

000715

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.)  $\frac{n}{50}$  Natriumthiosulfatlösung. 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 <sup>a</sup>arithmetische 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 Benzinen 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 cm<sup>3</sup>. 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% hinzuzuaddieren.

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 geeigneter 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  $\text{CHCl}_3$

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

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

*Rottig*

000718

Tabelle 1

Einfluß des Lösungsvermittlers Benzol - 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. Ein-  
waage 3,98 mg. in 0,5 ccm Chloroform gelöst.

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

000719

Tabelle 3

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

Reaktionsdauer in Min.	Substanz: 7,84 mg E. Br 36	15,16 mg E Br 29	14,9 mg E Br 30
	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

Reaktionsdauer in Min.	Substanz: 58,2 mg E Br 40	32,9 mg E Br 41	31,4 mg E Br 42
	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

Reaktionsdauer in Min.	Substanz: 14,7 mg Deurag-Benz.	14,55 mg Spz. Prod. 6	28,9 mg AC. Vers. 7
	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	-	90	-

000720

Tabelle 4a

Substanz eingewogen und in 25 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm <sup>n</sup> Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,0147 g. Substanz Deurag-<sup>70</sup> Benzin hochsiedend. Makro-Jodzahl 60,7. Jodrhodanzahl 44.

Reaktionsdauer in Min.	Lösungsvermittler: Tetra- chlor- äthan	Chloro- form	Tetra- chlorkoh- lenstoff	Butyl- alkohol
	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 <sup>n</sup> Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,015 g. Substanz Spezialpro-<sup>70</sup> dukt AT 8. Makro-J.Z. 70,0. Hydrier-J.Z. 68,9.

Reaktionsdauer in Min.	Lösungsvermittler: Tetra- chlor- äthan	Chloro- form	Tetra- chlorkoh- lenstoff	Butyl- alkohol
	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 <sup>n</sup> Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,01465 g. Substanz Deurag-<sup>70</sup> benzin tiefsiedend schwefelhaltig. Makro-JZ. 115,4.

Reaktionsdauer in Min.	Lösungsvermittler siehe oben.			
	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

000721

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

Lösungsvermittler: Tetrachlor-äthan    Chloroform    Tetrachlorkohlenstoff    Butylalkohol

Reaktionsdauer in Min.	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  
 n Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,0292 g. Substanz Spezial-  
 To produkt Ac 12. Makro-J.Z. 92, Hydrier-J.Z. 91.

Lösungsvermittler: Tetrachlor-äthan    Chloroform    Tetrachlorkohlenstoff    Butylalkohol

Reaktionsdauer in Min.	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

Tabelle 4b

000722

Substanz eingewogen und in 50 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5  $\frac{n}{70}$  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	Chloro- form	Tetrachlor- kohlenstoff
	gef. J.Z.	gef. J.Z.	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  $\frac{n}{70}$  Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,0271 g. Substanz Katalyt. Spaltbenzin. Makro-J.Z. 34,1, Jodrhodan-Zahl 35,1.

Reaktionsdauer in Min.	Tetrachlor- äthan	Chloro- form	Tetrachlor- kohlenstoff
	gef. J.Z.	gef. J.Z.	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  $\frac{n}{70}$  Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,01165 g. Substanz vorbehandeltes Eisenkontakt-Kreislaufbenzin. Makro-J.Z. 162, J.R.Z. 166

Reaktionsdauer in Min.	Tetrachlor- äthan	Chloro- form	Tetrachlor- kohlenstoff
	gef. J.Z.	gef. J.Z.	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

000723

Substanz eingewogen und in 25 ccm des betreffenden Lösungsmittels gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm <sup>n</sup> <sub>70</sub> Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,0271 g. Substanz Katalyt. Spaltbenzin. Makro-J.Z. 20,6.

Reaktionsdauer in Min.	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 <sup>n</sup> <sub>70</sub> Bromlösung. Einwaage pro Analyse 0,0269 g. Substanz Katalyt. Spaltbenz. Spezialprod. Makro-J.Z. 36,3, Jodrhodan-Zahl 37,2.

Reaktionsdauer in Min.	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 Lösungsmittel gelöst. Für jede Bestimmung 1 ccm pipettiert. Vorgelegt 5 ccm <sup>n</sup> <sub>70</sub> 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.	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

000724

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.

Reaktionsdauer in Min.	Lösungsvermittler:	
	Tetrachlor- kohlenstoff gef. J.Z.	Chloroform 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.

Reaktionsdauer in Min.	Lösungsvermittler:	
	Tetrachlor- kohlenstoff gef. J.Z.	Chloroform gef. J.Z.
1	164,8	154,7
2	164,8	154,7
5	165,5	164,7
10	166,5	165,1

000725

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 (C<sub>7</sub>-Fraktion) M 643. Makro-Jodzahl 22,4. Jodrhodan-Zahl 21,7.

Reaktionsdauer in Min.	Lösungsvermittler:	
	Tetrachlor- kohlenstoff gef. J.Z.	Chloroform 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.

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

000726

Tabelle 5.

Substanz: Selektives C<sub>4</sub>-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 C<sub>4</sub>-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

000727

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.

Reaktionsdauer in Min.	Lösungsvermittler:		gef. J.Z.
	Dekalin	Chloroform	
2	gef. J.Z.	Dekalin Chlo- roform 1:1	gef. J.Z.
5	185,8		185,9
10	198,5	222	194,5
	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.

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

Tabelle 6

000728

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.		

000729

0,0468 ccm jeder Substanz pipettiert und in 5 ccm Chloroform gelöst. Hieraus erneut 0,5 ccm pipettiert und in 5 ccm  $\frac{n}{70}$  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  $\frac{n}{70}$  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  $\frac{n}{70}$  Bromlösung gelöst. Einwaage pro Bestimmung

Reaktionsdauer in Min.	0,00311 g Hepten	0,00376 g O-Xylol Fr. aromatis.	0,0033 g Ereislaurbenz. 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

000730

Tabelle 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

000731

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 <sub>7</sub> -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

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 <sub>7</sub> -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

000732

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.

000733

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  $\frac{n}{10}$  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 Kuhnenn 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  $\frac{n}{10}$  Bromlösung gegeben.

Substanz Nr.	6	7	8
Bezeichnung	Eisenkontakt- benz. 200-320°	Eisenkontakt- Benz. C <sub>7</sub> -Frakt.	Eisenkont. benz. C <sub>9</sub> -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 Kuhnenn	77	192	137

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

000734

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  $\frac{n}{10}$  Bromlösung gegeben.

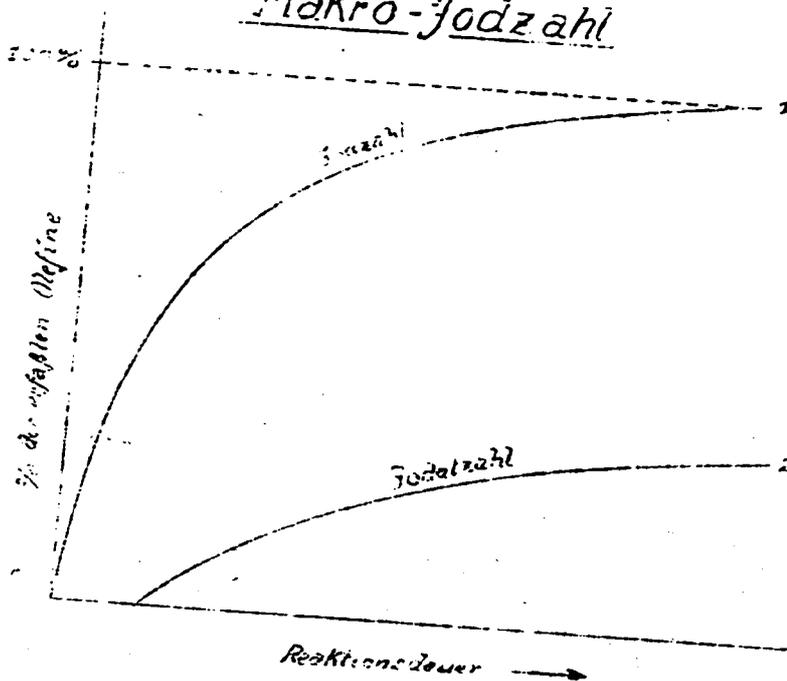
Substanz Nr. Bezeichnung	1 Poly- Benzin 10	2 Poly- Benzin 11
Einwaage	0,00341 g	0,00342 g
Jodzahl nach 2 Minuten Reak- tionsdauer	223,4	175
Hydrierjodzahl	220,5	176
J.Z.n. Rosenmund und Kuhnemann	352	282

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  $\frac{n}{10}$  Bromlösung gegeben.

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

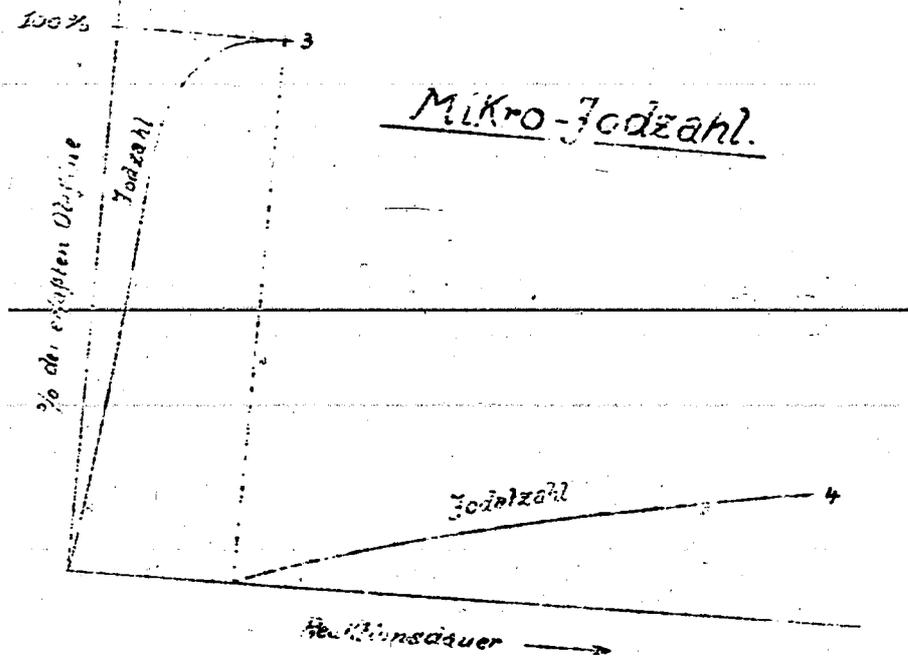
# Makro-Jodzahl

000735

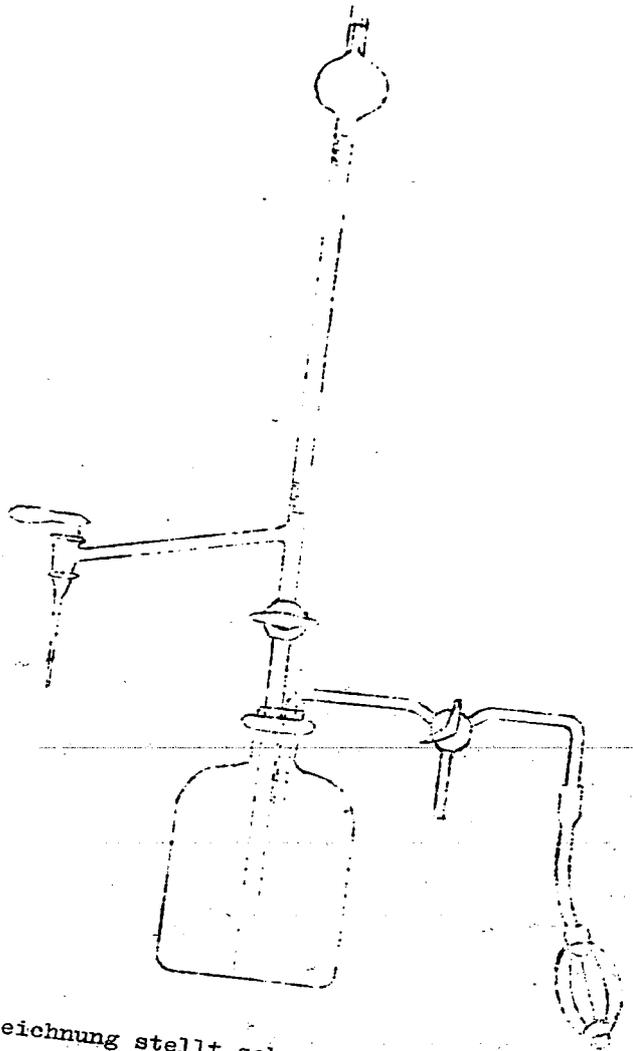


100%

# Mikro-Jodzahl



000736



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 Jodzähl eine Rolle spielt. Zwischen Druckball und Dreiweghahn ist zweckmäßig noch ein Natronkalkrohr einzusetzen.