

Mikroskopische Untersuchung von Paraffinkristallen
bei der Propanentparaffinierung.

Es wurden zwei verschiedene Methoden angewandt, nämlich 1) die in Amerika angewandte Objektträgermethode und 2) die Durchflußmethode.

1) Die Objektträgermethode.

Ein Tropfen der zu filtrierenden Propan-Oelmischung wird mit einem in flüssigem Propan vorgekühlten Glasstabe auf einen ebenso vorgekühlten gewöhnlichen Objektträger aufgebracht und sofort in einen auf dem Mikroskopisch befestigten Kühltisch geschoben, der mittels umgepumpter Kühlflüssigkeit dauernd auf der Untersuchungstemperatur von -40°C gehalten wird. Diese Manipulation muß schnell gehen, damit sich auf dem Objektträger keine nennenswerten Eismengen niederschlagen können.

An das Mikroskop werden keine besonderen Anforderungen gestellt. Es wird mit polarisiertem Licht gearbeitet. Als Vergrößerung wurde meist 1:100 angewandt. Bei längerer Dauer der Untersuchung läßt es sich nicht vermeiden, daß sowohl der Objektträger als auch das Mikroskop-Objektiv und andere Teile vereisen. Diese außerhalb der Objektebene befindlichen Eiskristalle bewirken eine mehr oder weniger vollständige Depolarisation des Lichtes, sodaß die Paraffinkristalle nicht mehr erkennbar sind. Die Vereisung läßt sich vermeiden, wenn man z.B. das ganze Mikroskop in einen ziemlich luftdichten Kasten setzt, durch den man ein trockenes Gas hindurchleitet oder der durch Phosphorpentoxyd trocken gehalten wird, sodaß die feuchte Außenluft nur schwer an die gekühlten Teile gelangen kann. Diese Maßnahme erlaubt Beobachtungszeiten von 1 Std. und darüber. Die Photographie ist erst möglich, wenn das überschüssige Propan vom Objektträger verdampft ist, sodaß "trockene" Kristalle vorliegen. Solange noch überschüssiges Propan vorhanden ist, schwimmen die Kristalle im Gesichtsfeld umher. Subjektive Beobachtung ist dabei jedoch durchaus möglich. Kristallform und Größe werden durch die Austrocknung, die schnell vor sich geht, nicht berührt, jedoch kann bisweilen eine rein mechanisch bedingte Konglomerierung der Teilchen vorgetäuscht werden.

Das Erscheinungsbild der Kristalle ist von der angewandten Propanverdünnung weitgehend unabhängig. Sie soll so gewählt werden, daß 1) hinreichend Teilchen im Gesichtsfeld vorhanden sind und 2) die Packung jedoch nicht so dicht ist, daß die Teilchen sich überdecken. Das läßt sich stets leicht erreichen, eventuell durch Auftropfen von Reinpropan auf den Objektträger im Propandampf über dem Vorratsgefäß.

Die Anordnung ist aus Bild 1 ersichtlich. Den Vorratsbehälter für die Kältemischung ersetzt man besser durch ein Dewargefäß und die abgebildete, nach Art einer umgekehrten Töplerpumpe

20789

arbeitende Umpumpvorrichtung durch eine Membran- oder Kolbenpumpe, die einen sicheren Umlauf gewährleisten, auch wenn Gasblasen im System sich gebildet haben.

2) Durchflußmethode.

Bei dieser Methode werden die Paraffinteilchen in einer geeignet verdünnten Propanölmischung untersucht, bleiben also in einem Zustande, der dem bei der Filtration notwendigen ziemlich ähnlich ist. Hierfür ist eine Durchflußküvette notwendig, die zwischen dünnen Glasplatten eine Schichtdicke von unter 1 mm aufweist und die in ein Kühlsystem eingebaut ist, das dauernd auf -40°C gehalten wird. Im einfachsten Falle befindet sich die zu untersuchende Flüssigkeit in einem kleinen Dewargefaß mit unterem Ausfluß, aus dem die Flüssigkeit auf kürzestem Wege in die Küvette laufen kann. Das ganze Küvetten-system muß unbedingt unter den Propansiedepunkt abgekühlt werden, eventuell durch Überspritzen von Reinpropan, da sonst eine so lebhaftere Bewegung im Bilde herrscht, daß nichts zu erkennen ist. Dies ist nur so zu erreichen, daß die Durchsichtsscheiben der Küvette, die wegen der Durchsicht nicht gekühlt werden können, doppelwandig hergestellt werden und der Hohlraum evakuiert wird. Dadurch wird die Einstrahlung auf ein erträgliches Maß beschränkt, die Flüssigkeit bleibt vollständig ruhig, sodaß die Paraffinteilchen zu Boden sinken und photographiert werden können. Durch die Doppelwandigkeit der Küvette wird eine größere Objektivbrennweite bedingt, da man nicht mehr so nahe an das eigentliche Objekt heran kann.

Auch bei dieser Methode vereisen natürlich alle kalten Teile, wogegen man sich ebenso, wie bei der amerikanischen Methode beschrieben wurde, schützen kann. Da ein derartiger Schutzkasten jedoch die Handhabung der Apparatur behindert, kann man die Durchsichtflächen und das Objektiv mit einer von Luftblasen freien Schicht von Glycerin-Alkohol bestreichen, die das Gefrieren längere Zeit unterbindet und von Zeit zu Zeit erneuert werden muß. Da bei dieser Methode die Objektebene in der Küvette fest mit dem Mikroskop verbunden bleiben kann, besteht auch die Möglichkeit, das Objektiv mittels Gummiverbindung luftdicht mit der Küvette zu verbinden, sodaß nur die untere Durchsichtfläche mit einem Gefrierschutzmittel bestrichen zu werden braucht.

Die Küvette ist mit einem gewöhnlichen Gummischlauch verschlossen, durch den sie auch entleert werden kann, sodaß neue Flüssigkeit zulaufen kann.

Wenn das Objektiv mit der Küvette luftdicht verbunden wird und die Schichtdicke der Küvette nur ca. 0,5 mm oder weniger beträgt, so kann man auf die Doppelwandigkeit der Durchsichtsscheiben verzichten, da die Kühlwirkung des Kühltisches ausreicht.

Die untere Durchsicht wird entweder mit Glycerin-Alkohol eisfrei gehalten oder sie kann sogar mit einem kalten aber trockenen Gasstrom angeblasen werden, sodaß keine feuchte Luft Zutreten kann. Eine derartige Küvette ist in Bild 2 dargestellt.

Die Vorratsbehälter sind hiermit in das Kühlsystem einbezogen. Mit einem Gummiball kann die Flüssigkeit in Bewegung gesetzt und der Küvetteninhalt erneuert werden.

Die bisher beschriebenen Anordnungen erlauben eine Untersuchung nur bei Atmosphärendruck und der zugehörigen Siedetemperatur des Propan von ca. -40°C . Um auch bei höheren Temperaturen arbeiten zu können, ist eine Druckküvette notwendig, deren Konstruktion aus der beiliegenden Zeichnung Bild 3 in allen Einzelheiten zu ersehen ist.

Die zu untersuchenden Oel-Propanmischungen werden in diesem Falle in der Bombe 12 in geeigneter Weise heruntergekühlt und zwar mit einem Kühlmittel, das gleichzeitig auch die Druckküvette mit kühlt, sodaß ständig Temperaturgleichgewicht im ganzen System herrscht.

Die Durchsichtsscheiben der Küvette verschmutzen leicht innen und müssen von Zeit zu Zeit mit Reinpropan gespült werden, wozu eine Einrichtung vorgesehen ist. Falls dies nicht zum Erfolg führt, muß die Küvette zerlegt werden, was ohne Schwierigkeiten und großen Zeitverlust möglich ist.

Die nach der Objektträgermethode und mittels Durchflußküvette erzielten Bilder sind gleichartig. Die erste Methode ist technisch einfacher, während die zweite Methode außer den Paraffinkristallen meist auch noch andere Einzelheiten, wie Fasern und schleimartige Gebilde zu erkennen gestattet.

Die Methode gestattet bei manchen Oelen und bei gleichbleibenden Versuchsbedingungen einen Rückschluß auf die Filtrierbarkeit. Jedoch kommen feinere Unterschiede in der Filtrierbarkeit meist noch nicht deutlich genug zum Ausdruck und bei manchen Oelen versagt sie auch noch vollständig.

Die beigelegten Photographien zeigen Aufnahmen von Lützkendorfer Rückstandsöl, das in der Ludwigshafener Versuchsanlage entparaffiniert wurde. Während die Objektträgermethode nur bei gekreuzten Nicols brauchbare Bilder liefert, kann bei der Durchflußmethode auch mit nicht polarisiertem Licht gearbeitet werden. Die Kristalle erscheinen dann als dunkle Agglomerate im hellen Gesichtsfeld, während im polarisierten Licht die Kristallhaufen sich leuchtend aus dem dunklen Gesichtsfeld herausheben.

gez. Meier