

und geordnet, für die Entwicklung der Technik selbst sich von unberechenbarem Werte erweisen können.

Grundsätze für die Prüfung von Mineralschmierölen.

Aufgestellt vom
deutschen Verband für die Materialprüfungen der Technik.
Zusammengestellt von
DR. L. EGER-MÜNCHEN.
(Eingeg. d. 23. 9. 1904.)

A. Hauptprüfungen.

I. Durchsicht.

1. Die Durchsicht der Öle in dünner Schicht ist durch Ablaufenlassen an einer Glasfläche zu bestimmen.

II. Spezifisches Gewicht.

2. Das spezifische Gewicht kann nur als Kennzeichen für die Klassifizierung von Mineralölen bestimmter bekannter Herkunft, sowie als Identitäts- und Vergleichungsprobe dienen. Die Bestimmung dieser Eigenschaft ist beizubehalten.

3. Die Begrenzung des spez. Gewichtes in Rücksicht auf den Gebrauchszeit ist nicht erforderlich. Nur wenn Öle bestimmter Herkunft verlangt werden, sind zur Klassifizierung bestimmte Gewichtsgrenzen festzusetzen, die indessen nicht zu eng gezogen werden dürfen.

4. Die Bestimmung des spez. Gewichtes erfolgt je nach Art und Menge des Materials und dem verlangten Genauigkeitsgrad nach dem bekannten Verfahren (amtlich geeichte Aräometer, Pyknometer, Mohrsche Wage, Aräometer für kleine Ölmengen, Alkoholschwimmverfahren).

5. Als Einheitstemperatur für diese Bestimmung ist $+15^{\circ}$, als Gewichtseinheit Wasser von $+4^{\circ}$ festzuhalten.

III. Konsistenz von Zylinderölen und ähnlichen dickflüssigen Ölen bei gewöhnlicher Temperatur.

6. Für betriebstechnische Zwecke genügt die Feststellung der Konsistenz im 15 mm weiten Reagensglas bei 30 mm Auffüllung. Eine erste Probe ist im unerhitzten Zustande, eine zweite nach 10 Minuten langem Erhitzen im kochenden Wasserbad zu prüfen. Beide Proben werden unmittelbar nach erfolgter Vorbehandlung 1 Stunde lang im Wasserbad der Beobachtungstemperatur ausgesetzt, welche den praktischen Erfordernissen anzupassen ist. Dann wird durch Umdrehen des Probeglasses die Konsistenz ermittelt.

7. Für zolltechnische Zwecke (Feststellung der Tara) ist das jeweilige im Zolltarif vorgeschriebene Verfahren anzuwenden. Nach dem zur Zeit vorgeschriebenen Verfahren ist ein kalibriertes Standglas von 40 mm lichter Weite und 60 mm Höhe bis zu 30 mm mit Öl zu füllen. Ist die Oberfläche des 1 Stunde auf $+15^{\circ}$ gehaltenen Öles nach 2 Minuten langem Umkehren des Glases unverändert, so ist das Öl als salbenartig, sonst als flüssig zu bezeichnen.

8. Auch bei diesen Versuchen empfiehlt es sich, eine erste Probe im ursprünglichen Zustande,

eine zweite nach dem Erhitzen des Öles im kochenden Wasserbad zu prüfen.

IV. Flüssigkeitsgrad.

9. Die Bezeichnung „Flüssigkeitsgrad“ (Viskosität) und die bisherige zahlenmäßige Ausdrucksweise sind beizubehalten.

10. Die Benutzung des Englerschen Apparates ist beizubehalten.

11. Die Abkürzung der Versuchsdauer bei Benutzung des Englerschen Apparates durch Bestimmung der Ausflußzeiten von 50 und 100 ccm, ist zulässig für dickflüssige Öle, für dünnflüssigere Öle aber nur als Kontrollversuch gegenüber der Ausflußzeit von 200 ccm. Bei Mangel an genügenden Ölmengen kann man auch mit kleineren Einfüllungen als 240 ccm arbeiten und durch Benutzung von Verhältniszahlen die Ausflußzeit von 200 ccm berechnen. Geschieht dies, so ist die eingefüllte Ölmenge im Prüfungsbericht anzugeben.

12. Die Ausführung der Bestimmungen bei $+20$ und 50° für Maschinen- und Eisenbahnöle bei 100 und 150 oder 180° für Zylinderöle ist zu billigen.

13. Zur Entfernung zufälliger Verunreinigungen sind die Öle vor den Versuchen durch ein Sieb von $1/2$ mm Maschenweite zu gießen. Sehr dicke Öle sind hierzu schwach zu erwärmen.

14. Über den Rückstandsbefund ist ein Vermerk in den Prüfungsbericht aufzunehmen. Bei allen Bestimmungen des Flüssigkeitsgrades ist auch vor und nach dem Versuch die obere Mündung des Ausflußröhrlchens auf das Vorhandensein etwaiger Verunreinigungen (insbesondere Gewebefasern) zu untersuchen.

15. Wasserhaltige Öle sind vor den Versuchen entweder durch Schütteln mit Chlorcalcium und Filtrieren durch trockenes Filter oder durch vorsichtiges Erwärmen auf 110° in offener Schale bis zum ruhigen Fließen zu entwässern. Mit dem entwässerten Öl ist eine Kontrollbestimmung auszuführen.

V. Verhalten flüssiger Schmieröle in der Kälte.

16. Die Ermittlung des Kältepunktes ist im Rahmen der in dieser Hinsicht von den Verbrauchern gestellten Anforderungen durchzuführen.

17. Für die bestehenden Vorrichtungen zur Kältepunktsbestimmungen sind zurzeit keine Änderungen vorzuschlagen.

18. Bei der zahlenmäßigen Vergleichung des Fließvermögens durch das U-Rohrverfahren sind also 6 mm Rohrweite, 50 mm Wasserdruck, 1 Minute lange Druckeinwirkung, sowie 10 mm Minimalaufstieg beizubehalten.

19. Vorbehandlung der Proben: Zur Berücksichtigung der durch Temperaturreinflüsse bedingten Änderungen des Kältepunktes sind die Proben (je zwei Einzelversuche) nicht nur im Anlieferungszustand, sondern auch nach 10 Minuten langem Erhitzen auf etwa 50° zu prüfen. Bei dem im erhitzen Zustand geprüften Öl ist die Prüfung zu wiederholen, wenn das Öl bei der ersten Prüfung genügt hat.

20. Nach jeder Vorbehandlung soll das im U-Rohr befindliche Öl $\frac{1}{2}$ Stunde lang in Wasser von 20° verbleiben, ehe es der erneuten Prüfung unterzogen wird.

21. Alle Vorbehandlungen erfolgen im U-Rohr.

22. Mechanisch verunreinigte oder wasserhaltige Öle sind wie unter IV: 13. und 15. vorgeschrieben zu reinigen.

23. Die erwähnten Vorbehandlungen (19.) sind tunlichst auch bei den Kälteprüfungen im Reagensglas oder bei der Auslaufprobe aus 5 mm weitem und 30 mm langem Rohr vorzunehmen.

24. Die Prüfung der U-Röhren auf gleichmäßige Weite durch amtliche Versuchsanstalten, z. B. die Charlottenburger Königl. mechanisch-technische Prüfungs- und Versuchsanstalt oder die Großherzogl. Badische chemisch-technische Prüfungs- und Versuchsanstalt ist erwünscht.

VI. Flammpunkt.

25. Die Festsetzung einer Minimalgrenze für den Flammpunkt ist für Eisenbahnöle, Maschinenöle, Zylinderöle usw. erwünscht, um das Schmieröl in einfacher Weise als frei von leichtflüchtigen Ölen und nicht feuergefährlich zu kennzeichnen, ferner zum Identitätsnachweis, und weil der Flammpunkt bis zu einem gewissen Grade mit wesentlichen Eigenschaften der Öle zusammenhängt. Die Höhe dieser Grenzen ist für die verschiedenen Sorten von Ölen nach Maßgabe der besonderen Betriebsbedürfnisse festzusetzen.

26. In allen Fällen, in denen es sich um Erzielung möglichst großer Genauigkeit handelt, ist der Pensky-Martenssche Apparat, in anderen Fällen auch der offene Tiegel zu benutzen.

27. Mit dem Ergebnis ist jedesmal anzuführen, welcher Apparat benutzt worden ist.

VII. Chemische Prüfungen.

a) Freie Säure.

28. Versuchsausführung. Die bestehenden Verfahren zur Bestimmung der freien Säure in Schmierölen sind beizubehalten. Mineralsäuren sind im wässrigeren Auszuge von etwa 100 g Öl zu bestimmen. Organische Säuren sind bei hellen Ölen in der alkoholisch-ätherischen Lösung von 10 ccm Öl, bei dunklen Ölen im absolut alkoholischen Auszug der entsprechenden Ölmenge titrimetrisch mit wässriger oder alkoholischer $\frac{1}{10}$ -n. Lauge zu bestimmen.

29. Als Einheit für den Säuregehalt soll die bislang im Verkehr mit Mineralschmierölen übliche Einheit „Schwefelsäureanhydrid“ beibehalten werden. Für Veröffentlichungen empfiehlt es sich, die „Säurezahl“ beizufügen.

b) Löslichkeit in Benzin und Benzol.

30. Die Bestimmung der Löslichkeit heller Öle in Benzin oder Benzol ist im allgemeinen entbehrlich. Nur wenn Trübungen zweifelhafter Beschaffenheit vorliegen, wird eine solche Prüfung nötig.

31. Dunkle Öle sollen in Benzol völlig löslich sein.

32. Zur Ermittlung des Asphaltgehaltes dient die Bestimmung der Löslichkeit in reinem Petroleumbenzin. Das Benzin soll das spez. Gewicht 0,69—0,71 bei $+15^{\circ}$ und die äußersten Siede-

grenzen 65 — 95° haben haben. Die Auflösung soll für qualitative Versuche im Reagensglas von 15—20 mm Weite im Verhältnis von 1 Raumteil Öl zu 40 Raumteilen Benzin erfolgen. Nach 24 stündigem Stehen unter Ausschluß direkten Sonnenlichtes soll beobachtet werden, ob sich ein Niederschlag gebildet hat. Bei positivem Ausfall der qualitativen Probe wird die quantitative Bestimmung mit 5 g Öl unter sonst gleichen Bedingungen wie bei der qualitativen Prüfung ausgeführt.

33. In den Ölen nicht gelöste Asphaltstoffe dürfen im allgemeinen nicht zugegen sein. Die Gegenwart solcher Stoffe kann durch Bestimmung des Asphaltgehaltes im filtrierten und nichtfiltrierten Öl ermittelt werden.

34. Die Festsetzung der Grenzzahlen für den Asphaltgehalt ist den Verbrauchswecken anzupassen.

c) Nachweis von fettem Öl.

35. Fettes Öl wird qualitativ durch $\frac{1}{4}$ stündiges Erhitzen von 3—4 ccm des zu prüfenden Öles im Paraffinbad auf etwa 240° mit einem Stückchen Natriumhydroxyd nachgewiesen. Nach der Abkühlung auf Zimmerwärme zeigen die Öle bei Gegenwart von fettem Öl Gelatinieren oder Seifenschaum oder beide Erscheinungen. Der Seifenschaum ist bei Zylinderölen, welche an sich schon bei Zimmerwärme salbenartig sind, das entscheidende Merkmal für die Gegenwart des fetten Öles.

36. Quantitativ wird fettes Öl je nach der ungefähren Menge des vorhandenen Fettes und dem verlangten Genauigkeitsgrad der Bestimmung durch Ermittlung der Verseifungszahl oder gewichtsanalytisch nach Spitz und Hönig bestimmt.

d) Nachweis von Harzöl.

37. Zur Prüfung auf Harzöl wird eine kleine Probe des Öles (5 ccm) stark mit Schwefelsäure vom spez. Gewicht 1,62 geschüttelt. Wenn nach Trennung der Schichten nur Gelb- bis Braunkärbung, nicht aber die dem Harzöl eigentümliche Rotfärbung der Säureschicht eintritt, ist das Öl harzölfrei. Bei eingetretener roter oder zweifelhafter dunkler Färbung der Säure ist das Öl nach den bekannten quantitativen Verfahren (Storchesche Extraktion mit 96 %-igem Alkohol, Polarisation usw.) näher auf den Gehalt an Harzöl zu prüfen. Das hohe spez. Gewicht des Harzöles (über 0,970 bei 15°) und seine große oder vollständige Löslichkeit in absolutem Alkohol lassen das Öl leicht im Mineralöl erkennen.

e) Wassergehalt.

38. Der Wassergehalt der Öle ist nur dann quantitativ zu bestimmen, wenn die qualitative Probe merklichen Wassergehalt erkennen ließ. Bei Ölen, die unter 240° im Penskyschen Apparat entflammen, erfolgt die Bestimmung so, daß die Gewichtsverluste gewogener, etwa gleichgroßer Mengen (je 10 bis 15 g) des ursprünglichen und des entwässerten Öles beim Erhitzen in Glasschalen auf kochendem Wasserbad bis zum Verschwinden jeglicher Schaumbildung bestimmt werden. Aus dem Unter-

schiede der Gewichtsverluste beider Proben ist der Gehalt an Wasser im ursprünglichen Öl zu berechnen. Die Entwässerung des Öles vor dem Erhitzen geschieht durch Schütteln des schwach erhitzen Öl im Ermeyerkolben mit Chlorcalcium und nachheriges Filtrieren auf trockenem Filter.

f) Alkalien und Salze.

39. Alkalien und Salze werden in dem nach Satz 28. gewonnenen wässerigen Auszuge der Öle in bekannter Weise nachgewiesen.

g) Laugenprobe.

40. Die Laugenprobe dient zur Prüfung auf naphthensaure, im Öl gelöste Salze; sie erfolgt unter Schütteln gleicher Raumteile Öl und Natronlauge von 3° Bé. Nach dem Schütteln mit der Lauge darf sich bei salzfreien Ölen keine Emulsion an der Trennungsschicht von Öl und Lauge zeigen.

B. Ergänzende Prüfungen.

I. Brennpunkt.

41. Die Bestimmung des Brennpunktes ist im allgemeinen bei Schmierölen neben der Flammpunktsbestimmung entbehrlich. Jedoch empfiehlt es sich, in besonderen Fällen, z. B. bei auffällig niedrigem Flammpunkt und bei Fragen der Feuergefährlichkeit, auch den Brennpunkt zu bestimmen.

42. Die Bestimmung erfolgt in offenen, 4 cm weiten und 4 cm hohen Porzellantiegeln auf flacher Sandbadschale. Die Tiegel sind zur Hälfte in Sand einzubetten. Das Erhitzen soll stetig erfolgen und etwa 4° in der Minute, im äußersten Falle 6° in der Minute betragen.

II. Destillationsprobe.

43. Die Destillationsprobe ist bei der technischen Prüfung der Schmieröle nur dann vorzunehmen, wenn bei auffällig niedrigem Flammpunkt der Verdacht auf Gegenwart leichter Öle vorliegt, und deren Kennzeichnung erforderlich ist.

44. Die Destillationsprobe ist bei zolltechnischen Prüfungen zur Klassifizierung des zu prüfenden Materials anzuwenden (s. Centralblatt für das Deutsche Reich 1898, S. 279.)

45. Die Destillationsprobe soll im allgemeinen im Englerschen Glaskolben mit 100 ccm Öl und Kühlung durch Metallrohr (Verhandlungen des Vereines für Gewerbeleif 1887) vorgenommen werden. Die Erhitzen des Öles soll nicht über 320° hinausgehen.

46. Für zolltechnische Prüfungen ist zurzeit ein Apparat (Centralblatt für das Deutsche Reich 1898, 279) amtlich vorgeschrieben.

III. Bestimmung der Verdampfungsmenge.

47. Die Bestimmung der Verdampfungsmenge beim Erhitzen der Öle im offenen Gefäß (Porzellantiegel) ist nur ausnahmsweise erforderlich, nämlich um in besonderen Fällen die Verdampfbarkeit von solchen Ölen zu vergleichen, welche bei Heißdampf- und Hochdruckmaschinen zu hoherhitzten Ölbadern und dergleichen Verwendung finden.

48. Die Bestimmung soll in 4 cm weiten und 4 cm hohen Porzellantiegeln erfolgen. Die Tiegel sollen im Sandbad, zur Hälfte in dieses einge-

hüllt, auf die in Frage kommende Temperatur erhitzt werden. Zu den Versuchen ist stets ein Vergleichsöl heranzuziehen, und die Erhitzung ist bei den Vergleichsversuchen gleich schnell (20 oder 30 Minuten) zu bewirken. Es sind stets zwei Versuche auszuführen, aus deren Ergebnissen das Mittel zu ziehen ist.

IV. Paraffingehalt.

49. Die Bestimmung des Paraffingehaltes kann im allgemeinen bei Schmierölprüfungen entbehrlich werden. In besonderen Fällen, z. B. bei Prüfung der Herkunft von Ölen, in Streitfällen usw., kann das Alkohol-Ätherverfahren von Holde zur Paraffinbestimmung benutzt werden.

Zu vorstehenden Grundsätzen, welche im Jahre 1900 durch die Hauptversammlung des deutschen Verbandes in Rüdesheim genehmigt worden sind, haben sich im Laufe der Zeit mit Rücksicht auf neuere Erfahrungen im Laboratorium und in Beachtung der gesteigerten Anforderungen der Industrie, sowie der Eisenbahnbetriebe mehrfache Ergänzungen bzw. Abänderungen als notwendig erwiesen; dieselben sind nachfolgend zusammengestellt:

a) Bei A IV, Absatz 12: Flüssigkeitsgrad soll es gemäß Beschuß künftig heißen:

Die Ausführung der Bestimmungen bei + 20 und 50° für Maschinen- und Eisenbahnöle ist zu billigen; bei Zylinderölen wären die Versuche im allgemeinen bei 50° und 100°, nur in besonderen Fällen bei höheren Temperaturen vorzunehmen.

b) Zu AVII, Absatz 29: Freie Säure wurde beschlossen, dafür zu wirken, daß als Einheit statt „Schwefelsäureanhydrid“ allgemein „Säuregehalt“ eingeführt werde.

c) Zu A VII, Absatz 30—34: Löslichkeit in Benzin-Benzol wurde beschlossen, die in Benzin- und Alkoholäther unlöslichen Teile nicht als Asphalt oder Asphaltpech, sondern allgemein als „asphaltartige Stoffe“ zu bezeichnen.

Betreffs der Löslichkeit der Schmieröle in Benzin (Absatz 32) wurde es als dringend notwendig erachtet, die Grenzen für das spez. Gewicht des zur Bestimmung der asphaltartigen Stoffe benötigten Benzin erger als bisher üblich zu ziehen. Es wurde der Beschuß gefaßt, mit irgend einer leistungsfähigen Firma in Verbindung zu treten und dieselbe zu veranlassen, daß sie ein an ungesättigten Kohlenwasserstoffen möglichst freies, einheitlich zusammengesetztes Benzin vom spez. Gewicht 0,695—0,700 stets in so großen Mengen vorrätig hält, daß damit alle in Betracht kommenden Verbrauchsstellen versorgt werden können.

In weiterer Ergänzung von Absatz 30—34 wurde noch folgendes beschlossen. Die in der Praxis vielfach gebräuchliche Bestimmung der asphaltartigen Stoffe durch Alkoholäther soll vorzugsweise als Vergleichs- und Identitätsbestimmung dienen. Bei Vornahme von drei Einzelversuchen sollen hierbei Fehlergrenzen bis zu 0,5% gegenüber dem Mittelwerte zugelassen werden. Bezüglich der Verwendung von Amyl-

alkohol statt Alkoholäther sollen weitere Versuche abgewartet werden.

d) ad A VII, Absatz 35: Nachweis an fettem Öl hinter Natriumhydroxyd ist einzufügen „oder metallisches Natrium“.

e) ad A VII, Absatz 37: Nachweis an Harzöl.

Diese Bestimmung soll dahin erweitert werden, daß bei der Prüfung auf Harzöl neben der Behandlung mit Schwefelsäure 1,62 auch noch eine kleine Probe des zu untersuchenden Öles mit Essigsäureanhydrid geschüttelt und dann mit einem Tropfen Schwefelsäure 1,53 versetzt wird. Violettfärbung weist sicher auf die Anwesenheit von Harzöl hin.

Der jetzige dritte Satz bei Absatz 37 müßte dann lauten: bei eingetretener Färbung der Säure ist das Öl usw.

f) ad A VII, Absatz 39: Alkalien und Salze; hier wäre ergänzend beizufügen:

Naphtensalze werden in dem nach Absatz 28 genommenen Auszug der Öle und durch direkte Veraschung ermittelt.

Die nun weiter folgenden „Grundsätze für die Prüfung von Leuchtöl (Mineralöl), Gasöl, Putzöl usw. haben zwar der Hauptversammlung zur speziellen Genehmigung noch nicht vorgelegen, doch erscheint es angezeigt, sie jetzt schon der Öffentlichkeit zu übergeben, damit Gelegenheit geboten ist, etwaige Anträge und Wünsche von Fachgenossen, welche der Kommission selbst nicht angehören, noch auf ihre Berechtigung zu prüfen und eventuell zu berücksichtigen.

Beizufügen wäre hier, daß die in einigen Zeitschriften betreffs der durch Ausschuß 9 aufgestellten Grundsätze bereits erschienenen umfassenden Veröffentlichungen ohne Wissen und Willen der genannten Kommission geschehen sind und deshalb keinen Anspruch auf absolute Richtigkeit machen können.

Grundsätze für die Prüfung von Leuchtöl (Mineralöl), Gasöl, Putzöl, Benzin und Paraffin.

A. Leuchtöl (Mineralöl).

I. Äußere Merkmale.

1. Für die Farbenprüfung ist das Kolorimeter nach Stammer beizubehalten.

2. Die Bestimmung der Fluoreszenz ist nicht nötig.

3. Zur Ermittlung der Kapillarität ist die Bestimmung in einem Englerschen Petroleumviskosimeter mit enger Ausflußöffnung geeignet. Von einer Bestimmung des Aufstieges im Docht ist in Rücksicht auf die verschiedene Beschaffenheit der Dochte abzusehen.

Die Anstellung von Versuchen zur Bestimmung der Aufsaugefähigkeit von Ölen mit Löschkörpern von gleicher Beschaffenheit ist in Aussicht genommen.

II. Spezifisches Gewicht.

4. Zur Bestimmung des spez. Gewichts mit den amtlich geeichten Thermoärometern ist nach den früheren, bei Schmierölen gefaßten Beschlüssen nichts zu bemerken.

5. Die übliche Normaltemperatur von 15° bei Wassereinheit von +4° wird für die Bestimmung des spez. Gewichtes beibehalten.

III. Flammpunkt.

6. Zur Bestimmung des Flammpunktes im Abelschen Apparate ist nichts zu bemerken.

IV. Destillationsprobe.

7. Die fraktionierte Destillation erfolgt im gläsernen Englerschen Apparat (Verhandlung des Vereins für Gewerbeleib 1887).

a) Es sind die Destillate bis 150°, 150—200°, 200—250°, 250—275°, 275—300° aufzufangen und der über 300° siedende Teil aus der Differenz zu bestimmen.

b) Statt Siedepunkt ist der Ausdruck „Siedebeginn“ zusetzen. Siedebeginn ist derjenige Punkt, bei welchem der erste Tropfen vom Kühlerende des Englerschen Apparates abfällt.

c) Als Endpunkt je einer Fraktion gilt derjenige Punkt, bei welchem durch wiederholtes Erhitzen auf den Fraktionspunkt höchstens sechs Tropfen aus dem Kühlerohr ablaufen.

d) Im allgemeinen ist die Fraktionierung volumetrisch vorzunehmen, nur in besonderen Fällen wird Gewichtsbestimmung der Destillate erwünscht sein.

e) Auf Temperaturunterschiede der gemessenen oder gewogenen Fraktionen dürfte nur insoweit Rücksicht zu nehmen sein, als die zu messenden Destillate natürlich auf Zimmerwärme vor der Messung abzukühlen sind.

f) Außer der Bestimmung der über 300° siedenden Bestandteile ist die Ermittlung der undestillierbaren Rückstände im allgemeinen nicht notwendig.

V. Raffinationsgrad.

8. a) Die Säurebestimmung ist unter Auflösen des Petroleum in Alkoholäther in bekannter Weise titrimetrisch mit wenigstens 100 ccm Öl auszuführen.

b) Außer der Säureprobe ist die Natronprobe, wie sie in Muspratts technischer Chemie 1898, S. 2234 beschrieben ist, vorzunehmen. Bei positivem Ausfall der Probe ist die Gegenwart von naphtensauren Salzen durch die Aschenprobe unter Veraschung von 1 Liter Öl, das zunächst bis auf einen kleinen Rest (ca. 30 ccm) destilliert wird, festzustellen. Bei negativem Ausfall der Natronprobe findet keine Veraschung statt, da alsdann die Gegenwart merklicher Mengen organischer Salze nicht anzunehmen ist.

c) Beim Schütteln gleicher Teile Petroleum und Schwefelsäure vom spez. Gewicht 1,75 soll letztere sich nur sehr wenig färben.

d) Zur Bestimmung ungesättigter Kohlenwasserstoffe dient das Verfahren der Schüttlung mit Schwefelsäure 1,83. Ein Verfahren ist noch an der Hand der bereits bekannten Methoden (z. B. Krämer und Böttcher, Verhandlung des Vereins für Gewerbeleib 1887) auszuarbeiten.

VI. Erstarrungspunkt.

9. Bei der Feststellung des Erstarrungspunktes sind stets frische Proben zu benutzen und nicht Proben, welche vorher längere Zeit auf einen

anderweitigen Temperaturgrad abgekühlt worden sind. Abgesehen von dieser Prüfung ist noch der Erstarrungspunkt des Destillationsrückstandes zu bestimmen, welcher beim Abdestillieren des Petroleums bis auf 300° erhalten wird.

VII. Paraffingehalt.

10. Die Paraffinbestimmung ist im allgemeinen nicht auszuführen. Bei der etwaigen quantitativen Bestimmung des Paraffins nach dem Alkoholätherverfahren sind nur die über 250° siedenden Anteile zu benutzen.

VIII. Schwefelgehalt.

11. Die Schwefelbestimmung ist quantitativ auszuführen und erfolgt nach der Methode Heußler, diese Z. 1895, 285, Englers Chem.-Ztg. 1896, S. 1897.

IX. Brennversuche.

12. a) Als Lichteinheit gilt das geeichte Hefnersche Amylacetatlämpchen. Für genaue photometrische Versuche dient der Lummer-Brohmesche Photometerkopf; für sonstige Untersuchungen ein Fettfleckphotometer.

b) Als Versuchslampen sind im allgemeinen 14'' Rundbrenner zu benutzen; für Öle, welche zur vollkommenen Verbrennung einer größeren Luftzufuhr bedürfen, wie z. B. russische, galizische Öle usw. sind vorteilhaft die Kosmosbrenner (Schuster-Ber) zu verwenden. Die Einschnürung des Zylinders ist derartig zu wählen, oder der Zylinder ist derartig zu stellen, daß bei voll entwickelter Flamme das Maximum der Leuchtkraft erreicht wird. An den Versuchslampen sind immer möglichst weite Ölreservoirs anzubringen, damit der Höhenunterschied zwischen Brennerrand und Ölneuau sich während der Versuchsdauer möglichst wenig ändert.

c) Die Brenndauer soll im allgemeinen sechs Stunden betragen, nur in besonderen Fällen bei eingehenden Untersuchungen kann wesentlich längere Brenndauer gewählt werden.

d) Die Flamme ist im Laufe der ersten Viertelstunde auf die größtmögliche Höhe einzustellen, dann eine Viertelstunde vor der ersten Photometrierung nochmals hochzuschrauben und alsdann vollständig unreguliert weiterhin sich selbst zu überlassen.

e) Die photometrischen Ablesungen sollen im allgemeinen nach 2 Stunden und dann zum Schlusse vorgenommen werden. Bei genauen Ermittlungen ist nach 2, 3, 4, 5, 6 und mehr Stunden je nach der Brenndauer abzulesen.

f) Die Art der Beobachtungen der Lichtstärke speziell beim Fettfleckphotometer, z. B. ob mit einem oder beiden Augen abgelesen wird, ist dem Beobachter zu überlassen. Die jeweilige Höhe der Flamme braucht nicht besonders gemessen zu werden. Die Dochtkruste ist sorgfältig abzuheben und zu wägen.

g) Im allgemeinen wird der Gesamtverbrauch des Öls bestimmt durch Wägen der Lampe vor Beginn und am Schlusse der Brennversuche. Für genaue Bestimmungen ist die Lampe bei jedem photometrischen Versuch zu wägen. Etwaige Temperaturunterschiede des Öls sind auf die Wägungen ohne wesentlichen Einfluß.

h) Außer der mittleren Lichtstärke und dem Gesamtverbrauche ist auch der Verbrauch pro Kerzenstunde anzugeben.

i) Sonstige Bemerkungen zu den Lichtmessungen sind nicht zu machen.

13. Ohne praktische Brennversuche können nur dann auf Grund der physikalischen und chemischen Untersuchungen Schlüsse auf den Brennwert des Öls gezogen werden, wenn die Herkunft des letzteren zweifellos feststeht.

14. Außer der gewöhnlichen Destillationsprobe ist noch derjenige Teil des Petroleums zu destillieren, welcher nach dem Verbrennen der Hälfte des Öls in der Lampe zurückbleibt, um ein Urteil über die gleichmäßige Zusammensetzung des Öls vor und nach dem Brennen zu erlangen.

B. Gasöle.

I. Charakteristik im allgemeinen.

1. Durch Eintropfen in glühende Hohlräume lassen sich alle Mineralöle zur Gaserzeugung verwenden. In der Regel benutzt man Öle vom spez. Gewicht über 0,850 und einer Zähigkeit nach Engler unter 3 (Wasser von + 4° = 1).

2. Die Farbe der Gasöle ist für die Bewertung belanglos.

II. Spezifisches Gewicht. Flüssigkeitsgrad. Flammpunkt.

3. Bestimmungen des spez. Gewichts, des Flüssigkeitsgrads, des Flammpunkts im Pensky-Martensschen Apparat sind, wie bei „Schmieröl“ festgesetzt, vorzunehmen.

III. Destillationsprobe.

4. Die Destillationsprobe ist wie beim Petroleum vorzunehmen. Die Fraktionen sind von 50 zu 50° aufzufangen. Für den Vergasungswert eines Öls ist es vom großen Einfluß, daß die Siedegrenzen nicht zu weit auseinander liegen. Zweckmäßig ist es, die Siedegrenzen zu bestimmen, innerhalb welcher 80% des Öls übergehen. Die Bestimmung der festen Rückstände ist nicht zu empfehlen.

IV. Erstarrungspunkt.

5. Das Erstarrungsvermögen wird in üblicher Weise im Reagenzglas bestimmt.

V. Paraffingehalt.

6. Die Paraffinbestimmung nach Holde soll hauptsächlich als Identitätsprobe zulässig sein.

VI. Kreosotgehalt.

7. Zur Kreosotbestimmung in Gasölen werden 100 ccm Öl mit 100 ccm Lauge von 6° Bé. bei gewöhnlicher Temperatur 5 Minuten geschüttelt. Die Volumenabnahme gibt den Kreosotgehalt an.

VII. Schwefelgehalt.

8. Der Schwefelgehalt wird nach Carius bestimmt.

VIII. Fremdartige Beimengungen.

9. Auf fremde Beimengungen (Verfälschungsöle) ist mit Rücksicht auf den Vergasungswert in der Regel nicht zu prüfen.

IX. Vergasungswert.

10. Die unmittelbare Bestimmung des Vergasungswertes soll im allgemeinen nur durch

Apparate in betriebsmäßigen Abmessungen erfolgen. Die Vergasungsergebnisse eines Öls gelten nur für den Apparat, mit dem sie erzielt worden sind. Für das Endergebnis ist außer dem Apparat die Betriebsweise maßgebend. (Das Verhalten des Gases bei der Kompression ist bei den heute verwendeten Gasölen vielmehr von der Art der Vergasung als von der Beschaffenheit des Öls abhängig.)

11. Bezüglich der Bestimmung des Vergasungswertes nach Wernecke-Helfers sind weitere Erfahrungen abzuwarten.

12. Die Lichtstärke ist auf einen Brenner von 35 l Stundenkonsum zu bestimmen. Die Messungen sind wie beim Petroleum auszuführen, und der Gasverbrauch mit einer geeichten Gasuhr zu messen.

13. Ein allgemeines Bedürfnis, den Vergasungswert nach Werteinheiten (z. B. Ausbeute und Lichtstärke) zu beurteilen, ist zurzeit nicht zu erkennen.

X. Schlußbemerkung.

14. Die unter 2—9 für Gasöl angeführten Bestimmungen dienen meistens zur Identitätsprüfung. Inwieweit vorstehende Untersuchungsmethoden einzuschränken oder durch solche für Öle, die zur Carburierung des Wassergases dienen, zu ergänzen sind, bleibt abzuwarten.

C. Putzöl.

I. Charakteristik im allgemeinen.

1. Als Putzöl wird im allgemeinen die auf der Grenze zwischen Leuchtöl und Gasöl stehende Fraktion der Mineralöle angesehen.

2. Bezüglich der Farbe der Putzöle genügt einfache Angabe ohne besondere Prüfungen.

3. Besondere Festsetzungen bezüglich des Geruches würden nicht zu treffen sein.

II. Spezifisches Gewicht, Flüssigkeitsgrad, Flammpunkt.

4. Spez. Gewicht, Flüssigkeitsgrad und Flammpunkt im Pensky-Martensschen Apparat sind wie unter Schmieröl zu bestimmen und dienen auch meist nur als Identitätsproben.

III. Destillationsprobe.

5. Die Destillationsprobe erfolgt wie beim Gasöl im gläsernen Englerschen Kolben.

IV. Erstarrungspunkt.

6. Eine Erstarrungsprobe soll in üblicher Weise im Reagenzglas vorgesehen werden.

V. Paraffingehalt.

7. Die Bestimmung des Paraffingehaltes kann im allgemeinen entfallen.

VI. Chemische Prüfung.

8. Um der Benutzung kreosothaltiger, die Arbeiter durch Hautreizung belästigender Öle zu begegnen wäre zu prüfen, ob die Öle neutral, also kreosotfrei sind und nicht mit Natronlauge reagieren.

D. Benzin.

I. Charakteristik im allgemeinen.

1. Für die qualitative Prüfung auf Steinkohlenteerbenzin dient das Lösungsvermögen gegenüber einem mit Petroleumbenzin ausge-

waschenen Asphalt (Holde, Untersuchung der Schmiermittel 1897, 185—186); die quantitative Prüfung auf Steinkohlenteerbenzin geschieht durch Bestimmung der in rauchender Schwefelsäure löslichen Anteile.

2. Unter Rohbenzin versteht man die bis 150° siedenden Anteile. Rektifiziertes Benzin soll in der Regel über 120° siedende Anteile nicht enthalten.

3. Die Farbe wird ohne besondere Messungen angegeben.

II. Spezifisches Gewicht.

4. Die Bestimmung des spez. Gewichts mittels geeichter Thermoaräometer bei + 15° erfolgt wie bei sonstigen Mineralölen.

III. Destillationsprobe.

5. Im allgemeinen ist für die Destillationsprobe des Benzens der gläserne Englersche Apparat wie für Petroleum nebst den hierfür geltenden Vorschriften zu empfehlen. Für zolltechnische Untersuchungen ist der zollamtlich vorgeschriebene Metallapparat zu verwenden. Die Fraktionierung wird in Grenzen von 10 zu 10°, und zwar bei genauen Prüfungen mit Kolonnenaufsatz ausgeführt. Als Endpunkt einer Fraktion gilt derjenige Punkt, bei welchem noch sechs Tropfen aus dem Kühlrohre abfließen.

IV. Raffinationsgrad.

6. Der Raffinationsgrad ergibt sich aus der äußeren Erscheinung (Farbe und Geruch) und dem Verhalten gegen konz. Schwefelsäure.

V. Chemische Prüfung.

7. Außer auf Steinkohlenteerbenzin (siehe 1) ist noch auf Schwefelkohlenstoff durch Überführen in xanthogensaures Kalium zu prüfen, auf Terpentinöl, Kienöl durch die Bromreaktion (Terpentinöl und Kienöl entfärbt Brom sehr schnell) oder durch Überführen in die Nitrosylchloride. Hochsiedende Produkte (Fettgehalt) bestimmt man durch Verdunstenlassen von 100 ccm Benzin auf dem Wasserbade in gewogener Schale und Wägen des Rückstandes.

E. Paraffin.

I. Charakteristik im allgemeinen.

1. Unter Paraffin sind feste Fettkohlenwasserstoffe zu verstehen, welche bei der Destillation von bituminösen Rohmaterialien entstehen. Für die Festsetzung von Prüfungsmethoden kommen nur die Rohparaffine, Paraffinschuppen und die technisch reinen Paraffine in Frage. Das Paraffin liquidum gehört nicht hierher.

2. In bezug auf Beobachtung der äußeren Erscheinungen genügt Angabe der Farbe.

3. Eine Prüfung auf Lichtbeständigkeit vorzuschreiben, erscheint nicht angezeigt.

II. Spezifisches Gewicht.

4. Die Bestimmung des spez. Gewichtes des Paraffins dient hauptsächlich als Identitätsprobe und kann mittels der Alkoholschwimmmethode bei Zimmerwärme bei völlig luftfreiem Zustande des Paraffins oder bei 100° mit der Mohrschen Wage vorgenommen werden.

III. Erstarrungspunkt.

5. Für die Bewertung des Handelsparaffins soll die Bestimmung des Erstarrungspunkts nach Shukoff¹⁾ maßgebend sein, ebenso für die Bewertung von Gemischen von Paraffin mit anderen Stoffen. Daneben ist die Halle'sche Methode²⁾ zulässig, sowie die Bestimmung des Schmelzpunkts im Kapillarrohr, bei welcher der Anfangs- und Endpunkt des Schmelzens ermittelt wird.

IV. Chemische Prüfung.

6. Im allgemeinen finden Zusätze zu Paraffin nicht statt, in besonderen Fällen sind die üblichen chemischen Untersuchungsmethoden anzuwenden.

7. Der Gehalt an Paraffin ist in der von mechanischen Verunreinigungen und Wasser befreiten Probe nach Holde zu bestimmen. Der Gehalt von Verunreinigungen ist durch Schmel-

zen des Paraffins und Waschen mit einem Lösungsmittel auf gewogenem Filter zu bestimmen, Wassergehalt durch Destillieren, Auffangen des Wassers und wägen, oder durch Erhitzen gewogener Paraffinmengen, wobei durch Anstellung eines blinden Versuches mit einer gewogenen Menge entwässerten Paraffins der Gewichtsverlust, der durch Verdampfen des Paraffins entsteht, zu berücksichtigen ist.

Die Veröffentlichungen vorstehender Grundsätze geschieht auf Grund definitiven Beschlusses des Ausschusses 9 des deutschen Verbandes für die Materialprüfungen der Technik vom 18. März 1904.

Es wird gebeten, etwaige Meinungsäußerungen hierzu bis längstens 15. November a. c. an den unterfertigten Schriftführer der Kommission 9 zu richten.

Dr. Ludwig Eger,
München, Arnulfstraße 20, II.

Sitzungsberichte.

Kaiserl. Akademie der Wissenschaften in Wien.

Sitzung vom 4.2. 1904. Zd. H. Skraup übersendet eine Abhandlung: „Über eine Stereoisomerie bei den Oximen des Dypnons“ von Ferd. Henrich und A. Wirth (aus dem chem. Institut der Universität Erlangen). G. Goldschmidt übersendet zwei Arbeiten aus dem chemischen Laboratorium der k. k. deutschen Universität in Prag: I. „Über isomere Ester von o-Aldehydsäuren“ und II.: „Zur Kenntnis der o-Benzoylbenzoësäure“ von Hans Meyer. J. Wiesner legt eine im pflanzenphysiologischen Institute der Wiener Universität ausgeführte Arbeit des Herrn E. Senft vor: „Über den mikrochemischen Nachweis des Zuckers durch essigsaures Phenylhydrazin“. A. d. Lieben überreicht eine Arbeit des Herrn Dr. Rudolf Ditzmar: „Über eine Aufspaltung des Kautschukkoloidmoleküls und Umwandlung in einen zyklischen Kohlenwasserstoff“. Der Verfasser hat die Einwirkung von konzentrierter Salpetersäure auf verschiedene Kautschuksorten, insbesondere auf Rohparakautschuk untersucht. Er erhielt hierbei einen gelben, amorphen Körper. Diese gelbe Substanz stellt nach der Ansicht des Verfassers eine Dinitrohydrocuminsäure dar. Hierfür sprechen die Analysen, Molekulargewichtsbestimmungen, die Analyse der Salze, die Existenz eines Methylesters und die Anwesenheit von Nitrogruppen. Bei der Einwirkung der Salpetersäure auf Kautschuk erfolgt demnach der Übergang eines aliphatischen Terpens in ein aromatisches.

Sitzung vom 18.2. 1904. Karl Holzinger übersendet ein versiegeltes Schreiben zur Wahrung der Priorität mit der Aufschrift: „Nutzbarmachung von wenig SO_2 enthaltenden Gasen“. R. Wegscheider überreicht zwei Arbeiten: I. „Über aromatische Oxamid- und Carbamidderivate von Paul Camill Taussig. II. „Über die Konstitution der Phtalonmethylestersäure von Artur Glogau.“

¹⁾ Chem.-Ztg. 1901, 1111.

²⁾ Böckmann-Lunge, Chem. techn. Untersuchungsmethoden 3, 153 (1900).

Sitzung vom 3./3. 1904. G. Goldschmidt sendet zwei Arbeiten aus dem chemischen Laboratorium der k. k. deutschen Universität in Prag ein: I. „Über Diäthylanthranilsäure“ von Hans Meyer. II. „Über 2-Benzoylfluoren und Reten“ von Max Fortner. Dr. Leo Langstein in Breslau übersendet eine Abhandlung mit dem Titel: „Die Kohlehydrate des Serumglobulins“ (II. Mitteilung). I. Wiesner legt eine Arbeit von P. Hugo Greilach vor: „Spektralanalytische Untersuchungen über die Entstehung des Chlorophylls in der Pflanze“.

Sitzung vom 10./3. 1904. A. d. Lieben legt eine Arbeit aus dem I. chemischen Universitätslaboratorium in Wien vor: „Über die isomeren Pyrogalloläther“ (II. Mitteilung) von J. Herzog und J. Pollak.

Sitzung vom 17.3. 1904. G. Goldschmidt überreichte eine im chemischen Laboratorium der Staatsgewerbeschule in Bielitz von Wilhelm Heinisch und Julius Zellner ausgeführte Arbeit: „Zur Chemie des Fliegenpilzes“ (*Amanita muscaria* L.). E. Ludwig sendet eine im Laboratorium für allgemeine Chemie an der k. k. technischen Hochschule in Graz ausgeführte Arbeit von Julius Donau ein: „Mikrochemischer Nachweis des Goldes mittels kolloidalen Färbung der Seifenfaser“. Der Verf. findet, daß sich selbst minimale Mengen von Gold leicht in der folgenden Weise ausmitteln lassen: Man bringt einen Kokonfaden in ein Gemisch von Zinnchlorür und Pyrogallol, wäscht ihn flüchtig aus und bringt ihn sodann in die auf Gold zu prüfende Lösung. Bei Anwesenheit einiger Milliontel Milligramme Metall in Form von Aurichlorwasserstoffsäure wird der Faden durch kolloidales Gold rot gefärbt. Rudolf Wegscheider überreicht eine Arbeit aus seinem Laboratorium: „Untersuchungen über die Konstitution des Tetramethyltrioxyfluorons“ von F. Wenzel und A. Schreier. Ferner eine Arbeit des Jean Billitzer: „Zur Theorie der kapillarelektrischen Erscheinungen“ (IV. Mitteilung).

Sitzung vom 21./4. 1904. A. d. Lieben