

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1892. Heft 24.

Normen für das Viscosimeter.

Von

C. Engler.

Von verschiedenen Seiten sind mir in den letzten Wochen Reclamationen über Ungleichheiten in der Construction meiner Viscosimeter zugegangen, wodurch unliebsame Differenzen in den Angaben verschiedener Laboratorien über den Viscositätsgrad der Öle veranlasst wurden. Es hat sich bei näherer Untersuchung der fraglichen Fälle herausgestellt, dass jene Ungleichheiten grossentheils auf Apparate zurückzuführen sind, welche von einer Berliner Firma geliefert werden und an denen die vorgeschriebenen Dimensionen nicht eingehalten sind.

Den in Frage stehenden Apparat habe ich seiner Zeit in Veranlassung eines Auftrages der ständigen Tarifcommission der deutschen Eisenbahnen construit und er ist für die tarifarische Unterscheidung der Schmieröle von anderen Mineralölen eingeführt worden, worauf er dann auch in Handel und Industrie ziemlich allgemeine Annahme fand. Es erscheint nun aber zur Verhütung einer grossen Confusion im Ölgeschäft von grösster Wichtigkeit, dass der Gebrauch von Apparaten falscher Construction nicht noch mehr um sich greife, was mich auf mehrseitig ausgesprochenen Wunsch zu der Erklärung veranlasst, dass ich bis auf weiteres nur solche Engler'sche Viscosimeter als normale anerkennen kann, welche von der Firma C. Desaga, Universitätsmechaniker in Heidelberg, gefertigt und von der grossherzogl. chemisch-technischen Prüfungs- und Versuchsanstalt zu Karlsruhe (Marke **XX**) geaicht sind.

Über die Festsetzung von Normalien und genauer Aichvorschriften sind Verhandlungen der chemisch-technischen Prüfungs- und Versuchsanstalt Karlsruhe mit der mechanisch-technischen Versuchsanstalt in Charlottenburg im Gange, worüber seiner Zeit berichtet werden wird. Die in Folgendem geschilderte Construction ist bereits aus dieser Vereinbarung, theilweise aus Vorschlägen der Charlottenburger Anstalt, hervorgegangen.

Der Apparat hat jetzt die nebenstehend skizzirte Form, wobei jedoch bemerkt sei, dass die in allen ihren wesentlichen Theilen übereinstimmenden und nur in unwesentlichen Theilen etwas abweichenden älteren Viscosimeter der Firma Desaga, sofern sie die Aichmarke der Versuchsanstalt Karlsruhe tragen, nach wie vor als richtig anerkannt werden.

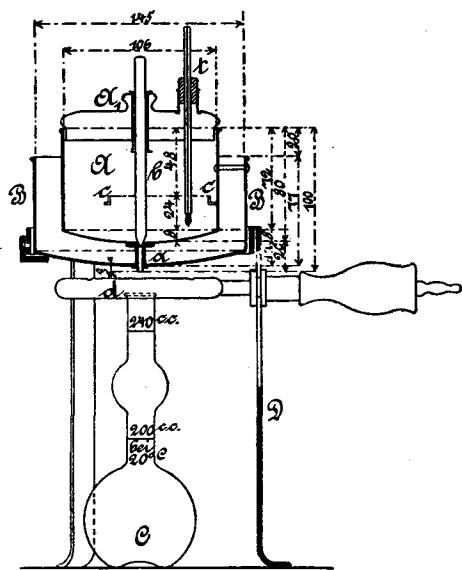


Fig. 360.

Das Gefäss zur Aufnahme des zu prüfenden Öles besteht in einer flachen, mittels Deckel A_1 zu verschliessenden Kapsel A aus Messingblech, deren Form und Dimensionen auf beigefügter Skizze angegeben sind und welche für genaue Bestimmungen innen vergoldet ist. An den nach unten ausgebauchten Boden schliesst sich das genau 20 mm lange, oben 2,9 mm, unten 2,8 mm lichtweite Ausflussröhrrchen a an; dasselbe kann mittels des unten schwach konisch zugespitzten Ventilstiftes b aus Hartholz verschlossen und geöffnet werden und muss für zuverlässige Bestimmungen aus Platin gefertigt sein, da Messingspitzen mit der Zeit durch die auslaufenden Öle angegriffen werden, namentlich wenn diese sauer sind; durch Versuche im hiesigen Laboratorium ist zudem nachgewiesen, dass gewöhnliche Metalle wie Blei, Kupfer, Zink u. s. w., also auch Messing, durch neutrale

Öle ebenfalls angegriffen werden. Drei Niveaumarken *c* sind in gleicher Höhe vom Boden des Behälters angebracht und dienen gleichzeitig zum Abmessen der Ölprobe und zur Beurtheilung richtiger wagerechter Aufstellung der Kapsel. Bis zu den Niveaumarken muss der Apparat 240 cc fassen, was bei schwach ausgebauchter Form des Bodens unter Festhaltung der durch die Zeichnung gegebenen Dimensionen der Fall ist. Thermometer *t* dient zum Ablesen der Temperatur des Versuchsöles. Kapsel *A* ist von einem oben offenen Mantel *B B* aus Messingblech umgeben, welcher zur Aufnahme eines schweren Mineralöles behufs Erwärmung des Inhaltes von *A* bis auf Temperaturen von 150° dient. Damit die Öle während des Auslaufes sich nicht zu sehr abkühlen, muss dieser Mantel das Ausflussrohr *a* umhüllen; ein zweites Thermometer taucht in die im Mantel befindliche Flüssigkeit. Dreifuss *D* dient als Träger des Ganzen, auch ist an demselben der Gasring *d* befestigt, mittels dessen vier Gasflämmchen das Öl auf die richtige Temperatur gebracht, bez. darauf erhalten wird. Endlich ist unter dem Auslaufrörchen ein Messkolben *C* aufgestellt. Derselbe zeigt an seinem Halse zwei Marken, die eine bei 200 cc, die andere bei 240 cc, und damit der Hals und somit auch der Auslaufstrahl nicht zu lang werde, was die Genauigkeit des Versuches beeinträchtigen würde, ist eine Ausbauchung angeblasen.

Wiederholt mache ich darauf aufmerksam, dass es absolut nothwendig ist, die gegebenen Dimensionen des Apparates genau einzuhalten, namentlich Länge und Weite des Ausflussrörchens, Inhalt der Kapsel bis zu den Niveaumarken, sowie Höhe der letzteren über dem Auslaufrörchen. Man kann ja allerdings durch Erweiterung und entsprechende Verlängerung des Auslaufrörchens es leicht erreichen, dass in einem derartig abgeänderten Apparate Wasser genau in derselben Zeit ausläuft wie aus einem solchen mit normalen Dimensionen. Bei Vergleich zweier solcher mittels Wasser geaichter Apparate in Bezug auf die Auslaufzeit eines und desselben Öles wird man jedoch stets grosse Differenzen finden und diese Differenzen müssen um so grösser werden, je zähflüssiger die Öle sind. Daher auch die unrichtigen Resultate mit Apparaten jener Berliner Firma, die zwar bei der Aichung mit Wasser die normale Auslaufzeit ergeben haben mögen, dagegen bei Prüfung der Öle wegen zu langer Auslaufspitze Differenzen zeigen müssen.

Abgesehen von der Aichung des Appa-

rates, wobei außer der Auslaufzeit des Wassers von 20° auch noch die wesentlichen Dimensionen desselben controlirt werden und welche bis auf weiteres von der chemisch-technischen Versuchsanstalt in Karlsruhe ausgeführt wird, hat sowohl bei Ingebrauchnahme eines neuen Apparates als auch nach längerem Gebrauche des Viscosimeters eine Controlprüfung stattzufinden, welche von dem betreffenden Experimentator nach folgender Vorschrift leicht selbst durchgeführt werden kann.

Prüfung des Apparates. Man bestimmt die Zeit in Secunden, welche 200 cc Wasser von 20° gebrauchen, um aus der bis zu den Niveauspitzen angefüllten Kapsel (*A*) auszufließen. Zu diesem Behufe wird die Kapsel nach einander mit etwas Äther oder Petroleumäther, dann mit Weingeist, zuletzt mit Wasser ausgespült, dabei die Ausflussröhre mittels der Fahne einer Feder und eines kleinen Filtrerpapierstreifens gereinigt und der Ventilstift eingesetzt. Man misst alsdann in dem Messkolben (*C*) 240 cc Wasser ab, giesst es in die Kapsel, welche dadurch bis zu den Niveaumarken angefüllt wird, und bringt die Temperatur des Wassers auf 20°. Dies geschieht dadurch, dass man das in dem äusseren Behälter (*B*) befindliche Wasser oder schwere Mineralöl so lange auf der gleichen Temperatur erhält, bis das innere Thermometer genau 20° zeigt und das äussere nur unmerklich davon differirt. Den Messkolben trocknet man unterdessen aus, stellt ihn dann unter die Ausflussoffnung, zieht den Ventilstift und beobachtet auf einer Secundenuhr, besser mittels eines Chronoskopes, die Zeit in Secunden, welche verläuft, bis sich der Messkolben genau bis zur Marke 200 cc angefüllt hat. Vor Ablaufenlassen der Flüssigkeit hat man darauf zu achten, dass letztere sich völlig in Ruhe befindet, insbesondere darf sie von vorhergehendem Rühren nicht mehr rotieren. Ist der Apparat richtig gebaut, so beträgt die Auslaufzeit zwischen 50 und 55 Secunden; bei den neueren gut construirten Apparaten soll diese Zeit nur zwischen 51 und 53 Secunden schwanken. Die genaue, den ferneren Proben zu Grunde zu legende Zahl, die übrigens auch in dem Aichscheine aufgeführt ist, muss für jeden einzelnen Apparat als Mittel aus mindestens drei Bestimmungen, die nicht mehr als 0,5 Secunde von einander abweichen, festgestellt werden und dieselbe ist dann = 1 zu setzen. Ganz genaue Bestimmungen müssen in einem der Temperatur 20° nahe kommenden Raume und mit Zuhilfenahme eines zuverlässigen Chronoskopes ausgeführt werden. Für gewöhnliche Zwecke genügt auch eine gute Secundenuhr.

Prüfung der Öle. Dabei ist auf's sorgfältigste darauf zu achten, dass alle Feuchtigkeit und jedweder Schmutz aus der inneren Kapsel entfernt sei, was durch Austrocknen und auf einander folgendes Ausspülen mit Alkohol, Äther oder Petroleumäther und Petroleum geschieht. Man spült dann den Apparat noch mit dem zu prüfenden Öl aus, füllt ihn bis zu den Niveau-

marken damit an (nur dünne Öle lassen sich wie Wasser mittels des Messkölbchens einmessen) und bringt die Temperatur durch Erhitzen des Mineralölbades auf die gewünschte Höhe, auf welcher man vor dem Auslaufe 2 bis 3 Minuten lang erhält. Die Bestimmung der Auslaufzeit geschieht dann im Übrigen genau wie oben bei der Prüfung des Apparates schon beschrieben wurde. Die dabei erhaltenen Auslaufzeit des Öles (z. B. 276 Secunden), dividirt durch die Auslaufzahl für Wasser von 20° im selben Apparat (z. B. 53 Secunden), gibt die sogen. specifische Viscosität oder den Viscositätsgrad (hier also $\frac{276}{53} = 5,2$). Öle,

welche suspendirte Theile oder Wasser enthalten, müssen vor ihrer Prüfung durch ein trockenes Filter filtrirt werden.

Auf Verlangen liefert die Firma C. Desaga in Heidelberg zu den geachten Apparaten auch geachte Thermometer und bei 20° geachte Messkölbchen. Da namentlich letztere nicht selten bedeutende Abweichungen zeigen, kann nur empfohlen werden, sich bei Proben von Belang nur geachte Gefäße zu bedienen.

Wasser und Eis.

Würzburger Leitungswasser wird von zwei Quellen in der Nähe der Stadt geliefert. Nach Röttger¹⁾ hat es folgende Zusammensetzung:

	22. April 1888	9. Juni 1888	26. März 1889	25. Oct 1890
Organ. ($K Mn O_4$)	0,9	1,5	1,2	1,3
Chlor	17	14	16	16
Salpetersäure	21	21	8	23
Schwefelsäure	198	196	207	199
Kalk	244	240	258	240
Magnesia	71	70	67	69
Härtegrade	34,3	33,7	35,2	33,6
Kali	—	—	—	3,5
Natron	—	—	—	19,6

Lehmann fand (1890)

Kohlensäure, geb.	155 mg
- halbgeb.	155 -
- freie	39 -

Trotz dieses Gehaltes an freier Kohlensäure werden Bleirohre in Folge des hohen Kalkgehaltes nicht angegriffen.

Leitungswasser der Stadt Breslau enthielt nach E. Fischer (vgl. S. 737 d. Z.):

¹⁾ K. B. Lehmann und J. Röder: Würzburg, insbesondere seine Einrichtungen für Gesundheitspflege und Unterricht (Wiesbaden, 1892) Pr. 12 M.

	1. April 1891	1. Juli 1891	5. October 1891	2. Januar 1892
Gelöste Stoffe	131,5	129,4	178,9	175,2
Darin organ. Stoffe	39,8	23,4	51,1	42,4
Chlor	11,1	10,1	16,6	16,6
Kieselsäure	10,4	11,6	10,5	10,8
Schwefelsäure	22,3	18,9	23,9	27,8
Calciumoxyd	35,2	39,6	57,6	58,8
Magnesiumoxyd	6,4	10,3	13,4	14,1
Gesamthärte	4,50	4,0	5,11	6,00
Bleibende Härte	3,76	2,5	2,77	3,95
$K Mn O_4$ für 100 cc Wasser	0,74	1,4	1,0	1,3

Ammoniak, Salpetrigsäure und Salpetersäure fehlten. Die bakteriologische Untersuchung ergab an zwei Tagen unzählige Keime, sonst 12 bis 848, im Mittel 153 Keime. (Vgl. S. 100 d. Z.)

Die Sauerquellen des Kurhauses St. Moritz untersuchte E. Bosshard (Jahrb. d. Naturf. Ges. Graubündens, gef. eing.) Die altherühmten Säuerlinge, denen St. Moritz im Oberengadin seinen Weltruf verdankt, sind schon zu wiederholten Malen Gegenstand chemischer Untersuchungen gewesen, seitdem Theophrastus Paracelsus im Anfang des 16. Jahrhunderts die jetzige „alte Quelle“ als das stärkste ihm bekannte Sauerwasser Europas erklärt hatte. Die älteren Analysen sind ausführlich mitgetheilt bei Husemann: Kurort St. Moritz und seine Eisensäuerlinge (Zürich 1874).

Die im Juli 1891 geschöpften Proben ergaben (mg in 1 k):

	Alte Quelle	Paracelsus-Quelle
Chlor	26,133	27,993
Brom	0,328	100,115
Jod	0,009	0,003
Fluor	0,239	1,691
Schwefelsäure-Anhydrid . . .	162,112	190,513
Kohlensäure- -	3689,780	3812,601
Kieselsäure- -	37,150	59,132
Salpetersäure- -	0,131	0,235
Borsäure- -	1,627	2,335
Phosphorsäure- -	0,132	0,133
Kaliumoxyd	8,013	8,634
Natriumoxyd	261,920	291,672
Ammoniumoxyd	0,984	0,918
Cäsiumoxyd	Sp.	Sp.
Lithiumoxyd	0,315	0,328
Calciumoxyd	434,341	491,770
Strontiumoxyd	0,043	0,051
Baryumoxyd	Sp.	Sp.
Magnesiumoxyd	62,931	64,151
Eisenoxydul	15,211	18,103
Eisenoxydhydrat (susp.) . .	—	5,016
Manganoxydul	2,210	2,471
Aluminiumoxyd	0,057	0,040
Organische Subst.	Sp.	Sp.