

	Mineralölerzeugnisse und Lösemittel aus Kohlenwasserstoffen Bestimmung des Anilinpunktes und Misch-Anilinpunktes (ISO 2977:1997)	DIN ISO 2977
ICS 75.080		Ersatz für DIN ISO 2977:1995-09
Petroleum products and hydrocarbon solvents – Determination of aniline point and mixed aniline point (ISO 2977:1997)		
Produits pétroliers et solvants hydrocarbonés – Détermination du point d'aniline et du point d'aniline en mélange (ISO 2977:1997)		
Nationales Vorwort		
Diese Norm enthält die deutsche Übersetzung der Internationalen Norm ISO 2977:1997, die im Technischen Komitee ISO/TC 28 "Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe" (Sekretariat: ANSI/API USA) ausgearbeitet wurde.		
Das zuständige nationale Gremium ist der Arbeitsausschuss NMP 642 "Prüfung von flüssigen Kraftstoffen und Heizölen" im Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des Normenausschusses Materialprüfung (NMP).		
Die Anforderungen an Thermometer in Tabelle Anhang F entsprechen denen nach DIN 12785.		
Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im Folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:		
ISO 2049 siehe DIN ISO 2049		
Änderungen		
Gegenüber DIN ISO 2977:1995-09 wurden folgende Änderungen vorgenommen:		
a) Anforderungen an Thermometer wurden in den normativen Anhang F übernommen.		
b) Die Norm wurde redaktionell überarbeitet einschließlich der normativen Verweisungen.		
Frühere Ausgaben		
DIN 51775: 1954-12, 1958x-10, 1978-07		
DIN 51787: 1960-01, 1978-07		
DIN ISO 2977: 1995-09		
Nationaler Anhang NA (informativ)		
Literaturhinweise		
DIN ISO 2049, <i>Mineralölerzeugnisse — Bestimmung der Farbe.</i>		
DIN 12785, <i>Laborgeräte aus Glas — Laborthermometer für besondere Zwecke.</i>		
Fortsetzung Seite 2 bis 14		
Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V. Fachausschuss Mineralöl- und Brennstoffnormung (FAM) des NMP		

Deutsche Übersetzung

Mineralölerzeugnisse und Lösemittel aus Kohlenwasserstoffen Bestimmung des Anilinpunktes und Misch-Anilinpunktes

Vorwort

Die ISO (Internationale Organisation für Normung) ist die weltweite Verbindung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedskörperschaften). Die Erarbeitung Internationaler Normen obliegt den Technischen Komitees der ISO. Jede Mitgliedskörperschaft, die sich für ein Thema interessiert, für das ein Technisches Komitee eingesetzt wurde, ist berechtigt, in diesem Komitee mitzuarbeiten. Internationale (staatliche und nichtstaatliche) Organisationen, die mit der ISO in Verbindung stehen, sind an den Arbeiten ebenfalls beteiligt. Die ISO arbeitet bei allen Angelegenheiten der elektrotechnischen Normung eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die von den Technischen Komitees verabschiedeten internationalen Norm-Entwürfe werden den Mitgliedskörperschaften zur Abstimmung vorgelegt. Die Veröffentlichung als Internationale Norm erfordert Zustimmung von mindestens 75 % der abstimmenden Mitgliedskörperschaften.

Die Internationale Norm ISO 2977 wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 28 "Mineralölerzeugnisse und Schmierstoffe" ausgearbeitet.

Die zweite Ausgabe (ISO 2977:1989) wird zurückgezogen und ersetzt durch diese dritte Ausgabe, die technisch überarbeitet wurde, insbesondere durch die Aufnahme von Anhang F.

Die Anhänge A bis F sind normativ.

Warnung

Die Anwendung dieser Internationalen Norm kann den Einsatz gefährlicher Stoffe, Arbeitsgänge und Geräte mit sich bringen. Diese Norm gibt nicht vor, alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheitsprobleme anzusprechen. Der Anwender dieser Norm ist dafür verantwortlich, vorher angemessene Maßnahmen zu ergreifen und die Anwendbarkeit einschränkender Vorschriften zu ermitteln.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt ein Verfahren zur Bestimmung des Anilinpunktes von Mineralölerzeugnissen und Lösemitteln aus Kohlenwasserstoffen und zur Bestimmung des Misch-Anilinpunktes von Produkten, die Anilinpunkte unterhalb der Temperatur aufweisen, bei der Anilin aus der Mischung von Anilin und Probe auskristallisiert.

Verfahren 1 eignet sich für durchsichtige Proben mit einem Siedepunkt über Raumtemperatur und für solche mit einem Anilinpunkt unterhalb des Siedepunktes und oberhalb des Erstarrungspunktes der Anilin-Probemischung.

Verfahren 2, ein Dünnschichtverfahren, eignet sich für dunkle Proben, die zu dunkel sind, um nach Verfahren 1 geprüft zu werden.

Die Verfahren 3 und 4 eignen sich für beim Anilinpunkt flüchtige Proben.

ANMERKUNG 1 Verfahren 4 ist besonders geeignet, wenn nur kleine Probenmengen zur Verfügung stehen. Verfahren 5 beschreibt ein Verfahren, bei dem eine automatische Apparatur eingesetzt wird, die für den Bereich der Verfahren 1 und 2 geeignet ist.

ANMERKUNG 2 Der Anilinpunkt (oder Misch-Anilinpunkt) ist eine wertvolle Hilfe bei der Charakterisierung von reinen Kohlenwasserstoffen und bei der Analyse von Kohlenwasserstoffgemischen. Aromatische Kohlenwasserstoffgemische zeigen die niedrigsten, Paraffine die höchsten Werte; Cycloparaffine und Olefine zeigen Werte, die zwischen denen der Paraffine und Aromaten liegen. In homologen Reihen steigt der Anilinpunkt mit steigender molarer Masse an.

ANMERKUNG 3 Obwohl er gelegentlich in Kombination mit anderen physikalischen Eigenschaften bei sich gegenseitig ergänzenden Verfahren für die Kohlenwasserstoffanalyse Verwendung findet, wird der Anilinpunkt meistens dazu genutzt, eine Abschätzung über den Aromatengehalt (oder "Aromatizität") in Kohlenwasserstoffgemischen zu liefern.

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.

ISO 648:1977, *Laboratory glassware — One-mark pipettes*.

ISO 2049:1996, *Petroleum products — Determination of colour (ASTM scale)*.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Internationalen Norm gelten die folgenden Begriffe:

3.1

Anilinpunkt

niedrigste Gleichgewichtstemperatur der Lösung, in Grad Celsius, einer Mischung von gleichen Volumenanteilen von Anilin und dem zu prüfenden Erzeugnis

3.2

Misch-Anilinpunkt

niedrigste Gleichgewichtstemperatur der Lösung, in Grad Celsius, einer Mischung von zwei Volumenanteilen von Anilin und dem zu prüfenden Erzeugnis

3.3

Siedepunkt

Temperatur, in Grad Celsius, die in dem Augenblick festgestellt wird, wenn in der unter genormten Bedingungen erhitzten Mischung die ersten Blasen auftreten

4 Kurzbeschreibung

Genau festgelegte Volumenteile von Anilin und Probe oder plus Heptan werden in Probenglas gegeben und mechanisch gemischt. Die Mischung wird mit festgelegter Heizrate erwärmt, bis die beiden Phasen sich miteinander vermischen. Die Mischung wird dann mit festgelegter Kühlrate abgekühlt, und die Temperatur, bei der sich Phasen trennen, wird als Anilinpunkt oder Misch-Anilinpunkt festgehalten.

5 Chemikalien und Prüfmittel

5.1 Anilin

WARNUNG: Selbst in sehr kleinen Mengen ist Anilin sehr giftig, und es wird durch die Haut aufgenommen. Es ist mit großer Vorsicht zu handhaben. Es sind Schutzbrillen zu tragen sowie für Anilin undurchlässige Handschuhe bei allen Operationen, die einen direkten Umgang mit Anilin beinhalten.

Anilin (zur Analyse) wird über Kaliumhydroxid in Plätzchenform getrocknet, dekantiert und am Tage der Verwendung redestilliert, wobei die ersten und letzten 10 % (V/V)-Fraktionen verworfen werden. Das so aufbereitete Anilin muss einen Anilinpunkt von $(69,3 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ ergeben, der bestimmt wird aus dem Mittel zweier unabhängiger Prüfungen mit einer Differenz von nicht mehr als $0,1 ^\circ\text{C}$, wenn nach 8.1 mit Heptan (siehe 5.3) geprüft wird.

Als Alternative zur Destillation des Anilins am Tag der Verwendung kann das Anilin wie oben beschrieben destilliert und das Destillat in Ampullen aufgefangen werden, die dann unter Vakuum oder trockenem Stickstoff zugeschmolzen und bis zur künftigen Verwendung an einem kühlen und dunklen Ort gelagert werden. In jedem Fall muss strengste Vorsorge getroffen werden, um Verunreinigungen durch Luftfeuchte zu vermeiden (siehe 6.2).

ANMERKUNG 4 Die Erfahrung hat gezeigt, dass das Anilin unter diesen Umständen mehr als 6 Monate unverändert bleibt.

ANMERKUNG 5 Für Routinezwecke ist die Destillation nicht zwingend notwendig, vorausgesetzt, dass das Anilin den Anforderungen der Prüfung mit Heptan entspricht.

ANMERKUNG 6 In dieser Internationalen Norm wird die Kurzform "% (V/V)" für den Volumenanteil in Prozent eines Stoffes verwendet. Bei der Bestimmung mit der automatischen Apparatur muss der Anilinpunkt von Anilin und Heptan $(69,3 \pm 0,2) ^\circ\text{C}$ betragen, wenn nach der Gleichung in E.4.1 korrigiert wird.

5.2 Trockenmittel, wasserfreies Calciumsulfat oder wasserfreies Natriumsulfat.

5.3 Heptan, Mindestreinheit 99,75 %.

6 Gerät

6.1 Anilinpunktgerät, entsprechend den Anforderungen der für die einzelnen Verfahren erforderlichen Geräte, wie im Folgenden festgelegt:

- Anhang A für Verfahren 1
- Anhang B für Verfahren 2
- Anhang C für Verfahren 3
- Anhang D für Verfahren 4
- Anhang E für Verfahren 5

ANMERKUNG 7 Es dürfen auch andere als die in den Anhängen beschriebenen Geräte verwendet werden, so z. B. die U-Rohr-Methode für dunkle Öle, vorausgesetzt, es ist erwiesen, dass sie Resultate von gleicher Präzision wie in Abschnitt 10 und Genauigkeit wie definiert durch den Anilinpunkt von Heptan (siehe 5.1) erbringen.

6.2 Heiz- und Kühlbad, bestehend aus einem geeigneten Luftbad, einem Bad mit einer nichtwässrigen, nichtflüchtigen, durchsichtigen Badflüssigkeit oder einer Infrarotlampe (250 W bis 375 W), versehen mit einer Vorrichtung zur Regelung der Heizung.

Wasser darf weder als Heiz- noch als Kühlmittel eingesetzt werden, da Anilin hygroskopisch ist und mit feuchtem Anilin falsche Ergebnisse erzielt werden.

ANMERKUNG 8 So steigt z. B. der Anilinpunkt des mit trockenem Anilin gemessenen Heptans von dem angegebenen Punkt um etwa $0,5 ^\circ\text{C}$ an, wenn das Anilin 0,1 % (V/V) Wasser enthält.

Wenn der Anilinpunkt unter diesem Taupunkt der Umgebungsluft liegt, wird das Probenrohr mit einem langsamen Strom trockenen Inertgases gespült, um die Mischung aus Anilin und Probe abzudecken.

6.3 Thermometer, die den im Anhang F aufgeführten Anforderungen entsprechen. Die Thermometer müssen nachweisbar gültige Kalibrierzertifikate haben mit Korrekturen auf $0,02 ^\circ\text{C}$ über den jeweiligen Bereich.

6.4 Pipetten, nach ISO 648, Klasse A, mit einer Vorrichtung für indirektes Ansaugen. Die erforderlichen Volumina sind 10,0 ml, 5,0 ml und 0,5 ml. Die 0,5-ml-Pipette (Verfahren 4) muss eine lange dünne Spitze besitzen.

6.5 Waage, Fehlergrenze 0,01 g, um das Gefäß und die Probe zu wägen, wenn die Probe nicht in geeigneter Weise einpipettiert werden kann.

6.6 Schutzbrillen, aus Sicherheitsglas.

6.7 Handschuhe, undurchlässig für Anilin.

7 Vorbereiten der Probe

Zum Trocknen der zu untersuchenden Probe wird diese 3 min bis 5 min mit etwa 10 % (V/V) des Trockenmittels (siehe 5.2) kräftig geschüttelt. Die Viskosität viskoser Proben wird vermindert durch Erwärmung auf eine Temperatur, die unterhalb der Temperatur liegt, die zum Verlust von leicht flüchtigen Anteilen oder zur Entwässerung des Trockenmittels führen würden. Wenn emulgiertes Wasser sichtbar vorhanden ist, ist die Probe zu zentrifugieren, bevor dann die Trocknung mittels Trockenmittel durchgeführt wird.

Durch Zentrifugieren oder Filtrieren werden suspendierte Teile des Trockenmittels entfernt. Proben mit abgeschiedenem Wachs werden vor der Filtration erwärmt, bis sie homogen sind, und die Temperatur wird während des Filtrierens oder Zentrifugierens gehalten.

8 Arbeitsablauf

8.1 Wahl des Verfahrens

Fünf Verfahren sind je nach Anwendbarkeit wie folgt festgelegt:

Verfahren 1, im Anhang A ausführlich beschrieben, ist anwendbar bei klaren und hellen Proben, deren Farbe nach ISO 2049 nicht dunkler als 6,5 ist und deren Siedebeginn deutlich über dem erwarteten Anilinpunkt liegt.

Verfahren 2, im Anhang B ausführlich beschrieben, ist anwendbar bei leicht gefärbten, mittelmäßig dunklen und sehr dunklen Proben.

ANMERKUNG 9 Verfahren 2 ist geeignet für Proben, die zu dunkel sind, um nach Verfahren 1 geprüft zu werden.

Verfahren 3, im Anhang C ausführlich beschrieben, ist anwendbar bei klaren Proben und Proben, deren Farbe nach ISO 2049 nicht dunkler als 6,5 ist und deren Siedebeginn so niedrig liegt, dass sich nach Verfahren 1 falsche Messwerte für den Anilinpunkt ergeben.

ANMERKUNG 10 Ein Beispiel ist Flugbenzin.

Verfahren 4, im Anhang D ausführlich beschrieben, ist anwendbar bei der gleichen Art von Proben wie bei Verfahren 3. Es ist als Miniverfahren besonders geeignet, wenn nur begrenzte Probemengen zur Verfügung stehen.

Verfahren 5 ist anwendbar, wenn im Einklang mit den Vorschriften in Anhang E automatische Geräte benutzt werden.

8.2 Misch-Anilinpunkt

Dieses Verfahren ist anwendbar bei Proben mit Anilinpunkten unterhalb der Temperatur, bei der Anilin aus der Mischung auskristallisiert. 10 ml Anilin, 5 ml der Probe und 5 ml Heptan (siehe 5.3) werden in ein sauberes, trockenes Gerät pipettiert. Der Anilinpunkt der Mischung wird nach Verfahren 1 oder 2 bestimmt, wie in Anhang A oder B beschrieben.

9 Auswertung und Angabe der Ergebnisse

9.1 Wenn der Bereich dreier aufeinanderfolgender Ablesungen der Anilinpunkttemperatur bei hellen Proben nicht größer als 0,1 °C oder bei dunklen Proben nicht größer als 0,2 °C ist, so wird der Mittelwert dieser Temperaturablesungen unter Berücksichtigung der Thermometerkorrektur, gerundet auf die nächsten 0,05 °C, als Anilinpunkt oder Misch-Anilinpunkt angegeben.

9.2 Wenn nach fünf Ablesungen ein solcher Bereich nicht erreicht wird, wiederholt man die Bestimmung mit frischen Mengen Anilin und Probe in einem sauberen, trockenen Gerät; wenn aufeinanderfolgende Temperaturablesungen eine fortschreitende Änderung zeigen, oder wenn der Bereich der Ablesungen größer ist als 0,16 °C für leicht gefärbte oder 0,3 °C für dunkle Proben, so wird das Verfahren als unanwendbar angegeben.