

Prüfung von Mineralölerzeugnissen
Bestimmung des Gehalts an Asphaltenen
 Fällung mit Heptan

DIN
51595

ICS 75.080; 75.100

Ersatz für
DIN 51595:1978-12

Testing of petroleum products — Determination of the content
 of asphaltenes — Precipitation with heptane

Essais des produits pétroliers — Dosage de la teneur
 des asphaltes — Précipitation par l'heptane

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 661 „Prüfung von Schmierölen, sonstigen Ölen und Paraffinen“ und vom Arbeitsausschuss NMP 642 „Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen“ im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Diese Norm ist technisch identisch mit IP 143/96¹⁾ „Determination of asphaltenes (heptane insolubles) in crude petroleum and petroleum products“ des Institute of Petroleum (IP), London.

Die vorliegende Norm weicht in folgenden Punkten von IP 143/96 ab:

- a) Zum Abdestillieren der leichten Fraktionen aus Rohöl wird das Thermometer DIN 12785 — BST 1 /-2/300 verwendet an Stelle des IP-Thermometers (Bereich -4°C bis $+360^{\circ}\text{C}$).
- b) Die Zahlenwerte für die Präzision sind auf Grund der statistischen Auswertung eigener Ringversuche in mehrere Bereiche unterteilt, während IP 143/96 einheitlich für die Wiederholbarkeit $r = 0,1 A$ und für die Vergleichbarkeit $R = 0,2 A$ nennt, wobei A das Ergebnis in $\% (m/m)$ ist. Dadurch liegen die Zahlenwerte dieser Norm im Bereich niedriger Gehalte an Asphaltenen vergleichsweise höher, im Bereich hoher Gehalte vergleichsweise niedriger.
- c) Überprüfung der Methode mit Hilfe eines Kalibrieröles (siehe 11.4).

Änderungen

Gegenüber DIN 51595:1978-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Die Temperierzeiten wurden von 30 min auf 45 min verlängert;
- b) Alternative Reinigungsmittel anstelle von Schwefelsäure werden zugelassen;
- c) Der Abschnitt 10 „Überprüfung des Verfahrens“ wurde eingefügt;
- d) Die Norm wurde redaktionell überarbeitet und die Verweise aktualisiert.

Frühere Ausgaben

DIN DVM 3660 = DIN 53660: 1932-11

DIN 51557: 1955x-02, 1957-03, 1959-01

DIN 51595: 1968-02, 1971-02, 1973-10, 1978-12

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für Mineralölerzeugnisse ohne Wirkstoffe, Bitumen und Rohöle, von denen die leichtsiedenden Anteile bis zu einer Öltemperatur von 260°C abdestilliert wurden.

ANMERKUNG: Bei Mineralölerzeugnissen mit Wirkstoffen können falsche Ergebnisse erhalten werden.

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung des Gehalts an Asphaltenen, der einen Anhalt für das Verhalten der Mineralöle im Betrieb gibt. Ein zu großer Gehalt an Asphaltenen kann zu störenden bitumenartigen Ausscheidungen führen.

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.

¹⁾ Zu beziehen durch: Auslandsnormenverkauf des DIN Deutsches Institut für Normung e.V., 10772 Berlin.

Fortsetzung Seite 2 bis 4

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
 Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) im DIN

- DIN 1333
Zahlenangaben
- DIN 12245
Laboratoriumsgeräte — Kegelhülsen und Kegelkerne
Kegel 1 : 10, roh oder geschliffen
- DIN 12252
Stopfen mit Normschliff — Kegel 1 : 10
- DIN 12336
Laborgeräte aus Glas — Abdampfschalen mit flachem Boden
- DIN 12348
Laborgeräte aus Glas — Stehkolben mit Kegelhülse — Kegel 1 : 10
- DIN 12387
Laborgeräte aus Glas — Erlenmeyerkolben mit Kegelhülse — Kegel 1 : 10
- DIN 12445
Laborgeräte aus Glas — Trichter mit kurzem Stiel
- DIN 12448
Laborgeräte aus Papierfaserstoffen — Papierfilter
- DIN 12491
Laborgeräte aus Glas — Vakuum-Exsikkatoren
- DIN 12581
Laborgeräte aus Glas — Kugelkühler mit Kegelschliffen — Allihnkühler
- DIN 12785
Laborgeräte aus Glas — Laborthermometer für besondere Zwecke
- DIN 50011-11
Klimate und ihre technische Anwendung — Klimaprüfeinrichtungen — Allgemeine Begriffe und Anforderungen
- DIN 50011-12
Klimate und ihre technische Anwendung — Klimaprüfeinrichtungen — Klimagröße — Lufttemperatur
- DIN 51633
Benzol und Benzolhomologe — Anforderungen
- DIN 51750-1
Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Allgemeines
- DIN 51750-2
Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Flüssige Stoffe
- DIN 51750-3
Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Salbenartig-konsistente und feste Stoffe
- DIN 51751
Prüfung flüssiger Mineralölkohlenwasserstoffe — Bestimmung des Siedeverlaufes
- DIN EN ISO 4259
Mineralölerzeugnisse — Bestimmung und Anwendung der Werte für die Präzision von Prüfverfahren (ISO 4259:1992 + Corrigendum 1:1993); Deutsche Fassung EN ISO 4259:1995

3 Definitionen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die folgenden Definitionen:

3.1

Asphaltene

Solche Erdölbestandteile, die beim Lösen der Erdöle mit dem 30fachen Volumen Heptan bei Raumtemperatur von 18 °C bis 28 °C ausfallen und in Reintoluol löslich sind.

4 Einheit

g/100 g angegeben als Massenanteil in %.

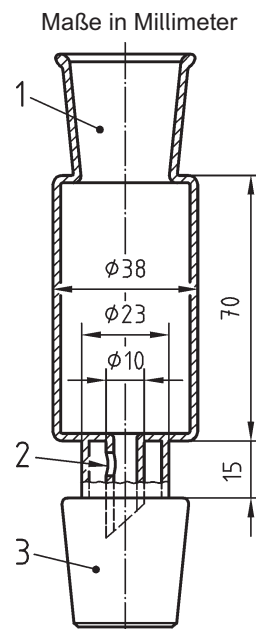
5 Prinzip

Die Probe wird in der 30fachen Menge Heptan gelöst. Nach Stehenlassen bei Raumtemperatur werden die ausgefallenen und ungelösten Anteile durch Filtrieren über ein Papierfilter abgetrennt. Papierfilter und Rückstand werden durch Extraktion mit siedendem Heptan von restlichen paraffinischen Anteilen befreit. Die im Papierfilter verbliebenen Asphaltene werden in siedendem Reintoluol gelöst und nach Abdampfen des Reintoluols gravimetrisch bestimmt.

6 Geräte

Übliches Laboratoriumsgerät und zusätzlich:

- a) Extraktionsgerät, bestehend aus:
 - Erlenmeyerkolben, Kolben DIN 12387 — E 500 ANS 29 oder Rundkolben DIN 12348 — RANS 250-29
 - Kühler DIN 12581 — K 250 — 29
 - Extraktor nach Bild 1
 - Stopfen DIN 12252 — ANS 29/32 — Glas für Erlenmeyerkolben
- b) Trichter DIN 12445 — 70
- c) Abdampfschale DIN 12336 — 80
- d) Rundfilter DIN 12448 — A 110 — 2c
- e) Wasserbad mit Heizeinrichtung
- f) Wärmeschrank nach DIN 50011-11 oder DIN 50011-12 für Temperaturen bis mindestens 110 °C
- g) Exsikkator nach DIN 12491, ohne Trocknungsmittel
- h) Destilliergerät nach DIN 51751 zum Vorbereiten von Rohölproben



- 1 Kegelhülse DIN 12245 — A29/32
- 2 Öffnung $\varnothing 6 \pm 1$
- 3 Kegelkern DIN 12245 — B29/32

Bild 1: Extraktor