

U.S. STRATEGIC BOMBING SURVEY

MICROFILM UNIT

TEAM NO: _____

NAME OF FIRM OR MINISTRY: _____

ROLL NO: III

FIELD TEAM COMMANDER: _____

DATE: 7 APRIL 1945

MICROFILM OPERATOR: GOULD & REYNOLDS

TITLE OF COPY: Selection from C105 Doc. 60
(WITH ENGLISH TRANSLATION) Misc. Analytical &
Testing Methods

NO. OF PAGES: 76

ADDITIONAL REMARKS: Confidential

A b s c h r i f t .

Peroxybestimmung in Benzinen.

1. Qualitativ

10 - 15 ccm des zu prüfenden Benzins werden mit etwa 2 ccm einer frisch bereiteten, ca. 5%igen Jod-Kalium-Lösung 5 Min. lang geschüttelt. Die Gegenwart von Peroxyden wird durch Auscheiden von freiem Jod (Gelbwerden der wässrigen Lösung) angezeigt. Ist der Peroxydgehalt der Benzine nur gering, gibt man zweckmässig etwas Stärkelösung zu, sodass sich die wässrige Lösung blau färbt.

2. Quantitative Bestimmung der Peroxydzahl nach Yule und Wilson.

Die Bestimmung der Peroxydzahl beruht darauf, dass Ferro-Salze durch die Peroxyde zu Ferri-Salzen oxydiert werden. Das entstandene Ferri-Salz wird mit n/100 Titanochloridlösung titriert. Die Anzahl der verbrauchten ccm Titanlösung ist die Peroxydzahl. Sie bedeutet milligrammäquivalente Sauerstoff / Ltr. Benzin

Herstellung der Lösungen.

Die erforderliche Ferro-Sulfat-Lösung wird wie folgt bereitet: 5 g Ferro-Sulfat $7 H_2O$ und 5 g Rhodan-Ammonium werden unter Zusatz von 5 ccm konzentrierter Schwefelsäure in 500 ccm Wasser gelöst. Der fertigen Lösung werden 500 ccm Aceton zugesetzt und gut durchgemischt. Zu dieser Lösung gibt man einige g Eisen in Form von Blumendrahtwendeln, um etwa vorhandenes Ferri-Salz zu Ferro-Salz zu reduzieren. Da die Lösung etwas luftempfindlich ist, muss an die Vorratsflasche eine geschlossene Bürette angeschlossen werden. Ferner wird die überstehende Luft durch Wasserstoff verdrängt, die Lösung dann immer unter Wasserstoff gehalten und die Füllung der Bürette mit Wasserstoffdruck vorgenommen. (Kohlensäure darf an Stelle von H_2 nicht verwandt werden.)

Die Lösung ist erst gebrauchsfertig, nachdem sie völlig farblos geworden ist.

Die Titanochloridlösung wird wie folgt bereitet:

25 ccm käuflicher 10-15%iger Titanochloridlösung werden, um etwa vorhandenen Schwefelwasserstoff zu entfernen, mit der doppelten Menge konzentrierter Salzsäure versetzt und gekocht. Die Lösung

wird dann auf ca. $\frac{2}{4}$ Ltr. mit dest. Wasser verdünnt und unter CO_2 -Atmosphäre aufbewahrt. Zweckmässig wird auch hier die Bürette fest mit der Flasche verbunden und die Füllung der Bürette mit CO_2 -Druck vorgenommen.

Titerstellung der TiCl_3 -Lösung.

Zur Titerstellung bedient man sich einer $n/100$ Ferrichloridlösung, die 0,5584 g Eisen im Liter enthält. Um diese zu erhalten, wägt man zweckmässig ca. 2 g Eisenchlorid (purissimum pro analysi) ein, löst 1 Ltr. dest. Wasser, das etwa 5 ccm konzentrierte Salzsäure enthält, auf, und bestimmt den genauen Eisengehalt dieser Lösung. Die Lösung ist dann zu stark. Man kann nunmehr entweder diese Lösung auf den genauen Titer ^{ein} verdünnen einstellen, oder auch direkt mit der zu starken Lösung unter Berücksichtigung des entsprechenden Korrekturfaktors arbeiten.

Zur Titerstellung der Titanochloridlösung legt man 10 ccm Eisenchloridlösung vor, setzt einige Tropfen Rhodan-Ammon-Lösung als Indikator zu und titriert mit der Titanochloridlösung auf farblos. Die Titerstellung der Titanochloridlösung ist täglich vorzunehmen.

Durchführung der Untersuchung:

10 ccm des zu untersuchenden Benzins werden in einem Erlenmeyerkolben mit eingeschliffenem Stopfen mit 50 ccm der Ferro-Sulfat-Lösung versetzt und 5 Min. kräftig geschüttelt. In Gegenwart von Peroxyden färbt sich die Lösung kräftig rot. Das entstandene Ferrisalz wird mit $n/100$ Titanochloridlösung auf farblos titriert. Die ccm der verbrauchten Titanochloridlösung, multipliziert mit dem Faktor zur Äquivalenz gegenüber der $n/100$ Ferrichloridlösung, ergeben die Peroxydzahl des Benzins.

Die so gefundene Peroxydzahl bedarf noch einer Korrektur. Sie ist nach Yule nur dann als richtig anzusehen, wenn sie kleiner als 3 ist. Bei Peroxydzahlen oberhalb 3 ist eine Korrektur anzuwenden, die dem nachstehenden Kurventblatt entnommen werden kann.

L

Liegt die Peroxydzahl eines Benzins über 10, so ist das Benzin mit Normalbenzin zu verdünnen und zwar je nach der Höhe der P.O.Z. im Verhältnis 1:5, 1:10, 1:20 usw., bis eine Titration der verdünnten Lösung eine Peroxydzahl unter 10 ergibt. Diese ist dann entsprechend dem Kurvenblatt zu korrigieren und entsprechend der Verdünnung die Peroxydzahl des Benzins zu errechnen.

Beispiel: Ein Benzin in Verdünnung 1:10 ergibt bei Vorlage von 50 ccm verd. Lösung eine POZ v. 7,5. Aus dem Kurvenblatt entnommen: P.O.Z. 8,5 - P.O.Z. des Benzins 85.

