

Prüfung flüssiger Mineralöl-Kohlenwasserstoffe
Bestimmung des Destillationsverlaufes

DIN
51751

ICS 75.160.20

Ersatz für Ausgabe 1978-05

Deskriptoren: Mineralölerzeugnis, Mineralölkohlenwasserstoff, flüssiger Stoff,
 Prüfung, Destillation

Testing of liquid mineral oil hydrocarbons — Determination of distillation range

Essais des hydrocarbures d'huiles minérales liquides — Détermination de la
 courbe de distillation

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	1	Durchführung	10
1 Anwendungsbereich	1	11 Auswertung und Angabe der Ergebnisse	10
2 Normative Verweisungen	2	12 Präzision des Verfahrens	11
3 Definitionen	2	13 Berücksichtigung des Luftdruckes	12
4 Einheiten	3	14 Berechnung des Destillationsverlustes in Abhängigkeit von niederem Luftdruck	13
5 Kurzbeschreibung des Verfahrens	3	15 Graphische oder rechnerische Ermittlung von Destillationstemperaturen für "insgesamt verdampfte Mengen"	14
6 Probenahme	3	Anhang A (informativ) Referenzflüssigkeiten	15
7 Prüfgerät	3		
8 Prüfbedingungen (nach Destillations- gruppen einzustellen)	7		
9 Vorbereitung	7		

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuß NMP 642 "Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen" im Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP) ausgearbeitet.

Sie ist in Anlehnung an ASTM D 86-93 der American Society for Testing and Materials (ASTM), Philadelphia, PA., USA, aufgestellt.

Änderungen

Gegenüber der Ausgabe Mai 1978 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Die Norm wurde sachlich und redaktionell überarbeitet.
- b) Zur Verbesserung der Präzision wurden folgende Änderungen durchgeführt:
 - Der Destillierkolben wurde in seinen Abmessungen enger gefaßt und mit einem Hülsenschliff versehen.
 - Zur Verbesserung der Thermometerführung und -positionierung wurde ein spezieller PTFE-Stopfen mit Kernschliff eingeführt.
 - Die Destillationsapparatur wurde präziser beschrieben.

Frühere Ausgaben

DIN 51752: 1955-04, 1959-08

DIN 51751: 1955-02, 1959-08, 1964x-02, 1978-05

Fortsetzung Seite 2 bis 16

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
 Fachausschuß Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP im DIN

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für Ottokraftstoffe und Benzine aller Art, Flugturbinenkraftstoffe, Leuchtpetroleum, Gasöl, Dieselmotorkraftstoff, Heizöl und ähnliche Mineralölerzeugnisse.

Das Verfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung des Destillationsverlaufes der zu untersuchenden Probe, um Hinweise auf ihre Zusammensetzung und auf ihr Verhalten beim Lagern und bei ihrer Verwendung zu finden. Die nach diesem Verfahren erhaltenen empirischen Werte haben gewisse Korrelationen zum Praxisverhalten, können sich aber von den echten Siedetemperaturen erheblich unterscheiden.

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.

DIN 82

Rändel

DIN 12242-1

Laborgeräte aus Glas — Kegelschliffe für austauschbare Verbindungen — Maße, Toleranzen

DIN 12680-1

Laborgeräte aus Glas — Meßzylinder — Teil 1: mit Strichteilung

DIN 12785

Laborgeräte aus Glas — Laborthermometer für besondere Zwecke

DIN 12895-1

Laborgeräte aus Metall — Stativmuffen — Teil 1: Doppelmuffen, starr und drehbar

DIN 51750-1

Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Teil 1: Allgemeines

DIN 51750-2

Prüfung von Mineralölen — Probenahme — Teil 2: Flüssige Stoffe

DIN 51848-1

Prüfung von Mineralölen — Präzision von Prüfverfahren — Teil 1: Allgemeines, Begriffe und ihre Anwendung auf Mineralölnormen, die Anforderungen enthalten

DIN EN 12

Mineralölerzeugnisse — Bestimmung des Reid-Dampfdruckes — Nasses Verfahren;
Deutsche Fassung EN 12 : 1993

ASTM D 86-93

Standard Test Method for Distillation of Petroleum Products

3 Definitionen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die folgenden Definitionen:

3.1 Unter **Destillationsverlauf** der in Abschnitt 1 genannten Stoffe wird im Sinne dieser Norm die gegenseitige Abhängigkeit von **Destillat-** bzw. **verdampfter Menge** (Volumenanteil in %) und Destillationstemperatur (in °C) verstanden, die sich ergibt, wenn das in Abschnitt 7 beschriebene Gerät benutzt wird und die festgelegten Betriebsbedingungen eingehalten werden. Die genannte Abhängigkeit wird durch eine **Kurve** oder in einer **Tabelle** wiedergegeben.

3.2 **Destillationstemperaturen** im Sinne dieser Norm sind Temperaturen ohne Thermometer-Korrekturen.

ANMERKUNG: Der Fadenfehler von Quecksilberthermometern, der bei der Bestimmung der Destillationstemperatur unberücksichtigt bleibt, kann zu Thermometer-Anzeigen führen, die niedriger liegen als die wahre Temperatur. Er beträgt bei dem für die Destillationsgruppen 1 bis 3 vorgeschriebenen Thermometer bei einer Anzeige von 115°C etwa 3°C, bei 300°C etwa 18°C. Bei dem für Gruppe 4 vorgeschriebenen Thermometer beträgt der Fadenfehler bei 115°C etwa 2°C, bei 300°C etwa 14°C und bei 400°C etwa 24°C.

3.2.1 **Unberichtigte Destillationstemperaturen** sind die unmittelbar angezeigten Dampftemperaturen (Kopftemperaturen) beim herrschenden Luftdruck.

3.2.2 **Auf Normdruck berichtigte Destillationstemperaturen** werden aus den unberichtigten Destillationstemperaturen durch Anbringen der in Abschnitt 13 angegebenen barometrischen Korrektur errechnet.

3.3 **Destillationsbeginn (DB)** ist die — gegebenenfalls auf Normdruck berichtigte — Destillationstemperatur, die beim Abfallen des ersten Destillattropfens in die Vorlage angezeigt wird.

3.4 **Destillationsendpunkt (DE)** ist die — gegebenenfalls auf Normdruck berichtigte — höchste Destillationstemperatur, die bei vorschriftsmäßigem Erhitzen der letzten 5 % Volumenanteil der Probe angezeigt wird. Er wird meistens nach dem Verdampfen der letzten Flüssigkeit vom Kolbenboden erreicht.

3.5 **Trockenpunkt** ist die — gegebenenfalls auf Normdruck berichtigte — Destillationstemperatur, die angezeigt wird, sobald der letzte Tropfen vom tiefsten Punkt des Kolbenbodens verdampft ist. Flüssigkeitsreste, die an den Wandungen des Kolbens oder am Thermometer haften, bleiben unbeachtet.

ANMERKUNG: Die Bestimmung des Trockenpunktes ist meist bei Siedegrenzenbenzinen (z. B. Spezial- und Testbenzin) erforderlich und wenn eine eindeutige Festlegung des Destillationsendpunktes nicht möglich ist.

3.6 **Zersetzungsbeginn; Krackbeginn** ist die — gegebenenfalls auf Normdruck berichtigte — Destillationstemperatur, die angezeigt wird, sobald die flüssige Füllung im Kolben sich zu zersetzen beginnt. Charakteristische Anzeichen hierfür sind Nebelbildung und Temperaturschwankung.

ANMERKUNG: Die gemessene Temperatur für den Zersetzungsbeginn gilt nur unter den Bedingungen dieser Norm und stimmt nicht mit Zersetzungstemperaturen in der Praxis überein.

3.7 **Die aufgefangene Destillatmenge** ist die in der Vorlage gesammelte und in Volumenanteilen in % abgelesene Flüssigkeitsmenge. Sie bezieht sich auf die jeweils **gleichzeitig angezeigte** — gegebenenfalls auf Normdruck berichtigte — **Destillationstemperatur**.

3.8 **Insgesamt verdampfte Mengen** sind aufgefangene Destillatmengen, denen der Destillationsverlust zugezählt worden ist.

3.9 **Destillationsrückstand; Rückstand** ist die Flüssigkeitsmenge (in Volumenanteilen in %), die nach der Destillation im abgekühlten Destillierkolben verbleibt.

3.10 Die Gesamtausbeute ist die Summe aus der insgesamt aufgefangenen Destillatmenge (einschließlich Nachlauf — siehe 10.2.4) und dem Destillationsrückstand.

3.11 Destillationsverlust; Verlust ist die Differenz aus eingesetzter Menge (100 % Volumenanteil) und Gesamtausbeute.

3.12 Rückstand plus Verlust ist die Gesamtmenge aller nicht als Destillat erhaltenen Anteile.

4 Einheiten

4.1 Destillationstemperaturen in °C; ihre Differenzen in Kelvin (K).

4.2 Mengenangaben in Volumenanteilen in % (ml/100 ml)

4.3 Luftdruck (Barometerstand) in kPa¹⁾

5 Kurzbeschreibung des Verfahrens

Aus einem gläsernen Destillierkolben werden von einer 100-ml-Probe alle verdampfbaren Anteile unter den Prüfbedingungen nach Abschnitt 8 abdestilliert und, nachdem sie wieder kondensiert sind, in einem Meßzylinder aufgefangen. Die im Dampf gemessenen Destillationstemperaturen und die jeweils zugleich festgestellten Destillatmengen werden notiert und gegebenenfalls mit Berichtigungen versehen.

6 Probenahme

Nach DIN 51750-1 und DIN 51750-2

Proben der Destillationsgruppe 1 (siehe Tabelle 2) werden in gekühlten Flaschen oder Behältern aufbewahrt. Vor der Entnahme eines Anteils für die Destillationsbestimmung ist die Probe auf 13 bis 18 °C zu temperieren. Das Ein- oder Umfüllen solcher Proben für die Destillationsbestimmung ist möglichst ohne Umschütteln vorzunehmen. Die Proben müssen wasserfrei sein. Bei Proben mit freiem Wasser der Destillationsgruppen 1 und 2 ist eine neue Probenahme zu veranlassen, falls diese Proben nicht im abgekühlten Zustand durch Separieren wasserfrei zu machen sind. Bei alkoholhaltigen Kraftstoffen muß grundsätzlich eine neue Probenahme durchgeführt werden, da durch Ausfall des Alkohol-Wasser-Gemisches das Ergebnis verfälscht werden kann. Proben der Destillationsgruppen 3 und 4 (siehe Tabelle 2) sind gegebenenfalls durch Schütteln mit wasserfreiem Natriumsulfat zu trocknen.

7 Prüfgerät²⁾

7.1 Destillierkolben mit
Hülsenschliff DIN 12242 — HNS 19/26 (siehe auch Bild 1)

¹⁾ 1 kPa entspricht 10 mbar

²⁾ Über Bezugsquellen gibt Auskunft: DIN-Bezugsquellen für normgerechte Erzeugnisse im DIN Deutsches Institut für Normung e.V., 10772 Berlin (Hausanschrift: Burggrafenstraße 6, 10787 Berlin)

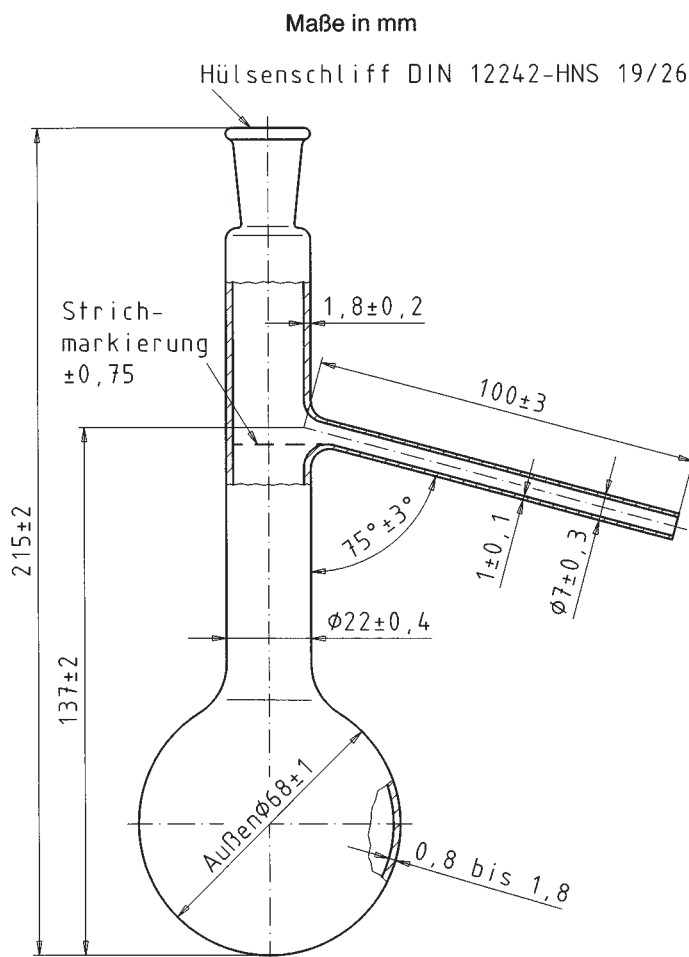


Bild 1: Destillierkolben mit Hülsenschliff DIN 12242 — HNS 19/26 (siehe Tabelle 2)

Das Fassungsvermögen des Kühlbades darf nicht kleiner als 5,5 l sein. Der Abstand zwischen Kühlrohr und Kühlbadwandung muß mindestens 15 mm betragen, ausgenommen in der Nähe der Eintritts- und Austrittsstelle.

Kühlbäder für mehrere Kühlrohre sind zulässig, vorausgesetzt, daß sie den angegebenen Maßen entsprechen und daß das Fassungsvermögen des gemeinsamen Kühlbades wenigstens 5,5 l je Rohr beträgt. Das Kühlbad hat einen Ablaufstutzen zum Entleeren.

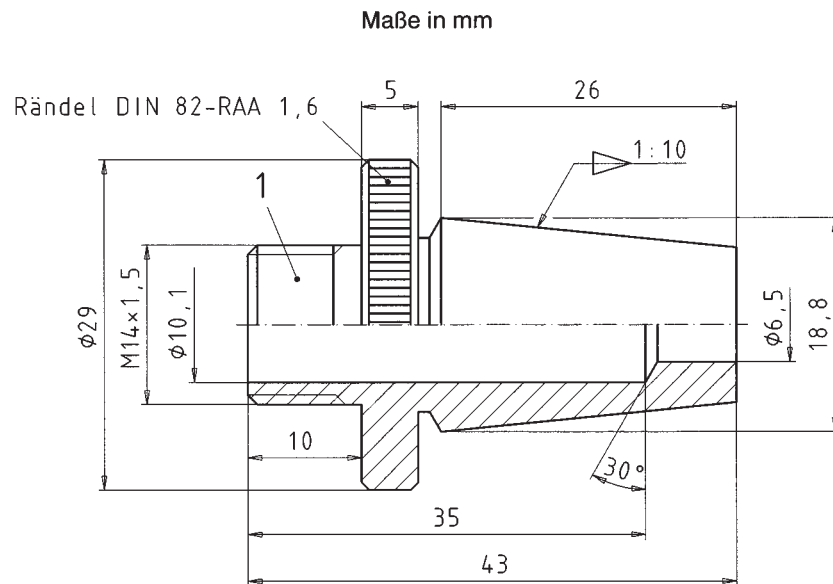


Bild 4: Stopfen aus Polytetrafluorethylen (PTFE)

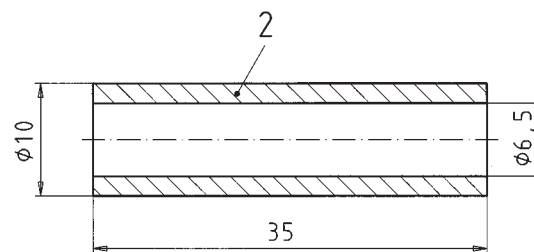


Bild 5: Hülse aus PTFE

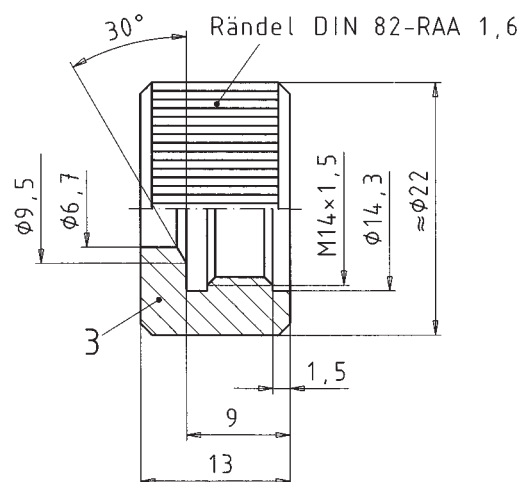


Bild 6: Überwurfmutter aus PTFE und Glasfaser