

|                   |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               |                                         |
|-------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
|                   | <p>Prüfung von Mineralölerzeugnissen</p> <p><b>Bestimmung des Verdampfungsverlustes</b></p> <p>Teil 1: Verfahren nach Noack</p>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                               | <p><b>DIN</b></p> <p><b>51581-1</b></p> |
| <p>ICS 75.080</p> | <p>Testing of petroleum products — Determination of evaporation loss —<br/>Part 1: Noack test</p> <p>Essais des produits pétroliers —<br/>Détermination de la perte de l'évaporation — Partie 1: Méthode de Noack</p> <p><b>Vorwort</b></p> <p>Die vorliegende Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 614 „Gaschromatographische Analyse“ für den Arbeitsausschuss NMP 661 „Prüfung von Schmierölen, sonstigen Ölen und Paraffinen“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.</p> <p>DIN 51581 „Prüfung von Mineralölerzeugnissen – Bestimmung des Verdampfungsverlustes“ besteht aus:</p> <ul style="list-style-type: none"><li>– Teil 1: Verfahren nach Noack (z. Z. Entwurf)</li><li>– Teil 2: Gaschromatographisches Verfahren</li></ul> <p><b>Änderungen</b></p> <p>Gegenüber DIN 51581:1983-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:</p> <ul style="list-style-type: none"><li>a) Titel wurde DIN 51581-2 angepasst;</li><li>b) Methode nach CEC L-40-A-93 wurde übernommen;</li><li>c) Norm redaktionell überarbeitet und Zitate aktualisiert.</li></ul> <p><b>Frühere Ausgaben</b></p> <p>DIN 51581: 1958-01, 1977-08, 1983-09</p> <p>Fortsetzung Seite 2 bis 14</p> <p>Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.<br/>Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP</p> | <p>Ersatz für<br/>DIN 51581:1983-09</p> |

## 1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung des Verdampfungsverlustes von Schmierölen unter Verwendung des Prüfgerätes nach Noack fest. Die Norm bezieht sich auf eine festgelegte Kombination von Betriebsparametern, sie kann jedoch, wenn nötig, an andere Versuchsbedingungen angepasst werden.

## 2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 12785, *Laborgeräte aus Glas – Laborthermometer für besondere Zwecke*.

DIN EN 573-3, *Aluminium und Aluminiumlegierungen – Chemische Zusammensetzung und Form von Halbzeug – Teil 3: Chemische Zusammensetzung; Deutsche Fassung EN 573-3:1994*.

DIN EN 573-4, *Aluminium und Aluminiumlegierungen – Chemische Zusammensetzung und Form von Halbzeug – Teil 4: Erzeugnisformen; Deutsche Fassung EN 573-4:1994*.

DIN EN ISO 4259, *Mineralölerzeugnisse – Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren (ISO 4259:1992 + Cor 1:1993); Deutsche Fassung EN ISO 4259:1995*.

ISO 5272:1979, *Toluene for industrial use – Specifications*.

## 3 Begriff

Für die Anwendung dieser Norm gilt der folgende Begriff:

### 3.1

#### **Verdampfungsverlust**

Massenanteil der Probe in Prozent, der nach dieser Norm bestimmt wird

ANMERKUNG Der Verdampfungsverlust wird als Massenanteil in Prozent angegeben.

## 4 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Eine Schmierölprobe wird in einen Verdampfungstiegel eingewogen, der dann 60 min auf 250 °C erhitzt wird. Hierbei wird ein konstanter Luftstrom durch den Tiegel gesaugt. Die Gewichtsabnahme des Schmieröles wird gemessen. Die Vergleichbarkeit der Ergebnisse hängt von der strikten Einhaltung des Geräteaufbaus und der Versuchsdurchführung ab. Die Verwendung automatisierter Geräte ist zugelassen, solange diese den Anforderungen dieser Norm entsprechen.

## 5 Geräte

### 5.1 Allgemeines

Für die Prüfung wird die Prüfeinrichtung nach Bild 1 angewendet.

Die Verwendung automatisierter Geräte ist zulässig, wenn diese gleichwertige Ergebnisse zu der hier beschriebenen Apparatur liefern. Alle Geräte, z. B. Ausführung von Heizblock, Tiegel, Wärmekapazität usw., sowie alle Glasgeräte müssen mit den Festlegungen dieser Norm übereinstimmen.

## 5.2 Noack-Prüfgerät

Das Noack-Prüfgerät besteht aus folgenden Teilen:

### 5.2.1 Heizblock (siehe Bild 2)

Der Heizblock mit Schraubdeckel ist aus einer Aluminium-Legierung nach DIN EN 573-3 und DIN EN 573-4 gefertigt und gegen Wärmeverluste am Mantel und Boden isoliert. Der Heizblock wird elektrisch durch Boden- und Mantelheizung beheizt. Die Gesamtleistungsaufnahme der Heizungen muss ausreichen, um zu gewährleisten, dass der Heizblock die Prüftemperatur innerhalb von 3 min nach Teststart erreicht (siehe 9.9).

In der Mitte des Heizblockes befindet sich ein runder Hohlraum zur Aufnahme des Verdampfungstiegels. Der Zwischenraum zwischen Block und Tiegel wird mit Woodschem Metall ausgefüllt.

Zwei Riegel auf dem Block verhindern das Aufsteigen des Tiegels im Metallbad. Zwei weitere Löcher im gleichen Abstand von der Blockmitte sind für die Aufnahme der Thermometer bestimmt. Die Tiefe dieser Löcher soll zwischen 45 mm und 55 mm liegen, die exakte Tiefe auf 0,1 mm wird dabei durch die richtige Eintauchtiefe des Thermometers vorgegeben. Für das vorgeschlagene Thermometer beträgt die Tiefe der Löcher  $(48 \pm 1)$  mm.

### 5.2.2 Verdampfungstiegel mit Schraubdeckel (siehe Bild 3 bis Bild 10)

Der Verdampfungstiegel ist aus nichtrostendem Stahl hergestellt. Oberhalb des Auflageringes ist das Gewinde für den Deckel eingeschnitten. Der Deckel aus vernickelter Kupfer-Zink-Legierung wird gegen den Verdampfungstiegel durch eine innenliegende, konisch verlaufende Dichtfläche luftdicht abgeschlossen. Drei Düsen aus gehärtetem Stahl erlauben den Eintritt des Luftstromes durch den Deckel. Das nach abwärts gebogene Absaugrohr ist durch eine Verschraubung in der Deckelmitte mit dem Deckel verbunden und abgedichtet.

## 5.3 Waage, ablesbar auf 0,01 g.

## 5.4 Tiegelhalterung und Schraubenschlüssel

## 5.5 2-mm-Reibahle

## 5.6 Kugellagerkugel mit einem Durchmesser von 3,5 mm.

## 5.7 Thermometer, z. B. BE 1/40/260 nach DIN 12785.

## 5.8 Kontaktthermometer

**5.9 Y-Stück aus Glasrohr** mit einem Innendurchmesser von 4 mm (siehe Bild 1, (14)). Die aufrechten Schenkel mit einer Länge von je 45 mm müssen einen Winkel bilden, so dass der Schenkel zum Absaugrohr des Verdampfungstiegels und dieses Absaugrohr eine gerade Linie bilden. Der vertikale Schenkel ist 60 mm lang und an seinem Ende auf 45° abgeschrägt.

**5.10 Diverse Glasrohre** mit einem Innendurchmesser von 4 mm, auf 45° an den Enden abgeschrägt, die in die 2-l-Glasflaschen reichen.

**5.10.1 Das Ableitungsrohr** muss in einem Winkel von 80° gebogen sein. Der externe Schenkel dieses Rohres muss 50 mm, der in die 2-l-Glasflasche reichende Schenkel 100 mm lang sein. Die Gesamtlänge dieses Rohres beträgt somit 150 mm.

**5.10.2 Das Einleitungsrohr** muss in einem Winkel von 100° gebogen sein. Der externe Schenkel muss etwa 50 mm, der in die 2-l-Glasflasche reichende Schenkel 210 mm lang sein und 20 mm über dem Glasflaschenboden enden.

**5.10.3 Das Ableitungsrohr** aus der zweiten Glasflasche ist in einem Winkel von 90° gebogen. Der externe Schenkel muss etwa 50 mm, der in die Glasflasche reichende Schenkel 100 mm lang sein. Die Gesamtlänge dieses Ableitungsrohres beträgt somit etwa 150 mm.

**5.11 Zwei Glasflaschen** mit einem Volumen von je 2 l. Die Höhe des Flaschenkörpers (ohne Hals) sollte etwa 17 mm betragen. Die Hälse der Flaschen sind mit Gummistopfen verschlossen, in die, zur Aufnahme der Einlass- und Auslassrohre, entsprechende Löcher gebohrt wurden.

**5.12 Schrägrohr-Überdruckmessgerät**, ablesbar auf 0,02 mbar.

**5.13 T-Stück aus Glasrohr**, mit Entlüftungsventil.

**5.14 Vakuumpumpe**

**5.15 Stoppuhr**, ablesbar auf 0,2 s.

**5.16 Siliconschläuche** der Länge nach Bild 1 mit einem Innendurchmesser von 4 mm.

## 6 Prüfmateri al

**6.1 Woodsches Metall**, Zusammensetzung: (Angaben als Massenanteil):  
Bismut: 50 %, Blei: 25 %, Zinn: 12,5 %, Cadmium: 12,5 %, Schmelzpunkt: 70 °C.

**6.2 Toluol**, Grade 21 nach ISO 5272 oder anderes geeignetes Lösemittel zum Reinigen.

**6.3 Wattebausch**

**6.4 Feines Korundpulver**, beispielsweise Normalkorund der Körnung 240.

**6.5 Schutzhandschuhe**

**6.6 Reinigungspinsel**

**6.7 CEC-Referenzöl RL 172 oder RL 208<sup>1)</sup>**

Für diese Prüfung ist das CEC-Referenzöl RL 172 oder RL 208 zu verwenden. Für jedes Batch dieser Referenzöle (gekennzeichnet durch eine Laufzahl, z. B. RL 172/1) wird ein eigenes Datenblatt mit den gültigen Daten erstellt. Diese Öle sollten zu Referenzzwecken nur innerhalb von 5 Jahren nach Herstellung verwendet werden.

## 7 Kalibrierung der Apparatur

**7.1 Das Thermometer** sollte, gemäß üblicher Laborpraxis, etwa halbjährlich kalibriert werden.

**7.2 Die Kalibrierung** der gesamten Apparatur sollte regelmäßig durchgeführt werden. Bei ständiger Verwendung des Geräts sollte spätestens nach jeder 10. Prüfung ein Referenzlauf stattfinden, bei unregelmäßiger Nutzung sollte jeweils vor der ersten Probe eine Referenzmessung durchgeführt werden.

---

1) Über Bezugsquellen gibt Auskunft: Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM), Kapstadtring 2, 22297 Hamburg

## 8 Vorbereitung der Apparatur

**8.1** Wegen der Emission von Öldämpfen wird empfohlen, den Aufbau der Prüfeinrichtung in einem Abzug vorzunehmen.

Das hier beschriebene Verfahren basiert auf der Anwendung des Original-Gerätes. Wenn automatisierte Geräte angewendet werden, muss die Bedienungsanleitung des Herstellers als Ergänzung dieser Vorschrift herangezogen werden.

**8.2** In die Hohlräume des Heizblockes wird so viel Woodsches Metall gegeben, dass nach dem Einsetzen des Verdampfungstiegels und der beiden Thermometer die verbleibenden Hohlräume mit geschmolzenem Metall ausgefüllt sind.

**8.3** Der Heizblock wird mit voller Leistung, Regler in Stellung 3, angeheizt. Sobald das Woodsche Metall geschmolzen ist, werden die beiden Thermometer in die dafür vorgesehenen Löcher so eingesetzt, dass die Thermometerkugeln den Boden berühren. Nach einer Kontrolle der Kontaktthermometeranschlüsse an der Rückseite des Heizblocks wird durch Justierung von Kontaktthermometer und Heizregelung eine Prüftemperatur von  $(250 \pm 0,5) ^\circ\text{C}$  eingestellt. Diese Temperatur muss bei üblicher Reglerstellung 1 mindestens 15 min beibehalten werden, bevor eine Messung begonnen werden kann.

**8.4** Der Aufbau der Prüfeinrichtung wird, mit Ausnahme des Verdampfungstiegels, komplettiert.

**8.5** Ein leerer Verdampfungstiegel wird in den Heizblock eingesetzt und am Auflagering mit den beiden Riegeln gegen Auftrieb im Woodschen Metall gesichert.

Dabei ist darauf zu achten, dass die Oberfläche des geschmolzenen Woodschen Metalls mit dem oberen Rand des Loches abschließt.

**8.6** Das Ansprechverhalten des Druckmessgerätes wird geprüft, nachdem der Tiegel an die Apparatur angeschlossen worden ist. Vor dem Einschalten der Pumpe muss das Druckmessgerät bei völlig geöffnetem Entlüftungsventil auf Null justiert werden. Nach Einschalten der Vakuumpumpe wird durch langsames Schließen des Entlüftungsventils der Nebenstrom so lange reguliert, bis ein Druck von 2 mbar auf der Skala des Überdruckmessgerätes abgelesen werden kann.

**8.7** Nach dem Lösen der Schlauchverbindung wird der Verdampfungstiegel wieder aus der Apparatur herausgehoben. Das Entlüftungsventil wird wieder geöffnet.

**8.8** Vakuumpumpe und Heizblock werden ausgeschaltet und die Thermometer aus dem geschmolzenen Woodschen Metall herausgehoben.

**8.9** Y-Stück und Glasrohre werden gereinigt, um Kondensataufbau zu verhindern.

## 9 Referenzmessung

**9.1** Die Vakuumpumpe wird eingeschaltet, der Heizblock angeheizt und der Aufbau der Apparatur, mit Ausnahme des Verdampfungstiegels nach Bild 1, geprüft.

**9.2** Der Verdampfungstiegel muss sauber sein und darf keine Öl- oder Lackreste aufweisen. Tiegel und Deckel müssen zwischen aufeinander folgenden Messungen gründlich mit Lösemittel gereinigt und getrocknet werden.

ANMERKUNG Verkokungsrückstände, die sich auf diese Weise nicht entfernen lassen, können durch Einbringen in heiße Reinigungslösungen oder mechanisch, durch Abreiben mit Hilfe eines in Lösemittel getauchten Wattebausches unter Verwendung von feinstem Korundpulver, beseitigt werden.

**9.3** Die drei Düsen im Schraubdeckel des Verdampfungstiegels sind mit der Reibahle auf freien Durchgang zu prüfen.