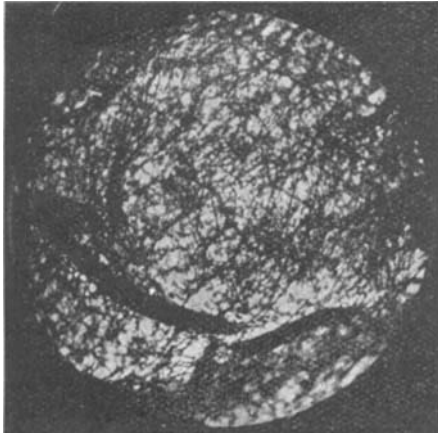
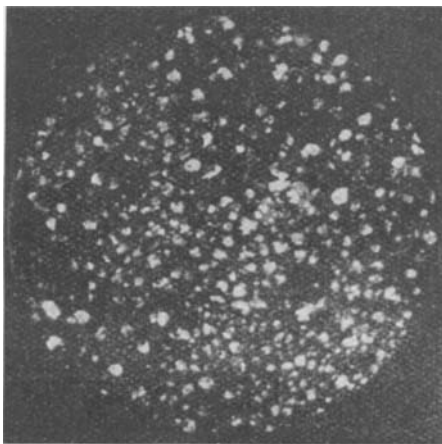


stört werden können. Diese außerordentlich rasche Zerstörung ist nicht nur im Laboratorium reproduzierbar, sondern auch unter den natürlichen Verhältnissen. Insbesondere zeichneten sich die Sommer 1926 und 1927 in dieser Beziehung aus. Abgesehen von den atmosphärischen Verhältnissen ist für die Entwicklung der Sporen



Schimmelpilze I.

Abb. 3 ist eine Mikrophotographie eines Mycels, gewachsen auf Leinölfirnis, der auf einer Glasplatte aufgestrichen war.



Schimmelpilze II.

Abb. 4 zeigt die Löcher in einem Film, die, nachdem das Mycel abgestorben ist, im durchfallenden Licht klar sichtbar werden. Vergrößerung beider Aufnahmen etwa 130fach.

auch der besondere Zustand der Anstrichfarben selbst von maßgebendem Einfluß. Wenn feuchtes, warmes Wetter bei einem relativ jungen Anstrich eintritt und für längere Zeit anhält, so liegen die Bedingungen für die Entwicklung der Pilze ganz besonders günstig. Die Pilze (*Penicillium* und *Aspergillus*-Arten) verzehren das Öl längs der Mycelfäden. Nach dem Absterben des Mycels

ist dann der Film zu einem Schwamm geworden, der natürlich keine besondere Beständigkeit und schützende Eigenschaften mehr aufweisen kann. Die Entwicklungsgeschwindigkeit der Sporen und Wachstumsgeschwindigkeit der Pilze werden von den Pigmenten beeinflusst. Bleiweiß und Mennige schützen nicht vor Zerstörung, ebenso wenig Titandioxyd oder Lithopone. Dagegen üben eine hemmende Wirkung auf die Entwicklung der Pilze das Zinkoxyd und einige Buntpigmente aus. Die Pilze schaffen sich, sobald sie ein Mycel gebildet haben, günstigere Lebensbedingungen dadurch, daß ihre Stoffwechselprodukte den Leinölfilm zu einem stärkeren Quellen bringen, so daß dieser leichter die für das Wachstum der Pilze unerläßliche Feuchtigkeit festhält. Auch der Untergrund, auf dem sich der Anstrich befindet, wirkt, falls er feuchtigkeitsspeichernd ist, wie Mauerwerk und Holz, fördernd auf die Entwicklung der Pilze. Ein metallischer Untergrund ist daher in dieser Beziehung ungünstig. Auf den abgestorbenen Pilzen wuchern dann Bakterien. Ob diese das Leinöl auch angreifen, ist noch nicht entschieden.

Es ist daher bei allen Prüfungen auf Wetterbeständigkeit von Anstrichfarben künftighin auf diese Zerstörung durch Pilze besonders zu achten. Denn sie können, wie aus obigen kurzen Ausführungen hervorgeht, die Prüfung von Wetterbeständigkeitsversuchen absolut fälschen. Ein sehr wetterbeständiger Anstrich kann bei zufälliger Pilzinfektion und bei günstigen Bedingungen für die Entwicklung von Pilzen als absolut unbeständig erscheinen, während er an anderer Stelle zu gleicher Zeit ausgeführt, sich ausgezeichnet hält, weil zufällig an diesem Ort die Pilze nicht Gelegenheit hatten, sich besonders stark zu entwickeln. Weiter sei noch erwähnt, daß eine stärkere Quellfähigkeit der Anstriche das Wachstum der Pilze beschleunigt. Es müßten also von diesem Gesichtspunkt aus Zinkoxydanstrichfarben einen guten Nährboden für die Pilze ergeben. Wir haben aber gesehen, daß dies nicht der Fall ist, und wir glauben, in dieser Tatsache einen Grund gefunden zu haben für die so sehr widersprechenden Angaben über die relative Wetterbeständigkeit von Bleiweiß- und Zinkweißfarben. Während reine Zinkweißölanstriche durch das starke Quellen und durch die Bildung zu harter, reißenender Filme benachteiligt sind, besitzen Bleiweißanstriche den Nachteil, daß sie leichter Pilzinfektionen ausgesetzt sind.

Ich hoffe, mit diesen Darlegungen gezeigt zu haben, daß auf dem Gebiete der Anstrichfarben noch außerordentlich viel Arbeit zu leisten ist, um zu einer wissenschaftlich einwandfreien Erkenntnis über die Alterung und die Wetterbeständigkeit und die damit zusammenhängende Rostschuttfähigkeit von Anstrichfarben zu kommen, und ich hoffe, einen Einblick gegeben zu haben, wie vielfältig die Wege sind, die wir beschreiten müssen, um die Eigenschaften von Anstrichfarben zu beherrschen und damit zu verbessern. [A. 143.]

## Versuche über künstliche Alterung von Turbinenölen.

Von Dr. REINHOLD SCHMIDT.

Versuchsanstalt der A. E. G.-Turbinenfabrik, Berlin.

(Eingeg. 2. Juli 1928.)

Die bisherige laboratoriumsmäßige Alterung von Ölen (besonders die Bestimmung der Verteerungszahl usw.), läßt keine sichere Vorhersage der Alterungsfähigkeit eines Öles und keine entsprechende Klassifizierung neuer Öle zu<sup>1)</sup>.

<sup>1)</sup> Siehe auch Dauerversuche über die Alterung von Dampfturbinenölen im Betrieb (Verein Deutscher Elektrizitätswerke), Düsseldorf 1927.

Soll nun aber ein Öl durch eine kurze Laboratoriumsprüfung auf seine Neigung zur Verschlechterung untersucht werden, so wird durch größere Annäherung an die Betriebsverhältnisse, denen das Öl unterworfen ist (Temperatur, Einwirkung von Metallen usw.), auch eine größere Annäherung an die Ergebnisse der Ölalterung im Betrieb erreicht werden. Die dabei angewendeten Katalysatoren dienen nicht nur dazu, die Alterung im

Laboratorium zu beschleunigen, sondern auch dazu, neue Öle auf ihre Empfindlichkeit gegen diese Katalysatoren zu prüfen.

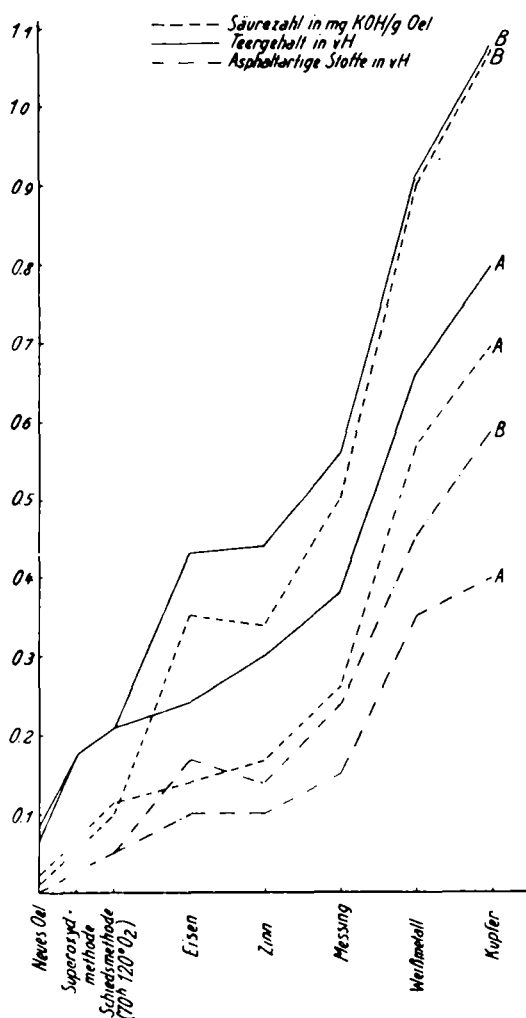
An dem Beispiel zweier neuer sehr ähnlicher Öle, wahrscheinlich amerikanischen Ursprungs, die, nach der Schiedsmethode untersucht, als gleichwertig anzusprechen sind, wird gezeigt, daß die verschiedene Empfindlichkeit gegen Metalle erhebliche Unterschiede zwischen beiden Ölen hervortreten läßt.

Die Kennzahlen der beiden Öle sind:

	Öl A	Öl B
Spez. Gewicht bei 20°	0,890	0,912
Flammpunkt	209°	198°
Stockpunkt	—7°	—10°
Viscosität bei 20°	13,5 E.-G.	16,0 E.-G.
Viscosität bei 50°	3,27 E.-G.	3,48 E.-G.
Hartasphalt	0,00%	0,00%
Verteerungszahl	0,21	0,21
Säurezahl	0,02	0,01
Emulgierbarkeit	nicht emulg.	nicht emulg.
Asche	0,00%	0,00%
Wasser	0,0 %	0,0 %

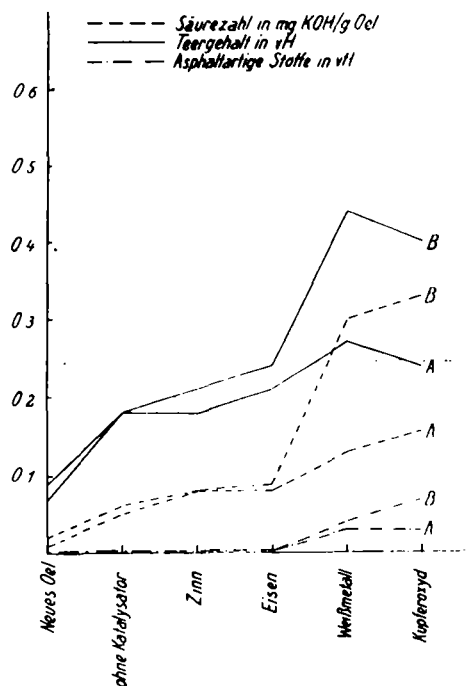
Art und Ausführung der Alterungsversuche. Es wurde der Oxydationsverlauf in den Ölen ohne und mit Katalysatoren, ferner bei verschiedenen Temperaturen, ohne und mit Sauerstoffblasen, trocken und bei Gegenwart von Wasser beobachtet.

Als Katalysatoren wurden solche Stoffe verwendet, die auch im Betrieb bei erhöhter Temperatur auf das Öl einwirken, und zwar: Eisen, Zinn, Messing, Weißmetall, Kupfer, Kupferoxyd und z. T. Blei<sup>2)</sup>.



1. Veränderung von Turbinenölen durch Oxydation (70h O<sub>2</sub>) bei 120° ohne und mit verschiedenen Katalysatoren.

Als Versuchstemperatur wurde zunächst 120° gewählt, um gute Vergleichsmöglichkeiten mit den Ergebnissen der Schiedsmethode (70 Stunden, 120°, Sauerstoff) zu haben (Kurvenblatt 1). Später wurde bei 100° oxydiert (Kurvenblatt 2). Das geschah erstens, um die Versuchsfehler zu verkleinern, denn bei erhöhter Temperatur haben geringe Unterschiede in der Einhaltung derselben (örtliche Überhitzungen usw.) sowie anderweitige kleine Versuchsverschiedenheiten natürlich



2. Veränderung von Turbinenölen durch Oxydation (70h O<sub>2</sub>) bei 100° ohne und mit verschiedenen Katalysatoren.

einen viel größeren Einfluß als bei 100°<sup>3)</sup>, welche Temperatur auch stets mühelos und dauerhaft konstant gehalten werden kann (bei der unten beschriebenen Versuchsanordnung liegt die Temperatur im Öl stets gleichmäßig zwischen 99,6 und 100°). Zweitens wurde die Temperatur von 100° gewählt, um nicht durch zu große Entfernung von den Temperaturen des praktischen Betriebes ein schiefes Bild von einem untersuchten Öl zu bekommen, dadurch, daß das betreffende Öl bei höheren Temperaturen, denen es ja in Wirklichkeit im Betrieb niemals ausgesetzt ist, etwa einen besonders steilen Anstieg seiner Alterungsprodukte erfährt oder bereits merkliche Mengen dieser Stoffe flüchtig werden, wie das ja oft zu beobachten ist.

Ergebnisse der Alterung. Von den neuen und gealterten Ölen wurde festgestellt: Dichte, Viscosität, Emulgierbarkeit, Säurezahl, Teergehalt, asphaltartige Stoffe, Säurezahl der Teere, und, soweit es die Menge zuließ, Säurezahl der asphaltartigen Stoffe.

Die Dichten veränderten sich bei allen untersuchten Bedingungen wenig, so daß daraus keine Schlüsse auf die Alterungsgeschwindigkeit gezogen werden konnten.

<sup>2)</sup> Die Versuche wurden mit etwa 0,5 mm dicken Blechen von 40 × 50 qmm Größe ausgeführt, die, zu einem nicht ganz geschlossenen Zylinder gerollt, in das Öl gelegt wurden. Die Metallbleche waren geschmiegelt, außer den Kupferblechen, die mit Methylalkohol reduziert wurden. Das verwendete Lagermetall hatte etwa die folgende Zusammensetzung:

Zinn	78%	Antimon	13%
Kupfer	6%	Blei	3%

<sup>3)</sup> Siehe z. B. Studie über Prüfung der Transformatoröle vom Verband für die Materialprüfung in der Technik, Heft 77, Seite 20.

Ebenso war die Änderung der Viscositäten gering und nicht ganz gleichmäßig.

Die Prüfung auf Emulgierbarkeit zeigte trotz möglichst gleichmäßiger Versuchsausführung starke Schwankungen in den Ergebnissen und auch keinen Zusammenhang mit der übrigen etwa eingetretenen Ölverschlechterung. Ja, gerade sehr stark, z. B. durch Kupfer, verschlechterte Öle schieden sich oft verhältnismäßig leicht vom Wasser. Nur bei positivem Ausfall der Probe an neuem Öl ist die Verwendung des Öles als bedenklich zu bezeichnen.<sup>4)</sup>

Der Einfluß der Oxydation auf Säurezahl, Teergehalt und Schlamm (asphaltartige Stoffe) ist aus den Kurvenblättern 1 und 2 ersichtlich.<sup>5)</sup> Die dort angegebenen Werte sind Mittelwerte von meist wenigstens drei Versuchen mit guter Übereinstimmung.

Säurezahl und Teerzahl zeigten stets paralleles Ansteigen während der Alterung. Bei katalytisch beeinflusster Oxydation erfolgt das Ansteigen schneller als ohne Katalysator, und zwar ist die Beschleunigung bei den Ölen verschieden. Auch die erst von einem gewissen Teergehalt an auftretenden asphaltartigen Schlammstoffe gehen mit obigen Zahlen etwa parallel.

Mit der Zunahme des Teeres steigt auch dessen Säurezahl (Wachsen von 20–30 auf 80 und höher, wie es auch bei alten Ölen aus dem Betrieb zu beobachten ist). Die Säurezahlen der asphaltartigen Stoffe schwanken stark, sie liegen viel niedriger (15–35) als die der Teere und zeigen kaum Regelmäßigkeiten, was allerdings zum Teil auf die bei den geringen Mengen unvermeidlichen Versuchungenauigkeiten zurückzuführen sein mag. Die aus den Säurezahlen des Teers und Asphalts auf die betreffende Ölmenge berechnete Säurezahl stimmt ungefähr mit der direkt gefundenen überein; auch das ist oft mit großer Genauigkeit bei alten Ölen aus dem Betrieb der Fall. Man erhält also schon durch die bloße Bestimmung der Säurezahl des oxydierten Öles<sup>6)</sup> einen Maßstab seiner Alterung, womit allerdings noch nichts über den Anteil der besonders schädlichen unlöslichen Schlammstoffe gesagt werden kann.

Führt man bei Gegenwart von Metallen die Oxydation bei gleichzeitiger Gegenwart von Wasser im Oxydationsgefäß durch, so kann man feststellen, daß der Verlauf der Alterung durch das Wasser sehr erheblich verlangsamt wird.

Die Alterung der Öle bei Gegenwart von Katalysatoren ohne Sauerstoffeinleiten zeigt qualitativ dasselbe Bild wie mit Sauerstoff (Verschiedenheit der Öle), nur geht die Verschlechterung langsamer vorstatten, so daß für eine praktische Methode die Versuchsdauer zu lang wäre.

In der Kälte finden in den beobachteten Zeiträumen (bis 120 Stunden) keine meßbaren Veränderungen durch Katalysatoren statt.

<sup>4)</sup> Siehe auch „Dauerversuche“, S. 31 und 38.

<sup>5)</sup> Die Bestimmung der Säurezahl erfolgte unter Benutzung von Alkaliblauf mit  $n/20$ -alkoholischer Kalilauge, und zwar aus 10 g der gut durchgeschüttelten Gesamtmenge. Die Bestimmung der Teerzahl wurde nach der üblichen Methode mit Kiblingscher Lauge ausgeführt. Ein Ausziehen der alkoholisch-wäßrigen Schicht mit Petroläther erfolgte nicht, aber, um Öltrübungen zu vermeiden, wurde die Schicht durch ein trockenes „Weißbandfilter“ mit wenig trockenem Asbest in der Spitze filtriert. Die Bestimmung der asphaltartigen Stoffe geschah durch 24stündiges Stehenlassen von 20 g des gut gemischten Öles mit 100 ccm Normalbenzin, Abfiltrieren, Lösen in Benzol usw.

<sup>6)</sup> Nämlich der Gesamtmenge von gelösten und ungelösten Ölbestandteilen.

**Einfluß der Katalysatoren.** Vergleicht man die Ergebnisse der verschiedenen Alterungsversuche miteinander (siehe Kurvenblätter 1 u. 2), so erkennt man deutlich, daß der Einfluß der Katalysatoren nicht nur allgemein die Oxydation beschleunigt, sondern, daß diese Beschleunigung bei den verschiedenen Ölen in sehr verschiedenem Maße erfolgt. Und zwar zeigt sich das Öl, das gegen irgendein Metall empfindlicher war als das andere Öl, auch gegen alle anderen untersuchten Metalle empfindlicher. Man kann also von einer größeren Metallempfindlichkeit mancher Öle sprechen.

Die Wirkungen verschiedener Metalle auf dasselbe Öl sind natürlich voneinander stark verschieden. Wie ersichtlich, ist der Einfluß von Eisen und Zinn geringfügig gegenüber den kupferhaltigen Metallen. Einige Kupferwerte fielen ganz aus dem Rahmen und wurden nicht berücksichtigt (siehe auch weiter unten). Der Einfluß von Blei bewirkt ganz andere als die üblichen Ölveränderungen (großer Anstieg der Säurezahl und Teerzahl bei klar und hell bleibendem Öl); die Versuche mit diesem Katalysator konnten noch nicht abgeschlossen werden.

**Versuche mit Kupferoxyd.** Für die Prüfung von Ölen auf Alterungsfähigkeit ist oxydiertes Kupferblech als Katalysator gut geeignet<sup>7)</sup>. Er gibt die verschiedene Empfindlichkeit von Ölen gegenüber den im Betrieb einwirkenden Metallen naturgetreu wieder und liefert leicht reproduzierbare Ergebnisse mit guter Übereinstimmung. Die immer wieder auftretenden Verschiedenheiten der Resultate bei Verwendung von reinem Kupfer (auch wenn es scheinbar gleicher Herkunft und gleich behandelt ist)<sup>8)</sup> sowie die schwer kontrollierbaren Verschiedenheiten der Oberflächenbeschaffenheit von Kupfergefäßen (Schweizer Methode) werden dadurch vermieden. Geringe Unterschiede in der Größe des Bleches und in der Geschwindigkeit des Sauerstoffstromes<sup>9)</sup> beeinflussen das Resultat nicht.

Als Zeitdauer der Oxydation sind wieder 70 Stunden geeignet, da sich bis dahin die auftretenden Veränderungen klar gezeigt haben. Insbesondere ist bei allen minderwertigen Ölen bis dahin die Ausscheidung unlöslicher, asphaltartiger Schlammstoffe in genügendem Maße erfolgt.

Zur Untersuchung der voraussichtlichen Alterungsfähigkeit von Turbinenölen wird folgende Methode vorgeschlagen:

125 g Öl werden 70 Stunden lang in einem 250–300 ccm fassenden Erlenmeyer-Kolben in einem kochenden Wasserbad erhitzt, das zugedeckt ist und nur den Kolbenhals hervorragen läßt. Die Wasseroberfläche soll wenigstens 10 mm höher als die Öloberfläche sein. In das Öl wird ein rundgebogenes geglähtes und an der Luft beim Abkühlen oxydiertes Kupferblech von 40 × 50 qmm Größe und etwa 0,5 mm Dicke gelegt. Der Kolben ist mit einem doppelt durchbohrten Korkstopfen verschlossen, der zwei Glasrohre von 3 mm l. W. zum Ein- und

<sup>7)</sup> Es wird folgendermaßen hergestellt: Ein etwa 0,5 mm dickes Kupferblech 40 × 50 qmm wird fast zu einem Zylinder gerollt, man erwärmt das Blech auf helle Rotglut und läßt es an einem luftigen Ort erkalten. Das Glühen wird vor der ersten Benutzung noch ein bis zweimal wiederholt, bei weiterer Benutzung genügt einmaliges Glühen des mit Benzin von anhaftenden Ölresten befreiten Bleches und luftiges Abkühlenlassen. Ein so behandeltes Blech kann immer wieder benutzt werden. Man erzielt durch diese etwas grobe Behandlung auch bei Blechen von ursprünglich verschiedener Beschaffenheit eine stets gleichmäßige Wirksamkeit der Oberfläche.

<sup>8)</sup> Siehe z. B. Arbo H o e g, Bemerkungen zur italienischen Analysenmethode zur Beurteilung von Transformatorenölen (Allg. Öl- u. Fett-Ztg. 24, 463).

<sup>9)</sup> Siehe auch „Studien“, S. 21.

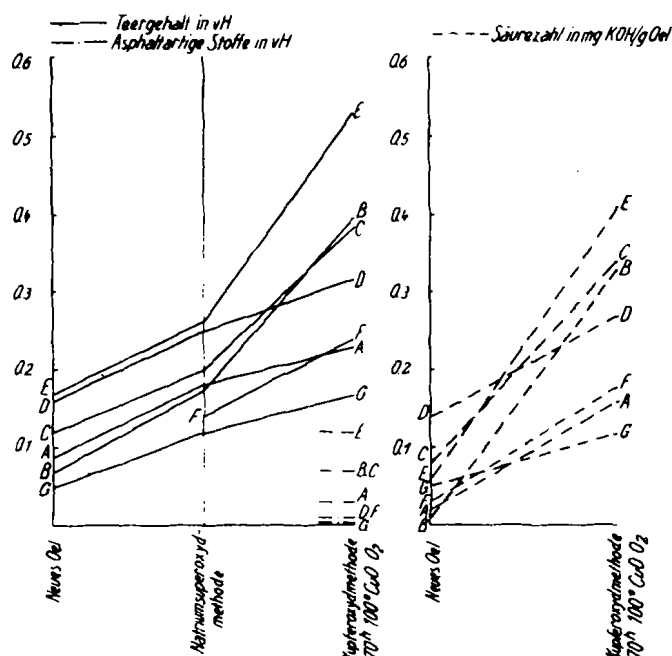
Ausleiten von trockenem, reinem Sauerstoff (Linde-Verfahren) enthält. Aus dem kurz über dem Boden endigenden Einleitungsrohr sollen zwei Blasen Sauerstoff in der Sekunde austreten.

Nach Verlauf von 70 Stunden wird das Öl auf Säurezahl, Teergehalt und asphaltartige Stoffe untersucht.

Zur Kennzeichnung der Genauigkeit der Methode seien einige meist zu verschiedenen Zeiten ausgeführte Parallelversuche angeführt:

Bezeichnung des Öles	Kupferoxydzahlen.		
	Säurezahl mg KOH/g Öl	Teer %	Asphalt %
A	0,17	0,23	0,02
	0,16	0,24	0,03
	0,16	0,23	0,04
	0,17	0,23	0,03
	Durchschnitt 0,16	0,23	0,03
B	0,31	0,39	0,06
	0,34	0,41	0,07
	0,32	0,42	0,07
	Durchschnitt 0,33	0,40	0,07
H	0,70	0,66	0,22
	0,67	0,64	0,19
	Durchschnitt 0,69	0,65	0,21
G	0,12	0,16	0,00
	0,11	0,17	0,00
	Durchschnitt 0,12	0,17	0,00
P (gebrauchtes Öl)	1,26	1,53	0,12
	1,29	1,60	0,12
	Durchschnitt 1,28	1,57	0,12

Anwendung der „Kupferoxydmethode“. Die beschriebene Methode wurde auf einige Öle, deren Verhalten im Betrieb z. T. bekannt war, angewendet, und die Ergebnisse standen in gutem Einklang mit den



3 a. Veränderung verschiedener Turbinenöle durch Oxydation ohne Katalysator und nach der Kupferoxydmethode.

Betriebserfahrungen. Die Kurvenblätter 3 a und 3 b zeigen die verschiedene Empfindlichkeit einiger Öle bei der Oxydation ohne und mit Katalysator.

Auf dem Blatt 3 a sind: A und B die Versuchsöle von den Blättern 1 und 2, C und E sind Öle unbekannter Herkunft, F, G und (wahrscheinlich auch) D sind russische Öle<sup>10)</sup>.

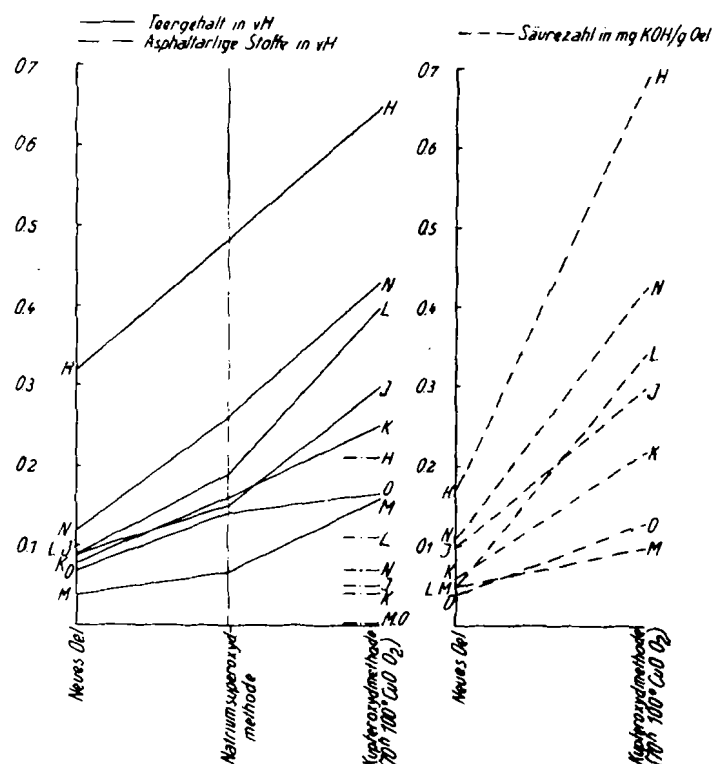
Ohne Katalysator veränderten sich alle Öle etwa gleichmäßig. Die Verteerungszahlen (Superoxydmethode) liegen verhältnismäßig dicht zusammen und alle unter

<sup>10)</sup> Das Öl D scheint schon etwas gebraucht zu sein.

0,3. Die Ergebnisse der Schiedsmethode sind ähnlich. Verteert man die Öle mit dem Katalysator, so erkennt man, daß drei der Öle (E, B und C) besonders stark zur Verschlechterung neigen, während die vier anderen (D, F, A und G) gegen katalytische Einflüsse recht widerstandsfähig sind.

In der Tat haben sich nun die Öle E und C im Betrieb schlecht bewährt, obgleich sie, ohne Katalysator oxydiert, nicht anormale Veränderungen zeigen. Öl E neigte schon nach kurzer Betriebszeit zu erheblichen Schlammabsonderungen. Und auch von Öl C liegt außer dem neuen Muster eine Probe nach (zeitlich leider nicht genau definiertem) Gebrauch vor, die einen völlig verbrauchten Zustand erkennen läßt. Säurezahl 4,5; Teergehalt 3,5%; starke Schlammabsonderung; 0,5% in Normalbenzin unlösliche Stoffe.

Im Gegensatz hierzu stehen die Öle D, F und G: Die ohne Katalysator bestimmte Verteerungszahl von D ist zwar noch höher als die von C, aber die Empfindlichkeit des Öles D gegen katalytische Einflüsse ist gering (fast gar keine Asphaltbildung). Die Zunahme von Säurezahl und Teergehalt ist klein. Wenn trotzdem diese Zahlen eine gewisse Höhe haben, so hängt das damit zusammen, daß die zur Verfügung stehende Probe, wie gesagt, anscheinend nicht ganz neu war. Das gute Verhalten des Öles bei katalytisch beschleunigter Oxydation steht im Einklang mit den Betriebserfahrungen, nach denen sich das Öl D lange Zeit hindurch ganz vorzüglich bewährt



3 b. Veränderung verschiedener Turbinenöle durch Oxydation ohne Katalysator und nach der Kupferoxydmethode.

haben soll. Auch das russische Öl F zeigt sich gegen katalytische Einflüsse relativ beständig. Es stimmt also auch dieses Öl in seinem Verhalten damit überein, daß man im allgemeinen mit russischen Ölen gute Erfahrungen gemacht hat. Das Öl G (auch russischen Ursprungs) hat sich bei der Oxydation sehr wenig verändert (siehe das geringe Ansteigen der Säurezahl und das gänzliche Fehlen der Schlammabsonderung). Auch im Betrieb hat sich das Öl gut bewährt. Es zeigte nach 5000stündigem Betrieb eine Säurezahl von 0,40, einen Teergehalt von 0,65% und war völlig klar geblieben.

Auf dem Kurvenblatt 3b erkennt man gleichfalls die Empfindlichkeit bestimmter Öle gegen Metalle; während z. B. die Öle L und O ursprünglich und auch nach der Oxydation ohne Katalysator einander sehr ähnlich sind, zeigen sie bei Verwendung von Kupferoxyd erhebliche Unterschiede in der Widerstandsfähigkeit gegen oxydative Einflüsse.

Als Anforderungen, die an gute, nach der beschriebenen Methode geprüfte Turbinenöle zu stellen wären, könnte man folgende Höchstwerte in den oxydierten Ölen vorschlagen:

Säurezahl . . . . .	bis 0,2
Teergehalt . . . . .	„ 0,25%
Asphaltartige Stoffe . . . . .	„ 0,05%

Die angegebene Methode (125 g, 70 Stunden, 100°, Kupferoxyd, Sauerstoff) nähert sich nach Möglichkeit den Bedingungen, denen die Öle im Betrieb ausgesetzt sind. Sie hat außerdem den Vorzug leichter Ausführbarkeit (keine Temperaturregulierung usw.) und guter Reproduzierbarkeit. Die Methode dürfte sich auch auf andere Öle übertragen lassen; sie scheint in guter Übereinstimmung

mit den Betriebserfahrungen besser als bisher ein Urteil über die voraussichtlichen Alterungserscheinungen (Lebensdauer) der Öle zu erlauben.

Weitere vergleichende Untersuchungen zwischen den Ergebnissen dieser Methode und den Betriebserfahrungen sowie über den Einfluß verschiedener Versuchsbedingungen (Zeitdauer, Gegenwart von Wasser, Katalysatoren usw.) bei der Oxydation von Turbinenölen werden noch angestellt.

**Zusammenfassung:** Es wird an Beispielen gezeigt, daß eine künstliche Alterung von Turbinenölen ohne Katalysatoren nicht geeignet ist, über das voraussichtliche Verhalten der Öle im Betrieb richtige Angaben zu machen. Die Anwendung von Metallen bei der Oxydation ist notwendig, und zwar nicht nur zur Beschleunigung der Reaktion, sondern um die spezifische Metallempfindlichkeit jedes Öles beurteilen zu können. Es wird eine geeignet erscheinende Oxydationsmethode vorgeschlagen, die nach dieser erzielten Ergebnisse werden mit den praktischen Erfahrungen verglichen, und es wird gute Übereinstimmung festgestellt. [A. 138.]

## Methodik der quantitativen chemischen Analyse durch Röntgen-Emissions-Spektren II\*).

Von Prof. Dr. phil. HUGO STINTZING.

(Aus dem Physik.-chem. Institut der Universität Gießen.)

Zweiter spezieller Teil: Praktische Ausführung des Verfahrens.

**Inhalt:** IV. Einrichtungen und Ausführung des Verfahrens. 1. Allgemeine vakuumtechnische Einrichtungen. 2. Spezielle mechanische und vakuumtechnische Einrichtungen. 3. Röntgentechnische Einrichtungen. 4. Berechnung und Vorbereitung des Analysen- und Vergleichsmaterials. 5. Aufnahme und Auswertung. — V. Zusammenfassung: Leistungen und Aussichten des Verfahrens.

(Eingeg. Februar 1928.)

IV. 1. Nachdem wir im ersten Teil Aufgabe, Grundlagen, Fehler und ihre Behebung kennengelernt haben, möge nun die praktische und technische Ausführung an Hand einiger Beispiele und Abbildungen dargelegt werden. Nähere Einzelheiten, Literatur und Bezugsquellen werden in der genannten Arbeit mit Fuchs folgen.

IV. 2. Für die speziellen Zwecke der quantitativen Analyse nach dem Dreh-Anoden-Verfahren ist eine

durch Differential-Spindeln vorgeschoben und von einem Messer innerhalb der Röhre zwischen jeder Exposition abgeschabt werden. Vorn wird sie durch ein Walzenlager geführt, hinten durch den Schliff. Doch wird dieser Schliff durch ein einstellbares Kugellager (Abb. 7) fixiert und so weit entlastet, daß ein Festlaufen des Schliffes nicht mehr vorkommt. Die Dichtung wird durch ein spezielles Gummifett in einer besonderen Kapsel bewirkt. Um die innere Spindel und die sie kon-

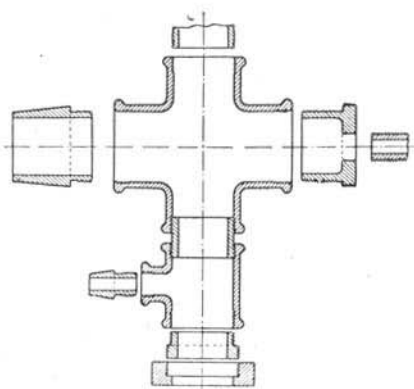


Abb. 1. Analytische Röntgenröhre Einzelteile (Normal-Fittings).

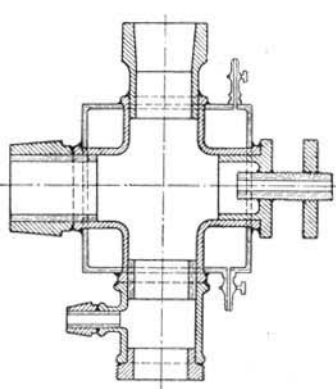


Abb. 2. Zusammengeschweißte, mit Kühlmantel.

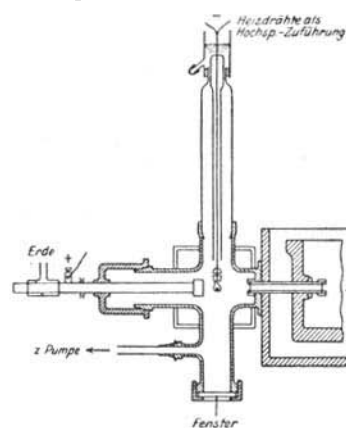


Abb. 3. Betriebsfertige Röhre am Spektrographen.

Spezial-Röntgen-Röhre erforderlich. (Abb. 1—4.) Sie kann aus Normal-Fittings (Schmiedeeisen) zusammengesetzt werden und ist mit einer besonderen Glühkathode versehen, welche ein schnelles Auswechseln verbrannter Glühdrähte ermöglicht (Abb. 4). Einen besonders wichtigen und sorgfältig ausgearbeiteten Teil stellt die Dreh-Anode dar (Abb. 5 u. 6). Sie trägt vorn die sechs Stäbe, welche um die Längsachse rotieren und

zentrisch umgebende Dreh-Anode mit verschiedenen Geschwindigkeiten von außerhalb mit der Sicherheit eines Uhrwerkes zu betreiben, wird eine Drehstuhl-Einrichtung (Lorch und Schmidt, Frankfurt/M.) verwendet. Man kann durch Wechselläder jeden beliebigen Vorschub je nach der Verdampfbarkeit des Materials einschalten (Abb. 8).

IV. 3. Was die Röntgen-Anlage betrifft, so bewährte sich zwar eine Gleichspannungs-Anlage der Si-Re-Va mit Glühventilen in Delong-Schaltung, welche 140 Kilo-

\* Vgl. Ztschr. angew. Chem. 41, 1173 [1928].