

Bestimmung der Jodzahl (ungesättigte Verbindungen) im Benzin nach
H.P. Kaufmann.

Die Jodzahl (JZ) gibt an, wieviel % Halogen, berechnet als Jod eine Substanz unter bekannten Bedingungen addiert, sie dient also zur Charakterisierung bzw. quantitativen Bestimmung ungesättigter Verbindungen.

Die Bestimmungen der Jodzahl ergeben nach den verschiedenen Methoden häufig verschiedene Werte, daß bei dieser die vollständige Absättigung der Doppelbindungen auch mehr oder weniger von einer Substitution begleitet ist. Besonders große Schwierigkeiten sind bei der Bestimmung der ungesättigten Bestandteile der Benzine aufgetreten. Eine Arbeit von B. Gerre u. H. Große-Oettinghaus in "Öl und Kohle" Nr. 5 (1938) beschäftigt sich mit der Klärung dieser Frage und betont die guten Ergebnisse bei der Methode nach H.P. Kaufmann.

Es sind daher hier Benzine nach dieser Methode untersucht worden und mit den nach der Methode nach Wijs erhaltenen Werte verglichen worden. Die Arbeitsweise nach Kaufmann ist in der Anlage beschrieben

		<u>nach Kaufmann</u>		<u>nach Wijs</u>		Phosphor Schwefel säure- zahl
Rheinpreußen	nach 30 Min.	92,8				
Stabil-Benzin	" 60 "	91,5		94,7		
	" 90 "	92,4				40,0
	" 120 "	91,9		90,6		
Mischbi 180	" 60 "	95,5 - 96,2		92,3-93,2		40,0
Leuna 898	" 60 "	a) 1,48 - 1,53		3,13-3,27		
		b) 1,88				19,0
	" 120 "	1,82				
Leuna 918	" 60 "	a) 1,27 - 1,40		2,03-3,54		
		b) 2,05				16,0
	" 120 "	1,97				
Mischbi 131	" 15 "	90,0				
	" 30 "	90,0				
	" 60 "	90,2		83,0-87,8		35,0
	" 90 "	89,6				
	" 120 "	89,66				

Anlage

Anlage zum Bericht über Jodzahlbestimmung von Benzenen

Arbeitsvorschrift für die Methode nach H.P. Kaufmann (Brommet)

Aus Methanol (Merck p.a.) und bei 130° getrocknetem NaBr wird bei Zimmertemperatur eine gesättigte Lösung hergestellt (etwa 12-15 % NaBr), vom ungelösten abfiltriert und zu 1 Ltr. der klaren Lösung 5,2 ccm Br₂ aus einer Bürette zugeben. (Das Brom wird anscheinend zu einer Additionsverbindung NaBr-Br₂ gebunden, da die Lösung nicht nach Brom riecht und somit gut pipettierbar und titerbeständig ist. Bei etwaigem Titerrückgang wieder Brom zusetzen.

Benzin-Einwaage	bei J Z	> 120	=	0,1 - 0,2 g
		60 - 120	=	etwa 0,2 g
		20 - 60	=	0,3 - 0,5 g
		< 20	=	0,5 - 1,0 g

Für die Einwaage von Benzenen verwendet man zweckmäßig Ampullen mit 2 Kapillaren  Diese lassen sich sehr leicht durch Einsaugen füllen, ohne daß durch Verdunsten der niedrig siedenden Bestandteile Verluste entstehen.

In eine gutschließende Glasschliffflasche bringt man 10 ccm CHCl₃ als Lösungsmittel, 25 ccm der obigen Bromlösung und die Ampulle, die nach dem Verschließen der Flasche durch Schütteln zertrümmert wird. Nach 30 Minuten Einwirkung bei Zimmertemperatur^{*)} 15 ccm 10 %-ige KI-Lösung und 50 ccm H₂O zusetzen und mit Na₂S₂O₃ (1/10 n) titrieren. Mit den gleichen Mengen der Lösung setzt man einen Blindversuch an. Die Differenz aus dem Na₂S₂O₃-Verbrauch im Blindversuch (a) und im Hauptversuch (b) und der Einwaage (c) ergibt die Jodzahl (JZ).

$$J Z = \frac{1,269 (a - b)}{c}$$

*) Bei hoher Jodzahl soll die Reaktionszeit 2 Std. betragen. Bei den von uns ausgeführten Bestimmungen stellten wir hierbei ein leichtes Zurücklaufen der JZ fest.

Labor, den 16.2.33.