindeinhaltes, weil er auch am Boden befindliche Schmutzschichten erfäßt, die sonst beim Herausdrehen der unten offenen Probergeräte mechanisch zurückgehalten werden. Das Probergerät wird geschlossen (bei fettartig-festen Stoffen aufgeklopft) eingeführt und nach Erfassen der Probe geschlossen wieder herausgezogen.

### Menge, Verpackung, Versand und Aufbewahrung der Endproben

Die Mischproben von flartig-flüssigen Proben und die ausgesonderten Einzelproben werden für sich gründlich gemischt. Bei flüssigen Stoffen wird zweckmäßig eine in das Mischgefäß passende durchlöcherete Scheibe benutzt, die an einem Stiel rechtwinklig befestigt ist. Aus der einheitlichen Mischung der Proben werden die „Endproben“ genommen.

Bei Flüssigkeiten wird die Endprobe zu gleichen Teilen in vier Gefäße gefüllt, die wegen der Ausdehnungsmöglichkeit der Flüssigkeit nur zu 3/4 voll sein sollen. Jede Endprobe soll für die gewünschten Untersuchungen unbedingt ausreichend bemessen sein (im allgemeinen 1 kg). Als Behälter dienen Glasgefäße mit dichten Verschlüssen<sup>5)</sup>; auf die etwaige Lichtempfindlichkeit der Proben ist Rücksicht zu nehmen. Es können auch sorgfältig gereinigte Blechkannen mit dichten Verschlüssen verwendet werden. Nach der Füllung verschließt man die Behälter sofort, um Verluste an leichtflüchtigen Bestandteilen zu verhüten, und versieht die Verschlüsse mit beweiskräftigen Plomben oder angehängten Siegeln, durch die zugleich die Anhängerkarten gesichert sind.

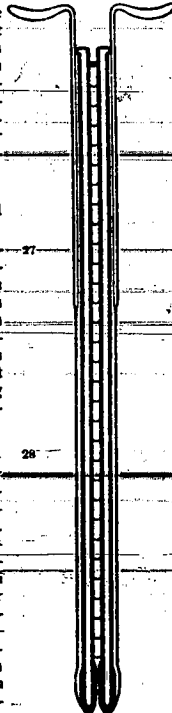


Bild 6 Für diese Ausführung des Probestechers besteht ein Gebrauchsmusterschutz.

<sup>5)</sup> Man verwendet neue Korkstopfen oder eingeschlossene Glasstopfen. Bei Benzin werden mit Stanniol verkleidete Korkstopfen empfohlen.

**Probenahme**  
von blutig-flüssigen, salbenartigen, breiartigen  
und fettartig-festen Stoffen

**DIN**  
**DVM 3651**

29 Von den vier Proben in Abschnitt 28 ist je eine bestimmt für den Auftraggeber, für das Untersuchungslaboratorium, für etwaige Schiedsanalysen und für den Probenehmer. Der Probenehmer ist verpflichtet, die Probe sechs Wochen lang aufzubewahren, falls keine anderen Anweisungen vorliegen.

allgemeinen je 100 cm<sup>3</sup>) aufgeteilt und in fest verschließbare Blechdosen, bei verseifbaren Fetten in Weithals-Glasflaschen oder irdene Behälter, gefüllt. Sonst gelten sinngemäß Abschnitt 28 und 29.

30 Bei salbenartigen oder festeren Stoffen wird die Endprobe\*) in vier Teile von ausreichender Menge (im

Die Anhängerkarten für die Probegefäße haben folgendes Aussehen:

\*) Bei salbenartigen, breiartigen und fettartig-festen Stoffen unter Berücksichtigung von Abschnitt 11.

000043

Absender: *Firma K. Meyer, Hamburg*

Probe Nr. *6* aus einer Lieferung von *500 kg*  
in *Fässern*. Waggon Nr. ....

Bezeichnung: *Maschinenöl*

○ Probenehmer: *Walter Schulz*

Probegerät: *offener Stechheber*

Ort: *Stettin* Datum: *12. 1. 1930*

Unterschrift: (des Probenehmers)  
*(gez.) Walter Schulz*

Normformat A7 74 x 105 mm

# Prüfung von Schmierstoffen

Spezifisches Gewicht

Dichte

DIN

DVM 3653

## Begriff<sup>1)</sup>

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 Dichteeinheit angenommen.

Addiert man zu dem Quotienten aus dem in Luft ermittelten Gewicht einer Ölmenge und ihrem Volumen 0,0012 g/cm<sup>3</sup> (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/cm<sup>3</sup> 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 multipliziert<sup>2)</sup>. 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:

$$\text{unbenannte Zahl} \left( \frac{\text{g Flüssigkeit}}{\text{g Wasser von 4}^\circ} \right)$$

Dichte: g/cm<sup>3</sup>

## Prüfgeräte

- 6 Spindeln (Aräometer<sup>3)</sup>) 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 Pyknometer<sup>4)</sup> sind Gefäße mit angeschmolzenem kapillarem Ansatzrohr und eingeschlifften Thermometer (Bild 2). Sie tragen keine Füll-

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 cm<sup>3</sup> beträgt. Die Pyknometer tragen die Bezeichnung: 10 cm<sup>3</sup> 20°

Mohr-Westphalsche Waage (Bild 3). Ein mit einem Thermometer versehener Glaskörper hängt mit einem feinen Draht an einem Waagebalken mit Zehnteilung und ist durch ein Gegengewicht ausge-

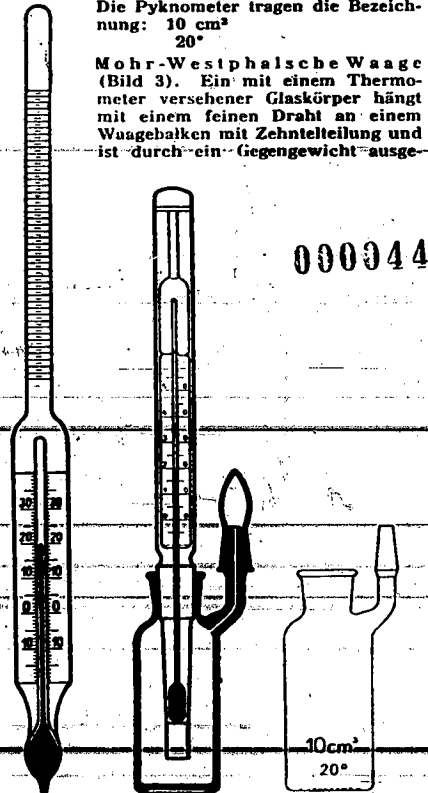


Bild 1  
Spindel (Aräometer)

Bild 2  
Pyknometer

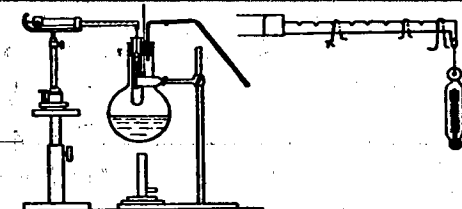


Bild 3  
Mohr-Westphalsche Waage

Die bildliche Darstellung ist für die Ausführung nicht verbindlich.

1) Diese Angaben gelten nur zur allgemeinen Festlegung der Begriffe durch den Ausschuss für Einheiten und Formelgrößen (AEK).

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 Zellbehandlung der Mineralöle“ ermittelten „Eigengewicht“. Dieses ist das Gewicht in Luft, gewogen mit Eisengewichtssätzen.

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

4) Pyknometer für allgemeine chemische Analyse siehe DIN DENOG . . . . .

glichen. Die Teilstriche des Waagebalkens, 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. 1000mal 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 durchgeführt, 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 + Vollgewicht des Pyknometers in Luft - Leergewicht in Luft  
Inhalt des Pyknometers bei 20°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-Westphalsche Waage dient zur Bestimmung des spezifischen Gewichtes (Dichte) bei hoher Temperatur (z. B. 100°C) für vaselinartige 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 0,00065 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 ± 0,0005, mit der Spindel ± 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/cm<sup>3</sup> 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

# Normblattentwurf des Deutschen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik

## Prüfung von Leichtkraftstoffen Siedeverlauf

Der Arbeitsausschuß „Prüfung von Leichtkraftstoffen“ beim Deutschen Verband für die Materialprüfungen der Technik (DVM) hat den im September 1936 veröffentlichten Normblattentwurf DIN DVM E.3672 „Prüfung von Leichtkraftstoffen, Siedeverlauf“ auf Grund der eingegangenen Einwände überarbeitet und als zweiten Entwurf nachstehend zur Kritik veröffentlicht.

Die Einwände gegen den ersten Entwurf richteten sich im wesentlichen gegen das vorgeschlagene Verfahren selbst. Für den zweiten Entwurf wurde daher die von der ASTM herausgegebene Siedeanalyse zur Grundlage genommen und den deutschen Verhältnissen entsprechend umgearbeitet. Da die Abweichungen gegen den ersten Entwurf sehr weitgehend sind, wurde beschlossen, diesen zweiten Entwurf zur Kritik zu veröffentlichen.

Die Interessenten werden gebeten, den Entwurf zu prüfen und begründete Einsprüche und Änderungsvorschläge in doppelter Ausfertigung der Geschäftsstelle des Deutschen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik, Berlin NW 7, Dorotheenstraße 40, bis zum 15. Dezember 1940 mitzuteilen.

### Prüfung von Leichtkraftstoffen Siedeverlauf

DIN  
ENTWURF 2  
DVM 3672

#### Begriff

1. Der Siedeverlauf gibt an, in welchem Temperaturbereich der Kraftstoff in den Dampfzustand 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 Verbrennungsverlauf.

#### Maßeinheit

3. Raum-% je Grad Celsius.

#### Prüfgerät

##### Kolben

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

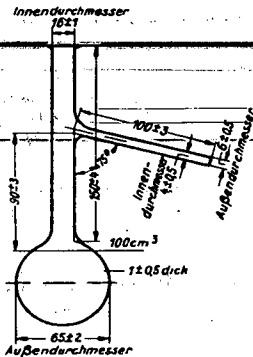


Abb. 1

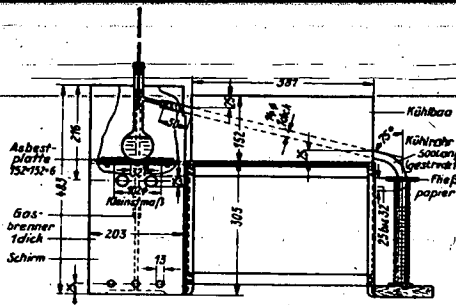


Abb. 2: Einrichtung zur Prüfung des Siedeverhaltens

von 75° mit der Senkrechten und wird von einem Kühlbad von 381 mm Länge, etwa 102 mm Breite und 152 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 Laboratoriumsbauart 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 Durchmesser<sup>1)</sup> 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 bei 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. Gätzte 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.

Quecksilbergefaß: Geeignetes Thermometerglas.

Länge (Abstand vom unteren Ende bis zum Beginn des emaillierten Rückens): 10 bis 15 mm.

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

Teilung: Alle Linien, Zahlen und Buchstaben klar und deutlich eingeschnitten. Teilstrich 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 Quecksilbergefaßes: 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 Kraftstoffe<sup>2)</sup>.

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 250° 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 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> überschreiten.

**Verfahren**

**Vorbereitung**

a) Das Kühlbad ist mit gestoßenem Eis (oder irgendeinem 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 verbliebenen Flüssigkeiten mit einem weichen Tuch ausgewischt werden, das mit einem Bindfaden oder Kupferdraht durch das Kühlrohr gezogen wird.

c) 100 cm<sup>3</sup> des zu prüfenden Kraftstoffes sollen im Meßglas bei 13° bis 18° abgemessen und unmittelbar in den Engler-Kolben gebracht werden. Von der Kraftstoffprobe darf nichts in das Ableitungsrohr fließen.

d) Das Thermometer<sup>3)</sup> 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

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

<sup>2)</sup> Der Teilungsfehler des Thermometers für hochsiedende Kraftstoffe gilt nur für 0° bis 370°. Unter gewissen Versuchsbedingungen kann die Temperatur des Quecksilbergefaßes 2° höher sein als die vom Thermometer angegebene; bei einer angegebenen Temperatur von 371° nähert sich die Temperatur des Quecksilbergefaßes 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.

<sup>3)</sup> Für Kraftstoffe mit Siedende bis zu 250° oder Siedebeginn 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 152 x 152 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-cm<sup>3</sup>-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 Filterpapier 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 „Berichtigungstemperatur“ vermerkt werden. Diese Zahl hat nur dann Bedeutung, wenn der Siedebeginn genau bestimmt werden soll).

Sobald der erste Tropfen Kraftstoff vom Ende des Kühlers fällt, wird die Ableseung 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 cm<sup>3</sup>/min gleichmäßig vor sich geht. Die Menge des im Meßglas gesammelten Destillats soll jedesmal auf 0,5 cm<sup>3</sup> genau abgelesen werden, wenn die Quecksilbersäule des Thermometers einen Teilstrich erreicht, der ein Vielfaches von 10° bezeichnet, somit bei 30°, 40°, 50°, 60° usw. Auch kann umgekehrt jedesmal die Temperatur vermerkt werden, wenn das Destillat einen Teilstrich erreicht, der ein Vielfaches von 10 cm<sup>3</sup> bedeutet. Wird ein Kraftstoff darauf geprüft, ob er einer 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 so regeln, wenn in dem Kolben sich nur noch etwa 5 cm<sup>3</sup> befinden, es sei denn, daß die Zeit zum Verdampfen dieser 5 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> und zum Erreichen des Endpunktes 5 min, so ist die Prüfung zu wiederholen und die Wärmezufuhr zu regeln, sobald der Rückstand 5 cm<sup>3</sup> erreicht. Diese Einstellung muß die Wirkung haben, daß die Zeit zur Verdampfung der letzten 5 cm<sup>3</sup> Kraftstoff und zum Erreichen des Endpunktes zwischen 3 und 5 min liegt.

Das gesamte Raumaß, des im Meßzylinder aufgefangenen Stoffes soll als Destillat vermerkt werden. Der abgekühlte Rückstand ist aus dem Kolben in ein kleines in 0,1 cm<sup>3</sup> geteiltes Meßglas zu geben, kalt zu messen und als Rückstand zu vermerken. Der Unterschied zwischen 100 cm<sup>3</sup> und der Summe des Destillats und des Rückstandes soll als Destillationsverlust berechnet und vermerkt werden.

#### Genaueföhrung

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 Ableseungen des Raumaßes, des im Meßglas bei der einen oder anderen vorgeschriebenen Temperatur angesammelten Destillats sollen um höchstens 2 cm<sup>3</sup> voneinander abweichen. Werden die Ableseungen bei bestimmten Teilstrichen vorgenommen, so sollen die Temperaturunterschiede höchstens Werte entsprechend 2 cm<sup>3</sup> 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:

$$C_c = 0,00012 \cdot (760 - P) \cdot (273 + t_c)$$

worin  $C_c$  die zur beobachteten Temperatur  $t_c$  zuzuschlagende Berichtigung und  $P$  den Barometerstand in Millimeter QS bedeuten.

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

Temperaturbereich °C	Berichtigung*) 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*

\*) 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 eine Abweichung des Siedebeginns durch Berücksichtigung dieser unvermeidlichen Unterschiede im Verfahren hat sich nicht als tunlich erwiesen. Die praktische Beurteilung des Siedebeginns ist nicht so wesentlich, daß die Vorschrift bestimmter Zimmertemperaturen bei Ausführung der Versuche rechtfertigen könnte. Nachstehende Richtlinien werden als Hilfenote zur Beseitigung gewisser Schwierigkeiten aufgenommen, die sich aus der Gepflogenheit ergeben, die Grenzen des Siedebeginns in Gütevorschriften für Kraftstoffe einzuschließen, ist die Berichtigungstemperatur unter 21° oder über 37°, so kann der beobachtete Siedebeginn, sofern er niedriger als 60° ist, als ungenau um einen Wert betrachtet werden, eine Vereinbarung getroffen werden, daß eine Prüfung des Siedebeginns bei Zimmertemperatur zwischen 21° und 27° auszuführen ist; der Siedebeginn nach der folgenden Formel zu berichtigen:  
Mittlerer Siedebeginn — Berichtigungstemperatur (°C) — 24

Beobachteter Siedebeginn — Berichtigungstemperatur (°C) — 24

3

Reiben alle berichtigten Werte innerhalb der vorgeschriebenen Grenzen, so soll der betreffende Kraftstoff als abnahmefähig gelten. Andernfalls soll, wenn möglich, eine Vereinbarung getroffen werden, daß eine Prüfung des Siedebeginns bei Zimmertemperatur zwischen 21° und 27° ausgeführt wird.

\*) Zusätzlich, wenn der Barometerstand niedriger als 760 mm, abzulesen, wenn er höher als 760 mm war.



Verdampfungsrückstand ( Harzgehalt )

100 ccm Kraftstoff werden in einer bis zum Kraftstoffspiegel von Dampf umströmten Glasschale (Jenaer Glas, halbkugelförmig, 10 cm Durchmesser, Höchstgewicht 50 g) auf dem Wasserbad verdampft, wobei ein Luftstrom von solcher Stärke auf den Kraftstoff aufgeblasen wird, daß dieser in längstens 20 Minuten verdampft ist. Danach ist die Glasschale mit Rückstand 1/2 Stunden in einem Trockenschrank bei 110°C zu trocknen, in einem Chlorcalciumexsikkator 45 Minuten erkalten zu lassen und zu wiegen.

~~Überschreitet die gefundene Harzmenge die zulässige Grenze, so ist die Glasschale mit Rückstand weitere 20 Minuten bei 220°C zu trocknen und wie vor zu behandeln.~~

Ist bei bleihaltigen Kraftstoffen die zulässige Harzmenge überschritten, so wird der Rückstand mit Benzol-Alkohol (2:1) aufgenommen und die filtrierte Lösung eingedampft. Der nun bleifreie Rückstand wird wie oben getrocknet und gewogen. Bei der Durchführung der Prüfung ist das unmittelbare Auftreffen von Sonnenlicht auf Kraftstoffprobe und -rückstand zu verhindern. Der Harzgehalt wird ausgedrückt in mg/100ccm

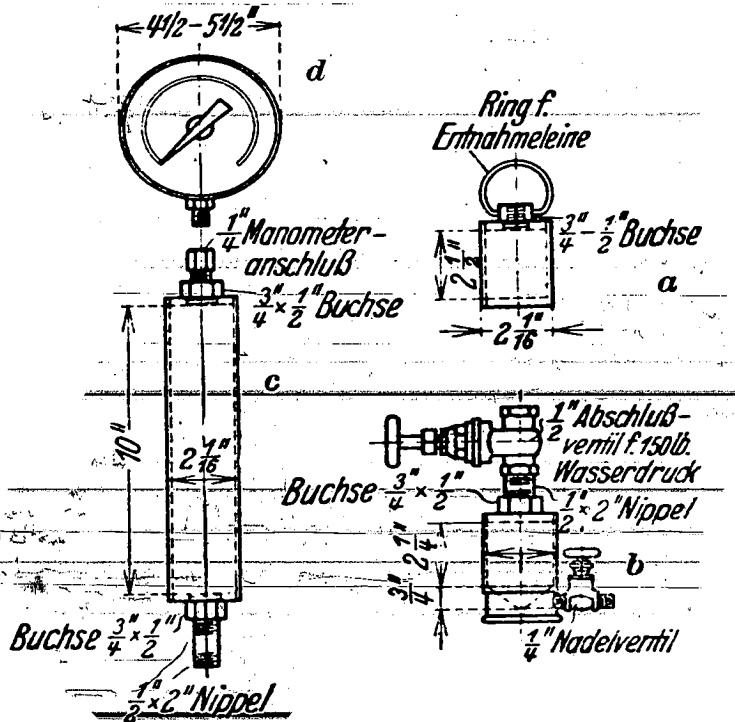
Dampfdruck-Bestimmung nach W.Reid.

Der Apparat besteht aus dem kleinen Benzinbehälter a bzw. b, dem hiermit durch dichtes Gewinde verbundenen größeren Luftbehälter c und dem Manometer d, dessen Skala für Benzine mit niedrigem Dampfdruck bis etwa 1 at, für Benzine mit höherem Dampfdruck bis 3-4 at reichen soll. Zur Temperierung des Apparates dient ein Wasserbad, in welches die Bombe bis zum Manometeransatz eingetaucht werden kann.

Aus offenen Behältern entnimmt man das Benzin durch Einsenken des Benzingefäßes a, aus unter Druck stehenden Behältern, Rohrleitungen u. dergl. durch Anschließen des mit 2 Ventilen versehenen Gefäßes b (Füllung vom unteren Ventil aus), das zuvor mindestens auf die Temperatur des zu benu-sternden Benzins abzukühlen ist. Einfüllen des Benzins in den Apparat durch einfaches Eingießen ist wegen der unvermeidli-chen Verdampfungsverluste bei Schiedsanalysen unzulässig, ~~sonst nur im Notfälle gestattet, und zwar nach sorgfältiger Abküh-  
lung des Benzins und des zu füllenden Gefäßes. Bei einem  
Dampfdruck des Benzins bei 40°C von kg/ccm bis 0,6; 0,8; 1,1;  
1,4; 1,8; 2,1 kühlt man auf °C +10, +4, -1, -4, -7, -9.~~

Zur Entfernung von Benzindampfresten aus frühe-  
~~ren Versuchen füllt man den Luftbehälter c vor dem Versuch  
mindestens 5mal mit warmem Wasser (etwa 35°) und läßt dieses  
jedesmal gut abtropfen. Nach Messung der anfänglichen Lufttem-  
peratur im Gefäß c schraubt man das Benzingefäß an und dichtet  
die Verbindungen mit Schellack oder einem anderen Dich-  
tungsmittel. Nach mehrmaligem Schütteln wird der Apparat 5 min  
in das auf <sup>40°</sup> ~~37,8~~ <sup>70°</sup> ~~+0,28°C (100+0,5°P)~~ gehaltene Wasserbad gestellt  
nochmals geschüttelt und dies in Abständen von 2min sooft  
wiederholt, bis der Druck konstant bleibt. Für die Änderung des  
Teildruckes der in dem oberen Gefäß enthaltenen Luft sind  
Korrekturen gemäß "D. Holde, Kohlenwasserstofföle und Fette",  
7. Auflage, S. 199, anzubringen. Bei unkorrigierten Werten sind  
die Temperatur des Versuchsraumes in °C und der Barometer-  
stand mit anzugeben.~~

✓ Dann legt man den Gefäß e auf  
400.



Bestimmung von Bleitetraäthyl in Benzin.

In einem 500 ccm-Erlenmeyer-Kolben gibt man 100 ccm Wasser und 100 ccm Normalbenzin und stellt ihn zur Kühlung in einen passenden mit Eiswasser gefüllten Filterstutzen. Nach Abkühlung gibt man 10 ccm Brom hinzu und läßt aus einer 100  $\mu$ m-Pipette 100 ccm der Probe unter der Flüssigkeitsoberfläche unter Schütteln und Kühlen zufließen. Entfärbt sich die Lösung, so unterbricht man den Zufluß und gibt weitere bereitgehaltene 10 ccm Brom hinzu. Die Lösung muß deutlich braun bleiben. Man spritzt dann die Pipette in den Kolben hinein mit Wasser ab, führt in einen Scheidetrichter über und scheidet die wässrige Lösung in ein Becherglas ab. Den Erlenmeyer-Kolben spült man zweimal mit je 75 ccm Wasser, die man jeweils zum erneuten Aufschütteln des Benzins im Scheidetrichter benutzt. Man verjagt das Brom aus der wässrigen Lösung durch Kochen, neutralisiert (unter Vermeidung größeren Überschlusses) mit Ammoniak, macht wieder essigsauer und füllt mit Kaliumbichromat (wie bei Methode I, vgl. Bestimmung von Bleitetraäthyl usw. Ethyl G. m. b. H., Februar 1937, Seite 3, ab Zeile 8 von unten). Man erhitzt auf einer Heizplatte zum Sieden und fügt langsam unter Rühren 3 ccm einer 10%igen Kaliumbichromatlösung hinzu. Das Kochen wird fortgesetzt, bis sich der Niederschlag gut zusammengeballt hat. Dann läßt man ihn 1 Stunde in der Wärme, filtriert durch einen gewogenen Tiegel und wäscht mit heißem Wasser gut aus. Man trocknet bei 150°C und wiegt.

Gewicht  $\text{PbCrO}_4 \times 6,019 = \text{ccm TEL/Ltr.}$

Maßanalytische Bestimmung von Bleitetraäthyl in Kraftstoffen.

Man gibt in einen 500 ccm- Schütteltrichter 100 ccm Wasser, 100 ccm Normalbenzin und 100 ccm des zu untersuchenden Kraftstoffes. Nach und nach wird vorsichtig Brom zugesetzt und jedes Mal kräftig geschüttelt. Wird die Lösung warm, so kühlt man mit Wasser. Man setzt das Zugeben von Brom solange fort, bis eine bleibende tiefrote Färbung entsteht. Man schüttelt nun noch 5 Minuten den wässerigen Auszug ab und wäscht zweimal mit je 75 ccm Wasser nach. Die vereinigten wässerigen Lösungen werden nun gekocht, bis alles Brom vertrieben ist. Man neutralisiert nun mit Ammoniak, fügt 5 ccm 50%ige Essigsäure und 5 ccm einer 10%igen Na-Acetatlösung hinzu und läßt wieder kochen. Zu der kochenden Lösung gibt man 10 ccm einer heißen gesättigten Kaliumbichromatlösung, läßt noch einige Minuten kochen, bis sich der Niederschlag zusammengeballt hat und filtriert ab. Der Niederschlag wird mehrmals mit heißem Wasser gewaschen, bis das überschüssige Bichromat aus dem Filter entfernt ist. Nun löst man den Niederschlag mit heißer, verdünnter Salzsäure vom Filter in einen Erlenmeyerkolben und wäscht mit heißem Wasser nach.

Die Lösung wird gekühlt, mit Kaliumjodid versetzt und das ausgeschiedene Jod mit einer  $\frac{1}{10}$  Natriumthiosulfatlösung titriert. (Indikator: Stärke).

Der Gehalt an Bleitetraäthyl in Vol. % ergibt sich, wenn man die Anzahl der verbrauchten ccm Natriumthiosulfat mit 0,00648 multipliziert. Man erhält so Werte mit einer Genauigkeit von  $\pm 0,001$  Vol. %.

**Bestimmung des Aschegehaltes**

13. In einem geeigneten Veraschungsschälchen wird 1 g der lufttrockenen bzw. wasserfreien Probe (siehe Abschnitt 2 und 3) im geschlossenen Muffelofen mit Gas- oder elektrischer Beheizung bis zur vollständigen Verbrennung aller Kohlebestandteile erhitzt. Die Temperatur ist zunächst niedrig zu halten, sodann bis auf 750 bis 800° zu steigern. Von Zeit zu Zeit, besonders im letzten Stadium der Veraschung, wird mit einem ausgeglühten Platindraht vorsichtig umgerührt.

14. Der Aschegehalt wird in Gewichtsprozenten angegeben.

**Bestimmung des Schwefelgehaltes**

15. Zu unterscheiden ist zwischen der Bestimmung des verbrennlichen Schwefels und des Gesamtschwefels.

**Bestimmung des verbrennlichen Schwefels aus der Bombe**

16. Man gibt vor der Heizwertbestimmung 5 cm<sup>3</sup> Wasser in die Bombe. Nach Beendigung der Heizwertbestimmung läßt man den Sauerstoff langsam durch eine Vorlage, die mit neutraler Wasserstoffsperoxydlösung gefüllt ist, entweichen und spült dann durch ein Filter das Wasser sowie die Wasserstoffsperoxydlösung quantitativ in ein Becherglas. Die weitere Behandlung kann nach dem Titrationsverfahren oder gewichtsanalytisch geschehen:

**Durch Titration, gleichzeitig mit der Salpetersäure**

17. Man spült, wie schon erwähnt, das in der Bombe enthaltene Wasser sowie die Wasserstoffsperoxydlösung quantitativ in ein Becherglas, gibt einen Tropfen Methylorange als Indikator zu und ermittelt durch Titration mit 1/10 n Barytwasser die Gesamtmenge der gebildeten Schwefel- und Salpetersäure. Nun gibt man 20 cm<sup>3</sup> 1/10 n Sodalösung zu, läßt aufkochen, füllt nach dem Abkühlen in einem Meßkolben auf 250 cm<sup>3</sup> auf, schüttelt um und filtert durch ein trockenes Faltenfilter. Vom Filtrat werden 200 cm<sup>3</sup> abpipettiert und mit 1/10 n Salzsäure (Methylorange als Indikator) zurücktitriert. Der Unterschied zwischen den zugegebenen 20 cm<sup>3</sup> 1/10 n Sodalösung und dem mit 1,25 multiplizierten Verbrauch an 1/10 n Salzsäure ist gleich der Anzahl cm<sup>3</sup> 1/10 n Salpetersäure, die man von der mit 1/10 n Barytwasser ermittelten Gesamtmenge (Schwefel- und Salpetersäure) abzieht. Der Rest entspricht der Schwefelsäure, aus der man den Schwefelgehalt berechnet.

18. Arbeitet man nicht mit Wasserstoffsperoxyd, so ist es richtiger, bei der Titration mit Barytlauge Phenolphthalein als Indikator zu verwenden, nachdem man vorher die Kohlensäure durch Kochen ausgetrieben hat.

**Durch Gewichtsanalyse**

19. Die Flüssigkeit versetzt man mit etwas Bromwasser oder Wasserstoffsperoxyd (schwefelsäurefrei), säuert sie mit verdünnter Salzsäure an und erhitzt zum Sieden. Während des Siedens läßt man heiße Bariumchloridlösung zutropfen und füllt so den Schwefel als Bariumsulfat. Aus diesem Wert läßt sich der Schwefelgehalt berechnen.

20. Wird die Bestimmung des verbrennlichen Schwefels nach einem anderen Verfahren, z. B. dem Verbrünnungsverfahren nach Grote<sup>3)</sup>, durchgeführt, so ist dies im Prüfbericht anzugeben.

**Bestimmung des Gesamtschwefels nach Eschka**

21. Man mischt 1 g Kohlepulver mit 3 g Eschkamischung (1 Teil wasserfreie Soda und 2 Teile gebrannte Magnesia) in einem geeigneten Tiegel, der auf einen Asbestteller gesetzt wird, gibt 1 g reiner Eschkamischung darauf und erhitzt unter späterem Umrühren mit einem Platindraht so lange, bis alle Kohle verbrannt ist. Das Gemisch wird mit etwa 100 cm<sup>3</sup> Wasser aufgenommen und mit Bromwasser oder Wasserstoffsperoxyd versetzt. Nach dem Ansäuern mit Salzsäure wird die im allgemeinen trübe Flüssigkeit gekocht (bis das Brom verschwunden ist) und filtriert. Alsdann wird die Schwefelsäure in der Siedenitze mit heißer Bariumchloridlösung als Bariumsulfat gefällt. Aus diesem Wert läßt sich der Schwefelgehalt berechnen.

22. Für Braunkohlen und Kohlen mit hohem Gehalt an verbrennlichem Schwefel wird das Verfahren nach Brunck (Z. f. ang. Chemie 18 (1905) S. 1560) angewandt.

**Elementaranalyse**

23. Zur Feststellung des prozentualen Gewichtsgehaltes an Kohlenstoff, Wasserstoff, Stickstoff und verbrennlichem Schwefel dient die Elementaranalyse, die in allgemein üblicher Weise durchgeführt wird<sup>4)</sup>. Die Bestimmung des Wasserstoffs setzt eine genaue Wasserbestimmung voraus, die am besten nach dem Xylolverfahren (siehe Abschnitt 5 bis 8) oder durch direkte Wägung des im inerten Gasstrom ausgehriebenen Wassers erfolgt. Die Stickstoffbestimmung bei Kohlen kann nach den Verfahren von Terres<sup>5)</sup> und Fritsche<sup>6)</sup>, bei Koks nach Dumas-Lambris<sup>7)</sup> vorgenommen werden.

3) Z. f. angew. Chemie 46 (1933), Heft 6, Seite 105.

4) Siehe z. B. die Lehrbücher von Gattermann, Die Praxis des organischen Chemikers, und von Strauch-Lanz, Kohlenchemie.

5) Journal für Gasbeleuchtung 82 (1919), Seite 173.

6) Brennstoff-Chemie 2 (1921), Heft 23.

7) Siehe z. B. Brennstoff-Chemie 6 (1925), Seite 1; 7 (1926), Seite 301; 8 (1927), Seite 69 und 89.

# Prüfung von Schmierstoffen

Wassergehalt 000055

DIN  
DVM 3656

### Begriff

- 1 Unter Wassergehalt ist das bisweilen 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 Docht-schmierung wird die Saugfähigkeit der Dochte 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 (%)

### Prüfverfahren<sup>1)</sup>

7 In dem Kurzhals-Rundkolben 500 mit aufgelegtem Rand DENO 5 werden je nach dem vermuteten Wassergehalt 20, bis 100 g Öl oder Fett eingewogen und mit 100 cm<sup>3</sup> Xylol gemischt. Das Xylol wird vorher durch Schütteln mit Wasser gesättigt und durch Filtern oder Absitzenlassen geklärt. Bei größeren Problemengem<sup>2)</sup> 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 1/10 cm<sup>3</sup> graduierten Meßgefäß fest verbunden. Das Meßgefäß wird bei A mit einem zweiten Stopfen an einen Liebigkühler A oder B 400 DENO 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 wassertrübe (frühestens nach 15 Minuten langem Sieden), so stellt man die Flamme ab und läßt abkühlen. Bleiben Wassertropfen an den Wandungen des Meßgefäßes

<sup>1)</sup> 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

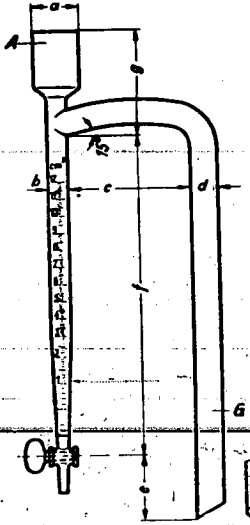


Bild 1

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	e = 25 bis 38 mm 10
b = 10 bis 12 mm	f = 180 bis 190 mm
c = 65 bis 75 mm	g = 50 bis 62 mm
d = 12 bis 16 mm	

### 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
Aschegehalt . . . . .	siehe DIN DVM 3657
Neutralisationszahl (bisher Säurezahl) . . . . .	siehe DIN DVM 3658

Verseifungszahl . . . . .	siehe DIN DVM 3659
Hartasphalt . . . . .	siehe DIN DVM 3660
Bestimmung des Flammpunkts im offenen Tiegel mit Gas- heizung und Gaszündung . . . . .	siehe DIN DVM 3661
Stockpunkt . . . . .	siehe DIN DVM 3662

# Prüfung von Brennstoffen

## Oberer und unterer Heizwert fester und flüssiger Brennstoffe

**DIN**  
**DVM 3716**

000056

### Oberer und unterer Heizwert (Begriffsbestimmung)<sup>1)</sup>

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  $H_1$  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 Verbrennungserzeugnisse von Kohlenstoff und Schwefel restlos als Kohlendioxid und Schwefeldioxid 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  $H_2$  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) ausgedrückt<sup>2)</sup>. 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 cm<sup>3</sup> 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 Klemmen der Bombe eingefüllt wird und dessen Temperatur mit einem in Hundertstel Grade geteilten, amtlich geprüften Thermometer be-

stimmt werden muß (Ableseung 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 ausgewogen 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 Rührwärme<sup>3)</sup> 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  $K = \frac{\Delta t_1 + \Delta t_2}{t_1 - t_2}$  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<sup>-1</sup>. Eine größere Abkühlungskonstante läßt auf schlechte Wärmeisolation des Kalorimetergefäßes schließen.

### Prüfverfahren

4. Die Brennstoffe werden im lufttrockenen Zustand<sup>4)</sup> und in der für die Prüfung vorgesehenen Form gewogen. Feste Brennstoffe können brikketiert werden, soweit sie sich dazu eignen.

Nichtbrikketierbare 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 Gelatinekapseln, 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 cm<sup>3</sup> sein. Außer dem Brennstoff werden in die Kalorimeterbombe 5 cm<sup>3</sup> destilliertes Wasser eingefüllt. Der Druck des wasserstofffreien Sauerstoffs soll in der Bombe bei der Wasserwert- und Heizwertbestimmung 25 bis 30 kg/cm<sup>2</sup> 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 Ableseung, 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 3721 Prüfung von Brennstoffen, Feste Brennstoffe, Chemische Prüfverfahren.



# Prüfung von Brennstoffen

Oberer und unterer Heizwert fester und flüssiger Brennstoffe

DIN  
DVM 3716

000057

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  $t_m - t_0 - t_0$  (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 dieses 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 ausgewechselt wird dessen Wasserwert von wesentlicher Bedeutung ist.

## Berechnung des oberen Heizwertes einer lufttrockenen Probe<sup>5)</sup>

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

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

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

$\Sigma b$  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 Zählbeispiel 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

$\Delta_v$  mittlerer Temperaturanstieg für jede Minute des Vorversuches

$\Delta_n$  mittlerer Temperaturabfall für jede Minute des Nachversuches

$t_v$  mittlere Temperatur des Vorversuches

$t_n$  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  $\Sigma b$  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 Begriffsbestimmung für die Verbrennungswärme nicht genau entsprechen.

Es gehören hierzu:

a) die Wärmemenge ( $b_p$ ), 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) verbrannt. Für 1 mg Salpetersäure ( $HNO_3$ ) sind 0,23 cal in Ansatz zu bringen. Einem  $cm^3/10$  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  $1 cm^3/10$  normale Schwefelsäure. Die Berichtigung  $\Sigma b$  wird

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

Die Menge der im Verbrennungswasser enthaltenen Schwefelsäure und Salpetersäure wird durch Titration bestimmt<sup>7)</sup>.

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  $cm^3/10$  normale Schwefelsäure, bezogen auf eine Einwaage von 1 g Brennstoff, mit 0,16 multipliziert ergibt annähernd den %-Gehalt des Brennstoffs an verbrennlichem Schwefel.

# Prüfung von Brennstoffen

Oberer und unterer Heizwert fester und flüssiger Brennstoffe

DIN

DVM 3716

000058

### Berechnung des unteren Heizwertes der lufttrockenen Probe

7. Der untere Heizwert  $H_u$  (lufttr.) kann nach der folgenden Formel berechnet werden:

$$H_u \text{ (lufttr.)} = H_0 \text{ (lufttr.)} - 5,85 \cdot w \quad (4)$$

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:

$$H_0 \text{ (roh)} = H_0 \text{ (lufttr.)} \frac{100 - f}{100} \quad (5)$$

$$H_u \text{ (roh)} = H_u \text{ (lufttr.)} \frac{100 - f}{100} - 5,85 \cdot f \quad (6)$$

### Beispiel für die Berechnung des oberen und des unteren Heizwertes

	Zeit min	Temperatur (Beckmann-Thermometer)		
	0	1,313		
	1	1,315	$\Delta v = + 0,0020$ ;	$\Delta n + \Delta v = + 0,0028$
Vorversuch . . .	2	1,317	$t_v = 1,318$ ;	$m \cdot t_v = 11,862$
	3	1,319		
	4	1,321		
Zündung . . .	5	1,323 = $t_0$		
	6	1,940		$m = 9$
	7	2,790		
	8	3,020	$m-1$	
Hauptversuch	9	3,086	$\sum_{i=1}^{m-1} t_i = 23,263$ ;	$\frac{t_0 + t_m}{2} = 2,216$
	10	3,103		
	11	3,107		
	12	3,109		
	13	3,108		
	14	3,108 = $t_m$		
	15	3,107		
Nachversuch .	16	3,106	$\Delta n = + 0,0008$ ;	$m \Delta n = + 0,0072$
	17	3,106		
	18	3,105	$t_n = 3,106$ ;	$t_n - t_v = 1,788$
	19	3,104		

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

$$\text{Berichtigung: } c = + 0,0072 - 0,0028 \cdot 1,38 = + 0,003^\circ$$

(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  $c = 0,003^\circ$ ).

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

### Berichtigung $\Sigma b$ :

Durch Titration wurden im Verbrennungswasser gefunden:  
 22 cm<sup>3</sup> 1% normale Salpetersäure . . . . .  $b_N = 2,2 \cdot 1,5 = 3$  cal  
 6,6 cm<sup>3</sup> 1% 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

$$H_0 \text{ (lufttr.)} = \frac{3975 (3,108 + 0,003 - 1,323) - 37}{0,9123} = 7750 \text{ cal/g oder kcal/kg}$$

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

$$H_0 \text{ (roh)} = 7750 \cdot 96,3/100 = 7463 \text{ kcal/kg}$$

$$H_u \text{ (roh)} = (7624 \cdot 96,3/100) - 5,85 \cdot 3,7 = 7320 \text{ kcal/kg}$$

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.

# Prüfung von Schmierstoffen

## Stockpunkt

DIN  
DVM 3662

000059

### Begriff

- Der Stockpunkt ist die Temperatur, bei der das Öl so steif wird, daß es unter Einwirkung der Schwerkraft nicht mehr fließt.

### Zweck der Prüfung

- Der Stockpunkt soll einen Anhaltspunkt für das Verhalten von Schmier- und Isolierölen bei Abkühlung auf tiefere Temperaturen geben.
- Die Maßeinheit ist °C.

### Prüfverfahren

#### Vorbereitung des Öles

- Zur Vorbereitung der Untersuchung ist das Öl 10 Minuten lang auf 50°C zu erwärmen<sup>1)</sup> 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

- 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 = 3 mm über

dem unteren Ende des Thermometers beginnen. Das Thermometergefäß soll zylindrisch sein, einen Durchmesser von  $5 \pm 0,5$  mm und eine Länge von  $12 \pm 1$  mm haben. Der Inhalt des Rohres zwischen Gefäß und Anfang der Skala soll nicht größer als  $\frac{1}{20}$  des Gefäßinhalts sein. Das zylindrische Umhüllungsrohr der Skala soll einen Durchmesser von  $10 \pm 1$  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 tief nacheinander in Kältebäder von 0°, -5°, -10° und -20°C gebracht<sup>2)</sup>. 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 weitergekühlt.

#### b) gleichmäßig fortschreitende Abkühlung

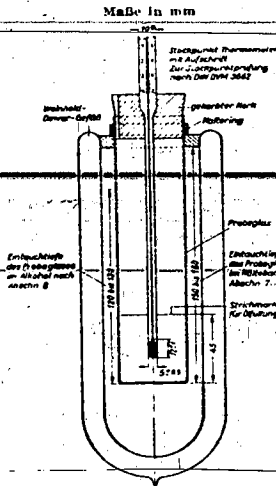
Das Probeglas wird senkrecht 15 bis 16 cm tief in ein passendes Weinhold-Deswar-Gefäß gebracht, das bis mindestens 12 cm über dem Boden des Probeglasses mit Alkohol gefüllt ist, der unter dauerndem Rühren durch Zugabe fester Kohlensäure langsam abgekühlt wird; dabei soll der Unterschied zwischen der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

#### Endbeobachtung

Nach je 2° Temperaturabnahme des Öles wird das Probeglas herausgenommen und geneigt. Die Temperatur, bei der sich kein Wulst mehr bildet und auch anschließend bei waagrecht gehaltenem Probeglas während 10 Sekunden keine Bewegung des Öles beobachtet wird, gilt als Stockpunkt. Bewegen des Thermometers und Erschüttern

<sup>1)</sup> Die oben angegebenen Temperaturstufen können beispielsweise erreicht werden bei 0° mit Eis; bei -5°C mit einem gekühlten Gemisch von 15 g Kaliumnitrat und 35 g Kochsalz in 100 Teilen Wasser; bei -10°C mit einer gekühlten Salz-Lösung von 20 g Kaliumbromid 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.

<sup>1)</sup> Isolieröle werden zuvor über getrocknete Filterpapierschneitzel gefiltert.



# Prüfung von Schmierstoffen

Stoßpunkt

**DIN**  
**DVM 3662**

000060

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**  
 $\pm 2^\circ\text{C}$ .

10

**Toleranz**

Die Toleranz nach DIN DVM 3652 beträgt  $+5^\circ\text{C}$ . In Abweichungen nach unten sind zulässig.

**Prüfung von Schmierstoffen**

Probenahme	siehe DIN DVM 3651	Aschegehalt	siehe DIN DVM 3657
Toleranz	siehe DIN DVM 3652	Neutralisationszahl (bisher	
Spezifisches Gewicht, Dichte	siehe DIN DVM 3653	Säurezahl)	siehe DIN DVM 3658
Fließpunkt und Tropfpunkt	siehe DIN DVM 3654	Verseifungszahl	siehe DIN DVM 3659
Zähigkeit (Viskosität)	siehe DIN DVM 3655	Hartasphalt	siehe DIN DVM 3660
Wassergehalt	siehe DIN DVM 3656	Flammpunkt im offenen Tiegel	siehe DIN DVM 3661

Verhalten von Leichtkraftstoffen gegen Kupfer  
in der Korrosionsbombe nach Heinze - Marder.

In ein äusserlich 6-kt., innen zylindrisches und unten geschlossenes verchromtes Eisenrohr ist ein etwa 60 ccm fassendes Glasrohr eingesetzt, das bis zu einer Marke mit dem zu untersuchenden Kraftstoff (50ccm) gefüllt wird. In den Kraftstoff wird ein mit "Abrazzo" gereinigter und mit Schmirgelpapier 00 aufgerauhter Kupferstreifen (100x10x1 mm) völlig eingetaucht. Das Glasgefäß wird durch einen mit schrägem Schliff eingepaßten Glasstöpsel verschlossen, der durch einen aufgeschraubten Eisendeckel und eine darin befindliche Spiralfeder fest auf das Glasgefäß gedrückt wird, so daß leichtsiedende Kraftstoffanteile aus dem Glaseinsatz praktisch nicht entweichen können. Um das Zerschneiden des Glaseinsatzes zu verhüten, ist in den Boden des Eisengefäßes eine etwa 1 cm dicke Asbestschicht eingelassen.

Das vorschriftsmässig gefüllte und sorgfältig verschlossene Eisenrohr wird 4 Stunden in einen bei 50° +1° gehaltenen Trockenschrank gestellt und dann nach kurzem Kühlen am fließenden Wasser geöffnet. Der entnommene Metallstreifen wird dem Augenschein nach hinsichtlich der eingetretenen Korrosion geprüft.

Verhalten von Dieselkraftstoffen gegen Zink.

Zweck der Prüfung:

1. Dieselkraftstoffe 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:(Korrosionsbombe nach Heinze-Marder).

3. Als Werkstoff ist gewalztes Raffinadezink 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 Schmirgelleinen (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. In ein äußerlich 6-kt., innen zylindrisches und unten geschlossenes verchromtes Eisenrohr ist ein etwa 60ccm fassendes Glasrohr eingesetzt, das bis zu einer Marke mit dem zu untersuchenden Kraftstoff (50 ccm) gefüllt wird. In den Kraftstoff wird der nach 3) behandelte Zinkstreifen völlig eingetaucht. Das Glasgefäß wird durch einen mit schrägen Schliff eingepaßten Glasstopfen verschlossen, der durch einen aufgeschraubten Eisendeckel und eine darin befindliche Spiralfeder fest auf das Glasgefäß gedrückt wird, so daß 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.

Das vorschrittmässig gefüllte und sorgfältig verschlossene Eisenrohr wird 24 Stunden in einen bei  $100^{\circ} \pm 1^{\circ}$  gehaltenen Trockenschrank gestellt und dann nach kurzem Kühlen am fliessenden Wasser geöffnet.

5. Dann wird der Zinkstreifen mit Benzol-Alkohol-Gemisch (Verhältnis 1:1) abgespritzt und mit einem in Benzol getränkten Warrebausch kräftig abgerieben, so daß alle anhaftenden Fremdkörper entfernt werden. Nach dem Trocknen ( $\frac{1}{4}$  h bei  $105^{\circ}$ ) wird der Zinkstreifen gewogen. Die Gewichtsabnahme kennzeichnet das Verhalten des Dieseldieselkraftstoffes gegen Zink (Korrosion).

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

stiger Prüffehler:

$\pm 1$  mg.

Flammpunktbestimmung nach Pensky - Martens.

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 den Apparat erhitzt man durch einen genügend starken Gasbrenner oder auf elektrischem Wege so, daß die Temperatur anfangs um  $6-10^{\circ}/\text{min}$ , bei Annäherung an den Flammpunkt um  $4-6^{\circ}/\text{min}$  steigt. Zwischen E und dem Eisenkörper H befindet sich eine Luftschicht. Asbestpappe schützt den Messingmantel L vor zu starker Wärmeabgabe. Von  $100^{\circ}$ , bzw. bei niedrigerem Flammpunkt entsprechend früher, bewegt man beständig 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  $2^{\circ}$  und später, wenn das Zündflämmchen beim Eintauchen größer erscheint, von Grad zu Grad etwa 2 sec lang unter Aussetzen des Leuchtens in den Dampfraum des Gefäßes E, bis deutliches Aufflammen der Dämpfe auftritt. 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 im Deckel beobachtet.



000065

Abb. b.  
Grundriss des Dek-  
kels mit der Zünd-  
vorrichtung

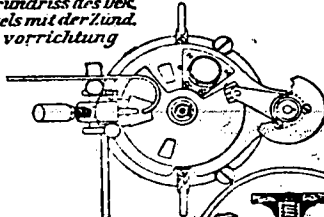


Abb. c.  
Griff zum Abheben  
des heissen Gefüses

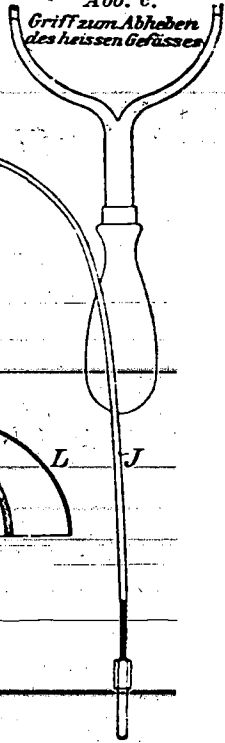
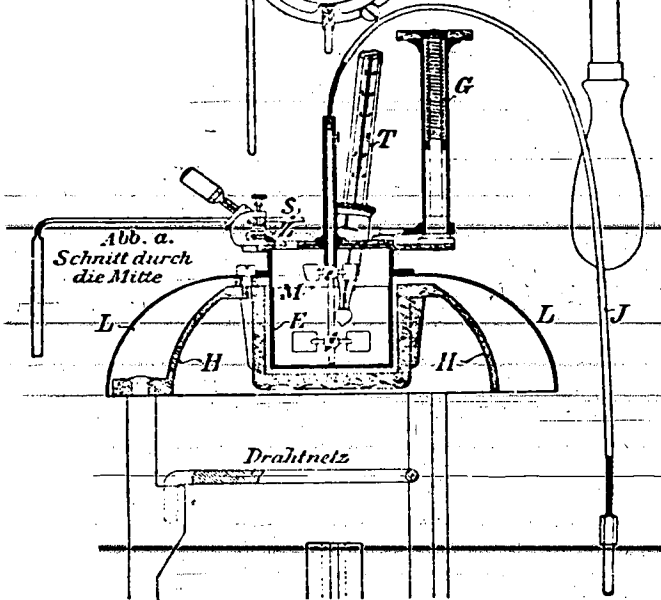


Abb. a.  
Schnitt durch  
die Mitte



# Prüfung von Schmierstoffen

## Bestimmung des Flammpunkts im offenen Tiegel mit Gasheizung und Gaszündung

**DIN**  
**DVM 3661**

000066

### Allgemeines

**Begriff**

1 Der Flammpunkt ist die Temperatur, bei der sich aus dem Öl unter den nachstehend festgelegten Bedingungen Dämpfe in solcher Menge entwickeln, daß das Gemisch aus Öldämpfen und Luft durch Annähern der Zündflamme erstmalig entzündet werden kann.

**Zweck der Prüfung**

2 Durch die Prüfung soll festgestellt werden, wie sich das Öl beim Erwärmen hinsichtlich der Entflammbarkeit der sich aus dem Öl entwickelnden Dämpfe verhält.

**Maßeinheit**

3 Die Maßeinheit ist °C.

### Prüfgerät

4 Als Prüfgerät dient das DVM-Flammpunktgerät mit offenem Tiegel (genormter Marcussön-Apparat), dessen Maße in Bild 1 bis 4 angegeben sind.

Die zum Prüfgerät gehörenden zwei Thermometer müssen folgenden Bedingungen genügen: Die Skala muß den Bereich von 40 bis 200° bzw. von 190° bis 410° umfassen. Das Quecksilbergefäß muß kugelförmig sein und  $9 \pm 0,5$  mm Durchmesser haben. Das zylindrische Thermometerrohr muß  $10 \pm 0,5$  mm Durchmesser haben. Die Skalenplatte beginnt bei  $30 \pm 5$  mm vom unteren Ende der Kugel an gerechnet. Die Teilung beginnt bei  $80 \pm 5$  mm, sie endet bei  $245 \pm 5$  mm und ist so bemessen, daß die Entfernung von Grad zu Grad 0,75 mm beträgt. Die Thermometer gelten für 30 mm Eintauchtiefe, wobei die Berichtigung für den herausragenden Faden bereits berücksichtigt ist (s. auch Abschnitt 20). Die Thermometer tragen eine Aufschrift: „Zum Flammpunktprüfer nach DIN DVM 3661“.

Zum Erhitzen ist ein einflämmiger Bunsenbrenner zu verwenden, der den Temperaturanstieg nach Abschnitt 14 ermöglicht.

Für Schiedsanalysen sind Geräte und Thermometer zu benutzen, die von der Physikalisch-Technischen Reichsanstalt ausdrücklich für den vorliegenden Zweck geprüft worden sind.

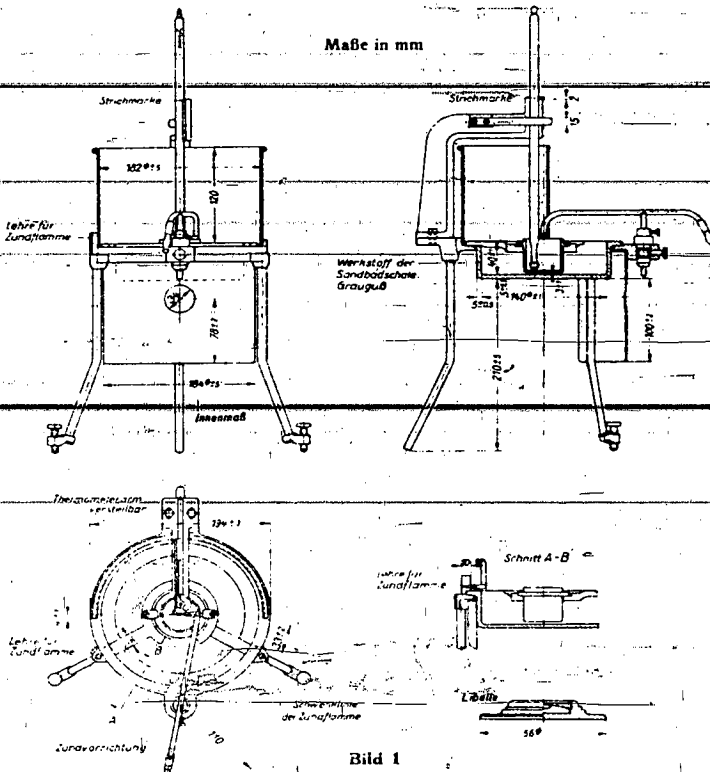


Bild 1

# Prüfung von Schmierstoffen

Bestimmung des Flammpunktes im offenen Tiegel mit Gasheizung und Gaszündung

DIN

DVM-3661

000067

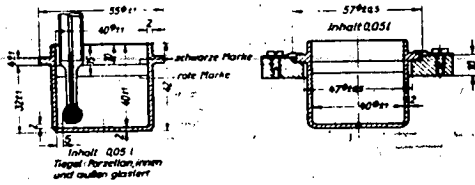
## Prüfverfahren

### Aufstellen des Gerätes

- Die Messungen müssen bei gedämpftem Licht an einem Ort ausgeführt werden, der gegen Luftbewegung weitgehend geschützt ist.

### Einfüllen des Prüfföles und Einsetzen des Tiegels

- Ole mit einem Flammpunkt über 250° sind in den Tiegel (Bild 2) bis zur unteren (roten), alle anderen



Maße in mm

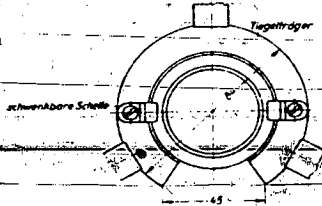


Bild 2

Ole bis zur oberen (schwarzen) Strichmarke einzufüllen. Die Sandbadschale ist bis zur unteren Kante des Tiegelträgers mit trockenem, feingesiebttem Sand zu füllen. Dann ist der Tiegel durch Drehen soweit in den Sand einzudrücken, bis der Tiegelwulst auf dem Tiegelträger aufliegt. Darauf werden die Tiegelschalen festgelegt und der Sand an den Tiegel bis zur Höhe des Wulstes angedrückt. Der Tiegel muß im Gerät mit Hilfe der beigegebenen Wasserwaage waagrecht gestellt werden.

### Einstellen des Thermometers

- Vor dem Einfüllen des Öles in den Tiegel überzeuge man sich mit Hilfe der Lehre (Bild 3) davon daß die

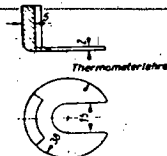


Bild 3

Quecksilberkugel des Thermometers 5 mm von der Tiegelwand entfernt ist. Ist der Tiegel mit Öl gefüllt, eingesetzt und ausgerichtet, so wird das Thermometer leicht auf den Boden des Tiegels aufgesetzt. Dann hebe man es um 2 mm in die Höhe. Der Abstand von 2 mm wird mit Hilfe der Strichmarke am Thermometerhalter (Bild 1) eingestellt.

### Einstellen der Zündvorrichtung

Die Mitte der Zündflamme muß beim Schwenken durch die Mitte der Tiegelöffnung gehen (Bild 1). Die Zündvorrichtung wird mit der Stellschraube so befestigt, daß der waagrecht liegende Düsenschuh (Flammenmundstück Bild 4) die Tiegelränder eben

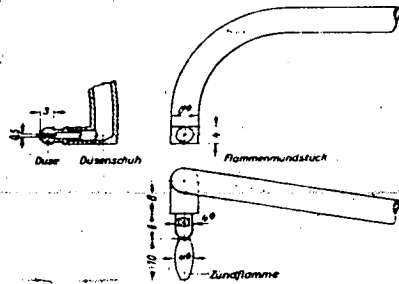


Bild 4

ohne Widerstand streift. Dadurch ist die Gewähr gegeben, daß der untere Rand der Zündflamme genau in der Ebene des oberen Tiegelrandes hin- und hergeführt werden kann.

### Einstellen der Zündflamme

Die Zündflamme ist mit Leuchtgas zu speisen. Die Länge der Zündflamme, gemessen bis zum leuchtenden Punkt der Spitze, wird mit Hilfe der am Apparat befestigten Lehre auf 10 mm Länge eingestellt (Bild 1, Schnitt A-B).

Um die Zündflamme durch Änderungen an der Einstellung des Bunsenbrenners während der Messung nicht zu beeinflussen, ist ihre Zuleitung über einen eigenen Hahn an die Gasleitung anzuschließen, aber nicht mit einem T-Stück an die Zuleitung des Bunsenbrenners zu legen.

### Temperaturanstieg

Die Flammenhöhe des Bunsenbrenners wird so geregelt, daß die Temperatur des Öles anfangs 5 bis 10° je Minute ansteigt. Diese Geschwindigkeit wird auf 3 - 0,5° je Minute herabgesetzt, sobald man sich dem Flammpunkt des Öles nähert; bei Ölen, die unter 250° entflammen, beginnt man etwa 30° unterhalb des Flammpunktes bei Ölen die über 250° entflammen, etwa 50° unterhalb des Flammpunktes mit dieser Anstiegsgeschwindigkeit zu prüfen. Der Brenner muß unter der Mitte des Gerätes stehen und darf auch beim Regeln der Flamme nicht verschoben werden.

### Das Prüfen

Sobald eine Temperatur von etwa 30° bzw. 50° unter dem zu erwartenden Flammpunkt erreicht ist, führt man die Zündflamme nach jedem Grad Anstieg einmal mit gleichmäßiger Geschwindigkeit in der Ebene des Tiegelrandes über das Öl hin und zurück. Die Geschwindigkeit soll so bemessen sein, daß sowohl für das Hin- wie das Herführen der Zündflamme über den Tiegel jeweils eine Sekunde benötigt wird, wobei ein Verweilen über dem Tiegelrand zu vermeiden ist. Die Temperatur, bei der die Entflammung der angesammelten Gase auf der Oberfläche erstmalig eintritt, wird am Thermometer abgelesen und gilt als Flammpunkt (Linzelmessung).

Jede Messung ist mit frischem Öl auszuführen. Ist bereits im Flammpunktprüfer erhitztes Öl darf nicht wiederverwendet werden.

**Prüfung von Schmierstoffen**  
Bestimmung des Flammpunkts im offenen Tiegel  
mit Gasheizung und Gaszündung

**DIN**  
**DVM 3661**

**Schiedsuntersuchung**

- 17 Bei Schiedsuntersuchungen werden fünf Einzelmessungen ausgeführt, aus denen das Mittel gebildet wird. Einzelmessungen, die von dem so gewonnenen Mittel um mehr als  $\pm 4^\circ$  abweichen, werden ausgeschieden und durch neue Messungen ersetzt. Als Flammpunkt gilt somit das Mittel aus fünf Einzelmessungen, von denen keine um mehr als  $\pm 4^\circ$  vom Mittel abweichen darf.
- 18 Einzelne Messungen dürfen jedoch nur ausgeschieden werden, wenn nicht mehr als zwei von den ersten fünf Messungen die zulässige Fehlergrenze von  $\pm 4^\circ$  überschreiten. Liegen mehr als zwei Messungen außerhalb dieser Fehlergrenze, so gilt das Mittel aus den ersten fünf Einzelmessungen. Im Prüfbericht ist auf das unregelmäßige Entflammen des Öles hinzuweisen.

Im Prüfbericht sind die Ergebnisse sämtlicher Einzelmessungen anzugeben.

**Berichtigungen**

Nur auf dem Prüfungsschein der Thermometer vermerkte Berichtigungen sind zu berücksichtigen. Berichtigungen für den herausragenden Faden sind unstatthaft (s. Abschnitt 5).

**Prüffehler**

Der Prüffehler beträgt  $\pm 4^\circ$ , d. h. bei mehreren Einzelmessungen darf die Abweichung vom errechneten Mittelwert nicht mehr als  $\pm 4^\circ$  betragen.

**Toleranz**

Die Toleranz nach DIN DVM 3652 beträgt  $- 5^\circ$ .

000068

**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 (bisher Säurezahl)	.....	siehe DIN DVM 3658
Verseifungszahl	.....	siehe DIN DVM 3659
Hartasphalt	.....	siehe DIN DVM 3660
Stockpunkt	.....	siehe DIN DVM 3662

# Prüfung von Schmierstoffen

Aschegehalt

DIN

DVM 3657

000069

### Begriff

- 1 Der Aschegehalt ist der mineralische Rückstand in vorher gefüllten 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 Überschub an Verseifungsmitteln hin.

### Maßeinheit

- 3 g/100 g (%)

## Prüfverfahren

### Schmieröle

- 4 Man wägt in einem ausgeglichen und gewogenen Porzellan- oder Quarztiegel (oberer Durchmesser etwa 65 mm, unterer Durchmesser etwa 25 mm, Höhe etwa 45 mm)<sup>1)</sup> 40 bis 50 g gefülltes Öl (0,3 mm Maschenweite, Prüfsgewebe Nr. 20 DIN-1171) ab und setzt den Tiegel in ein Tongdreieck. 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 und schließlich nur noch kohlige Anteile vorhanden, so wird der Tiegel geblüht, 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 verseifbaren Fetten und Ölen, die bisweilen flüchtige Alkalisalze enthalten, wird vor dem Glühen der kohlige Rückstand mit heißem Wasser ausgezogen. Die Lösung wird durch ein aschefreies Filter gefüllt und das Filter gründlich nachgewaschen. Filter und Kohle werden für sich verascht; dann erst wird die wässrige Lösung (Filtrat) in den erkalteten 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.

### 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
Neutralisationszahl (bisher Säurezahl)	siehe DIN DVM 3658

Bei der Veraschung wasserhaltiger Proben oder größerer Mengen von gefetteten (komponierten) 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 festem aschefreiem Ammoniumkarbonats wird das Abrauchen beschleunigt. Aus dem so gefundenen Sulfatwert wird die Asche als Oxyd berechnet.

### Umrechnungszahlen<sup>2)</sup>

für CaSO <sub>4</sub> in CaO	0,412
für Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> in Na <sub>2</sub> O	0,436
für K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> in K <sub>2</sub> 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 z. 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 Beschwerungsmittels. Auch hier läßt sich ein einfaches, allgemein gültiges Schema nicht aufstellen.

Verseifungszahl	siehe DIN DVM 3659
Hartasphalt	siehe DIN DVM 3660
Bestimmung des Flammpunkts im offenen Tiegel mit Gas- heizung und Gaszündung	siehe DIN DVM 3661
Stockpunkt	siehe DIN DVM 3662

Prüfung von Dieselkraftstoffen  
Zähigkeit (Viskosität)

D I N  
Entwurf 1  
DVM-3755

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 von Dieselkraftstoffen ist wichtig für die Schmierung der bewegten Einspritzteile und den Zerstörungsgrad bei der Strahleinspritzung.

Im Handel dient die Zähigkeit zur Begriffsbestimmung.

Maßeinheiten

- ~~3. Man unterscheidet im CCS-System zwei Maßeinheiten:~~

Dynamische Zähigkeit  $g \text{ cm}^{-1} \text{ sek}^{-1}$   
Kinematische Zähigkeit  $\text{cm}^{-2} \text{ sek}^{-1}$

Die Zähigkeit wird ausgedrückt in Centipoise (cP) oder Centistokes (cSt) und im allgemeinen auf  $20^{\circ}$  bezogen.

Prüfgerät

4. Als Prüfgerät dient das Vogel-Ossag-Viskosimeter (siehe Bild). Es besteht im wesentlichen aus dem Prüfgerät, der Meßkapillare mit den beiden Ringmarken  $M_1$  und  $M_2$ , dem Prüfgefäß-Thermometer, dem Bad-Thermometer und dem Thermostaten.

Prüfverfahren

5. Vorbereitung der Messung:

Man filtert die Probe, von der etwa  $15 \text{ cm}^3$  für die Messung benötigt werden, durch ein Sieb von  $0,3 \text{ mm}$  Maschenweite (Prüfsieb-gewebe  $0,3 \text{ DIN } 1171$ ).

Nachdem man den Prüfgefäßdeckel a abgeschraubt hat, wird das gut gereinigte Aufnahmesieb b bei der Zimmertemperatur mit der zu messenden Probe soweit gefüllt, bis sie in den Ringraum überzuströmen droht.

Hat man das Gewinde der am Deckel befindlichen Verschraubung c gesäubert und die Dichtungsfläche mit Hahnfett ein wenig eingefettet, 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, steckt ein Schlauchstück auf die Meßkapillare und saugt mit einer Glaspumpe soviel Flüssigkeit aus dem Aufnahmegefäß an, bis deren Meniskus bis etwa zur Mitte der mittleren Erweiterung angestiegen ist. Dann schließt man den Pumpenhahn, so daß die Flüssigkeit nicht zurückfließen kann. Nun wird der Prüfgefäßdeckel mit dem Aufnahmegefäß fest mit der Hand verschraubt, so daß der Dichtungsring gut abdichtet.

Das so verschraubte Prüfgefäß setzt man senkrecht in den Thermostaten und führt erst jetzt das Prüfgefäß-Thermometer in das Aufnahmegefäß ein. Man stellt nun die gewünschte Versuchstemperatur ein, öffnet den Pumpenhahn und läßt die Flüssigkeit in das Aufnahmegefäß zurückströmen. Der Flüssigkeitsspiegel stellt sich jetzt selbsttätig ein, 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- und Badthermometer abgelesenen Temperaturen dürfen um nicht mehr als  $0,1^{\circ}$  voneinander abweichen. Die Thermostatenflüssigkeit (Wasser) muß zu diesem Zweck gut gerührt werden.

#### Messen der dynamischen Zähigkeit.

6. Nachdem der Flüssigkeitsspiegel sich im Aufnahmegefäß eingestellt hat, wird die Flüssigkeit mit einem konstanten Überdruck von 60 cm WS von unten nach oben gedrückt. Die Durchlaufzeit  $t_c$  zwischen den Marken  $M_2$  und  $M_1$ , ist festzustellen. Die Durchlaufzeit  $t_c$  multipliziert mit der Kennzahl c der Meßkapillare ergibt  $V_d$ , d. i. das Hundertfache der dynamischen Zähigkeit, d. h. in Centipoise:

$$V_d = t_c \cdot c \text{ (cP)}.$$

Ist die Dichte (bei 20°C) der zu untersuchenden Flüssigkeit größer als 0,95 oder kleiner als 0,85, so ist c mit dem Berechnungsfaktor 0,196 ( - ) zu multiplizieren.

#### Messen der kinematischen Zähigkeit

7. Die Flüssigkeit ist vorsichtig bis in die oberste Kugelerweiterung zu saugen und das Schlauchstück abzunehmen, sodaß die Flüssigkeit unter ihrem eigenen Druck auffließt. Die Durchlaufzeit  $t_k$  multipliziert mit der Kennzahl k der Meßkapillare ergibt  $V_k$ , d.i. das Hundertfache der kinematischen Zähigkeit, in Centistokes:

$$V_k = t_k - k (cSt)$$

Jede Messung kann durch einfaches Ansaugen wiederholt werden; jedoch nur, wenn 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 mindestens 25 Sekunden betragen.~~

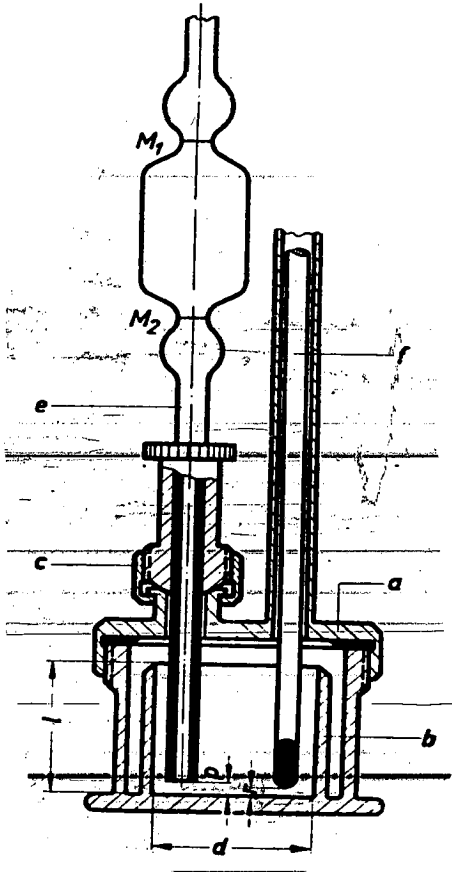
~~Schiedsmessungen sind mit einem Vogel-Ossag-Viskosimeter, dessen Prüfgerät, Meßkapillare und Thermometer amtlich geprüft sind, auszuführen.~~

#### Prüffehler

8.  $\pm 5 \%$



000073



Zähflüssigkeit und Polhöhe.Vogel-Ossag- Viskosimeter.

Die Messung der kinematischen Zähigkeit erfolgt im Kapillar-Viskosimeter von Vogel-Ossag.

Das zu untersuchende Oel wird in den inneren Behälter des metallenen Aufnahmegefäßes (ca. 15 cm<sup>3</sup>) gefüllt. Der Deckel wird fest aufgeschraubt, worauf man die Kapillare vorsichtig, aber wasserdicht, in die Fassung des Deckels einschraubt und das Thermometer durch das Entlüftungsrohr einsetzt. Diese Apparatur setzt man in ein wärmeisoliertes Wasserbad ein, dessen Temperatur, gemessen durch ein zweites Thermometer, bei Messungen der Zähigkeit mit der Temperatur des Oeles übereinstimmen muß; durch ein Gummiballgebläse sorgt man für Temperatenausgleich im Wasserbad. Bei Temperaturübereinstimmung saugt man das Oel aus dem Behältnis bis in die oberste Kugel und läßt es frei zurückfließen. Durch erneutes Ansaugen kann die Messung wiederholt werden, jedoch nur bei gleicher oder jeweilig höherer Temperatur. Man mißt die Zeit, die das Oel benötigt, um zwischen den beiden ober- und unterhalb der großen Kugel eingezätzten Marken zu passieren, multipliziert diese Zeit in Sekunden mit dem auf der Kapillare eingezätzten Faktor K und erhält als Produkt die Zähigkeit in Centistokes (cSt). Zur Umrechnung von cSt in Englergrade ist der Wert von cSt (soweit er über 50 cSt beträgt) mit 0,132 zu multiplizieren. Unter 50 cSt ist der Wert aus der beigefügten Tabelle zu entnehmen. Die Auswahl der jeweiligen Kapillare hängt von der Zähflüssigkeit des Oels ab. Für Bestimmungen bei +20°C genügt meist eine Kapillare mit dem K-Wert bei 2,0 - 3,0, für +90°C mit dem Wert von 0,3-0,4. Um Tubulenzerscheinungen zu vermeiden, darf die Mindestausflußzeit von 25 Sekunden nicht unterschritten werden. Bei dunklen Oelen stellt man tunlichst eine Lampe hinter das Schaufenster des Wasserbades.

Die genaue Einhaltung der Meßtemperatur

ist besonders wichtig, Daher muß das Wasserbad genügend lange Zeit - mindestens eine halbe Stunde - bei der Meßtemperatur gehalten werden, bevor die Messung ausgeführt wird. Als Meßtemperatur werden  $+20^{\circ}\text{C}$  und  $+90^{\circ}\text{C}$ , sowie eine in der Nähe der genannten Temperaturen liegende Temperatur (damit dieselbe Kapillare beibehalten werden kann) festgesetzt. Die Meßeinheit für die Viskosität ist Centistok (cSt); das konventionelle Maß: Englergrad ( $^{\circ}\text{E}$ ) ist in Klammern dahinterzusetzen. Neben den Viskositätswerten bei Temperaturen von  $-15^{\circ}$ ,  $+20^{\circ}$ ,  $+50^{\circ}$  und  $+100^{\circ}\text{C}$  in cSt und  $^{\circ}\text{E}$  ist noch die Polhöhe anzugeben.

#### Ubbelohde-Viskositäts-Temperaturblatt.

Die Polhöhe wie die Viskositätswerte, die nicht direkt gemessen worden sind, werden auf dem Ubbelohde-Viskositäts-Temperaturblatt (S. Hürzel 3. Auflage) bestimmt.

Das Viskositäts-Temperaturblatt nach Ubbelohde und Walther zeigt den logarithmischen Raster; die Ordinate trägt die Werte für  $W$  und in doppelt-logarithmischer Verjüngung die Maßstäbe für die Viskosität in cSt,  $^{\circ}\text{E}$  etc., die Abszisse den einfachen log der absoluten Temperatur  $T(T = 273^{\circ}\text{C} + t^{\circ}\text{C})$ . Dadurch werden die Viskositäts-Temperaturkurven aller Öle zu geraden Linien ausgestreckt. Zur Aufstellung einer Viskositätskurve genügt hinfort die Kenntnis von zwei Punkten dieser Kurve (ein dritter Punkt dient jeweils zur Kontrolle). Die zur Beurteilung des Oeles bestimmten Viskositätswerte werden nun, soweit sie nicht direkt gemessen worden sind, aus dieser Kurve extrapoliert.

#### Bestimmung der Polhöhe.

Auf dem Temperaturblatt sind noch zwei Zahlengraden zur Bestimmung der Richtungskonstante  $m$  und der Viskositätspolhöhe eingezeichnet, zu deren graphischer Darstellung die Hilfslinien I und II, rechts und links des Blattes, dienen. Zur Bestimmung dieser Werte wird der Schnittpunkt der in kleine Zahlenteile aufgeteilten Hilfslinie I mit der Viskositätskurve um den gleichen

Wert nach unten (über 0) verlegt. Dieser neu bestimmte Punkt wird mit dem Schnittpunkt der Viskositätskurve mit der Hilfslinie II verbunden. Die Schnittpunkte in den Zahlenreihen der Richtungskonstante und der Polhöhe geben die jeweiligen Werte für die Richtungskonstante und die Polhöhe.

Die Bestimmung der Grenztemperatur der Filtrierbarkeit  
von Dieselkraftstoffen im HWA- Filtriergerät.

I. Maßeinheit:

Die Maßeinheit für die Filtrierbarkeit ist die Filtrierzeit von 200 ccm Dieselkraftstoff in Sekunden gemessen. Sie beträgt je nach Zähflüssigkeit bei +20°C etwa 8 - 20 Sekunden. Als Grenze der Filtrierfähigkeit wird die Temperatur bezeichnet, bei der die Durchlaufzeit mehr als 60 Sekunden dauert. Die Durchlaufzeit über 60 Sekunden wird als ∞ bezeichnet.

II. Beschreibung der Apparatur:

Der Apparat zur Bestimmung der Filtrierbarkeit besteht aus zwei, am Normalschliff c auseinandernehmbaren Teilen. Zum oberen Teil gehören die Kugel a (Inhalt 400 ccm) und die, mit der Teilung "200 ccm" bei t versehene Meßkugel b. Von Meßkugel b führt ein durch den Normalschliff c (25/40) mit dem Unterteil verbundenes Glasrohr e. Am unteren Ende der Glasröhre ist eine Verschraubung zur Aufnahme der Filtersiebe eingekittet. Das Gegenstück der Verschraubung mit Überwurfmutter d, welches ebenfalls auf eine Glasröhre aufge kittet ist, dient zur Abdichtung des zwischen zwei Gummiringen gelagerten Filtersiebes. Das Filtersieb besteht aus 10 übereinandergelegten Kupfersieben von 0,1 mm Maschenweite (DIN 1171), die in einer kleinen Messinghülse zusammengefaßt sind. Die Glasröhre endet etwa 5 mm über dem Boden des zylindrischen Unterteils mit seitlicher Öffnung. Die Glasröhre hat unterhalb des Siebes eine lichte Weite von 5 mm, während die lichte Weite oberhalb des Siebes 6-8 mm beträgt. Der  $\varnothing$  der Filterfläche des Siebes beträgt 5 mm. Die Temperaturmessung erfolgt durch Thermometer l und s. Thermometer l ist mittels Normalschliff k (11/10) mit dem Gefäß e verbunden.

An der Unterdruck-Kugel a, durch T-Stück und Schlauch verbunden, ist die Chlorcalciumflasche n zum Entwässern der angesaugten Luft mit zwischengeschaltetem

Hahn q angebracht. Die zweite Verbindung vom T-Stück führt zum Vacuum-Meter o.

Das zylindrische Unterteil e hat eine Füllmarke f für 250 ccm. Die Füllmarke liegt in Höhe des Filtersiebes. Seitlich ist ein Tubus mit dem Hahn h und dem Dreiweghahn i angebracht. Der Hahn i ist mit der Chlorcalciumflasche m zur Entfernung der Luftfeuchtigkeit und durch Schlauch mit einem Ansaugerät verbunden. Als Ansaugerät kann eine Wasserstrahlpumpe oder eine Handvacuumpumpe verwendet werden. Zwischen Hahn i und dem Ansaugerät ist die Saugflasche p als Sicherheits- und Unterdruckgefäß eingebaut. Beim Arbeiten mit der Wasserstrahlpumpe verhindert das Sicherheitsgefäß das Zurückschlagen von Wasser in die Apparatur. Wird mit Handvacuumpumpe gearbeitet, so dient die Saugflasche als Unterdruckgefäß. Im durchsichtigen Dewar-Gefäß s wird die Prüftemperatur mit Spiritus und fester Kohlensäure oder einem anderen kälteerzeugenden Mittel hergestellt. Der Spiritusspiegel muß etwa 3 cm über dem Kraftstoffspiegel f im Gefäß e sein. Werden dunkle Dieselkraftstoffe untersucht, so ist eine Lampe zum Durchleuchten hinter die Apparatur zu stellen.

### III. Durchführung der Untersuchung:

- A) Für Abnahmeprüfungen genügt es, die Filtrierzeit bei der durch die Abnahmebedingung gegebenen Temperatur nach folgender Methode zu ermitteln:

Der zu untersuchende Dieselkraftstoff wird bei Zimmertemperatur durch ein großes Faltenfilter zur Entfernung von Wasser und festen Schwebstoffen gegossen und in das Gefäß e bis zur Strichmarke f (250 ccm) eingefüllt. Während der Kraftstoff mittels Durchsaugen von Luft dauernd in Bewegung gehalten wird, kühlt man das Bad durch Zugabe kleinerer Stückchen Trockeneis allmählich auf die Arbeitstemperatur herunter, bei der die Filtrierbarkeit des Kraftstoffes be-

stimmt werden soll. Der Dieselkraftstoff wird mit Hilfe von durchgesaugter Luft zwecks gleichmässiger Temperaturverteilung bewegt; zu diesem Zweck sind die Hähne q, h, i und r zu öffnen und in der Saugflasche p ein Vacuum herzustellen. Durch Hahn i kann der Luftstrom so bemessen werden, daß der Kraftstoff nicht zu stark durchwirbelt wird. Die Abkühlung des Kraftstoffes hat derart zu erfolgen, daß die Temperatur-Differenz zwischen dem abzukühlenden Kraftstoff und dem Kühlbad nicht mehr als  $2-4^{\circ}\text{C}$  (Thermometer l und s) beträgt. Hierdurch wird zwangsläufig das Tempo des Abkühlens festgelegt und ausserdem das frühzeitige Auskristallisieren von Paraffinen durch Unterkühlung verhindert. Hat der Dieselkraftstoff die einzustellende Temperatur erreicht, so darf die Badtemperatur nur noch  $0,5^{\circ}$  bis höchstens  $1^{\circ}\text{C}$  unter der Versuchstemperatur liegen, damit die Meßtemperatur nicht unterschritten wird.

Der Hahn q wird nun geschlossen und so lange Luft angesaugt, bis das Vacuummeter o 400 mm Unterdruck anzeigt. Bei diesem Unterdruck wird Hahn h geschlossen und Hahn i auf Verbindung zur Chlorcalciumflasche m gestellt. Die Messung kann jetzt beginnen. Hierzu wird der Hahn h ruckartig geöffnet und gleichzeitig die Stoppuhr abgedrückt, wobei der Kraftstoff in die Meßkugel b strömt. Hat der Kraftstoff die Meßmarke t oberhalb der Kugel b erreicht, wird die Uhr gestoppt. Der Hahn h wird nunmehr schnell geschlossen, damit die nachströmende Luft nicht unnötig durch den Kraftstoff wirbelt, wird der Hahn q geöffnet, Hahn i auf Durchgang zur Pumpe gestellt und Hahn h erneut geöffnet, sodaß der Kraftstoff in das zylindrische Gefäß e zurückgesaugt wird.

Die Grenztemperatur der Filtrierbarkeit wird wie folgt bestimmt:

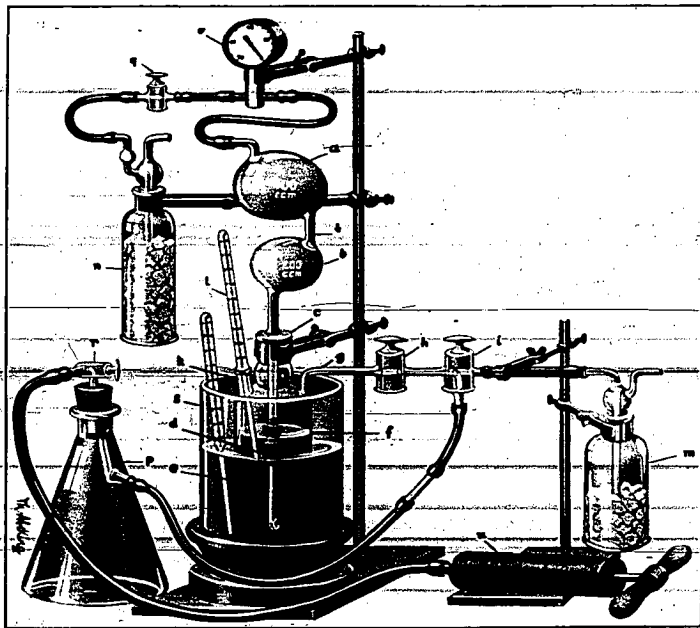
Der zu untersuchende Kraftstoff

wird wie angegeben in die Apparatur gefüllt und bis zum Trübungspunkt in dem vorher erwähnten Tempo abgekühlt. Der Trübungspunkt ist im durchscheinenden Licht oder bei undurchsichtigen Kraftstoffen durch Ausscheidungen an der Oberfläche und an der Gefäßwand leicht zu erkennen. Ist der Trübungspunkt erreicht, so läßt man die Temperatur des Kraftstoffes langsam ansteigen, bis der Kraftstoff wieder vollkommen klar ist, (etwa 3-5°C über dem ermittelten Trübungspunkt). Eine Minute nach Erreichung dieser Temperatur wird die Filtrierzeit wie unter A) gemessen. Nach der Messung wird der Kraftstoff wieder in Gefäß e zurückgesaugt, die gleiche Temperatur wie vorher eingestellt und nach 5 Minuten Wartezeit die Filtrierzeit erneut gemessen. Zeigen die gemessenen Filtrierzeiten Unterschiede, so ist die Wartezeit so auszudehnen, bis Gleichheit besteht. Während der Wartezeit ist der Kraftstoff mit Hilfe von durchgesaugter Luft zu bewegen.

Die Wiederholung der Messung bei gleicher Temperatur wird durchgeführt, um festzustellen, ob nach längerer Wartezeit bei gleicher Temperatur weitere feste Kohlenwasserstoffe ausgeschieden werden. Die Untersuchungen werden stufenweise bei etwa 1-2°C tieferer Temperatur wiederholt, bis die Filtrierzeit über 60 Sek. dauert.

Prüffehler: ± 3 Sekunden.





Ruhrchemie-Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holtten

Entwurf des Heereswaffenamtes

DVM Ro

September 1942

Die Bestimmung der Filtrierbarkeit von  
Dieselkraftstoffen im HWA-Filtriergerät

D I N  
Entwurf 2  
53767

Zweck der Prüfung

1. Die Filtrierbarkeit ist zu prüfen, weil Dieselkraftstoffe zu-  
weilen - besonders in der Kälte - Stoffe ausscheiden, die die  
Kraftstofffilter von Dieselmotoren verstopfen und die ausrei-  
chende Kraftstoffförderung unterbinden.

Masseinheit

2. Filtrierzeit von 200 cm<sup>3</sup> Kraftstoff bei einer bestimmten  
Temperatur, gemessen in Sekunden.

Prüfgerät (HWA-Filtriergerät)

3. Das Prüfgerät besteht aus dem Gefäß e und dem mit Schliff c  
aufgesetzten Kugelrohr a, b, d. Das zur Aufnahme des zu prüfen-  
den Kraftstoffes dienende Gefäß e befindet sich in dem mit  
Thermometer versehenem Kältebad s und kann durch das Knieröhr  
g unter Zwischenschaltung der Hähne h und i wahlweise mit der  
Saugvorrichtung p (Saugflasche), r (Entlüftungshahn), u. (Hand-  
pumpe) oder mit den Waschflaschen v. (Schwefelsäure) und m  
(Chlorkalzium) 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  
10-facher Kupfergaze mit 0,1 mm Maschenweite besteht und eine  
freie Filtrierfläche von 6 mm Durchmesser besitzt. Die 200 cm<sup>3</sup>  
fassende Kugel b stellt das Messgefäß dar und besitzt bei t  
eine Strichmarke. Die darüber angeordnete Kugel a von 400 cm<sup>3</sup>

Inhalt dient als Auffanggefäß und ist unter Zwischenschaltung des Manometers c und des Hahns q mit den Waschflaschen w (Schwefelsäure) und n (Chlorkalzium) verbunden.

#### Prüfverfahren

#### 4. 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 ( $250 \text{ cm}^3$ ) eingefüllt. Das Faltenfilter hält anhaftendes Wasser und feste Schwebestoffe zurück. Nach dem Einsetzen des Kugelrohres a, b, d und des Thermometers l in die Schliffe c und k wird zur Dmischung 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 Kohelnsäure so abgekühlt, dass der Temperaturunterschied zwischen Kältebad und Kraftstoff  $3^{\circ}\text{C}$  nicht überschreitet. Nach Erreichung der vorgeschriebenen Kraftstofftemperatur ist auch die Badtemperatur übereinstimmend einzustellen und so zu belassen: Durch Schliessung des Hahns q und verstärktes Ansaugen wird ein am Manometer o abzulesender Unterdruck von 400 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 d angeordnete Filter in die Messkugel b und über die Strichmarke t in die Auffangkugel a gesaugt. Die Zeit, die der Kraftstoff bis zur Erreichung der Strichmarke t benötigt, wird mit der Stoppuhr gemessen und stellt die Filtrierzeit dar. Durch Öffnung 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.

##### 5. Ermittlung der Grenztemperatur der Filtrierbarkeit

Der zu prüfende Kraftstoff wird mittels Luft in gleichmässiger Bewegung gehalten und wie unter 4. angegeben, soweit abgekühlt, bis eine Probemessung der Filtrierzeit etwa 60 Sekunden ergibt. Zur einwandfreien Erfassung der 60-Sekunden-Grenze ist die Kraftstofftemperatur nochmals um  $3-5^{\circ}\text{C}$  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  
eben  
Dauer von 60 Sekunden überschreiten, ist die Grenz-  
temperatur der Filtrierbarkeit erreicht.

Filtrierzeiten von mehr als 60 Sekunden gelten als unendlich  
gross.

Prüffehler: + 3 Sekunden

# Prüfung von Schmierstoffen

Neutralisationszahl (bisher Säurezahl<sup>1)</sup>)

DIN  
DVM 3658

000086

### 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

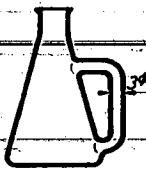
2 Freie Mineralsäure, die von der Raffination der Schmieröle herrühren könnte, soll in Schmierölen überhaupt nicht vorhanden sein, weil sonst die mit dem Öl in Berührung kommenden Metallteile angegriffen werden. Freie organische Säuren kommen als Naphthensäuren in fast allen Schmierölen vor, als freie 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

mg Kaliumhydroxyd/g Öl

### Prüfgerät

3 Zur Bestimmung der Neutralisationszahl verwendet man zweckmäßig ein 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

4 Prüfung auf wasserlösliche Säuren  
100 g des Öles werden mit 100 cm<sup>3</sup> destilliertem Wasser in einem Erlenmeyer-Kolben 300 DENOG 11 auf dem Wasserbade einige Zeit erwärmt und wiederholt gut durchgeschüttelt. Man filtriert 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 verseifbaren Fette und fetten Öle versteht man unter Säurezahl die Anzahl mg Kaliumhydroxyd, die zur Abmättigung der in 1 g Fett enthaltenen freien organischen Säuren nötig sind.

hinzu. Färbt 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 wässrigeren Filtrates mit 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 6H zur Analyse in einem Gemisch von 1000 cm<sup>3</sup> Reinbenzol und 1500 cm<sup>3</sup> 99 %igem Alkohol auflöst, der mit 1 % Petroleum-Benzin oder Normalbenzin vergällt ist; man läßt über Nacht absitzen und filtriert 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 cm<sup>3</sup> 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 1/10 normaler Kalilauge, bis in dem seitlichen Glasrohr der Farbumschlag von Blau in Rot erfolgt. Der Verbrauch an Kalilauge sei a cm<sup>3</sup>. In gleicher Weise titriert man 40 cm<sup>3</sup> des Lösungsgemisches ohne Ölzusatz, um die im Lösungsmittel vorhandenen freien Säuren zu erfassen und den Einfluß der Alkalität der Glasgefäße auszuschalten. Werden hierbei b cm<sup>3</sup> 1/10 normaler-Lauge verbraucht, so erhält man bei einer Einwaage von c g Öl die Neutralisationszahl aus der Gleichung

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

Bei dunklen Ölen, bei denen der Umschlagpunkt 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 <sup>2)</sup>
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

# Prüfung von Leichtkraftstoffen

Säurewert

**DIN**

**DVM 3678**

000087

## Begriff

1. Der Säurewert ist die Menge Kaliumhydroxyd in mg, die zur Neutralisation der in 100 cm<sup>3</sup> 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 cm<sup>3</sup> Kraftstoff bei 20°

## Prüfverfahren

4. In einem enghalsigen Erlenmeyer-Kolben 200 DENOG 11 mit Rückflußkühler werden 50 cm<sup>3</sup> 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

# Prüfung von Schmierstoffen

## Verseifungszahl

**DIN**  
**DVM 3659**

000088

### Begriff

- 1 Unter Verseifungszahl versteht man diejenige Anzahl mg Kaliumhydroxyd, die erforderlich ist, um die in 1 g Öl enthaltenen freien Säuren zu neutralisieren und die vorhandenen Ester und Laktone zu verseifen.

### Zweck der Prüfung

- 2 Die Verseifungszahl dient dazu, in einem Gemisch von Mineralöl und fettem Öl den Gehalt an fettem Öl annähernd zu bestimmen. Bei gebrauchten Isolier- und Schmierölen ergibt die Verseifungszahl einen Anhaltspunkt für die eingetretene Ölalterung.

### Maßeinheit

- 3 mg Kaliumhydroxyd/g Öl

### Prüfgerät

- 4 Man verwendet zweckmäßig Kolben aus Jenäer Glas mit einem seitlichen Glasrohr, wie zur Bestimmung der Neutralisationszahl (Baader-Kolben), mit aufgesetztem Pilzkühler.

### Prüfverfahren

- 5 Man wägt in dem Kolben 10 g Öl ab, löst in 75 cm<sup>3</sup> des bei der Bestimmung der Neutralisationszahl angegebenen Lösungsgemisches, setzt 25 cm<sup>3</sup> alkoholische  $\frac{1}{10}$  normale Kalilauge dazu und erhitzt  $\frac{1}{2}$  Stunde lang am Rückflußkühler oder mit aufgesetztem Pilzkühler. Man titriert sofort den Laugenüberschuß unter ständigem Umschütteln noch heiß mit  $\frac{1}{10}$  normaler Salzsäure zurück, bis in dem seitlichen Glasrohr der Farbumschlag von Rot zu Blau erfolgt. Als Blindversuch werden 75 cm<sup>3</sup> Lösungs-

gemisch und 25 cm<sup>3</sup>  $\frac{1}{10}$  normale Lauge in gleicher Weise  $\frac{1}{2}$  Stunde am Rückflußkühler gekocht und das Säureäquivalent ermittelt. Liegt die gefundene Verseifungszahl bei Anwendung von 25 cm<sup>3</sup>  $\frac{1}{10}$  normaler Lauge und 10 g Öl höher als 2, so wiederholt man den Versuch unter Verwendung von  $\frac{1}{2}$  normaler Lauge und Rücktitration mit  $\frac{1}{2}$  normaler Salzsäure.

### Berechnung

Würden bei der Titration des verseiften Öles a cm<sup>3</sup>  $\frac{1}{10}$  normale Salzsäure verbraucht, beim Blindversuch b cm<sup>3</sup>, so ist die Verseifungszahl bei c Einwaage

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

Bei Verwendung von  $\frac{1}{2}$  normaler Lauge und Säure ist

$$\text{Verseifungszahl} = \frac{(b-a) \cdot 28,055}{c}$$

Der Gehalt an fettem Öl wird berechnet, indem man die ermittelte Verseifungszahl mit 100 multipliziert und durch die Verseifungszahl des Zusatzes dividiert. Ist die Art des zugesetzten fetten Öles unbekannt, so gilt als dessen mittlere Verseifungszahl 190.

### Prüffehler

Verseifungszahl		
bis 1	± 0,1 %	
von 1 bis 20	± 5 %	
über 20	± 3 %	

1) 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
Triebpunkt 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
Hartasphalt	siehe DIN DVM 3660
Flammpunkt im offenen Tiegel	siehe DIN DVM 3661
Stockpunkt	siehe DIN DVM 3662



## Prüfung von Heizölen und Dieseldraftstoffen Verkokung nach Conradson

DIN  
ENTWURF 3  
DVM 3796

### 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 Dieseldraftstoffen 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):

- Porzellantiegel.
- Stahlblectiegel mit Deckel aus Gußmessing.
- Stahlblectiegel und -deckel.
- Chromnickeldraht-Dreieck.
- Stahlblechhaube.
- Metallblechbüchse.
- Mäker-Brenner.
- Drahtbrücke (als Maß für Flammenhöhe).
- Dreifuß.

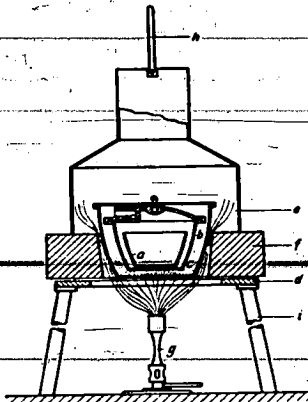


Abb. 1.

Zu a) Ein vollständig glasierter Porzellantiegel (breite Form) von  $29 \pm 1$  mm Höhe und  $47 \pm 1$  mm oberem Außendurchmesser.

Zu b) Aus Abbildung 2 sind die Abmessungen des Stahlblectiegels und des zugehörigen Deckels zu entnehmen. —

Die rechtwinklig verlaufende Öffnung des Deckels von  $6 \pm 0,6$  mm Durchmesser ist sauber zu halten.

Zu c) Ein (größerer) mit flachem Deckel versehener Stahlblectiegel von  $60 \pm 2$  mm oberem Außendurchmesser,  $69 \pm 1$  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 Stahlblectiegels c gerade abschneidet. Der Sand wird vor jeder Prüfung eingeebnet.

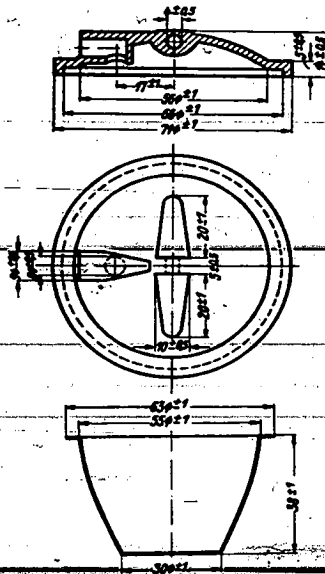


Abb. 2.

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

Zu e) Eine runde Stahlblechhaube von  $125 \pm 5$  mm Durchmesser, deren unterer zylindrischer Teil ( $51 \pm 1$  mm hoch) und deren oberes Abzugsrohr ( $55 \pm 5$  mm Höhe,  $53 \pm 8$  mm lichte Weite) durch ein kegelförmiges Zwischenstück verbunden sind. Die Gesamthöhe der Haube soll  $127 \pm 3$  mm sein.

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

000090

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

Zu g.) Ein Méker-Brenner von  $24 \pm 1$  mm Durchmesser und  $165 \pm 5$  mm Höhe, für jede Gasart passend.

Zu h.) Das Abzugsrohr der Stahlblechhaube (e) trägt eine Brücke aus 3 mm dickem Draht, die um  $50 \pm 2$  mm die Oberkante des Abzugsrohres überragt. Sie dient als Maß für die Flammenhöhe über dem Abzugsrohr.

Zu i.) Der Dreifuß hat eine Höhe von  $215 \pm 5$  mm, bis zur Oberkante gemessen. Der Ring hat einen Durchmesser von  $165 \pm 5$  mm außen und  $80 \pm 5$  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 Dieselkraftstoff, und zwar eine Probe von  $10 \text{ g} \pm 5 \text{ mg}$  in den Tiegel eingewogen.

Der Porzellantiegel wird in die Mitte des Tiegels b und dieser in die Mitte des Tiegels c eingesetzt, nachdem der Sand geednet worden ist. Dann sind die Deckel auf Tiegel b 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  $10 \pm 1/2$  min beträgt. Sobald über dem Abzugsrohr Rauch erscheint, 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  $13 \pm 1$  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  $7 \pm 1$  min einzuhalten. Die gesamte Erhitzungsdauer soll  $30 \pm 2$  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.  $\pm 10\%$

K l o p f f e s t i g k e i t .

(Bestimmung der Oktanzahl nach der CFR-Research-Methode).

Die Bestimmung wird nach den einheitlichen Richtlinien entweder im CFR-Motor oder im I.-G. Motor durchgeführt.

Äussere Beschaffenheit.

Die Äussere Beschaffenheit von Leichtkraftstoffen wird in einem Reagenzglas oder Standzylinder aus feinem weissen Glas von mindestens 50 mm Durchmesser in der Durchsicht auf Farben und Klarheit (Fehlen von Trübungen und Abscheidungen von ungelöstem Wasser und festen Fremdstoffen) beurteilt.

J o d z a h l nach Hanus.

Zur Bestimmung der Jodzahl (J.-Z.) wird eine Lösung (Hanus-Lösung) von 10 g Jodmonobromid in 500 ccm Eisessig benötigt, die sich in Stöpselflaschen gut hält.

a) Alkoholfreie Kraftstoffe:

Das Gewicht der erforderlichen Kraftstoffprobe ist abhängig von der zu erwartenden Jodzahl:

Einwaage in g etwa =  $25,4/J.-Z.$

also beträgt bei einer

Jodzahl:	über 120	120 bis 60	unter 50
die Einwaage	0,1 bis 0,2g	0,2 bis 0,4 g	0,4 bis 0,8g

Die eingewogene Kraftstoffprobe ist in einem Kodkolben (200 bis 300 ccm) oder einer Stöpselflasche in 10 ccm Essig aufzulösen. Sollte sich die Kraftstoffprobe in Eisessig nicht auflösen, so ist eine neue Probe in 10 ccm Chloroform zu lösen. Auf die aufgelöste Probe läßt man nun 25 ccm Hanuslösung unter wiederholtem Umschwenken  $\frac{1}{4}$  Stunde, bei einer Jodzahl über 120 etwa  $\frac{3}{4}$  Stunde einwirken. Nach Zusatz von 15 ccm Jodkaliumlösung (1:9) und 50 ccm Wasser ist unter stetem Umschwenken mit  $n/10$ -Thiosulfatlösung bis zur Gelbfärbung zu titrieren, 1 ccm Stärkelösung hinzuzugeben und bis zur Farblosigkeit zu titrieren.

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

In einer blinden Probe wird unter gleichen Bedingungen der Titer der Hanuslösung gestellt; 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.

Aus der Einwaage a, dem Titerwert b der zugesetzten und c der zurücktitrierten Hanuslösung und dem Faktor f der Thiosulfatlösung berechnet sich die Jodzahl

$$J.-Z. = \frac{(b - c) \cdot 0,01269 \cdot f \cdot 100}{a}$$

Beispiel: Auf 0,1402 g Elaidinsäure wurden 100 ccm JBr. entsprechend 19,9 ccm n/10-Thios. (f = 1,0057) vorgelegt. Der Überschuß an Hanuslösung (51%) wurde mit 10,8 ccm n/10-Thios. zurücktitriert.

$$J.-Z. = \frac{(19,90 - 10,08) \cdot 0,01269 \cdot 1,0057 \cdot 100}{0,1402}$$

$$= 89,4 \text{ (theor. } 89,9 \text{)}.$$

b) Alkoholhaltige Kraftstoffe:

Alkoholhaltige Kraftstoffe werden zunächst durch Ausschütteln mit Wasser vom Alkohol befreit und dann geprüft.

Jodzahl nach Rosenmund und Kuhnenn.L ö s u n g :

Pyridinsulfatdibromid in Eisessig gelöst ( $C_5H_5N \cdot H_2SO_4 \cdot Br_2$ ).

8 gr Pyridin und 10 gr conc. Schwefelsäure werden gesondert unter Kühlung in je 20 ccm Eisessig gelöst und diese Lösungen vorsichtig zusammengegeben. Zu dem Gemisch fügt man 8 gr Brom in 20 ccm Eisessig und füllt mit Eisessig zu 1000 ccm auf. Die Lösung ist dann ca. n/10.

T i t e r s t e l l u n g :

Zur Titerstellung der Pyridindibromidlösung werden 20 ccm n/10 Arsenigsäure mit 10 ccm verdünnter Schwefelsäure und Methylorange versetzt und mit Py Br<sub>2</sub> auf farblos titriert.

B e i s p i e l :

Vorlage: 20 ccm Arsen.

Verbrauch: 19,2 ccm Py Br<sub>2</sub>.

Faktor:  $20 : 19,2 = 1,041$

A u s f ü h r u n g d e r B e s t i m m u n g .

Man wiegt in einem Glaskügelchen, das vorher gewogen und nach Einsaugen des Kraftstoffes zugeschmolzen ist, ca. 0,12 - 0,25 g des zu untersuchenden Kraftstoffes. In einer Pulverflasche wird es unter Zugabe von 16 ccm Eisessig zertrümmert. Man läßt so viel der Py-Br<sub>2</sub>-Lösung zu, daß die Farbe des Kolbeninhalts deutlich gelb und klar ist. Der Halogenüberschuß soll 20-30 % der erforderlichen Menge betragen. Es wird 2 Min. lang geschüttelt und darauf mit 50 ccm Wasser verdünnt. Dann gibt man n/10 arsenige Säure bis zum Verschwinden der Bromfärbung hinzu. Mit Methylorange wird geprüft, ob noch Bromlösung vorhanden ist. (Brom zerstört den Farbstoff.)

B e r e c h n u n g :

$$\begin{aligned}
 a &= \text{Vorlage Py Br}_2 \\
 b &= \text{Verbrauch As}_2\text{O}_3, \\
 c &= \text{Faktor der Titerstellung.} \\
 \text{Jodzahl} &= \frac{(a \cdot c) - b}{\text{Einwage}} \cdot 1,269
 \end{aligned}$$

B e i s p i e l :

$$\begin{aligned}
 \text{Einwage:} & \quad 0,3703 \text{ gefüllte Ampulle} \\
 & \quad - 0,1956 \text{ leere} \quad " \\
 \hline
 & \quad 0,1747 \text{ g Kraftstoff} \\
 \hline
 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned}
 a \text{ Vorlage} & \quad 4,0 \\
 \times \text{ Faktor} & \quad \underline{1,02} \\
 & \quad 4,12 \\
 b \text{ Verbrauch} & \quad \underline{-3,3 - 0,82} \\
 & \quad 0,8 \cdot 1,269 \\
 \hline
 & \quad 1,04058 : 0,1747 = 5,9
 \end{aligned}$$



Dimethylsulfatzahl.

Bei etwa 20° füllt man in einen in 0,1 ccm geteilten Meßzylinder 15 ccm frisches Dimethylsulfat, überschichtet mit 10 ccm des Benzins und schüttelt durch. Die ermittelte Volumenabnahme der Benzinschicht, mit 10 multipliziert, ergibt die Dimethylsulfatzahl (Di). Aus dieser berechnet sich der ungefähre Gehalt an Aromaten unter Zugrundelegung einer mittleren Dimethylsulfatzahl von 12 für die zur Mischung verwendeten Straight run Benzine nach der Gleichung:

$$\text{Vol\% Benzolkohlenwasserstoffe} = 100(Di-12)/(100-12) = 1,136 (Di-12).$$

Bei Crackbenzinen mit einer mittleren Dimethylsulfatzahl von 16 würde die entsprechende Gleichung lauten:

$$\text{Vol\% Benzolkohlenwasserstoffe} = 100(Di-16)/(100-16) = 1,190 (Di-16).$$

Da bei höheren Gehalten an Aromaten die Dimethylsulfatlösung ebenfalls auch mehr gesättigte Kohlenwasserstoffe löst, so verdünnt man entsprechend dem in einer Vorprobe ermittelten angenäherten Gehalt das Benzin mit soviel Normalbenzin, daß die Dimethylsulfatzahl der Mischung nicht mehr als etwa 40% beträgt. Unter Berücksichtigung des Gehaltes des Normalbenzins an in Dimethylsulfatlöslichen Anteilen (etwa 10%) ist aus der Volumenverminderung der Benzinschicht der Gehalt an Aromaten und ungesättigten Kohlenwasserstoffen zu berechnen.

### Verdampfbarkeit.

Die Verdampfbarkeit wird im Verdampfungsprüfer des Heereswaffenamtes ermittelt.

Der Verdampfungsprüfer besteht aus dem Verdampfungstiegel mit aufschraubbarem Deckel mit Ableitungsrohr, dem elektrisch beheizten Metallblock, dem Meßthermometer, der Heizdrahtvacuumschütze, dem Vorschaltwiderstand, der Woulff'schen Flasche, dem beiderseits offenen mit Wasser gefüllten Manometer und einer Saugpumpe. Die schnellere Wärmeübertragung auf den Tiegel und die Thermometer wird durch Wood-Metall erreicht.

Zur Prüfung wägt man in den Tiegel 65 g Oel ein, schraubt den Deckel auf und setzt den so vorbereiteten Tiegel in das vorher auf 250°C gebrachte Metallbad. Man verbindet darauf das Ableitungsrohr durch ein kurzes Gummistück mit dem T-Stück der Woulff'schen Flasche. Man erhitzt das Oel 1 Stunde auf 250°, wobei man durch drei im Deckel befindliche Bohrungen saugt, den man so reguliert, daß die Wasserspiegel-Differenz im Manometer, das mit der Woulff'schen Flasche verbunden ist, 20 mm beträgt. Nach Versuchsende wird der Tiegel herausgenommen, das anhaftende Wood-Metall quantitativ durch Abwischen entfernt und in eine Schale mit kaltem Wasser gestellt. Nach Temperaturengleich wird der Tiegel (ohne Deckel) zurückgewogen. Der Gewichtsverlust in Prozent ergibt die Verdampfbarkeit.

Bei dieser Arbeitsweise ist folgendes zu beachten:

- a) Genaueste Einhaltung der Wasserspiegeldifferenz
- b) Zur einwandfreien Wärmeübertragung muß der Kontaktthermometer-Stützen mit ca. 15g, das Aufnahmegefäß für den Tiegel immer mit 200 g Woodmetall gefüllt sein; d.H. die Menge muß ausreichend genug sein, um den Tiegel nach dem Einsetzen bis zum Einsetzrand mit Wood-Metall zu umgeben
- c) Die Verbindungen zwischen dem Ableitungsrohr des Tiegels und dem T-Stück, bzw. zwischen dem Manometer und dem T-Stück müssen in Richtung des Ableitungsrohres des Tiegels oder des Manometers ausgeführt sein.- Nur kurze Schlauchverbindungen verwenden.

- d) Das Einsetzen des Tiegels geschieht bei  $250^{\circ}$ , wobei man für die ersten 3-5 Minuten den Knopf des Vorschaltwiderstandes nach oben dreht, um ihn dann in die Mitte zurückzudrehen und ihn dann über den ganzen Versuch dort zu belassen.
- e) Die Kontrolle der Temperatur erfolgt am Meßthermometer und nicht am Kontaktthermometer. Größere Temperaturschwankungen als  $\pm 1^{\circ}$  dürfen nicht auftreten.
- f) Zur besseren Ablesung färbt man das Wasser des Manometers an.
- g) Das Gerät ist peinlichst sauber zu halten; am Deckel kondensierte und nicht mitgewogene Oelreste gelten als verdampftes Oel, und werden mit Benzol-Alkohol entfernt. Die Löcher des Tiegel-Deckels müssen immer frei und sauber sein.

### Harz und Asphalt.

10g Oel werden in eine 250 cm<sup>3</sup> fassende Steilbrustflasche mit eingeschliffenem Glasstopfen eingewogen und mit 100 cm<sup>3</sup> Normalbenzin versetzt. Diese Lösung wird portionsweise mit einem gleichmässigen trockenen Gemisch aus den folgenden Bleicherdesorten: Terrane Spezial, Terrana Extra und Terrana A Superior derart versetzt, daß man bis zur rotbraunen Färbung je 5g und dann - bis zum Erreichen der Farbe der Standardlösung 2-32 oder 1g zugibt. Nach jeder Zugabe wird umgeschüttelt und dann läßt man die Bleicherde absitzen, um in der klaren Oellösung das Aussehen zu prüfen und mit der Standardlösung zu vergleichen. Bei gefetteten Oelen vollzieht sich das Absitzen der Bleicherde etwas langsamer, die Oellösung bleibt längere Zeit trübe, sodaß der Vergleich der Farben erschwert ist. Ist der Farbton (Farbhelligkeit) erreicht, läßt man noch eine Stunde stehen und filtriert dann durch eine Schott-Glasfilternutsche 11 a G 4. Das der Bleicherde anhaftende Oel wird dann fünfmal mit je 50 cm<sup>3</sup> Normalbenzin quantitativ ausgewaschen. Nach Durchfluß von je 50 cm<sup>3</sup> wird die Bleicherde getrocknet und nach Aufhebung des Vacuums mit einem Spatel gründlich aufgelockert und verrieben.

Nach dem Auswaschen des Oeles aus der Bleicherde werden anschließend die Harze und Asphalte aus der Bleicherde mit je 50 cm<sup>3</sup> einer Mischung von Benzol-Alkohol 1:1 bis zur schwach hellbraunen bis farblosen Färbung ausgewaschen. Wie bei der Benzin-Auswaschung ist auch bei dem Auswaschen der Harze und Asphalte darauf zu achten, daß die Zugabe von je 50 cm<sup>3</sup> Lösungsmittelgemisch die Bleicherde gut verrührt wird ( Klümpchen mit dem Spatel verteilen). Nach dem jeweiligen Verrühren der Bleicherde mit dem Lösungsmittel läßt man einige Minuten, ohne zu saugen, absitzen, um dann völlig trocken zu saugen.

Das gesammelte Lösungsmittelgemisch mit den extrahierten Harzen und Asphalten wird in einer gewogenen Aluminiumschale von 10 cm Durchmesser, 4 cm hohen und 0,5

mm starken Wänden abgedampft. (Die gesammelten Benzinlösungen, die das Oel enthalten, können in gleicher Weise behandelt werden.)

Im Tropenschrank werden die Harze und Asphalte bei 105°C 15 Minuten getrocknet. Wägung nach Abkühlung im Exsikkator. Gewichtszunahme der Al-Schale auf 100g Ausgangsöl bezogen ergibt die Gesamtmenge an Harzen und Asphalten in %.

Die Summe des extrahierten Oeles und der extrahierten Harze und Asphalte darf 99,5% nicht unter und 100% nicht überschreiten.

Zur Filtration werden Saugflaschen mit eingeschliffenem Filterstutzen verwandt. Zur Entspannung des Vacuums ist es vorteilhaft, dem Schlauch zur Saugpumpe einen Zweiweghahn zwischenzuschalten.

Gesamtverschmutzung.

10g Oel werden in einem Erlenmeyer-Kolben (300 cm<sup>3</sup>) eingewogen und mit 200 cm<sup>3</sup> Normalbenzin(Kahlbaum) vermischt. Der verschlossene Kolben wird 24 Stunden im Dunkeln stehen gelassen. Die Gesamtverschmutzung wird folgendermassen abfiltriert:

In einem sauberen(jeweils mit Chromschwefel-~~säure~~, Wasser, Benzol und Normalbenzin gereinigten) Jenaer Glasfilter-Tiegel 1 G 4, der mittels Glasvorstoßes auf eine Saugflasche gesetzt ist, werden ca.5 g Kryolithpulver, rein (Kahlbaum) eingefüllt und nacheinander mit Normalbenzin und Reinbenzol 80/81 (thiophenfrei) gewaschen, wobei das Kryolithpulver festgestampft wird. Nachdem das Benzol durch filtriert ist, wird noch 1-2 Minuten lang Luft durchgesaugt. Sodann wird der Tiegel eine Stunde bei 105°C getrocknet. Nach Trocknung und sorgfältiger Abkühlung im Exsikkator wird der Tiegel gewogen. Danach wird der gewogene Tiegel wieder auf den Glasvorstoß der Saugflasche gesetzt und die Normalbenzin-Öllösung durchfiltriert. Der Tiegel, der die Gesamtverschmutzung enthält, wird mit kaltem Normalbenzin bis zur Ölfreiheit und anschließend mit heißem Normalbenzin, um die Paraffine und Ceresine zu lösen, ausgewaschen und dann eine halbe Stunde wiederum bei 105°C getrocknet. Abkühlung und Wägung wie oben. Die Gewichtszunahme auf 100 g Oel bezogen ergibt die Gesamtverschmutzung in %.

A s p h a l t .

Aus der im Tiegel befindlichen Gesamtverschmutzung wird der Asphalt in oben beschriebener Weise mit heißem Benzol herausgelöst und zwar solange, bis die durchlaufende Flüssigkeit farblos erscheint. Alsdann wird der Tiegel wie oben getrocknet und gewogen. Die Gewichts-differenz bezogen auf 100 ergibt den Asphaltgehalt in %.

000103

Harze

Weiteres Auswaschen mit heißem Benzol-Alkohol.  
Trocknen und Wägen wie oben. Gewichts-differenz =  
herausgelöstes Harz auf 100 bezogen ergibt den Harz-  
gehalt in %.

Feste Fremdstoffe

Der im Tiegel zurückbleibende Rückstand auf  
100 bezogen ergibt den Gehalt an festen Fremdstoffen  
in %.

Verbrennbares

Verbrennbares ist die Differenz von festen  
Fremdstoffen und Asche, Angabe in %.

Asche

Der Asche-Gehalt wird nach der DIN DVM Vor-  
schrift Nr. 3657 ermittelt.

# Prüfung von Schmierstoffen

## Fließpunkt und Tropfpunkt

**DIN**  
**DVM 3654**

000104

### Begriff

- Der **Fließpunkt** eines konsistenten Stoffes (Vaseline, konsistenter Schmierstoff) ist die Temperatur, bei welcher der Stoff unter den Bedingungen des Prüfverfahrens eine deutliche Kuppe am unteren Ende des Aufnahmegläschens bildet.
- Der **Tropfpunkt** ist die Temperatur, bei welcher der erste Tropfen des schmelzenden Stoffes von dem Aufnahmegläschen abfällt<sup>1)</sup>.

### Zweck der Prüfung

- Die Bestimmung des Fließpunktes und Tropfpunktes dient zur Ermittlung des Verhaltens der Fette bei Erwärmung.

### Maßeinheit

- Temperatur °C

### Prüfgerät

Tropfpunktgerät nach Ubbelohde (Bild 1).

jüngendes Aufnahmegläschen (Glasnippel) von 12 bis 12,5 mm Länge, etwa 1,3 mm Wanddicke und einer Nippelöffnung von 3 bis 3,2 mm Durchmesser. Der Nippel trägt unten an seiner Öffnung einen Wulst von einer Höhe von  $2 \pm 0,2$  mm, der in die Länge des Nippels von 12 bis 12,5 mm eingerechnet ist. Die Sperrstifte gestatten, diesen Tropfpunktgerät so in die Metallhülse hineinzuschleiben, daß das Quecksilbergefäß des Thermometers (Länge  $6 \pm 0,3$  mm, Durchmesser  $3,5 \pm 0,2$  mm) mit dem unteren Teil der Metallhülse abschneidet und überall gleichweit von den Wandungen des Nippels entfernt ist. Hierzu ist erforderlich, daß die Maße nach Bild 1 eingehalten werden. Für Schiedsanalysen sind beglaubigte, verkürzte Thermometer zu verwenden, die die Aufschrift tragen: „Thermometer für das Tropfpunktgerät nach Ubbelohde“. Ihre Skala soll den Bereich von 0 bis  $110^{\circ}\text{C}$  oder von 50 bis  $160^{\circ}\text{C}$  oder von 100 bis  $230^{\circ}\text{C}$  umfassen. Der Abstand der Skalenteilstriche soll 1 mm je Grad betragen. Berichtigungen für den herausragenden Quecksilberfaden sind unzulässig.

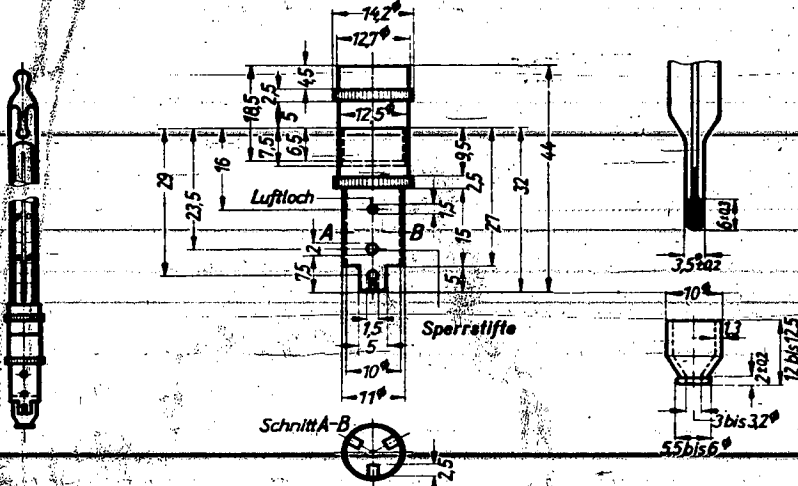


Bild 1

- Auf den unteren Teil eines Einschlußthermometers ist eine zylindrische Metallhülse gekittet, auf die eine zweite Metallhülse aufgeschraubt werden kann. Diese zweite Metallhülse hat seitlich eine kleine Öffnung zum Druckausgleich und im unteren Teil drei Sperrstifte, die vom unteren Rand der Hülse 7,5 mm entfernt sind. In die Hülse paßt ein zylindrisches, nach unten sich ver-

### Prüfverfahren

Der zu prüfende Stoff wird mit einem Spatel in die Glashülse luftblasenfrei gefüllt und abgestrichen. (Vaseline wird in flüssigem Zustand eingetroppt und muß etwa 24 Stunden lang bei  $15^{\circ}$  oder eine Stunde lang bei  $0^{\circ}$  gehalten werden, ehe die Prüfung vorgenommen werden kann.) Das gefüllte Gläschen wird nun parallel seiner Achse in die Metallhülse bis zum Sperrhäkchen hineingeführt, der unten hervorquellende Stoff abgestrichen. Es ist darauf zu achten, daß die zum Druckausgleich dienende seitliche Öffnung an der Metallhülse nicht verstopft wird.

<sup>1)</sup> Bei hochschmelzenden Fetten (Tropfpunkt über  $110^{\circ}$ ), bei denen sich häufig unterhalb des eigentlichen Tropfpunktes Öltröpfchen auscheiden und abreißen, ist der Tropfpunkt erst erreicht, wenn ein langziehender trüber Seiten tropfen das Aufnahmegläschen verläßt. Die genaue Feststellung des Fließpunktes und Tropfpunktes von hochschmelzenden Fetten ist nicht immer möglich.



# Prüfung von Schmierstoffen

Fließpunkt und Tropfpunkt

**DIN**  
**DVM 3654**

000105

7 Das Thermometer mit dem Tropfpunktgläschen wird durch einen in der Mitte durchbohrten und an der Seite mit einer Einkerbung versehenen Stopfen in der Mitte eines Reagenzglas 40 DENOG 30 befestigt, das als Luftbad dient. Das Reagenzglas wird bis zu zwei Drittel seiner Länge senkrecht in ein hohes Becherglas 1000 DENOG 1 aus Jenaer Glas gehängt, das mit einer Heizflüssigkeit (weißes Vaselineöl) mit Flammpunkt über 200°C gefüllt ist. Dann wird das Gerät so erwärmt, daß von etwa 10°C unter dem vermuteten Fließpunkt ab die Temperatur um 1°C in der Minute steigt. Man beobachtet, bei welcher Temperatur der Stoff in einer deutlich halbkugeligen

Kuppe aus dem Gläschen hervortritt — Fließpunkt — und weiter, bei welcher der erste Tropfen des schmelzenden Stoffes vom Gläschen abfällt — Tropfpunkt.

### Prüffehler

Die Unterschiede bei Wiederholungsversuchen sollen nicht mehr als  $\pm 2^\circ\text{C}$  betragen.

### Toleranz <sup>2)</sup>

— 5°C. Abweichungen nach oben sind zulässig. 9

<sup>2)</sup> Angebot. Werden in Angeboten zwei Grenzwerte angegeben, so dürfen diese nicht mehr als 10°C auseinanderliegen.

### Prüfung von Schmierstoffen

Probenahme	.....	siehe DIN DVM 3651
Toleranz	.....	siehe DIN DVM 3652
Spezifisches Gewicht	.....	siehe DIN DVM 3653
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

Z ü n d w i l l i g k e i t (Cetanzahl)

Die Bestimmung der Zündwilligkeit der Dieselkraftstoffe wird nach den einheitlichen Richtlinien im HWA-Prüfmotor durchgeführt.

000127

M i s c h b a r k e i t .

von

D i e s e l k r a f t s t o f f e n .

( Die Vorschrift wird z.Zt, neu bearbeitet )

Äußere Erscheinung von Getriebeoel :

- a. Zur Prüfung der äußeren Erscheinung wird die gesamte Probe herangezogen.
- b. Im Restoel, nach Bestimmung der Verdampfbarkeit, darf keinerlei Entmischung oder Ausfällung festgestellt werden.

Korrosionstest für Getriebeoel :

Ein blankpolierter Kupferstreifen  
(100 x 10 x 1 mm) darf nach 24 stündigem Eintauchen  
bei 70°C keine korrosiven Erscheinungen aufweisen.

Straßenklopftestzur Ermittlung der ungefähren Oktanzahl der Ottokraftstoffe.

Folgende Einrichtungen am Kraftfahrzeug sind erforderlich:

- 1.) Ein behelfsmässiger Kraftstofftank (3-5 l-Kanister), der durch Dreiwegehahn vor dem Vergaser mit der Kraftstoffleitung verbunden ist, sodaß wechselweise aus dem Haupttank oder Versuchstank gefahren werden kann.
- 2.) Ein Kühlwasserthermometer
- 3.) Ein Beschleunigungsmesser (Tachometer).

Folgendes Meßverfahren wird angewandt:

Das Kraftfahrzeug wird auf ebener Straße bei Kühlwassertemperatur  $80^{\circ}\text{C}$  und früherer Zündpunkteinstellung mit einem Kraftstoff bekannter OZ auf 20 km/Std. gebracht. Bei genau 20 km wird das Gaspedal ganz durchgetreten und beschleunigt. Nun beobachtet der Beifahrer, bei welcher Geschwindigkeit das Klopfen aufhört (d.h. mit dem Ohr nicht mehr wahrnehmbar ist). Dieser Versuch wird dreimal auf der gleichen Strecke wiederholt, und die mittlere Geschwindigkeit aus den drei Versuchen wird als "Klopfwert" angesehen. Derselbe Versuch wird mit dem unbekanntem Kraftstoff auf gleicher Strecke unter gleichen Bedingungen ausgeführt. Aus den drei Versuchen wird ebenfalls der Mittelwert gewählt. Vor Benutzung eines neuen Kraftstoffes muß der vorher geprüfte Kraftstoff aus der Kraftstoffleitung und dem Vergaser entfernt werden.

Liegt die Geschwindigkeit, bei der das Klopfen des unbekanntem Kraftstoffes aufhört, höher als die des Vergleichskraftstoffes, so ist seine OZ geringer, und dem unbekanntem Kraftstoff muß solange Bleitetraäthyl oder Benzol zugesetzt werden, bis der gleiche "Klopfwert" erreicht ist