

füllt, ein Thermometer einsenkt und durch eine Kältemischung solange abkühlt, bis beim Neigen des Proberohres das Festwerden zu bemerken ist. Man kühlt nun in einem größeren Gefäße (Fig. 23) eine Salzlösung von bekanntem Gefrierpunkte auf die so gefundene Temperatur ab und läßt eine mit der zu prüfenden Flüssigkeit einige Zentimeter hoch gefüllte Proberöhre eine Stunde ruhig darin stehen. Ist nach dieser Zeit die Erstarrung so weit vor sich gegangen, daß ein eingetauchter Glasstab so fest haftet, daß man die Röhre samt Inhalt mit ihm heben kann, so heißt die Flüssigkeit bei dieser Temperatur dicksalbig, ist dies nicht der Fall, dünnsalbig.

Geeignete Salzlösungen stellt man durch Auflösen von Kochsalz, Salpeter oder Salmiak oder Mischungen dieser Salze in Wasser her. Als Kältemischung genügt fast immer eine Mischung von zwei Teilen Eis mit einem Teil Kochsalz, die eine Temperatur von -20°C erreichen läßt.

γ. Siedeanalyse.

Für den Siedepunkt gilt ähnliches wie für den Erstarrungspunkt. Nur reine Stoffe haben einen konstanten Siedepunkt, bei Gemischen findet ein allmähliches Ansteigen der Siedetemperatur statt. Immerhin ist es wertvoll festzustellen, nicht nur innerhalb welcher Grenzen die Flüssigkeit siedet, sondern auch wieviel innerhalb bestimmter Temperaturgrenzen überdestilliert. Die zu dieser sogenannten Siedeanalyse benutzte Methode richtet sich nach der Art der in Betracht kommenden Flüssigkeit. Im nachstehenden soll nur für Erdöl, beziehungsweise aus ihm hergestellte Produkte und für Teer eine nähere Beschreibung der gebräuchlichen Apparate gegeben werden.

Zur Siedeanalyse von Erdölfabrikaten ist der Apparat von Ubbelohde empfehlenswert (Fig. 24).

100 cm^3 (bei höher siedenden Produkten 80 cm^3) der zu prüfenden Flüssigkeit werden in einem sogenannten Englerkolben (aus Fig. 25 ersichtlich) der fraktionierten Destillation unterworfen, die so zu leiten ist, daß in der Sekunde 2 Tropfen vom Kühlerende abfallen. Die vom Siedebeginn ¹⁾ bis 150° , ferner die von 150 — 200° , von 200 — 250° , von 250 — 275° und von 275 — 300° übergehenden Anteile werden in getrennten Vorlagen aufgefangen, die auf einem Gestell drehbar angebracht sind.

Der Destillationskolben befindet sich in einer besonderen Heizvorrichtung mit regulierbarem Bunsenbrenner nach Follis.

¹⁾ Als solcher gilt die Temperatur, bei der der erste Tropfen in die Vorlage fällt.

Wasserhaltige Flüssigkeiten sind vor der Destillation zu trocknen.
Die Destillation von Steinkohlenteer macht insoferne Schwierigkeiten,

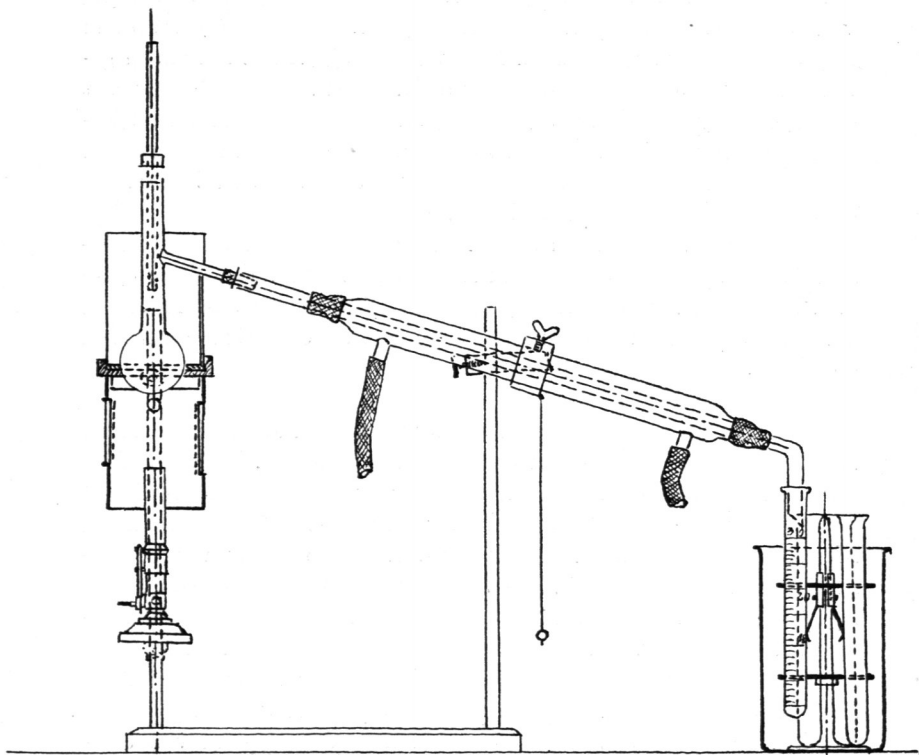


Fig. 24. Apparat zur Siedeanalyse nach Engler-Ubbelohde.

als er fast immer wasserhältig ist, was bei gewöhnlichem Erhitzen zum Stoßen, eventuell sogar zum Übersäumen Veranlassung gibt. Der Destillationskolben muß daher, solange nicht alles Wasser übergegangen ist, sehr vorsichtig und möglichst nur von der Seite erhitzt werden. Zweckmäßiger und einfacher ist es, zur Destillation ein zylindrisches Kupfergefäß von etwa 1 l Inhalt zu benutzen, das mit einem flach gewölbten Deckel versehen ist, der einen Aufsatz mit Thermometer und Ableitungsrohr besitzt, wie dies bei dem von Senger angegebenen Apparat (Fig. 26) der Fall ist. Zur Heizung des Gefäßes dient sowohl ein Bunsenbrenner als auch ein mit feinen Löchern versehenes Gasrohr g, das den oberen Teil des Destillationsgefäßes zu erhitzen gestattet. Nachdem durch Erhitzen von oben das Wasser aus-

getrieben ist, wird wie gewöhnlich mittels des untergestellten Bunsenbrenners die Destillation zu Ende geführt.

Zu beachten ist, daß der Teer Naphthalin enthält, was eine Verstopfung des Kühlrohrs herbeiführen kann. Es muß daher, sobald das Naphthalin sich im Kühler zu zeigen beginnt, mit der Kühlung aufgehört werden. Sollte sich das Kühlrohr trotzdem verstopfen, so muß durch geeignetes Erwärmen des Destillationsrohres das Naphthalin geschmolzen werden. Bei der Destillation von Teer, die mit gleicher Geschwindigkeit wie die der Erdölprodukte erfolgen soll, werden folgende Fraktionen aufgefangen:

Leichtöl bis 170°C , Mittelöl $170\text{--}230^{\circ}$, Schweröl $230\text{--}270^{\circ}$, Anthrazenöl $270\text{--}320^{\circ}$.

Zur Destillation von Benzol oder von Teerölen sind ebenfalls eigene Apparate konstruiert worden, die durch Übereinkommen

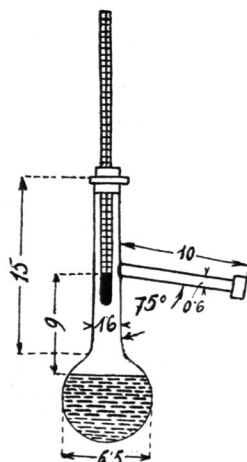


Fig. 25. Englerkolben.

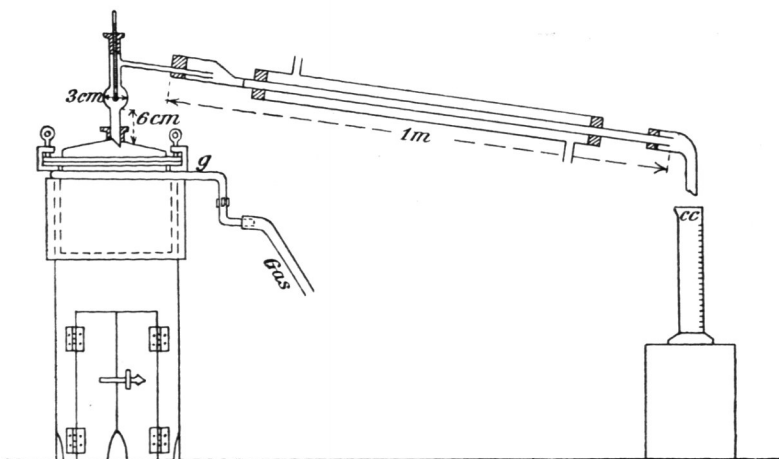


Fig. 26. Apparat von Senger zur Teerdestillation.

bestimmte Abmessungen besitzen. Fig. 27 zeigt einen solchen Apparat; der Destillationskolben ist der Sicherheit halber aus Kupfer verfertigt.
 δ. Bestimmung des Flammpunktes.

Unter dem Flammpunkte (Entflammungspunkt) versteht man jene Temperatur, bei der eine brennbare Flüssigkeit so viel Dämpfe