

091065

Hauptlaboratorium.

17. September 1941.

Bestimmung der Jodzahl von Benzin und Dieselölen.
(Mikro-Methode).

Allgemeines.

Vergleiche Analysenmethoden des Hauptlaboratoriums Nr.51: Die Bestimmung der Jodzahl von Benzin in Ölen.

Reagenzien.

Methylalkohol, reinst, wasserfrei und frei von Aceton, Natriumbromid p.A., bei 130° im Trockenschrank getrocknet, Chloroform p.A., Brom p.A. - $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Man sättigt eine größere Menge (1 l) Methylalkohol mit Natriumbromid, wozu ca. 150 g erforderlich sind. Die Sättigung wird durch Schütteln in einer Maschine beschleunigt und dauert ungefähr 1 Std. Zweckmäßig wird stets eine gewisse Menge dieser gesättigten Lösung vorrätig gehalten und im Dunkeln aufbewahrt. Von dieser Vorratslösung gießt man 500 ccm in eine braune Flasche (zweckmäßig durch ein großes Faltenfilter) und gibt mittels einer Pipette 1,3 ccm Brom p.A. hinzu. Nach kurzem Umschütteln ist die Lösung gebrauchsfertig. - Eine 10%ige wässrige Lösung von Kaliumjodid (Jodkalium p.A.) $\frac{n}{50}$ Natriumthio-sulfatlösung. Einprozentige Stärkelösung als Indikator.

Apparatives.

100 ccm Pulverflaschen mit tadellos schließendem Schliff, geeichte 5 ccm und 1 ccm Pipetten, eine Spezialbürette (siehe Zeichnung), mehrere Spezialpipetten, deren Herstellung nochmals kurz beschrieben sei.

Jenaer Kapillarglas von 1 mm l.W. wird zu einer feinen Spitze ausgezogen. Die Gesamtlänge der Pipette soll 30 - 35 cm betragen. Ungefähr 10 cm von der Spitze an gerechnet, wird mit einem Glasmesser eine feine, kreisrunde Markierung angebracht, oberhalb dieser, in einem Abstand von ca. 60 mm, eine zweite Mar-

kierung. Das Volumen zwischen diesen beiden Marken wird nach wiederholtem Reinigen der Pipette mit Chromschwefelsäure, Wasser und Methanol p.A. durch Auswiegen mittels reinstem, mehrfach destilliertem Quecksilber vorgenommen. (Mindestens 15 - 20 Wägungen.) Aus den erhaltenen Zahlen wird das ~~arithmet~~^{arithmet} ische Mittel errechnet und dieser Wert als das "Einwaagevolumen" bezeichnet. Es beträgt bei Anfertigung der Pipetten nach obiger Vorschrift ca. 0,05 ccm. Zur Ermittlung der eigentlichen Einwaage muß also dieses Volumen noch mit der Dichte des zu untersuchenden Benzines multipliziert werden.

Ausführung.

Man pipettiert aus der zu untersuchenden Benzinprobe, die möglichst eine Temperatur von 20°C haben soll, mittels der Spezialpipette das "Einwaagevolumen" ab und löst in 5 ccm Chloroform, die sich in einer 100 ccm Schliffflasche befinden. Nach kurzem, vorsichtigem Umschütteln pipettiert man mittels der 1 ccm Pipette 0,5 ccm heraus und löst in 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung, die sich ebenfalls in einer 100 ccm Schliffflasche befinden. Man schüttelt abermals vorsichtig zwecks gleichmäßiger Verteilung des Benzins im Methylalkohol, verschließt die Flasche mit dem Schliffstopfen und stellt ins Dunkle. Die Reaktionsdauer beginnt in dem Augenblick, in dem die gesamten 0,5 ccm Chloroformlösung zu der methylalkoholischen Bromlösung hinzugegeben sind und wird am besten mit einer Stoppuhr gemessen.

Nach genau 2 Minuten werden 3 ccm Jodkaliumlösung hinzugegeben. Man schüttelt erneut vorsichtig 20 - 30 sec. zwecks restloser Umsetzung des unverbrauchten Broms mit dem Jodkalium und titriert sofort mit $\frac{n}{50}$ Natriumthiosulfatlösung bis zur schwachen Gelbfärbung. Danach fügt man einen kleinen Guß Stärkelösung hinzu und titriert auf farblos. Ein Blindversuch ist in gleicher Weise durchzuführen.

Besondere Hinweise.

Es hat sich in der Praxis herausgestellt, daß die größten Schwierigkeiten und Fehler beim Pipettieren der kleinen Benzinmengen mittels der Spezialpipette auftreten. Grundsätzlich ist darauf zu achten, daß schnell gearbeitet wird, damit Verluste durch Verdunstung nicht entstehen können. Auch soll die Pipette nicht zu lange in der warmen Hand gehalten werden, da hierdurch gleichfalls Verluste oder zumindest Fehler entstehen können. Beim Pipettieren selbst ist darauf zu achten, daß das Einwaagevolumen genauestens in die 5 ccm Chloroform hineinpipettiert wird. Vor dem Lösen in Chloroform sind kleine, evtl. an den Pipettenspitzen haftende Benzinspuren durch vorsichtiges Abstreifen an der Wand des Benzinvorratsgefäßes zu entfernen. Das Gleiche hat sinngemäß zu geschehen, wenn das Benzin in Chloroform gelöst ist, d.h. in diesem Falle ist die Pipette vorsichtig an der Glaswand der 100 ccm Schliffflasche, in der sich die 5 ccm Chloroform befinden, abzustreifen. Dieser Vorgang bedarf einiger Übung, läßt sich aber doch innerhalb kurzer Zeit mit Sicherheit erlernen.

Zur Bestimmung der Einwaage ist bei Benzin und Dieselölen, wie schon betont, das Volumen der Spezialpipette mit der Dichte der zu untersuchenden Substanz zu multiplizieren. Zur Analyse werden nach dem Lösen des Benzins in Chloroform nur 0,5 ccm benötigt, als Einwaage ist zur Berechnung der Jodzahl also nur der zehnte Teil einzusetzen. Nun ist aber das Chloroformvolumen um das Volumen der Benzineinwaage vermehrt worden, beträgt also jetzt bei Anwendung der oben erwähnten Spezialpipetten ca. 5,05 cm³. Dadurch entsteht in der Berechnung ein Fehler von fast genau 1 %, d.h., die Jodzahl wird um 1 % des Gesamtwertes zu tief gefunden. Zu dem gefundenen Jodzahlwert ist daher in allen Fällen 1 % hinzuzuzaddieren.

Bei der Titration mit Thiosulfat ist darauf zu achten, daß kurz vor dem Farbumschlag blau - farblos nur noch mit halben und Vierteltropfen titriert wird, da sonst Fehler entstehen können, die bis zu 1 % betragen. Bei einiger Übung bereitet auch dieses keinerlei Schwierigkeiten.

Sollten bei der Durchführung der Analysen Jodzahlen von 5 und tiefer zu erwarten sein, ist es vorteilhafter und genauer, statt einer Einwaage von 0,05 ccm eine solche von 0,2 ccm oder sogar 0,3 ccm zu wählen.

Es hat sich als zweckmäßig herausgestellt, die 5 ccm methylalkoholischer Bromlösung aus der Vorratsflasche mittels geeichter 5 ccm Pipette abzupipettieren und nicht mittels einer Bürette abzumessen, da in diesem Falle durch die Adhäsion der Bromlösung an der Wand der Bürette und das dadurch bedingte Nachlaufen die Meßgenauigkeit stark beeinträchtigt wird.

Berechnung.

Die Berechnung der Jodzahl erfolgt nach der Formel:

$$\frac{(a - b) \cdot f \cdot 0,00254 \cdot 100}{E}$$

- a = titrierte ccm $\frac{n}{50}$ Natriumthiosulfatlösung beim Blindversuch,
- b = " " " " Hauptversuch.
- f = Faktor der Thiosulfatlösung.
- E = Einwaage in Gramm.

0,00254 bedeutet diejenige Menge Jod, die einem ccm $\frac{n}{50}$ Natriumthiosulfatlösung äquivalent ist.

Zahlenbeispiel. (Substanz: Hepten aus AK-Benzin, Fraktion 92 - 93°C)

0,0468 ccm = 32,8 mg mittels Spezialpipette gelöst in 5 ccm CHCl3,

a = 22,90 ccm $\frac{n}{50}$ Natriumthiosulfatlösung,

b = 20,70 " " " "

f = 1,155 E = 0,00328.

$$\text{Jodzahl} = \frac{(22,90 - 20,70) \cdot 1,155 \cdot 0,00254 \cdot 100}{0,00328} = 198,8$$

Wie bereits oben erwähnt, muß zu diesem gefundenen Wert 1 % hinzugezählt werden, so daß die nunmehr endgültig richtige Jodzahl

$$\begin{array}{r} 198,8 \\ + 1\% \quad 2,0 \\ \hline \underline{\underline{200,8}} \end{array} \text{ beträgt.}$$

Roth

001089

Tabelle 1

Einfluß des Lösungsvermittlers Benzin - Methylalkohol auf die Jodzahl.

Reaktionsdauer 2 Minuten, angewandte Menge in allen Fällen 5 ccm, daraus pipettiert jeweils 0,5 und 1 ccm entsprechend einer Einwaage von 3,98 bzw. 7,96 mg. Substanz: Syntheseöl.

| Lösungsmittel | zur Jodzahlbest. pipettierte Menge in ccm | gefundene Jodzahl |
|---------------|---|-------------------|
| Butylalkohol | 1 | 55,3 |
| | 0,5 | 22,7 |
| Dekalin | 1 | 6,1 |
| | 0,5 | 4,3 |
| Dioxan | 1 | 24,6 |
| | 0,5 | 27,7 |
| Benzylalkohol | 1 | 12,3 |
| | 0,5 | 11,8 |
| Nitrobenzol | 1 | 63,5 |
| o-Xylol | 1 | 41,7 |
| | 0,5 | 39,3 |
| Tetralin | 1 | 15,4 |
| | 0,5 | 15,4 |
| Chloroform | 1 | 68,1 |
| | 0,5 | 67,9 |

Tabelle 2

Einfluß der Jodkaliumkonzentration und Menge auf den Jodzahle-ndwert. Substanz Syntheseöl. Reaktionsdauer 2 Minuten. Einwaage 3,98 mg. in 0,5 ccm Chloroform gelöst.

| Prozentgehalt der Jodkaliumlösg. | Angewandte Menge in ccm | Gefundene Jodzahl |
|----------------------------------|-------------------------|-------------------|
| 5 | 10 | 84,6 |
| 3,5 | 15 | 86,5 |
| 10 | 3 | 83,6 |
| 2,5 | 15 | 84,6 |
| 3 | 15 | 86 |

001979

Tabelle 3

Substanz eingewogen und in 50 ccm Tetrachloräthan gelöst. Für jeden Versuch 1 ccm pipettiert entsprechend einer Einwaage von

| | 7,84 mg | 15,16 mg | 14,9 mg |
|---------------------------|-----------|-----------|-----------|
| Substanz: | E. Br 36 | E Br 29 | E Br 30 |
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 63,0 | 64,9 | 65 |
| 2 | 63,8 | 64,9 | 65 |
| 5 | 63,8 | 66,9 | 65,9 |
| 10 | 63,8 | 69 | 68 |
| 20 | 65,4 | 72,4 | 72,3 |

Substanz eingewogen und in 25 ccm Chloroform gelöst. Für jeden Versuch 1 ccm pipettiert entsprechend einer Einwaage von

| | 58,2 mg | 32,9 mg | 31,4 mg |
|---------------------------|-----------|-----------|-----------|
| Substanz: | E Br 40 | E Br 41 | E Br 42 |
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 59,8 | 85,2 | 39,9 |
| 2 | 59,9 | 86,8 | 39,9 |
| 5 | 60,4 | 89,8 | 40,2 |
| 10 | 63 | 95 | 40,2 |
| 20 | 63,1 | - | 42,1 |
| Jodzahl Makro | 64,8 | 84,5 | 40,1 |

Substanz eingewogen und in 50 ccm Tetrachloräthan gelöst. Für jeden Versuch 1 ccm pipettiert entsprechend einer Einwaage von

| | 14,7 mg | 14,55 mg | 28,9 mg |
|---------------------------|--------------|---------------|-------------|
| Substanz: | Deurag-Benz. | Spez. Prod. 6 | AC. Vers. 7 |
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 67,5 | 98,4 | 52,5 |
| 2 | 67,5 | 98,4 | 52,5 |
| 5 | 68,8 | 98,4 | 52,7 |
| 10 | 71,9 | 100,1 | 53,2 |
| 20 | 73,2 | 100,1 | 53,2 |
| Jodzahl Makro | - | 99 | 57 |

001071

Tabelle 4a

Substanz eingewogen und in 25 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,0147 g. Substanz Deurag-Benzin hochsiedend. Makro-Jodzahl 60,7. Jodrhodanzahl 44.

| Lösungsvermittler: | Tetra- chlor- äthan | Chloro- form | Tetra- chlorkoh- lenstoff | Butyl- alkohol |
|---------------------------|---------------------------|-----------------|---------------------------------|-------------------|
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J. Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 44,5 | 54,2 | 52,3 | 51,2 |
| 2 | 44,8 | 54,6 | 52,3 | 51,7 |
| 5 | 47,2 | 56,8 | 53,2 | 52,9 |
| 10 | 49,3 | 56,8 | 54,1 | 53,8 |
| 20 | 51,5 | 58,9 | 55,4 | 55,2 |

Substanz eingewogen und in 50 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,015 g. Substanz Spezialprodukt AT 8. Makro-J.Z. 70,0. Hydrier-J.Z. 68,9.

| Lösungsvermittler: | Tetra- chlor- äthan | Chloro- form | Tetra- chlorkoh- lenstoff | Butyl- alkohol |
|---------------------------|---------------------------|-----------------|---------------------------------|-------------------|
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 68,4 | 68,3 | 66,6 | 62,6 |
| 2 | 68,4 | 68,3 | 66,6 | 62,6 |
| 5 | 68,4 | 68,3 | 67,4 | 64,0 |
| 10 | 69,3 | 68,7 | 67,9 | 64,3 |
| 20 | 69,3 | 69,5 | 69,1 | 65,2 |

Substanz eingewogen und in 50 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,01465 g. Substanz Deurag-Benzin tiefsiedend schwefelhaltig. Makro-J.Z. 115,4.

| Lösungsvermittler | siehe oben. | | | |
|---------------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 114,6 | 116,8 | 109,3 | 99,1 |
| 2 | 114,6 | 116,8 | 109,3 | 99,1 |
| 5 | 116,8 | 116,8 | 110,0 | 99,4 |
| 10 | 117,9 | 118,2 | 110,4 | 100,4 |
| 20 | 119,1 | 119,6 | 111,3 | 101,2 |

001072

Substanz eingewogen und in 50 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,00698 g. Substanz Hepten aus AK-Benzin. Fraktion 92,5 - 94. Makro-Jodzahl 220, Hydrier-Jodzahl 222.

| Reaktionsdauer in Min. | Lösungsvermittler: Tetrachlor-äthan Chloroform Tetrachlor-kohlenstoff Butyl-alkohol | | | |
|---------------------------|--|-----------|-----------|-----------|
| | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 222,5 | 218 | 221,9 | 205,9 |
| 2 | 222,5 | 218 | 221,9 | 205,9 |
| 5 | 222,5 | 219,1 | 223,8 | 206,9 |
| 10 | 222,5 | 220 | 226,2 | 207,6 |
| 20 | 224,3 | 220 | 228,1 | 209 |

Substanz eingewogen und in 50 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,0292 g. Substanz Spezialprodukt Ac 12. Makro-J.Z. 92, Hydrier-J.Z. 91.

| Reaktionsdauer in Min. | Lösungsvermittler: Tetrachlor-äthan Chloroform Tetrachlor-kohlenstoff Butyl-alkohol | | | |
|---------------------------|--|-----------|-----------|-----------|
| | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 85,7 | 90,3 | 87,5 | 80,1 |
| 2 | 85,9 | 90,5 | 87,8 | 80,6 |
| 5 | 86,9 | 90,9 | 88,2 | 81,6 |
| 10 | 88,7 | 92,5 | 89,5 | 82,6 |
| 20 | 88,7 | 93,4 | 90,3 | 83,1 |

001073

Tabelle 4b

Substanz eingewogen und in 50 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,0286 g. Substanz Spezialprodukt AT 7 + 10. Makro-J.Z. 84,0, Jodrhodan-Zahl 86,0.

| Reaktionsdauer in Min. | Tetrachlor- äthan gef. J.Z. | Chloro- form gef. J.Z. | Tetrachlor- kohlenstoff gef. J.Z. |
|---------------------------|-----------------------------------|------------------------------|---|
| 1 | 85,9 | 88,3 | 87,1 |
| 2 | 85,9 | 88,3 | 87,0 |
| 5 | 86,6 | 88,3 | 87,1 |
| 10 | 86,9 | 88,2 | 88,0 |

Substanz eingewogen und in 25 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,0271 g. Substanz Katalyt. Spaltbenzin. Makro-J.Z. 34,1, Jodrhodan-Zahl 35,1.

| Reaktionsdauer in Min. | Tetrachlor- äthan gef. J.Z. | Chloro- form gef. J.Z. | Tetrachlor- kohlenstoff gef. J.Z. |
|---------------------------|-----------------------------------|------------------------------|---|
| 1 | 30,2 | 33,7 | 32,3 |
| 2 | 30,2 | 33,9 | 32,3 |
| 5 | 30,4 | 33,6 | 32,6 |
| 10 | 30,9 | 35,6 | 33,0 |

Substanz eingewogen und in 25 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,01165 g. Substanz vorbehandeltes Eisenkontakt-Kreislaufbenzin. Makro-J.Z. 162, J.R.Z. 166,7.

| Reaktionsdauer in Min. | Tetrachlor- äthan gef. J.Z. | Chloro- form gef. J.Z. | Tetrachlor- kohlenstoff gef. J.Z. |
|---------------------------|-----------------------------------|------------------------------|---|
| 1 | 161,0 | 163,7 | 162,1 |
| 2 | 160,5 | 163,8 | 162,1 |
| 5 | 161,0 | 165,5 | 162,1 |
| 10 | 161,0 | 165,7 | 163,0 |

001074

Substanz eingewogen und in 25 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,0271 g. Substanz Katalyt. Spaltbenzin. Makro-J.Z. 20,6.

| Reaktionsdauer in Min. | Lösungsvermittler: | | |
|---------------------------|----------------------|-----------------|----------------------------|
| | Tetrachlor- äthan | Chloro- form | Tetrachlor- kohlenstoff |
| | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 21,3 | 20,8 | 21,0 |
| 2 | 21,3 | 20,8 | 21,0 |
| 5 | 21,7 | 21,1 | 21,2 |
| 10 | 21,9 | 21,1 | 21,5 |

Substanz eingewogen und in 25 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,0269 g. Substanz Katalyt. Spaltbenz. Spezialprod. Makro-J.Z. 36,3, Jodrhoden-Zahl 37,2.

| Reaktionsdauer in Min. | Lösungsvermittler: | | |
|---------------------------|----------------------|-----------------|----------------------------|
| | Tetrachlor- äthan | Chloro- form | Tetrachlor- kohlenstoff |
| | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 32,7 | 36,3 | 35,5 |
| 2 | 32,7 | 36,1 | 35,5 |
| 5 | 33,3 | 36,5 | 35,7 |
| 10 | 33,8 | 36,9 | 35,7 |

Substanz eingewogen und in 25 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,0194 g. Substanz Sammelprodukt Nr.8 über 45° siedend. Makro-J.Z. 36,5. J.R.Z. 36,2.

| Reaktionsdauer in Min. | Lösungsvermittler: | | |
|---------------------------|----------------------|-----------------|----------------------------|
| | Tetrachlor- äthan | Chloro- form | Tetrachlor- kohlenstoff |
| | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 31 | 36,4 | 20,6 |
| 2 | 32,5 | 36,4 | 20,8 |
| 5 | 34,0 | 37,0 | 23,5 |
| 10 | 35,3 | 37,6 | 25,5 |

Tabelle 4c

001075

Substanz eingewogen und in 25 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,01165 g. Substanz Eisenkontaktbenzin unvorbehandelt, Fraktion 80 - 180°C. Makro-Jodzahl 131,4. Jodrhodan-Zahl 133,2.

| Lösungsvermittler: | Tetrachlorkohlenstoff | Chloroform |
|------------------------|-----------------------|------------|
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 131,9 | 131,6 |
| 2 | 131,8 | 131,9 |
| 5 | 131,8 | 131,9 |
| 10 | 131,8 | 132 |

Substanz eingewogen und in 25 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,01175 g. Substanz Eisenkontakt-Kreislaufbenzin vorbehandelt. Fraktion 80 - 180°C. Makro-Jodzahl 164,8. Jodrhodan-Zahl 165.

| Lösungsvermittler: | Tetrachlorkohlenstoff | Chloroform |
|------------------------|-----------------------|------------|
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 164,8 | 164,7 |
| 2 | 164,8 | 164,7 |
| 5 | 165,5 | 164,7 |
| 10 | 166,5 | 165,1 |

001076

Substanz eingewogen und in 25 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,01177 g. Substanz Aromatisierungsprodukt (C₇-Fraktion) M 643. Makro-Jodzahl 22,4. Jodrhodan-Zahl 21,7.

| Lösungsvermittler: | Tetrachlorkohlenstoff | Chloroform |
|------------------------|-----------------------|------------|
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 19,9 | 20,4 |
| 2 | 19,9 | 20,4 |
| 5 | 19,5 | 20,0 |
| 10 | 19,9 | 21 |

Substanz eingewogen und in 25 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,01183 g. Substanz Kreislaufbenzin (vorbehandelt) Fraktion 80 - 180°C aromatisiert. Makro-Jodzahl 57,2.

| Lösungsvermittler: | Tetrachlorkohlenstoff | Chloroform |
|------------------------|-----------------------|------------|
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 1 | 56,5 | 56,7 |
| 2 | 56,9 | 56,7 |
| 5 | 56,9 | 57,1 |
| 10 | 57,9 | 57,5 |

001077

Tabelle 5.

Substanz: Selektives C₄-Polymerisat. Fraktion 104 - 121°C.
 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm in 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung gelöst entsprechend einer Einwaage von 0,0034 g.

| Lösungsvermittler: | Dekalin | Chloroform |
|---------------------------|-----------|------------|
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 2 | 175,4 | 189,0 |
| 5 | 183,8 | 212,0 |
| 10 | 198,4 | 217,8 |

Substanz: Poly-Benzin aus C₄-Fraktion Rohprodukt. 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm in 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung gelöst entsprechend einer Einwaage von 0,0035 g.

| Lösungsvermittler: | Dekalin | Chloroform |
|---------------------------|-----------|------------|
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 2 | 167,4 | 199 |
| 5 | 179 | 208 |
| 10 | 185,7 | 218 |

Substanz: Poly-Benzin. 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm in 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung gelöst entsprechend einer Einwaage von 0,0351 g.

| Lösungsvermittler: | Dekalin | Chloroform |
|---------------------------|-----------|------------|
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 2 | 212,3 | 212,3 |
| 5 | 227,2 | 233,7 |
| 10 | 233,7 | 244,2 |

001078

Substanz: Iso-Okten. 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm in 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung gelöst entsprechend einer Einwaage von 0,0034 g.

| Lösungsvermittler: | Dekalin | Chloroform | Dekalin Chloroform 1:1 |
|------------------------|-----------|------------|------------------------|
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 2 | 185,8 | 218 | 185,9 |
| 5 | 198,5 | 222 | 194,5 |
| 10 | 207 | 226,4 | 204,3 |

Substanz: Kalkulationsversuch Poly-Benzin. 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm in 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung gelöst entsprechend einer Einwaage von 0,0034 g.

| Lösungsvermittler: | Dekalin | Chloroform | Dekalin Chloroform 1:1 |
|------------------------|-----------|------------|------------------------|
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 2 | 231,2 | 237,8 | 235,5 |
| 5 | 252,3 | 267,5 | 249 |
| 10 | 263,4 | 280 | 264 |

001079

Tabelle 6

Substanz eingewogen und in 25 ccm Chloroform gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert entsprechend einer Einwaage von 0,01179 g und in 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung gelöst.

| Reaktionsdauer in Min. | Crack- benzin 150-175° | Crack- benzin 50-71° | Crack- benzin 235-255° |
|---------------------------|------------------------------|----------------------------|------------------------------|
| | gef.J.Z. | gef.J.Z. | gef.J.Z. |
| 1 | 141,3 | 243,5 | 74,2 |
| 2 | 141,3 | 243,5 | 74,2 |
| 5 | 141,3 | 243,5 | 74,2 |
| 10 | 141,8 | 244,4 | 74,9 |
| Makro-Jodzahl | 139,8 | 242,3 | 72,7 |
| Jodrhodan-Zahl | 140,3 | 241,2 | 75,1 |

Substanz eingewogen und in 25 ccm Chloroform gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert entsprechend einer Einwaage von 0,0193 g und in 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung gelöst.

| Reaktionsdauer in Min. | Poly- Benzin I | Poly- Benzin II | Poly- Benzin III |
|---------------------------|----------------------------------|-----------------------|------------------------|
| | gef.J.Z. | gef.J.Z. | gef.J.Z. |
| 1 | 223,7 | 228,7 | 245,2 |
| 2 | 223,9 | 229,1 | 248,7 |
| 5 | 225,8 | 237,0 | 257,0 |
| 10 | 234,1 | 245,3 | 275,2 |
| Makro-Jodzahl | 276,0!! | 276,0!! | 333 !! |
| Jodrhodan-Zahl: | wurde seinerzeit nicht bestimmt. | | |

001080

0,0468 ccm jeder Substanz pipettiert und in 5 ccm Chloroform gelöst. Hieraus erneut 0,5 ccm pipettiert und in 5 ccm $\frac{n}{T_0}$ Bromlösung gelöst. Einwaage pro Bestimmung 0,0033g.

| Reaktionsdauer in Min. | AK-Benzin Ac 43 | AK-Benzin Ac 44 | AK-Benzin Ac 45 |
|---------------------------|--------------------|--------------------|--------------------|
| | gef.J.Z. | gef.J.Z. | gef.J.Z. |
| 2 | 59,0 | 183,3 | 155,2 |
| 5 | 59,8 | 183,3 | 155,2 |
| 10 | 59,8 | 185,2 | 155,2 |
| 30 | 59,8 | 189,5 | 158,7 |

0,0468 ccm jeder Substanz pipettiert und in 5 ccm Chloroform gelöst. Hieraus erneut 0,5 ccm pipettiert und in 5 ccm $\frac{n}{T_0}$ Bromlösung gelöst. Einwaage pro Bestimmung 0,00342 g.

| Reaktionsdauer in Min. | Poly-Benzin IV | Poly-Benzin V | Poly-Benzin VI |
|---------------------------|-------------------|------------------|-------------------|
| | gef.J.Z. | gef.J.Z. | gef.J.Z. |
| 2 | 175 | 167,7 | 229,5 |
| 5 | 198,5 | 173,0 | 254,0 |
| 10 | 207 | 180,5 | 271,8 |
| 30 | 228,8 | 199,6 | 290,6 |
| Hydrier-Jodzahl | 177 | 169,1 | 227,5 |

0,0468 ccm jeder Substanz pipettiert und in 5 ccm Chloroform gelöst. Hieraus erneut 0,5 ccm pipettiert und in 5 ccm $\frac{n}{T_0}$ Bromlösung gelöst. Einwaage pro Bestimmung

| Reaktionsdauer in Min. | 0,00311 g Hepten | 0,00376 g O-Xylol Fr. Aromatis. | 0,0033 g Kreislaufbenz. hydriert |
|---------------------------|---------------------|---------------------------------------|--|
| | gef.J.Z. | gef.J.Z. | gef.J.Z. |
| 2 | 222,8 | 39,6 | 22,4 |
| 5 | 222,8 | 39,7 | 22,6 |
| 10 | 222,8 | 39,9 | 22,6 |
| 30 | 223 | 40,1 | 23,2 |
| Hydrier-Jodzahl | 224,1 | 40,2 | 22,5 |

001031

T a b e l l e 7

Von jeder Substanz 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm Chloroform gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm der entsprechenden Chloroformlösung zu 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung gegeben.

| Substanz Nr. | 1 | 2 | 4 |
|---------------------------|-----------|--------------|----------------------|
| Bezeichnung | Hepten | Diisobutylen | Ölsäure technisch |
| Einwaage in g | 0,00332 | 0,00341 | 0,0042 |
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 2 | 241 | 223,4 | 88,2 |
| 5 | 239,5 | 223,4 | 88,3 |
| 10 | 243,0 | 225,7 | 88,3 |
| 30 | 244,8 | 234,5 | 88,3 |
| Hydrierjodzahl | 241 | 225 | 88,4 |
| Rhodanzahl | 258 | 198 | 77 |

Von jeder Substanz 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm Chloroform gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm der entsprechenden Chloroformlösung zu 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung gegeben.

| Substanz Nr. | 5 | 6 | 7 |
|---------------------------|------------------------|----------------------|------------------------|
| Bezeichnung | Ölsäure- äthylester | Dieselöl- aldehyd | Dieselöl dehydriert |
| Einwaage in g: | 0,0041 | 0,00127 | 0,00361 |
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 2 | 81,5 | 9,5 | 25,5 |
| 5 | 81,5 | 9,1 | 24,5 |
| 10 | 81,7 | 9,1 | 25,5 |
| 30 | 82,3 | 9,1 | 27,6 |
| Hydrierjodzahl | - | - | 26 |
| Rhodanzahl | 60 | 7,5 | 22 |

001082

Von jeder Substanz 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm Chloroform gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm der entsprechenden Chloroformlösung zu 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung gegeben.

| Substanz Nr. | 8 | 9 | 10 |
|---------------------------|--|-----------|-----------------------------|
| Bezeichnung | C ₇ -Aldehyd Oxosynthese | Dipenten | Crotonsäure- Methylester |
| Einwaage | 0,00383 g | 0,00403 g | 0,0251 g |
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 2 | 0 | 312,5 | 0 |
| 5 | 0 | 316,4 | 0 |
| 10 | 0 | 318 | 0 |
| 30 | 0 | 324,2 | 0 |
| Hydrierjodzahl | 0 | - | 0 |
| Rhodanzahl | 55 | 200 | 0 |

372

Von jeder Substanz 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm Chloroform gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm der entsprechenden Chloroformlösung zu 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung gegeben.

| Substanz Nr. | 11 | 12 | 13 |
|---------------------------|-----------------------|------------------|--|
| Bezeichnung | Dicyclo- pentadien | Croton- säure | Gemisch C ₇ -Alde- hyd 1-Nonen |
| Einwaage | 0,00236 g | 0,098 g | 0,00372 g |
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 2 | 448 | 0 | 61,9 |
| 5 | 482 | 0 | 62,5 |
| 10 | 494 | 0 | 61,9 |
| 30 | 501 | 0 | 61,9 |
| Hydrierjodzahl | 412 | - | - |
| Rhodanzahl | 200 | 0 | 68,5 |

Korr. 385

001083

Von jeder Substanz 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm Chloroform gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm der entsprechenden Chloroformlösung zu 5 ccm $\frac{n}{10}$ Bromlösung gegeben.

| Substanz Nr. | 14 | 15 |
|---------------------------|--------------|-----------|
| Bezeichnung | Umbelliferon | 1-Nonen |
| Einwaage | 0,00372 g | 0,00348 g |
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 2 | 0 | 199,8 |
| 5 | 0 | 199,2 |
| 10 | 0 | 200,8 |
| 30 | 0 | 200,0 |
| Hydrierjodzahl | - | - |
| Rhodanzahl | 0 | 164 |

Substanz Nr. 3 (Syntheseöl) ist in vorliegender Tabelle nicht mit aufgeführt worden, da die Untersuchungen mit Ölen, wie bereits erwähnt, noch nicht völlig abgeschlossen sind.

001034

Tabelle 8

Von jeder Substanz 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm Chloroform gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm der entsprechenden Chloroformlösung zu 5 ccm $\frac{n}{70}$ Bromlösung gegeben.

| Substanz Nr. | 3 | 4 | 5 |
|---------------------------|-------------|-----------|----------------------------------|
| Bezeichnung | Ölsäure pA. | 2-Octen | Eisenkontakt- benz. bis 200°. |
| Einwaage | 0,00421 g | 0,00340 g | 0,00326 g |
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 2 | 90,1 | 219,8 | 176,1 |
| 5 | 90,7 | 219,8 | 176,7 |
| 10 | 91,6 | 220,2 | - |
| 30 | 93,1 | 220,2 | - |
| Hydrierjodzahl | 89,8 | - | - |
| Rhodanzahl | 76 | 184 | - |

Von Probe Nr. 3 und 4 sind die Ergebnisse des Betriebslaboratoriums nicht bekannt geworden. Von Probe Nr. 5 betrug die Jodzahl nach Rosenmund und Kuhnemann 191.

Von jeder Substanz 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm Chloroform gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm der entsprechenden Chloroformlösung zu 5 ccm $\frac{n}{70}$ Bromlösung gegeben.

| Substanz Nr. | 6 | 7 | 8 |
|-----------------------------------|---------------------------------|---|--|
| Bezeichnung | Eisenkontakt- benz. 200-320° | Eisenkontakt- Benz. C ₇ -Frakt. | Eisenkont. benz. C ₉ -Frakt. |
| Einwaage | 0,00361 g | 0,00373 g | 0,00391 g |
| Reaktionsdauer in Min. | gef. J.Z. | gef. J.Z. | gef. J.Z. |
| 2 | 76,8 | 187 | 134,1 |
| 5 | 77 | 187,3 | 134,3 |
| 10 | 77,1 | - | - |
| J.Z.n. Rosenmund und Kuhnemann | 77 | 192 | 137 |

Probe Nr. 1 und 2 waren Maleinsäure und Zimtsäure, die, wie bereits im Bericht erwähnt, nach beiden Methoden kein Brom addieren.

001035

Tabelle 9

Von jeder Substanz 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm Chloroform gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm der entsprechenden Chloroformlösung zu 5 ccm $\frac{n}{T_0}$ Bromlösung gegeben.

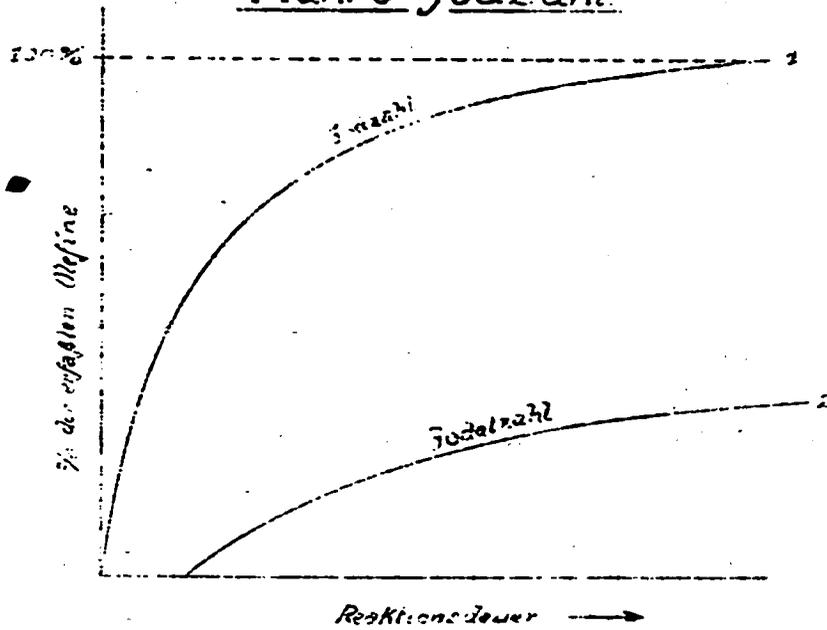
| Substanz Nr. | 1 | 2 |
|---------------------------------------|----------------|----------------|
| Bezeichnung | Poly-Benzin 10 | Poly-Benzin 11 |
| Einwaage | 0,00341 g | 0,00342 g |
| Jodzahl nach 2 Minuten Reaktionsdauer | 223,4 | 175 |
| Hydrierjodzahl | 220,5 | 176 |
| J.Z.n. Rosenmund und Kuhnhehn | 352 | 282 |

Von jeder Substanz 0,0468 ccm pipettiert und in 5 ccm Chloroform gelöst. Für jede Bestimmung 0,5 ccm der entsprechenden Chloroformlösung zu 5 ccm $\frac{n}{T_0}$ Bromlösung gegeben.

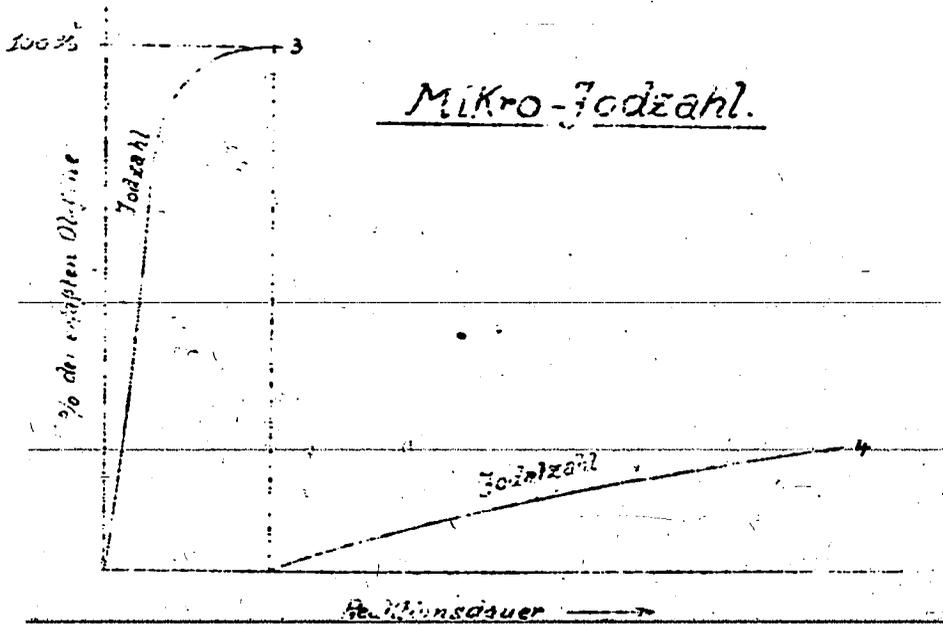
| Substanz Nr. | 3 | 4 |
|---------------------------------------|----------------|----------------|
| Bezeichnung | Poly-Benzin 12 | Poly-Benzin 13 |
| Einwaage | 0,00341 g | 0,00494 g |
| Jodzahl nach 2 Minuten Reaktionsdauer | 183,7 | 229 |
| Hydrierjodzahl | 182,9 | - |
| J.Z.n. Rosenmund und Kuhnhehn | 284 | 292 |

001086

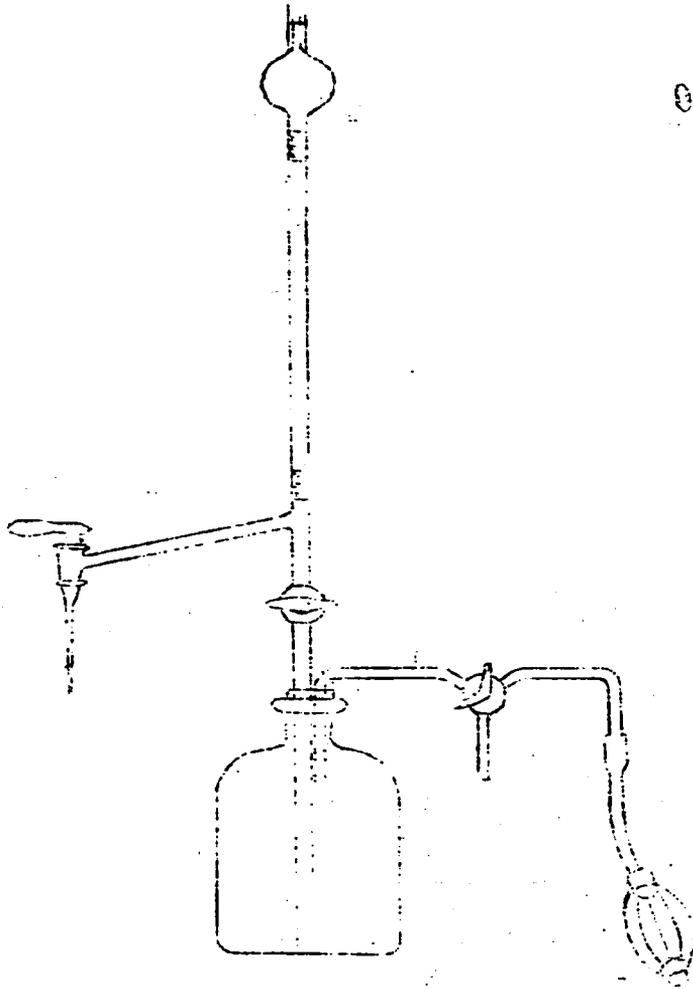
MaKro-Jodzahl



MaKro-Jodzahl



001087



Obige Zeichnung stellt schematisch die Bürette dar, wie sie sich z.Zt. für unsere bromometrischen Mikrojodzählbestimmungen im Gebrauch befindet. Oberhalb der Kugel befindet sich eine Kapillare, die mit einer Marke versehen ist. Der Durchmesser der Kapillare beträgt ca. 1 mm. Das Kugelvolumen richtet sich nach dem Volumen der vorhandenen Mikrobürette und beträgt bei einem Bürettenvolumen von 5 ccm ($1/100$ Teilung) ~~20 ccm, bei einem Bürettenvolumen von 10 ccm ($1/50$ Teilung)~~ 15 ccm, da die Differenz zwischen Haupt- und Blindversuch selten mehr als 4 ccm beträgt, und nur dieser Wert für die Berechnung der Jodzahl eine Rolle spielt. Zwischen Druckball und Dreiwegehahn ist zweckmäßig noch ein Natronkalkrohr einzusetzen.