

Diese Versuche zeigen, daß die Abänderung der Makro-Methode zu gleichen Dienzahlen, aber in weit kürzeren Zeiten — bei $n/5$ -Anhydrid-Lösung und 130° schon nach 2 Stdn. — führt. Auch hier muß aber auf genauestes Arbeiten gesehen werden, da geringfügige Pipettierfehler — 0.01 ccm der $n/10$ -Thio-sulfat-Lösung entsprechen einer Einheit! —, Verluste beim Ausspülen der Ampullen usw. sich im Ergebnis erheblich bemerkbar machen.

In der Hand des geübten Analytikers dürften sich die beschriebenen meso-analytischen Bestimmungen von Jodzahl und Dienzahl auch im Industrielaboratorium bewähren, während die eigentliche Mikroanalyse der Kennzahlen (mit Einwaagen unter 10 mg) eine besondere Schulung und apparative Ausrüstung verlangend, überwiegend der Forschung vorbehalten bleiben dürfte.

431. Hans Paul Kaufmann, Josef Baltes und Luz Hartweg: Die dienometrische Bestimmung des Anthracens in Rohanthracenen und Anthracenölen.

[Aus d. Institut für Pharmazie u. chem. Technologie d. Universität Münster i. W.]

(Eingegangen am 15. November 1937.)

Die bisher üblichen Verfahren der Anthracen-Bestimmung im Rohanthracen und in Anthracenölen — Auskrystallisieren, Höchster Anthracenprobe, Methode nach Siebisch¹⁾ — führen zu ungenauen Ergebnissen oder sind in der Durchführung schwierig und zeitraubend. Als wir die quantitative Auswertung von Dien-Synthesen auf maßanalytischem Wege (Dienometrie) ausarbeiteten, benutzten wir als reinen Ausgangsstoff u. a. auch Anthracen²⁾. Diese Methode läßt sich nun auch auf die eingangs erwähnten technischen Produkte anwenden, deren Dienzahl auf jodometrischem Wege³⁾ bequem und genau festgestellt werden kann. Mit Hilfe der so gefundenen und der theoretischen Dienzahl des Anthracens (142.54) ist es möglich, den Anthracengehalt dieser Produkte in einfacher Weise zu errechnen:

$$\% \text{ Anthracen} = 100 \times \text{DZ} / 142.54.$$

Vorbedingungen sind Trockenheit der Substanzen und Abwesenheit saurer und alkalischer, wasserlöslicher Bestandteile, die gegebenenfalls vor der Bestimmung ausgewaschen und bei der Berechnung berücksichtigt werden müssen. Natürlich kann die Berechnung des Anthracen-Gehaltes nur unter der Voraussetzung vorgenommen werden, daß keine anderen Stoffe zugegen sind, die Maleinsäure-anhydrid zu binden vermögen.

Von der Teerverwertungsgesellschaft Duisburg-Meiderich und der Zeche Rhein-Preußen, Mörs-Niederrh., wurden uns eine Anzahl Rohanthracen- und Anthracenöl-Proben zur Verfügung gestellt, deren Untersuchungsergebnisse sich in nachstehender Tabelle finden.

¹⁾ D. Holde, Kohlenwasserstofföle und Fette, Verlag Springer 1933, S. 568—569.

²⁾ H. P. Kaufmann u. J. Baltes, Fette u. Seifen **43**, 95 [1936].

³⁾ H. P. Kaufmann, J. Baltes u. H. Büter, B. **70**, 503—507 [1937].

Produkt	D.-Z.	% Anthracen
Anthracen I.....	111.0; 111.3	77.9; 78.1
Anthracen II	118.9; 119.0	83.4; 83.5
Anthracen III	126.8; 126.8	89.0
Anthracen IV	136.3; 136.3	95.6
Anthracenöl „filtriert und getrocknet“	8.17; 8.10	5.7
„Avenarin“ filtriert und getrocknet	7.53; 7.48	5.3; 5.2
Anthracenöl, getrocknet	7.96; 8.21	5.6; 5.8

Die Übereinstimmung zwischen den Ergebnissen der Parallelversuche ist befriedigend. Die Genauigkeit der Methode beträgt etwa 0.5%.

Die Anwendung der Meso-Dienzahl-Methode⁴⁾ auf Anthracen ergab folgende Werte:

	Einwaage in g	Zeit in Stdn.	DZ	
Anthracen IV a) 5 ccm $n/5$ -Maleinsäure-anh. Toluol 100 ⁰	0.010223	4	127.2	
	0.010223	5	128.1	
	0.010223	6	130.1	
	0.010223	8	137.0	
	0.010223	15	137.0	
	b) 5 ccm $n/5$ -Maleinsäure-anh. Toluol 130 ⁰ ...	0.010223	2	127.5
		0.010223	3	133.2
		0.010223	4	137.6
		0.010223	6	137.6
	c) 10 ccm $n/5$ -Maleinsäure-anh. Toluol 100 ⁰ ..	0.010098	2	101.9
		0.010098	4	127.4
		0.010098	5	137.5
		0.010098	6	137.5
	d) 10 ccm $n/5$ -Maleinsäure-anh. Toluol 130 ⁰ ..	0.010098	2	132.5
		0.010098	3	137.5
0.010098		4	137.5	
0.010098		4	137.5	
Anthracenöl, getrocknet a) 5 ccm $n/5$ -Maleinsäure-anh. Toluol 100 ⁰	0.01000	4	6.48	
	0.01000	6	7.78	
	0.01000	7	8.13	
	b) 5 ccm $n/5$ -Maleinsäure-anh. Toluol 130 ⁰ ...	0.01000	2	7.78
		0.01000	4	8.20
		0.01000	5	8.13
		0.01000	6	8.47

Der Deutschen Forschungsgemeinschaft sind wir für die Unterstützung vorstehender Untersuchungen zu Dank verpflichtet.

⁴⁾ s. voranstehende Veröffentlichung, S. 2554.