

000176

Dupl

Methode zur Wasserbestimmung in Mineralölen.

Die Methode schliesst sich eng an die schon bei der H₂O-Bestimmung in Alkohol zur Anwendung gelangte Arbeitsweise an.

Chem.Vorgang: Acetylchlorid hydrolysiert mit Wasser unter Bildung von 2 Äquivalenten Säure:
 $\text{CH}_3 \cdot \text{COCl} + \text{H}_2\text{O} = \text{CH}_3 \cdot \text{COOH} + \text{HCl}$
Acetylchlorid zersetzt sich mit Aminen und Alkoholen nach der Gleichung:
 $\text{CH}_3 \cdot \text{CO} \cdot \text{Cl} + \text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{NH}_2 = \text{CH}_3 \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{C}_6\text{H}_5 + \text{HCl}$.
Diese Reaktionen gestatten die massanalytische Bestimmung von Wasser in Mineralölen etc.

Erforderliche Reagentien: Toluol puriss. über Natrium getrocknet, Chloroform puriss. über P₂O₅ destilliert, Acetylchlorid p.A. (Merk) Pyridin puriss., Anilin puriss.

Erforderliche Lösungen: n/10 Acetylchlorid in Toluol-Chloroform (Gleiche Raumteile) n/5 alkoh.Kalilauge.

Ausführung: In eine gut schliessende Schliffflasche von 250 ccm Inhalt wiegt man 5 - 7 g des zu untersuchenden Öles (auf 5 - 10 mg genau) ein und gibt aus einer Bürette 5 ccm Pyridin puriss. hinzu. Durch Umschwenken werden Öl und Pyridin gut durchgemischt. Dann lässt man aus einer Überlaufbürette mit automatischer Nullpunktseinstellung 20 ccm n/10 Acetylchloridlösung hinzufließen. Bei Anwendung von weniger als 10 ccm Acetylchloridlösung ist der Gebrauch automatischer Derona-Büretten empfehlenswert. Man schüttelt vorsichtig, ohne den Schliff zu benetzen, bis zur homogenen Lösung und lässt 1/2 Std. unter öfterem Umschwenken stehen. Nach dieser Zeit gibt man aus einer Bürette 5 ccm Anilin puriss. hinzu und schüttelt um. Nach 10 Minuten titriert man mit n/5 alkoh.KOH. Indikator Phenolphthalein.

Blindversuch: Wird ohne Öl in gleicher Weise angesetzt.

Säurezahl: Ist gesondert zu bestimmen und von den verbrauchten ccm KOH bei der Wasserbestimmung abzuziehen. Sie ist bei Syntheseölen meist sehr klein und kann daher häufig vernachlässigt werden.

Berechnung:

Der Faktor der n/5 alkoh.KOH wird in der äquivalenten Menge Wasser angegeben. Es hat also eine n/1 KOH den Faktor 18,016, eine n/2 KOH den Faktor 9,01 und eine n/5 den Faktor 3,600.

Beispiel:

e) = Einwaage a) = verbr.ccm KOH beim Hauptversuch
f) = Faktor KOH b) = " " " " Blindversuch

$$\% H_2O = \frac{(a - b) \cdot f}{10 \cdot e}$$

Zahlenbeispiel:

e = 6,78 g a = 42,9 b = 40,3 f = 1,570

$$\% H_2O = \frac{(42,9 - 40,3) \cdot 1,570}{10 \cdot 6,78} = 0,063 \%$$

Säurezahl:

bei Vorliegen einer Säurezahl lautet die Gleichung:

e = Einwaage a = verbr.ccm KOH beim Hauptversuch

f = Faktor KOH b = " " " " Blindversuch

c = Anzahl ccm KOH die dem Säuregehalt von e der zu untersuchenden Substanz entsprechen.

$$\% H_2O = \frac{(a - b - c) \cdot f}{10 \cdot e}$$

Genauigkeit:

Die Genauigkeit der Methode beträgt 1 Einheit der 2. Dezimale.

gez. Tramm

gez. Rottig