

Prüfung von Paraffin

Bestimmung der Nadelpenetration

DIN
51 579

Testing of petroleum waxes; determination of needle penetration
 Essais des paraffines et cires; détermination de la pénétrabilité à l'aiguille

Diese Norm ist in Anlehnung an die Method D 1321-61 T der American Society for Testing and Materials (ASTM), Philadelphia, Pa., USA, aufgestellt (zu beziehen durch den Deutschen Normenausschuß).

Maße in mm

1. Anwendungsbereich

Paraffine (Kohlenwasserstoffwaxe aus Erdöl, Kohle, Schiefer) mit einer Nadelpenetration bis 250 Zehntel-Millimeter

Anmerkung: Abweichend von ASTM D 1321-61 T ist es in Deutschland üblich, Proben mit Nadelpenetrationen über 150 Zehntel-Millimeter nicht nach dieser Norm, sondern nach DIN 51 580 „Prüfung von Paraffin, Bestimmung der Konuspenetration“ zu untersuchen.

2. Zweck der Bestimmung

Beurteilung und Kennzeichnung der Brauchbarkeit von Paraffinen für bestimmte Verwendungszwecke

3. Begriffe

Unter Penetration wird das Eindringen eines Prüfkörpers in den zu prüfenden Stoff verstanden.

Unter Nadelpenetration als empirischem Maß für die Härte von Paraffinen wird die Einsinktiefe einer Prüfnadel in Zehntel-Millimeter in die Probe unter den Bedingungen dieser Norm verstanden.

4. Maßeinheit

Zehntel-Millimeter (0,1 mm)

5. Kurzbeschreibung des Verfahrens

Die Probe wird auf etwa 15 grd oberhalb ihres Erstarrungspunktes am rotierenden Thermometer erwärmt, in einen Prüfzylinder eingegossen, unter vorgeschriebenen Bedingungen auf 25 °C gekühlt und im Wasserbad auf die Prüftemperatur – allgemein üblich 25 °C – temperiert. Unter Wasser wird dann bei der Prüftemperatur, die bis auf $\pm 0,1$ grd konstant gehalten wird, mit einem Penetrometer die Einsinktiefe einer belasteten und temperierten Prüfnadel (Gesamtgewicht 100 g) während einer Prüfdauer von 5 Sekunden bestimmt.

6. Probenahme

Nach DIN 51 594

7. Geräte

7.1. Penetrometer

Das Penetrometer (siehe Bild 1) besteht aus einem Tisch für die Aufnahme des mit der Probe gefüllten Prüfzylinders, einer senkrechten Säule mit höhenverstellbarer senkrechter

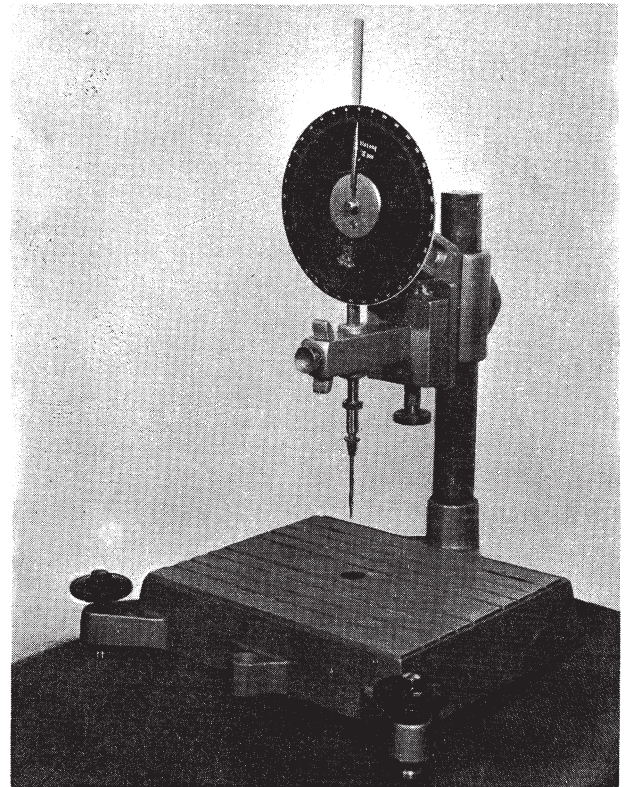


Bild 1. Penetrometer mit Prüfnadel

Halterung für die Nadelführungsstange und Ableseeinrichtung. Geeignet ist jedes Penetrometer, das ein Gleiten der Nadelführungsstange in der Führung ohne merkliche Reibung und das Ablesen der erreichten Einsinktiefe in Zehntel-Millimeter erlaubt.

Das Penetrometer soll mit Stellschrauben und einer Libelle versehen sein; es soll eine Feineinstellung haben, mit der die Prüfnadelspitze genau auf die Oberfläche der Probe aufgesetzt werden kann, wobei die Ableseeinrichtung auf die Nullmarke gestellt wird. Die Ableseeinrichtung umfaßt einen Bereich von 0 bis mindestens 250 Zehntel-Millimeter.

Es darf auch eine am Penetrometer angebrachte automatisch wirkende Einrichtung verwendet werden, die mit dem Freigeben der Arretierung die Nadelführungsstange und eine Stoppuhr gleichzeitig in Gang setzt und beide nach der vorgeschriebenen Zeitspanne von 5 Sekunden $\pm 0,1$ Sekunden wieder anhält.

Fortsetzung Seite 2 und 3
 Erläuterungen Seite 3

Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNM) im Deutschen Normenausschuß (DNA)
 Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung des FNM

7.2. Prüfnadel

Die Prüfnadel nach Bild 2 soll aus nichtrostendem Rundstahl hergestellt sein. Nach Fertigstellen des Kegels wird die Spitze senkrecht zur Achse abgeschliffen, so daß ein Kegelsumpf entsteht. Die fertig geformte Nadel wird dann gehärtet und feinstpoliert. Die Rockwellhärte HRC nach DIN 50 103 soll 57 bis 60 betragen, die Rundlaufabweichung des Kegels bei Aufnahme des Schaftes in einem Prisma höchstens 0,013 mm, gemessen an der Basis und an der Spitze des Kegels.

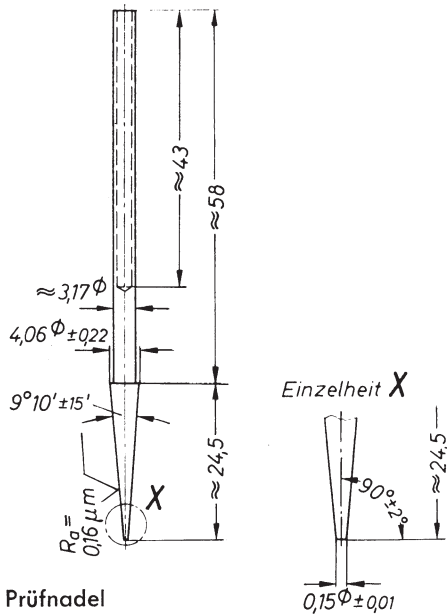


Bild 2. Prüfnadel

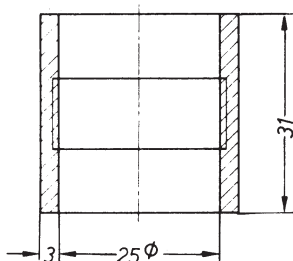
Das Gewicht der Prüfnadel soll $2,5 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$ und das der Führungsstange $97,5 \text{ g} \pm 0,1 \text{ g}$ betragen.

Anmerkung: Führungsstangen, die zugleich für die Bestimmung der Konuspenetration nach DIN 51 580 dienen und ein Gewicht von $47,5 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$ haben, erhalten ein aufsetzbares Zusatzgewicht von $50 \text{ g} \pm 0,05 \text{ g}$.

Es wird empfohlen, nur Prüfnadeln, die durch die Physikalisch-Technische Bundesanstalt, Berlin oder Braunschweig, geprüft worden sind, zu verwenden. Bei Schiedsanalysen dürfen nur solche geprüften Nadeln benutzt werden.

7.3. Prüfzylinder

Der Prüfzylinder nach Bild 3 aus Messing ist beiderseits offen. In die innere Wandfläche des Zylinders sind zum Verhindern des Herausrutschens der Probe einige Gewindegänge eingeschnitten. Die radiale Auflagefläche des Prüfzylinders muß plangeschliffen sein.

Bild 3.
Prüfzylinder

7.4. Bodenplatte zum Prüfzylinder

Als Bodenplatte wird eine ebene Glasplatte $65 \text{ mm} \times 40 \text{ mm} \times \text{etwa } 6 \text{ mm}$ oder eine Messingplatte $65 \text{ mm} \times 40 \text{ mm} \times 6 \text{ mm}$ verwendet. Zur Bodenplatte gehören einige flache Korkstücke, die entsprechend Abschnitt 8.1 verwendet werden.

7.5. Thermostat

Wasserbad von mindestens 10 l Inhalt, für Temperaturen zwischen 20 und 55°C auf $\pm 0,1$ grad regelbar

Der Behälter für das Wasserbad besteht entweder ganz aus Glas oder besitzt, falls aus Blech gefertigt, ein Fenster aus Glas, durch das die Probe waagrecht von der Seite beobachtet werden kann. Zum Wasserbad gehört ein festes perforiertes Gestell, auf dem der Prüfzylinder bei der Durchführung der Bestimmung etwa 50 mm unter der Wasseroberfläche steht. Die Tiefe des Wasserbades ist so zu bemessen, daß der Prüfzylinder beim Temperieren (siehe Abschnitt 8.2) mindestens 100 mm tief im Wasser eintaucht, wenn er 50 mm über dem Boden des Wasserbades auf einer perforierten Unterlage steht.

Soll der Thermostat auf den Tisch des Penetrometers gestellt werden, können auch kleinere Wasserbäder verwendet werden, falls sie eine ausreichende Wasserzirkulation oberhalb und unterhalb der Probe sowie das geforderte Konstanthalten der Prüftemperatur gewährleisten.

7.6. Stoppuhr

Teilung in 1/10 s

7.7. Thermometer

Teilung in $0,1$ grad, volleintauchend justiert. Sollte das Thermometer nicht volleintauchend benutzt werden, so muß mit Fadenkorrektur gearbeitet werden.

8. Vorbereitung der Bestimmung

8.1. Füllen des Prüfzylinders

Die Bodenplatte wird, damit ein Festkleben der erstarrenden Probe an ihr verhindert wird, mit einer Mischung aus gleichen Volumenteilen Glycerin und Wasser oder mit einer Mischung von Siliconöl (mit einer dynamischen Viskosität von etwa 300 cP bei 20°C) und Leichtbenzin (2 g auf 100 ml) eingerieben. Auf die so behandelte Bodenplatte kann, gegebenenfalls nach Verdampfen des Benzins, sofort der Prüfzylinder gestellt werden. Bodenplatte und Prüfzylinder werden dann in einen zugluftfreien Raum mit konstanter Temperatur von $25^\circ\text{C} \pm 2$ grad gebracht. Einige flache Korkstücke werden unter die Bodenplatte gelegt.

Die Probe wird auf etwa 15 grad über ihren Erstarrungspunkt am rotierenden Thermometer (siehe DIN 51 556) erwärmt, wobei örtliches Überhitzen zu vermeiden ist. Falls die Probe dann noch nicht klar geschmolzen ist, muß sie so lange weiter erwärmt werden, bis die Schmelze klar ist. Die — gegebenenfalls durch Rühren blasenfrei gemachte — Schmelze wird in dem temperaturkonstanten Raum in den Prüfzylinder bis zur Bildung eines konvexen (erhabenen) Meniskus gegossen.

Nach einer Stunde wird eine über dem oberen Rand des Prüfzylinders etwa überstehende Kuppe (Überhöhung) der Probe mit einem angewärmten Messer abgeschnitten. Ein in der Oberfläche der Probe entstandener Krater wird dagegen nicht verändert und nicht vollgegossen.

8.2. Temperieren des gefüllten Prüfzylinders

Der Prüfzylinder wird von der Bodenplatte gelöst und 50 mm über dem Boden des Wasserbades eine Stunde lang mit der glatten spiegelnden Bodenfläche nach oben in den Thermostaten gestellt.

Die Wasserbad-Temperatur soll die gleiche wie die spätere Prüftemperatur sein. Sie beträgt im allgemeinen $25^\circ\text{C} \pm 0,1$ grad, kann aber auch zwischen 20°C und 55°C liegen. Auch diese Temperaturen müssen bis auf $\pm 0,1$ grad konstant gehalten werden, wobei eine Korrektur bezüglich des herausragenden Thermometerfadens zu berücksichtigen ist.