

Bestimmung der Jodzahl von Benzin~~en~~ und Ölen.A. Benzine.1. Allgemeines.

Die Jodzahl gibt die Menge an Jod in Gew. % an, die ein Benzin oder Öl ohne gleichzeitige Substitution zu addieren vermag. Sie dient also zur Charakterisierung bzw. quantitativ en Bestimmung der ungesättigten Verbindungen in den betreffenden Substanzen.

Man läßt jedoch nicht Jod, das zu träge reagiert und nur unvollständig addiert wird, sondern Brom einwirken, rechnet aber die aufgenommene Menge Brom auf % Jod um.

Da Brom in unverdünntem Zustande sehr energisch unter gleichzeitiger Substitution einwirkt, benutzt man nach H.P. Kaufmann eine Lösung von Brom mit Natriumbromid gesättigtem Methylalkohol. Dadurch wird nicht nur die große Aktivität des elementaren Broms herabgesetzt, sondern man verhindert dadurch auch, daß Brom mit Methylalkohol reagiert. Das Brom ist in dieser Lösung komplex als  $\text{NaBr}_3$  gebunden.

Gibt man also eine gemessene Menge dieser Bromlösung zu der zu untersuchenden Substanz und setzt den Überschuß an Brom anschließend mit Jodkalium um, so kann man das ausgeschiedene Jod mit Thiosulfat titrieren und erfährt so die Menge des von der Substanz aufgenommenen Broms, bzw. Jods. Die Bromlösung wird nicht genau eingestellt, sondern man bestimmt den Titer durch einen gleichzeitig angesetzten Blindversuch.

2. Reagenzien.

Methylalkohol, reinst, wasserfrei und frei von Aceton. Natriumbromid . p.a., bei  $130^\circ$  im Trockenschrank getrocknet.

$\frac{n}{5}$ -Bromlösung. Man sättigt eine größere Menge (3 l) Methylalkohol mit Natriumbromid, wozu 400 - 500 g erforderlich sind. Die Sättigung dauert längere Zeit und muß durch wiederholtes Schütteln beschleunigt werden. Diese Lösung mit ungelöstem Natriumbromid als Bodenkörper wird in einer braunen Flasche im Dunkeln aufbewahrt. Von dieser Vorratslösung wird 1 liter vorsichtig abdekantiert und mit 5,2 cm<sup>3</sup>

Brom (aus 10 cm<sup>3</sup> Meßzylinder) versetzt.

Theor. erforderlich:  $\frac{79,92}{5 \cdot 3,14} = 5,1 \text{ cm}^3$

10 %ige wässrige Lösung von Kaliumjodid.  $\frac{n}{10}$  Natriumthiosulfatlösung. Stärkelösung als Indikator.

### 3. Ausführung.

Man wägt 0,1 - 0,2 g Benzin genau ab (s.u.) und bringt diese Menge zu 25 cm<sup>3</sup> Bromlösung in einer 250 cm<sup>3</sup> - Weit-halsschliffflasche. Man bringt das Benzin durch vorsichtiges Umschwenken mit der Bromlösung in Berührung, wobei sorgfältig darauf zu achten ist, daß der Schliff nicht benetzt wird. Man stellt dann die Flasche ins Dunkle und läßt 2 1/2 Stunden stehen. Wegen der Flüchtigkeit von Methylalkohol bzw. Brom soll die Raumtemperatur nicht über 20° liegen.

Nach dieser Zeit gibt man aus einem Meßzylinder 15 cm<sup>3</sup> Jodkaliumlösung hinzu, schüttelt vorsichtig um und spült zur Sicherheit den Schliff mit etwa 30 cm<sup>3</sup> dest. Wasser ab. Dann titriert man die durch ausgeschiedenes Jod braun gefärbte Lösung mit  $\frac{n}{10}$  Natriumthiosulfatlösung zunächst bis zur Gelbfärbung und dann nach Zusatz von etwas Stärkelösung von blau nach farblos.

### Blindversuch.

Dieser ist - ohne Benzin - in derselben Ausführung, unter den gleichen Bedingungen und vor allem auch zu gleicher Zeit wie der Hauptversuch anzusetzen.

### 4. Besondere Hinweise.

Leicht flüchtige Benzine werden am besten im Oleumröhrchen eingewogen. Das vorher gewogene Röhrchen wird über einer Flamme erwärmt und noch warm in das Benzin getaucht. Durch Daraufblasen kühlt man die Kugel ab und läßt eine kleine Menge Benzin hochsteigen, worauf man in der Flamme zuschmilzt.

Schwerer flüchtige Öle, bei denen keine Gefahr des Verdampfens während des Einwiegens besteht, wiegt man besser in den kleinen Glasbecherchen ab, wie sie für diesen Zweck bei der Bestimmung von Wasser in Alkoholen (vergl. diese Methoden Nr. 48, S. 2..) beschrieben worden sind.

Während es bei diesen Glasbecherchen leicht gelingt, das Benzin durch einfaches Umschwenken mit der Bromlösung in Berührung zu bringen, bedarf es bei den Oleumröhrchen eines besonderen Hilfsmittels. Man benutzt zu diesem Zwecke

ein Glasrohr (40 mm lang, 10 mm l. W.), das durch ein Stück Gummischlauch mit einem dicken Glasstab verbunden ist, und kann nun mit dem offenen Rohrende das Oleumröhrchen in der Bromlösung fassen und zerdrücken. Dann wird das Glasrohr, an dem sich ja noch Bromlösung befindet, vorsichtig vom Gummischlauch abgezogen und in die Flasche geworfen, worauf umgeschwenkt wird.

Die Bromlösung wird nicht mit der Pipette, sondern mit der Bürette abgemessen. Da sie mit Luft möglichst wenig in Berührung kommen darf, empfiehlt sich der Gebrauch automatischer Derona-Büretten. Wo diese nicht zur Verfügung stehen, kann man sich eine einfache Vorrichtung wie sie im Anhang abgebildet ist, aus einem 1 l - Tropftrichter und einer Bürette für 25 cm<sup>3</sup>, in 0,05 cm<sup>3</sup> geteilt, herstellen. Man kann auf diese Weise mit ca. 1 l Bromlösung als Vorrat arbeiten. Der Tropftrichter muß aus braunem Glase sein oder wird mit schwarzer Farbe lichtdicht überstrichen.

5. Berechnung.

$$1 \text{ cm}^3 \frac{n}{10} \text{ Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 0,012692 \text{ g Jod}$$

a = verbr. cm<sup>3</sup> Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-lösg. beim Blindversuch

b = " " " " " " Hauptversuch

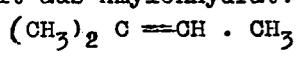
f = Faktor der Thiosulfatlösung

e = angewandte Menge Benzin in g

$$\text{Jodzahl} = \frac{(a-b) \cdot f \cdot 0,012692 \cdot 100}{e}$$

6. Beispiel.

a) Bestimmung der Jodzahl von reinem Trimethyläthylen (Amylen), hergestellt aus Amylenhydrat:



---

Mol. Gew. C<sub>5</sub>H<sub>10</sub> = 70,078

theor. ber. Jodzahl:  $\frac{2 \cdot 126,92 \cdot 100}{70,078} = 362,2$

a = 49,55 cm<sup>3</sup>  $\frac{n}{10}$  Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

b = 15,35 " " "

f = 0,991

e = 0,1189 g Trimethyläthylen

- 4 -

$$\text{Jodzahl} = \frac{(49,55 - 15,35) \cdot 0,991 \cdot 0,012692 \cdot 100}{0,1189} = 361,78$$

$$\text{gef. Jodzahl} = 361,8$$

b) Bestimmung der Jodzahl in einem AK-Benzin (S.P. 90-100°)

$$\begin{aligned} a &= 49,55 & f &= 0,991 \\ \bar{a} &= 33,95 & e &= 0,2101 \text{ g Benzin} \end{aligned}$$

$$\text{Jodzahl} = \frac{(49,55 - 33,95) \cdot 0,991 \cdot 0,012692 \cdot 100}{0,2101} = 93,39$$

$$\text{Jodzahl} = 93,4.$$

### B. Mineralöle, synthetische Öle.

Die Ausführung der Analyse ist bei den Ölen dieselbe wie bei Benzin mit Ausnahme folgender Änderungen:

1. Wegen der Schwerlöslichkeit der Öle in Methanol setzt man noch 10 cm<sup>3</sup> Tetrachloräthan (CHCl<sub>2</sub> - CHCl<sub>2</sub>) hinzu.
2. Wegen der niedrigeren Jodzahl wendet man nur 20 cm<sup>3</sup> Bromlösung an.
3. Einwage: 0,2 - 0,3 g Öl.
4. Reaktionsdauer: 3 Stunden.
5. Die Methode gibt bei schwefelhaltigen Ölen sichere Ergebnisse nur bei einem Schwefelgehalt bis zu 0,5 %.

### C. Fette Öle.

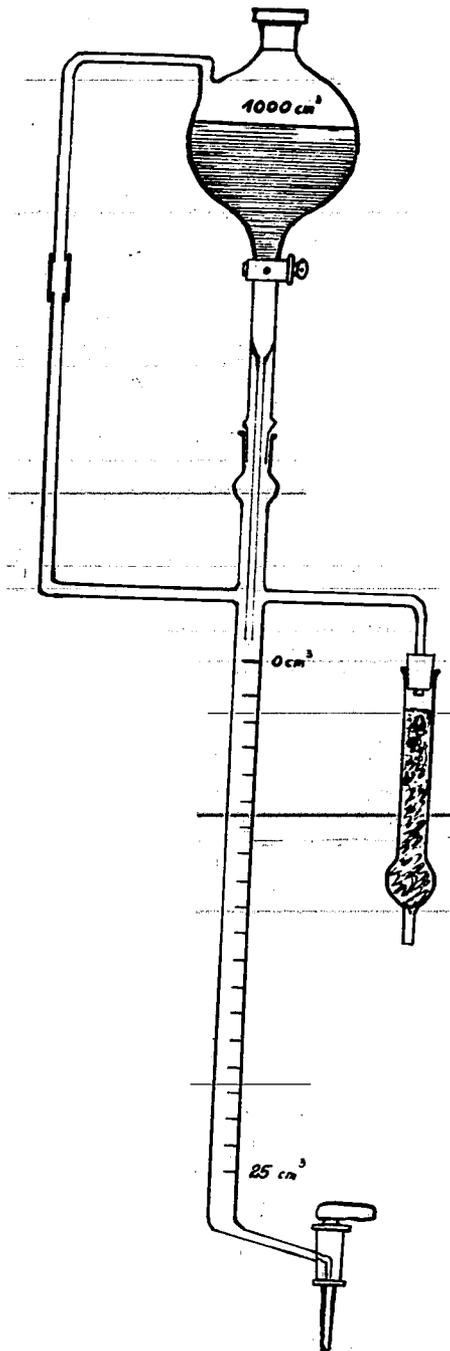
Hier gilt das Gleiche wie für die Mineralöle mit folgenden Einschränkungen:

1. Wegen der Schwerlöslichkeit der Öle setzt man 10 cm<sup>3</sup> Tetrachlorkohlenstoff (CCl<sub>4</sub>) zu.
2. Reaktionsdauer: 2 Stunden.

gez. Dr. Rottig

redigiert: gez. Dr. Tramm

gez.: Dr. Henke-Stark



Bürette mit Vorratsbehälter  
für Bromlösung zur  
Jodzahlbestimmung