

Anlage zum Bericht über die Anwendbarkeit von Jodrhodan bzw. Bromrhodan zur Bestimmung von ungesättigten Kohlenwasserstoffen vom 16. September 1941.

-----

Zur Herstellung der Jodrhodan- bzw. Bromrhodanlösungen fand im allgemeinen ein Bleirhodanid des Handels (z.B. von Kahlbaum) Verwendung. Es stellte sich aber heraus, daß dieses Produkt nicht immer gleichmäßige Qualität aufweist, was sich besonders nachteilig bemerkbar macht, wenn auf Lösungen großer Haltbarkeit Wert gelegt wird. Da zudem das Bleirhodanid in letzter Zeit nur schwer zu beschaffen war, wurde es nach untenstehender Vorschrift zuletzt selbst hergestellt. Die Angaben sind einer Veröffentlichung von Kaufmann und Grosse-Ötringhaus entnommen, die sich in der Zeitschrift Öl und Kohle, Jahrgang 14, (1938) auf Seite 200 befindet.

In einem 1,5 l - Becherglas wird 1 l destill. Wasser zum kräftigen Sieden gebracht. Man löst darin 320 g Bleiacetat p.A., kühlt auf Zimmertemperatur ab und filtriert. Aus einem Tropftrichter läßt man nun in die klare Lösung unter ständigem Rühren eine frisch bereitete kalte Lösung von 150 g Ammonrhodanid p.A. in 500 ccm destill. Wasser in dünnem Strahl zufließen, bis etwa 200 ccm der Lösung verbraucht sind; der Rest wird tropfenweise hinzugegeben. Nach Beendigung läßt man noch etwa  $\frac{1}{4}$  -  $\frac{1}{2}$  Std. stehen, saugt scharf ab, wäscht mit destill. Wasser (schwach essigsauer) mehrere Male nach. Starke Lichtwirkungen sind zu vermeiden. Das so gewonnene schneeweiße Rhodanid wird sofort in einem braunen Exsikkator über Phosphor-pentoxyd aufbewahrt und ist bei wiederholtem Wechsel des Phosphor-pentoxyds nach ungefähr 8 - 14-tägiger Trocknung gebrauchsfertig.