

	Gefunden		Ber. für $C_6H_{12}ClJO$
	I.	II.	
Cl + J	61.88	62.46	61.90 pCt.

Chlorjodhydrin-norm.-propylester

wurde dargestellt durch 4—5stündiges Erhitzen der Componenten auf 190° . Behufs Reindarstellung wird, wie oben angegeben, verfahren. Dieser Aether ist relativ beständig und weniger lichtempfindlich wie die schon beschriebenen Verbindungen. Eine geringe Zersetzung bei der Destillation grösserer Mengen ist aber auch hier nicht zu vermeiden. Siedepunkt (bei gewöhnlichem Luftdruck) = $200-210^{\circ}$, bei 150 mm Druck = $150-160^{\circ}$. Gleich in seinen Eigenschaften den vorstehend beschriebenen Aethern. Man erhält ungefähr 30—40 pCt. der theoretischen Ausbeute.

0.529 g Substanz lieferten 0.769 g AgCl + AgJ.

	Gefunden	Ber. für $C_6H_{12}ClJO$
Cl + J	62.41	61.90 pCt.

Mit dem Studium der Einwirkung von Zinkstaub, metallischem Natrium und molecularem Silber auf die genannten Verbindungen bin ich beschäftigt.

549. Br. Pawlewski und Jak. Filemonowicz: Ueber die Löslichkeit und Bestimmung von Paraffin.

(Eingegangen am 11. October; mitgetheilt in der Sitzung von Hrn. Sell.)

Ueber die Löslichkeit des Erdöls und Ozokeritparaffins giebt es bis jetzt in betreffender chemischen Literatur nur sehr sparsame Angaben. Solche Angaben sind für Techniker und manchmal für die Laboratoriumspraxis nicht ohne Wichtigkeit. Wir geben weiter unten eine Reihe von Zahlen an, die die Löslichkeit des Paraffins in verschiedenen Lösungsmitteln ausdrücken, welche Zahlen alle bei 20° mit Ozokeritparaffin vom Schmelzpunkte $64-65^{\circ}$, vom Erstarrungspunkte $61-63^{\circ}$ und spec. Gewichte $d_{20} = 0.9170$ erhalten worden sind und die auch zur Bearbeitung und Begründung einer neuen Paraffinbestimmungsmethode führen:

	I. Lösungsmittel	II.	III.	IV. 1 Gew.-Theil von Paraffin erfordert zum vollständigen Lösen folgende Gewichtstheile des Lösungs- mittels
		100 g des Lösungsmittels löst von Paraffin in Gramm	100 ccm	
1.	Kohlenstoffbisulfid	12.99	—	7.6
2.	Benzin bis 75° C. spec. Gew. = 0.7233 .	11.73	8.48	8.5
3.	Terpentinöl, spec. Gew. = 0.857, Siede- punkt 158—166°	6.06	5.21	16.1
4.	Cumol, käufl. bis 160° spec. Gew. = 0.867	4.28	3.72	23.4
5.	Cumol, fract. 150—160° spec. Gew. = 0.847	3.99	3.39	25.0
6.	Xylol, käufl. 135—143° spec. Gew. = 0.866	3.95	3.43	25.1
7.	Xylol, fract. 136—138° spec. Gew. = 0.864	4.39	3.77	22.7
8.	Toluol, käufl. 108—110° spec. Gew. = 0.866	3.83	3.34	26.1
9.	Toluol, fraction. 108.5—109.5° spec. Gew. = 0.866	3.92	3.41	25.5
10.	Chloroform	2.42	3.61	41.3
11.	Benzol	1.99	1.75	50.3
12.	Aethyläther	1.95	—	50.8
13.	Isobutylalkohol, käufl. spec. Gew. = 0.804	0.285	0.228	352.9
14.	Aceton, fract. Sdp. 55.5—56.5° spec. Gew. = 0.797	0.262	0.209	378.7
15.	Aethylacetat	0.238	—	419.0
16.	Aethylalkohol von 99.5° Tr.	0.219	—	453.6
17.	Amylalkohol, käufl. Siedepunkt 127—129° spec. Gew. = 0.813	0.202	0.164	495.3
18.	Propionsäure	0.165	—	595.3
19.	Propylalkohol	0.141	—	709.4
20.	Methylalkohol, fraction. Sdp. 65.5—66.5° spec. Gew. = 0.798	0.071	0.056	1447.5
21.	Methylformiat	0.060	—	1648.7
22.	Eisessig	0.060	0.063	1668.6
23.	Aethylalkohol von 94.5° Tr.	0.046	—	2149.5
24.	Essigsäureanhydrid	0.025	—	3856.2
25.	Ameisensäure, kryst.	0.013	0.015	7689.2
26.	Aethylalkohol von 75° Tr.	0.0003	—	330000

Wie man aus obigen Zahlen sieht, giebt es einige Flüssigkeiten, in welchen das Paraffin fast unlöslich ist. Berücksichtigt man jedoch zugleich die Löslichkeitsverhältnisse von Paraffin und der flüssigen Petroleumkohlenwasserstoffe in einzelnen Lösungsmitteln und zudem die Preise der letzteren, so muss man zum Schlusse kommen, dass man von vielen oben angeführten Flüssigkeiten nur den Eisessig mit Vortheil zur Trennung des festen (sogen. Gesamtparaffins) von flüssigen Kohlenwasserstoffen in verschiedenen Producten der Petroleum- und Ozokeritindustrie, wie z. B. Erdöl, Leucht-, Blau-, Grün- und Schmieröle, Vaseline u. s. w. anwenden kann.

Es hat sich nämlich aus unseren Untersuchungen ergeben, dass zum vollständigen Lösen von 1 Volum der unten angegebenen flüssigen Producte folgende Volume von Eisessig erforderlich sind:

1 Volum Handelspetroleumsorten erfordern 8—16 Volume Eisessig¹⁾.

1	»	Erdöle	»	15—30	»	»
1	»	Blauöle	»	25—50	»	»
1	»	Grünöle	»	30—60	»	»
1	»	Petroleumrückstände	»	20—50	»	»

Dagegen ist das Vaseline, Ceresin, der Ozokerit und das Paraffin im Eisessig fast unlöslich. Schüttelt man ein flüssiges Petroleumproduct, in welchem feste Kohlenwasserstoffe (Weichparaffin oder Gesamtparaffin) vorhanden sind, gut mit genügender Menge von Eisessig, so gehen die flüssigen Kohlenwasserstoffe in Lösung und das vorhandene Paraffin wird ausgeschieden und kann auf übliche Weise bestimmt werden.

Will man in einer Flüssigkeit, wie Erdöl, Petroleum, Schmieröle, Rückstände u. s. w. das Gesamtparaffin bestimmen, so nimmt man 5—20 ccm (Volum \times spec. Gew. = g) derselben und schüttelt gut mit 100—200 ccm Eisessig und sammelt das ausgeschiedene Paraffin auf dem gewogenen Filter, wäscht 2—3 mal mit Eisessig, dann 2—3 mal mit Alkohol von 75° Tr., trocknet und wägt; oder man löst das auf dem ungewogenen Filter gewaschene Paraffin in Benzin oder Aether, dampft den Aether ab und wägt das Paraffin.

Klebt sich das ausgeschiedene, harzhaltige Paraffin, wie dies bei manchen Erdölen der Fall ist, an den Wänden des Mischeylinders an, so nimmt man auch nach dem Auswaschen mit Eisessig zum Loslösen des Paraffins Aether oder Benzin.

Die angegebene Bestimmungsmethode ist sehr leicht, schnell und so scharf, dass es genügt, nur 2—3 ccm Petroleum, welches nur 2 pCt.

¹⁾ Rigolen, Benzin, Ligroin u. s. w. mischt sich mit Eisessig in jedem Verhältnisse.

Paraffin enthält, zu nehmen, um das Paraffin in demselben mit Sicherheit nachzuweisen. Der Vortheil dieser Paraffinbestimmungsmethode den früheren gegenüber ist die bedeutend grössere Schnelligkeit der Ausführung bei genügender Genauigkeit und grosser Einfachheit. Die beschriebene Bestimmungsmethode kann bei Zimmertemperatur ausgeführt werden und giebt auch ganz brauchbare Resultate.

Um ein Bild von der nach der genannten Methode erreichbaren Genauigkeit zu geben, seien nachstehend die Bestimmungen von Gesamtparaffin in vielen Substanzen angeführt:

		Paraffin		Schmp.
		pCt.		
1.	Controlversuch I.	10.42	10.13 anstatt 10	47°
2.	» II.	4.70	4.54 » 4.58	63°
3.	Handelspetroleum A. . . .	2.08	2.16 » 2.22 ¹⁾	42°
4.	» B.	5.43	5.62 » 5.51	38—40°
5.	Erdöl von Kleczany	18.56	18.45 » 18.58	37°
6.	» » Kryg	21.66	21.53 » —	32—34°
7.	Rückstände von Petroleum A.	22.13	21.93 » —	35—37°
8.	Grünöl A.	25.31	25.29 » 25.40	36—37°
9.	» B.	35.84	35.45 » —	35°
10.	Blauöl A.	17.20	17.01 » 17.32	32°
11.	» B.	13.77	13.28 » 13.50	33°
12.	Schmieröl III.	3.89	4.01 » 4.25	30°
13.	Vaselin G. S. IV.	84.07	84.39 » 84.25	27°

Lemberg (Lwów), den 9. October 1888.

Chem. techn. Laborat. der k. k. technischen Hochschule.

¹⁾ Erwähnt sei hier, dass fast alle Handelspetroleumsorten Paraffin (1—5 pCt.) enthalten, und dass bei Destillation des Erdöls das Paraffin schon bei 180—185° in's Destillat übergeht.