

den 15. Dezember 1936.

Destillation/Schb./Rl.

000098

Bestimmung des Siedeverhaltens beim Gasöl und Destillations-
Rückstand der Fraktionier-Anlage.

Zur Siedeanalyse beim Gasöl werden 100 cm³ des Öles aus dem Engler-Kolben, der mit einem ca. 50 cm langen, einfachen Kühlerrohr verbunden ist, destilliert. Der Siedebeginn ist die Temperatur, bei welcher etwa der 5. Destillat-Tropfen aus dem Röhrchen des Engler-Kolbens heraustropft.

Zur Siedeanalyse des Rückstandsöles werden, um ein Übersäumen des Kolbeninhaltes zu vermeiden, nur 50 cm³ angewandt. Als Kühler dient hierbei ein nur ca. 25 - 30 cm langes, zuvor mit der Flamme angewärmtes Glasrohr, um ein Erstarren des Destillates zu verhindern. Das Destillat wird in einem 50 cm³ Meßzylinder aufgefangen. Wie beim Gasöl, so gilt auch beim Rückstandsöl die Temperatur, bei welcher etwa der 5. Tropfen den Destillationskolben verlässt, als Siedebeginn.

Bemerkung. Bei der Festlegung des Siedebeginns durch den 5. Tropfen soll erreicht werden, dass verschiedene Analytiker bei derselben Probe auch bei verschiedenen ⁷¹⁰¹Luftheiz- u. Destillationsgeschwindigkeiten annähernd den gleichen Siedebeginn ermitteln. Wesentlich ist hierbei vor allem, dass der Quecksilberfaden des Thermometers nach dem plötzlichen und schnellen Steigen zur Ruhe gekommen ist und eine gewisse Konstanz zeigt. Diese Konstanz dürfte i. A. etwa beim 5. Tropfen erreicht sein.

Ddr. Herrn Dr. Feist,

" Dipl. Ing. Stock.

Aceton.

(Verfahren von Robinson u. Rollin, verbessert von Kehler,
Amer. Journ. Pharm 69,65 (1910); CTU III, 820).

- Erforderliche Lösungen:
1. 257 gr reine NaOH + 1 Ltr. Wasser
 2. 250 gr KJ gelöst in 1 Ltr. Wasser, dazu 850 ccm der Lösung 1
 3. Zu 1 Ltr. einer wässrigen NaOCl-Lösung, die ca. 2,6 % wirksames Cl enthält, setzt man 25 ccm der Lsg. 1.

20 ccm der alkalischen Jodkaliumlösung 2 versetzt man mit 10 ccm einer 1-2 %igen wässrigen Acetonlösung MMH und fügt von der NaOCl-Lösung im Überschuß hinzu. Nach gutem Durchschütteln und Anskütern läßt man einen Überschuß an n/10 Na₂S₂O₃-Lösung zufließen, gibt nach wenigen Minuten Stärkelösung zu und titriert den Überschuß an Na₂S₂O₃ zurück. Da die NaOCl-Lösung gegen Thiosulfat eingestellt ist, läßt sich das durch die NaOCl in Freiheit gesetzte Jod berechnen und dieses, mit 0,07612 multipliziert, ergibt den Gehalt an Aceton.

Bezeichnet man mit:

x = cm³ n/10 Thiosulfat, die 100 ccm Hypochloritlösung entsprechen

a = angewandte ccm der zu untersuchenden Lösung

A₁ = Zusatz an NaOCl-Lösung in ccm

B = ccm der zur Übertitration zugesetzten n/10 Na₂S₂O₃

A₂ = ccm der zur Rücktitration verbrauchten NaOCl,

so ist:

$$\text{Aceton in gr/Liter} = 0,9675 \cdot \frac{(A_1 + A_2) \cdot x}{100} - B$$