

000737

Anlage zum Bericht über eine bromometrische Mikro-Jodzähl-Methode
für Benzine und Dieselöle v.17.9.41.

Wie aus den voranstehenden Ergebnissen ersichtlich, kann die Anwendbarkeit der angegebenen Methode bisher nur für Benzine und Dieselöle als gesichert gelten. Es sind aber bereits seit einiger Zeit Untersuchungen im Gange, die Erfahrung mit dieser Methode auch auf die Analyse von Syntheseölen und Erdölen zu übertragen. Die Versuche sind jedoch, wie bereits auch im Bericht erwähnt, noch nicht in allen Einzelheiten abgeschlossen. Folgendes kann aber schon gesagt werden.

Speziell die Analysen von olefinischen Poly-Benzinen, d.h. im wesentlichen verzweigte Kohlenwasserstoffe, haben ganz eindeutig ergeben, daß wohl sämtliche bromometrischen Methoden in dieser Hinsicht versagen werden, weil die Neigung dieser Kohlenwasserstoffe zur Substitution so groß sind, daß praktisch in allen Fällen Fehler in größerem Ausmaße eintreten dürften. Die Bestimmungen von Erdölprodukten auf bromometrischem Wege dürften wohl weniger Schwierigkeiten bereiten, weil diese Produkte nur überhaupt geringe Mengen an ungesättigten Bestandteilen enthalten. Dagegen ist nach Art und Herstellung in Syntheseölen mit Sicherheit das Vorhandensein verzweigter olefinischer K.W. -Stoffe anzunehmen. Somit dürften auch alle bisher angewandten Methoden bei diesen Substanzen überhöhte Werte liefern^{*)}

Hinweise, wenigstens bezüglich der Größenordnung der Jodzähl, dürften den Werten zukommen, die mittels der Jodrhodanzahl gefunden werden, obwohl Haltepunkte nach dieser Methode nicht festgestellt werden konnten. Nun beträgt aber der Olefingehalt der Öle - gefunden mittels der Jodrhodanzahl - in allen Fällen nur einen Bruchteil des nach dem übrigen makrobromometrischen Methoden ^{gefundenen} Wertes. Im Gegensatz dazu ergaben die bisherigen Untersuchungen mittels der Mikro-Jodzähl-Methode, daß diese Werte als zu hoch anzusehen sind. Zahlenmäßig entsprechen die Mikro-Jodzähl-Werte annähernd den Jodrhodanzahlen.

Die einzige Methode, die zur Behebung dieser Schwierigkeiten und Unklarheiten geeignet ist, dürfte z.Zt. die Hydrierjodzähl sein. Die Verwendung von Palladium- bzw. Platinkontakten

- 2 -

*) E.B. stimmen die nach Rosenmund u. Kuhnhehn bzw. Kaufmann makrobromometrisch gefundenen Jodzahlen bei Ölen untereinander recht gut überein, doch sind diese Ergebnisse nach obigen Überlegungen fraglos als zu hoch anzusehen.

000738

macht allerdings die Analyse von Erdölprodukten illusorisch, da der dort stets vorhandene Schwefel die hochaktiven Kontakte vergiftet. Dagegen müste es bei unseren schwefelfreien Synthesen möglich sein, mittels dieser Methode zu eindeutigen Resultaten zu gelangen. Die Untersuchungen hiermit sind augenblicklich noch im Gange und werden wahrscheinlich noch einige Zeit dauern. Die bisherigen Ergebnisse zeigen allerdings, daß die nach der neuen Mikromethode auf bromometrischem Wege gefundenen Jodzahlen den wahren Olefingehalt weitgehend richtig wiedergeben. Somit dürften gegen die Anwendbarkeit dieser Methode auch bei Ölen keinerlei Bedenken bestehen.

Es hat sich heftiggestellt, daß sich die dünnflüssigen Öle, z.B. Spindelöle, ohne Schwierigkeiten pipettieren lassen. Dagegen müssen die höher viskosen Öle eingewogen werden. Wir verwenden z.Zt. bei unseren Untersuchungen Einwaagen zwischen 50 und 100 mg, bei sehr kleinen Jodzahlen bis zu 300 mg, die jeweils in 5 ccm Chloroform zu lösen sind. Die vergleichenden Resultate zwischen der Hydrierjodzahl und Mikrojodzahl (bromometrisch) müssen einem späteren Bericht vorbehalten bleiben.

Romy