

1.) Destillationsmethode zur Bestimmung der unter 450° siedenden Anteile im Hartparaffin.

Zur Bestimmung der unter 450° siedenden Anteile und zur Durchführung einer Gesamtsiedeanalyse vom Hartparaffin dient die Destillation bei einem Vakuum von 1 mm Hg.

Apparatur. Zur Ausführung der Siedeanalyse wird ein Claisendestillierkolben der üblichen Ausführung von 250ccm Inhalt benutzt, durch dessen gerades Rohr eine Kapillare mit Schliffstopfen bis auf den Boden des Kolbens und durch dessen gekrümmtes Rohr ein geeichtes Thermometer mit einem Messbereich bis 360° gleichfalls mit einem Schliffstopfen eingeführt ist. Durch die Kapillare wird während der Destillation trockener Stickstoff eingeleitet. Das seitliche Ansatzrohr muß durch eine direkte Flamme oder durch einen Ölumlauflauf geheizt werden können. An das Ansatzrohr schließt sich eine der üblichen Einrichtungen an, die es gestattet, die Vorlagen unter Beibehaltung des Vakuums zu wechseln. Das Vakuum wird durch eine Ölpumpe erreicht, der Druck von 1 mm Hg wird unter Kontrolle durch ein Manometer nach dem McLeod-Prinzip eingestellt. Die Heizung erfolgt durch ein gasbeheiztes Luftbad, dessen Temperatur derart reguliert wird, dass eine konstante Destilliergeschwindigkeit von ca. 1 Tropfen je Sekunde erreicht wird.

Ausführung der Siedeanalyse. Zur Bestimmung der unter 450° siedenden Anteile werden ca. 120-150 g Paraffin eingewogen und in dem obenbeschriebenen Apparat bei 1 mm Hg bis 226° abdestilliert. Diese Temperatur entspricht nach dem Nogramm zur Umrechnung der Siedepunkte von Paraffinen von Beale und Doeksey (J. Inst. of Petrol. Technol. 21, 860, 1936) der Temperatur von 450° bei 760 mm Hg Rückstand und Destillat werden gewichtsmaÙig erfaßt und der Vorlauf in Prozenten angegeben.

001163

Bei Ausführung einer Gesamtanalyse wird das weitere Destilla in verschiedene Fraktionen zerlegt. Die Siedepunkte einzelner Fraktionen sind dabei entsprechend nachfolgender Tabelle auf Normaldruck umzurechnen.

| | |
|---------|------------|
| 1 mm Hg | 760 mm Hg. |
| 115°C | 300°C |
| 152 | 350 |
| 188 | 400 |
| 226 | 450 |
| 264 | 500 |
| 300 | 550 |
| 337 | 600 |

2.) Bestimmung der Penetrometerzahl.

Die Bestimmung wird nach der im Holde, 7. Auflage 1933 S. 412 veröffentlichten Beschreibung der Methode von Richardson ausgeführt. Es ist zu beachten, daß die Paraffinprobe mindestens 3 Stunden bei 25° temperiert werden muß. Als Penetrometerzahl, ~~ausgedrückt in auf der Skala abgelesenen Bogengraden,~~ gilt das Mittel von zehn auf dem gleichen Probenstück ausgeführten Einzelbestimmungen.

gez. Grimme

~~001164~~