

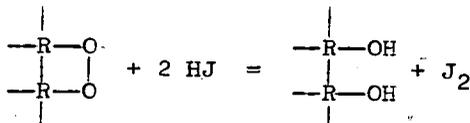
Nr. 49.

Hauptlaboratorium

Im April 1939.

Bestimmung von Peroxyden in Mineralölen.1. Allgemeines.

Peroxyde setzen in saurer Lösung aus Kaliumjodid nach der Gleichung



die äquivalente Menge Jod in Freiheit. Dieses kann man mittels Natriumthiosulfatlösung maßanalytisch bestimmen.

2. Reagenzien.

Chloroform - Eisessig (3:1) chem. rein, 5 %ige wässrige Kaliumjodidlösung,  $\frac{n}{100}$  - Natriumthiosulfatlösung

3. Ausführung.

Man wiegt 8 - 10 g Öl (auf 5 - 10 mg genau) in einem 250 cm<sup>3</sup> - Weithalserlenmeyerkolben ein und löst das Öl in 50 cm<sup>3</sup> Chloroform - Eisessig. Dann fügt man 2 g festes, gepulvertes Kaliumjodid hinzu und erhitzt unter öfterem Umschwenken auf dem Wasserbade, bis die schweren Chloroformdämpfe im Erlenmeyerkolben sichtbar aufsteigen und diesen allmählig ganz ausfüllen.

Vom Aufsteigen der Dämpfe an gerechnet erhitzt man noch genau drei Minuten, kühlt sofort ab (evtl. unter Einleiten von CO<sub>2</sub> oder Stickstoff) und setzt 50 cm<sup>3</sup> Jodkaliumlösung zu. Dann titriert man sofort mit  $\frac{n}{100}$  - Thiosulfat- und Stärkelösung als Indikator.

Blindprobe.

Diese wird in derselben Weise und unter den gleich Bedingungen wie der Hauptversuch ausgeführt, in diesem Falle natürlich ohne Ölzusatz.

4. Besondere Hinweise.

Während des Erhitzens des Erlenmeyerkolbens bedeckt man diesen zweckmäßig mit einem Uhrglas, um Verluste an Jod durch Sublimation zu verhüten. Aus diesem Grunde ist auch längeres Erhitzen der Probe zu vermeiden.

Der Farbumschlag ist wegen der Eigenfarbe der Öle oft schwer zu erkennen. Durch Neigen des Erlenmeyers läßt sich die Farblosigkeit in der Durchsicht jedoch besser feststellen, da die wässrige Phase keine Eigenfarbe besitzt.

Bei Ölen von stark ungesättigtem Charakter können infolge von Addition von Jod an die Doppelbindungen leicht größere Fehler auftreten.

5. Berechnung.

Man rechnet auf peroxydisch gebundenen Sauerstoff (—O—O—), so daß nach obiger Gleichung 1 Mol  $O_2 = 1$  Äquivalent Jod ist:

$$1 \text{ cm}^3 \frac{n}{100} \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 0,00016 \text{ g Sauerstoff}$$

und bezieht analog der Jodzahl auf 100 g Öl. Die Peroxydzahl bezeichnet also die Menge peroxydisch gebundenen Sauerstoffs im Öl in Gew.%.  
-----

$$\begin{aligned} a &= \text{cm}^3 \frac{n}{100} \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3\text{-Lösung beim Hauptversuch} \\ b &= \text{cm}^3 \text{ " " " " " Blindversuch} \\ e &= \text{Einwage an Öl in g} \end{aligned}$$

$$\text{Peroxydzahl} = \frac{(a - b) \cdot 0,00016 \cdot 100}{e}$$

6. Beispiel.

$$\begin{aligned} a &= 8,05 \text{ cm}^3 \\ b &= 0,25 \text{ cm}^3 \\ e &= 7,85 \text{ g Öl} \end{aligned}$$

$$\text{Peroxydzahl} = \frac{(8,05 - 0,25) \cdot 0,00016 \cdot 100}{7,85} = 0,0159$$

$$\text{Peroxydzahl} = 0,016$$

Umrechnungsfaktor von Peroxydzahl auf Jodzahl:

$$\frac{J}{O} = \frac{126,92}{16,00} = 7,933 \text{ (log} = 0,89941\text{).}$$

gez.: Dr. Rottig

redigiert: gez.: Dr. Tramm      gez.: Dr. Henke-Stark