

Abschrift.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

Obh.- Holten, den 12. 12. 1940

000674

Hydroxylzahl.

1. Definition

Die Hydroxylzahl gibt an, wieviel mg Kaliumhydroxyd (KOH) zur Neutralisierung der von 1 g Fett bei der Acetylierung gebrauchten Essigsäure erforderlich sind.

2. Notwendige Reagenzien

Das zur Verwendung kommende Essigsäure-Anhydrid und Pyridin müssen rein und trocken sein. 25 g Essigsäureanhydrid werden in einem 100 ccm-Meßkolben mit Pyridin auf 100 ccm aufgefüllt. Man mischt sorgfältig durch Schütteln. Die so bereitete Reagenzlösung muß vor Feuchtigkeit, Kohlensäure und Säuredämpfen geschützt sein. Eine leichte Verfärbung, die auf die Wirkung des Lichtes zurückzuführen ist, schadet nicht. Es ist jedoch empfehlenswert, das Reagenz in braunen Flaschen aufzubewahren.

3. Methode

Man verwendet einen 150 ccm-Glaskolben mit einem Hals von 55 mm Länge und 20 mm Durchmesser. In einen solchen Kolben wird genau eine der vermuteten OH-Zahl entsprechende Menge Fett eingewogen, die der nachfolgenden Tabelle entnommen werden kann. Man fügt das genau abgemessene Volumen der Reagenzlösung zu, unter Benutzung der gleichen Tabelle. Dem Kolben wird ein kleiner Trichter aufgesetzt, der als Rückflußkühler dient <sup>1)</sup>.

Der Kolben wird in einem Glycerinbad auf 95-100° erhitzt. Er soll nur 1 cm in das Bad eintauchen, außerdem soll der Kolbenhals gegen Erhitzen durch einen runden, mit einem Loch versehenen Karton, der mittels eines Stativs gehalten wird, geschützt werden. Nach 1 Std. nimmt man den Kolben vom Bad, fügt nach dem Erkalten durch den Trichter 1 ccm destilliertes Wasser hinzu <sup>2)</sup>, schüttelt das Gemisch, das sich durch die Umsetzung des Anhydrids in Säure erhitzt. Um diese Reaktion zu vollenden und die evtl. gebildete Fettsäure- oder gemischten Anhydride zu zerstören, wird der Kolben erneut für 10 Min. in ein Glycerinbad gestellt.

000675

Schließlich läßt man auf Zimmertemperatur abkühlen. Hierauf wird mit 5 ccm Alkohol (95 %ig, neutral) versetzt, wobei man zugleich den Trichter und den Kolbenhals abspült. Dann wird mit alkoholischer n/2 Kalilauge in Gegenwart von Phenolphthalein (oder Alkaliblau 6 B, wenn das Gemisch starkbraun gefärbt ist) titriert. B sei die Zahl der ccm der für die Titrierung gebrauchten n/2 Flüssigkeit.

Gleichzeitig setzt man unter denselben Bedingungen einen Blindversuch an, der einen Verbrauch von a ccm n/2 Lösung hat.

4. Berechnung

Ist e das Gewicht der Fettprobe in g, so errechnet sich die Hydroxylzahl als

$$OH = \frac{28,055 \cdot (a - b)}{e} + SZ$$

Es wird darauf hingewiesen, daß der erste Teil der Summe negativ sein kann.

- 1) Man kann auch einen Acetylzentralkolben, der mit einem Steigrohr versehen wird, verwenden. In diesem Falle kann man auf kochendem Wasserbad erwärmen; das Wasser das zu Zersetzung der Anhydride dient, kann von oben her zugeben werden, ebenso der Alkohol, der zum Säubern des Rohres und des Kolbenhalses verwandt wird.
- 2) Die Zugabe von Wasser kann eine Trübung verursachen. Die Flüssigkeit wird durch Zugabe von ein wenig Pyridin wieder homogen.

5. Zur Verwendung kommende Mengen

Vermutete OH-Zahl	ccm Reagenzlösung	Einwaage g
10 - 100	5	2,0
100 - 150	5	1,5
150 - 200	5	1,05
200 - 250	5	0,85
250 - 300	5	0,6
	oder 10	1,2
300 - 350	10	1,0
- 700	15	0,75
- 950	15	0,50
- 1500	15	0,30
- 2000	15	0,20

Durchschrift