DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK

PATENTSCHRIFT

(12) Wirtschaftspatent

(19) DD (11) 226 082 A1

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

4(51) G 01 N 31/16

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP G 01 N / 265 155 7 (22) 11.07.84 (44) 14.08.85

(71) Zentrales Forschungsinstitut des Verkehrswesens, Zentrum für Material- und Energieökonomie, 1802 Kirchmöser, DD

(72) Andresen, Uwe, Dipl.-Ing. oec.; Zielke, Erika; Lohrmann, Friedrich, Dipl.-Chem.; Fischer, Hans-Alexander, Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Bestimmung der Gesamtbasenzahl legierter Motorenöle

(57) Die Erfindung betrifft ein Prüfverfahren zur Bestimmung der Gesamtbasenzahl legierter Motorenöle, um mit einfachen Mitteln unter betrieblichen Bedingungen Aussagen über die im gebrauchten Motorenöl vorhandene Alkalität zur Neutralisation saurer Verbrennungsprodukte zu erhalten. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß bei einer schrittweisen Titration unter Verwendung eines Farbstoffindikators der Farbumschlag des Indikators auf Papier visuell sichtbar gemacht wird, wobei nach jedem Titrationsschritt eine Prüfung des Farbumschlages erfolgt. Als Indikator kann eine Lösung verwendet werden, die 0,1 g Kristallviolett in 100 ml Eisessig enthält. Das Prüfverfahren ermöglicht es, mit geringem gerätetechnischen Aufwand Werte für die Gesamtbasenzahl legierter Motorenöle zu ermitteln, die mit Werten der Gesamtbasenzahl gut übereinstimmen, die nach dem potentiometrischen Titrationsverfahren ermittelt wurden.

ISSN 0433-6461

3 Seiten

Erfindungsansprüche:

1. Verfahren zur Bestimmung der Gesamtbasenzahl legierter Motorenöle durch schrittweise Titration unter Verwendung eines Farbstoffindikators, **gekennzeichnet dadurch,** daß der Farbumschlag des Indikators auf saugfähigem Material, vorzugsweise Papier, visuell sichtbar gemacht wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß nach jedem Titrationsschritt zur Feststellung des Farbumschlages des Indikators ein Tropfen der titrierten Lösung auf das saugfähige Material getropft wird.
3. Verfahren nach Punkt 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch,** daß als Indikatoren solche chemischen Reagenzien zum Einsatz kommen, die innerhalb des *p*H-Bereiches von 0,0 bis 3,5, beispielsweise Kristallviolett, einen Farbumschlag zeigen.

Anwendungsgebiet

Die Erfindung betrifft ein Prüfverfahren zur Bestimmung der Gesamtbasenzahl legierter Motorenöle. Das Verfahren ist mit einfachen Mitteln unter betrieblichen Bedingungen durchführbar und erlaubt Aussagen über die im gebrauchten Motorenöl noch vorhandene Alkalität zur Neutralisation saurer Verbrennungsprodukte und damit über den Ausnutzungsgrad des Schmieröles. Die Erfindung kann überall dort mit Erfolg angewendet werden, wo eine maximale Ausnutzung legierter Motorenöle in Verbrennungsmotoren erzielt werden soll.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Mit der Entwicklung von legierten Motorenölen, die alkalisch wirkende Schmierölzusätze enthalten, wurden auch Untersuchungsverfahren erarbeitet, um die Gesamtalkalität der legierten Motorenöle zu ermitteln. Nach dem US-PS 3653838 wird zur Titration der Gesamtalkalität der Indikator Kristallviolett dem zu bestimmenden Titranden zugesetzt und der Titrator schrittweise bis zum Farbumschlag des Indikators zugegeben. Die visuelle Beobachtung des Farbumschlages erfolgt dabei in dem Glasgefäß, in dem sich der Titrand befindet. Dieses Verfahren zur Bestimmung der Gesamtbasenzahl kann allerdings nur dann erfolgreich angewendet werden, wenn das Motorenöl ungebraucht ist bzw. nur eine geringe Verschmutzung aufweist, da nur in diesen Fällen eine Beobachtung des Farbumschlages im Titrationsgefäß möglich ist. Bei Motorenölen, die etwa ein Viertel ihrer Einsatzzeit erreicht haben, ist eine visuelle Beobachtung des Farbumschlages im Titrationsgefäß auf Grund der vorhandenen Schwärzung des Motorenöles durch Rußpartikel nicht mehr möglich. Daher beruhen die am häufigsten angewandten Verfahren zur Bestimmung der basischen Anteile in legierten Motorenölen auf der Anwendung potentiometrischer Titrationsverfahren (TGL 24901, TGL 29209/01, GOST 11362-65, ASTM D 664, US-PS 4082511). Im wesentlichen werden dabei Glaselektroden als Indikatorelektroden und Kalomelelektroden als Bezugselektroden verwendet. Die potentiometrischen Titrationsverfahren lassen sich prinzipiell in zwei Gruppen zusammenfassen, die sich hauptsächlich durch die Anwendung von Salzsäure bzw. Perchlorsäure als Titrator unterscheiden. Zum Lösen der Motorenöle werden in den Prüfverfahren unterschiedliche Lösemittel verwendet, wobei häufig Gemische organischer Lösemittel zur Anwendung kommen und die Mischungsverhältnisse der Lösemittel auch noch unterschiedlich sind.
Der wesentlichste Nachteil der potentiometrischen Prüfverfahren besteht insbesondere in der Anwendung nichtschreibender, schreibender oder automatischer *p*H-Meßverstärker bzw. in der Anwendung von Geräten zur Messung von Gleichspannungen im mV-Bereich, so daß nur in meßtechnisch gut ausgestatteten Laboreinrichtungen die Bestimmung der Gesamtbasenzahl in gebrauchten Motorenölen durchgeführt werden kann.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung besteht darin, den apparativen Aufwand bei der Prüfung von gebrauchten legierten Motorenölen zu senken, um in einfach ausgestatteten Laboreinrichtungen oder auf mobilen Laborarbeitsplätzen eine Überprüfung des Ausnutzungsgrades von gebrauchten legierten Motorenölen vorzunehmen.

Wesen der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Prüfverfahren zu entwickeln, mit dem unter Beibehaltung des Titrationsprinzip's, ohne *p*H-Meßverstärker oder Gleichspannungsmeßgeräte die Gesamtbasenzahl gebrauchter legierter Motorenöle bestimmt werden kann.
Es wurde gefunden, daß bei der Bestimmung der Gesamtbasenzahl im gebrauchten legierten Motorenöl der Farbumschlag eines Farbstoffindikators in der Weise gut sichtbar wird, wenn nach jeder schrittweisen Zugabe des Titrators ein Tropfen der titrierten Lösung auf ein Stück saugfähiges Material, das die Saugfähigkeit eines mittelharten Papierfilters aufweist, getropft wird. Auf Grund der im Papier oder in anderen vergleichbaren saugfähigen Materialien vorhandenen Kapillarwirkung wird der in einem Lösemittel gelöste Indikator einschließlich der Kohlenwasserstoffkomponenten des gleichfalls in einem organischen Lösemittel gelösten Motorenöles vom Zentrum des aufgegebenen Tropfens weggezogen, und es verbleiben im Zentrum der Auftropfstelle die im gebrauchten Motorenöl vorhandenen schwarzen Verbrennungsrußbestandteile. Beim Erreichen des Äquivalenzpunktes, der bei der Bestimmung der Gesamtbasenzahl im *p*H-Bereich von 0,0 bis 3,5 liegen soll, tritt der Umschlag des Farbstoffindikators ein, der durch die erreichte Abtrennung der schwarzen Verbrennungsrußbestandteile visuell sehr deutlich auf dem äußeren Teil des Titrationslösungsfleckes erkannt werden kann. Es hat sich als vorteilhaft erwiesen, wenn jeweils nach festgelegter konstanter Titratorvolumenzugabe zur Titrationslösung ein Tropfen der Lösung auf das saugfähige Material gebracht wird, bis der Farbumschlag des Indikators festgestellt wird. Aus dem Verbrauch an Titrator bis zum Erreichen des Farbumschlages und unter Berücksichtigung der eingewogenen Menge Motorenöl kann die Gesamtbasenzahl ermittelt werden. Als geeigneter Farbstoffindikator zur Bestimmung der Gesamtbasenzahl in gebrauchten legierten Motorenölen hat sich eine Lösung von 0,1 g Kristallviolett in 100 ml Eisessig erwiesen.
Das erfindungsgemäße Prüfverfahren ermöglicht es, mit geringerem gerätetechnischem Aufwand unter Ausnutzung des chromatographischen Effektes zur Sichtbarmachung des Farbumschlages des Indikators Kristallviolett Werte für die Gesamtbasenzahl gebrauchter legierter Motorenöle zu ermitteln, die mit Werten der Gesamtbasenzahl gut übereinstimmen, die nach dem potentiometrischen Titrationsverfahren ermittelt wurden.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel erläutert werden.
2,8 g ± 0,1 g der zu untersuchenden homogenisierten Motorenölprobe, wobei es sich um legiertes Motorenöl im ungebrauchten oder auch gebrauchten Zustand handeln kann, werden mit 20 ml eines Lösemittelindikatorgemisches in einem Erlenmeyerkolben sorgfältig gemischt. In Abhängigkeit der Motorenölsorte kann dabei das Lösemittelindikatorgemisch eine unterschiedliche Zusammensetzung aufweisen. Bei der Motorenölsorte MD 302 nach TGL 21 148/07 hat sich beispielsweise ein Gemisch aus 4 Volumenteilen Tetrachlormethan, 1 Volumenteil Eisessig und 1 Volumenteil Indikatorlösung, die aus 0,1 g Kristallviolett in 100 ml Eisessig besteht, bewährt. Anschließend sind 0,5 ml 0,1 N Perchlorsäurelösung mittels einer Bürette zuzugeben. Der Kolben wird mit einem Stopfen verschlossen und ca. 2–3 Minuten intensiv geschüttelt. Mit Hilfe eines Tropfröhrchens wird ein Tropfen des in dem Kolben befindlichen Gemisches auf ein Filter, Nr. 388, TGL 9935 gebracht. Ist der äußere Teil des Fleckes noch violett, werden jeweils in einer Schrittfolge von 0,5 ml 0,1 N Perchlorsäurelösung zugegeben und ca. 1 Minute intensiv geschüttelt, um dann jeweils erneut einen Tropfen auf das Filterpapier zu geben. Dieser Vorgang wird solange wiederholt, bis der äußere Teil des Fleckes von violett nach gelb bzw. farblos umschlägt. Es ist zweckmäßig, die einzelnen Farbtüpfel auf dem Papier kreisförmig oder in einer Linie anzuordnen und beginnend mit 1 fortlaufend zu numerieren. Unter Zugrundelegung der gewählten Einwaage von 2,8 ± 0,1 g entspricht die Gesamtbasenzahl der untersuchten legierten Motorenölprobe derjenigen laufenden Nummer des Farbfleckes, bei dem der Farbumschlag des Indikators erstmalig auf dem äußeren Teil des Lösungsfleckes auftritt. Wenn von der genannten Einwaage an Motorenöl abgewichen wurde, muß die Gesamtbasenzahl nach einer in den Prüfstandards angegebenen Formel berechnet werden.