



Application Note AN-T-187

Bromzahl im Erdöldestillat

Ökologische Bestimmung nach ASTM D1159 mit Toluol als Lösungsmittel

Die Bromzahl gibt den Grad der Ungesättigtheit an und beruht auf der einfachen Addition von Brom an die Doppelbindung von Alkenen. Für jedes Mol einer Kohlenstoff-Kohlenstoff-Doppelbindung ($C=C$) in einer Substanz wird ein Mol Brom verbraucht. Bei Erdölprodukten entspricht die Bromzahl dem Olefingehalt.

Normalerweise werden zur Bestimmung der Bromzahl

chlorierte Lösungsmittel verwendet. In dieser Application Notes sind sie durch Toluol ersetzt worden. Dadurch wird die Bestimmung umweltfreundlicher. Die Titration erfolgt automatisch auf einem OMNIS-System in Kombination mit einer Doppel-Platindraht-Elektrode. Mit diesem Aufbau kann eine schnelle und genaue Bestimmung mittels potentiometrischer Titration realisiert werden.

Die Analyse wird an einem Erdöldestillat demonstriert.

VERSUCHSDURCHFÜHRUNG

Die Analyse wird auf einem OMNIS-System durchgeführt, das aus einem OMNIS Advanced Titrator, einem OMNIS Dosing Module und einer doppelten Pt-Draht-Elektrode besteht.

Probe und Titrationslösungsmittel (bestehend aus Toluol, Methanol, Schwefelsäure und Eisessig) werden in ein thermostatisiertes Gefäß pipettiert. Unter Rühren wird die Lösung auf 0–5 °C abgekühlt. Nach Erreichen dieser Temperatur wird die Lösung mit eingestellter Bromlösung titriert, bis der Äquivalenzpunkt erreicht ist.

ERGEBNISSE

Mit diesem Setup werden steile und sanfte Kurven erreicht. Die Ergebnisse sind mit relativen Standardabweichungen $< 0,2 \%$ sehr gut reproduzierbar.

Entsprechend der erwarteten Bromzahl wird eine entsprechende Probenmenge in Toluol gelöst.

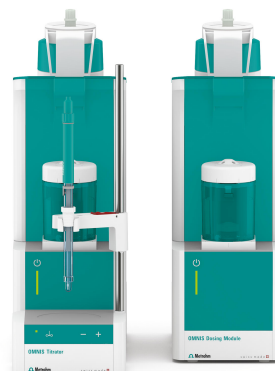


Abbildung 1. OMNIS-System bestehend aus einem OMNIS Advanced Titrator und einem OMNIS Dosiermodul, ausgestattet mit einer doppelten Pt-Draht-Elektrode zur Indikation.

Mit der vorgelegten Analyse ergibt sich eine Bromzahl von 10,80 g Brom/100 g Erdöldestillat ($n = 5$; $SD(\text{rel}) = 0,19 \%$).

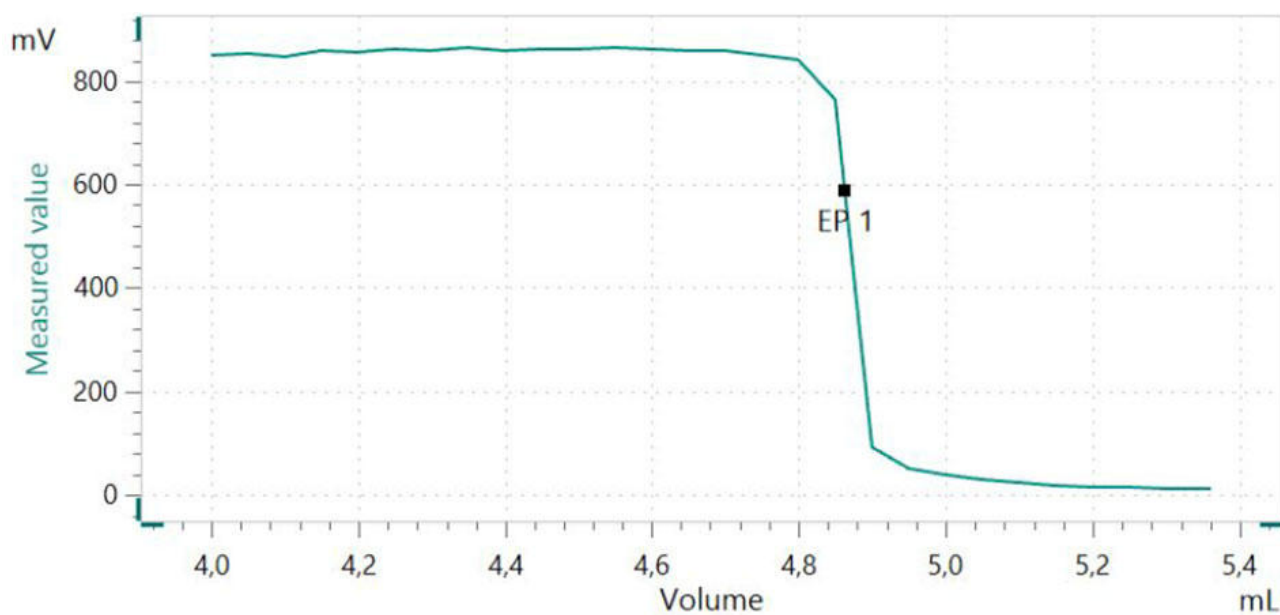


Abbildung 2. Titrationskurve zur Bestimmung der Bromzahl einer Erdöldestillatprobe.

FAZIT

Nach Erreichen der Temperatur von 0–5 °C wird die Titration automatisch gestartet. Eine weitere Beobachtung der Temperatur ist daher nicht erforderlich. Die Titrationskurven sind steil und leicht auszuwerten. Dadurch ist die Reproduzierbarkeit sehr gut und die Kriterien der ASTM D1159 bezüglich der

Reproduzierbarkeit werden erfüllt.

Darüber hinaus führt der Austausch chlorierter Lösungsmittel durch Toluol zu einer umweltfreundlicheren Anwendung bei vergleichbarer Präzision.

Interne Referenz: AW TI CH1 1245-122017

CONTACT

Metrohm Inula
Shuttleworthstraße 25
1210 Wien

office@metrohm.at

KONFIGURATION



OMNIS Advanced Titrator mit Magnetrührer
Innovativer, modularer potentiometrischer OMNIS Titrator für Stand-alone-Betrieb oder als Herzstück eines OMNIS Titrationssystems für die Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch). Dank 3S-Liquid-Adapter-Technologie ist der Umgang mit Chemikalien so sicher wie nie. Der Titrator kann mit Messmodulen und Zylindereinheiten frei konfiguriert werden und bei Bedarf um einen Stabrührer erweitert werden. Bei Bedarf kann der OMNIS Advanced Titrator über eine entsprechende Software-Funktionslizenz für parallele Titration aufgerüstet werden.

- Ansteuerung via PC oder lokales Netzwerk
- Anschlussmöglichkeit für bis zu vier weitere Titrier- oder Dosiermodule für weitere Applikationen oder Hilfslösungen
- Anschlussmöglichkeit für einen Stabrührer
- Verschiedene Zylindergrößen verfügbar: 5, 10, 20 oder 50 mL
- Liquid Adapter mit 3S-Technologie: Sicherer Umgang mit Chemikalien, automatischer Transfer der originalen Reagenzdaten des Herstellers

Messmodi und Software-Optionen:

- Endpunkttitration: Funktionslizenz „Basic“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch): Funktionslizenz „Advanced“
- Endpunkt- und Äquivalenzpunkttitration (monoton/dynamisch) mit paralleler Titration: Funktionslizenz „Professional“



OMNIS Dosing Module ohne Rührer
Dosiermodul zum Anschluss an einen OMNIS Titrator zur Erweiterung um eine zusätzliche Bürette für Titration/Dosierung. Erweiterbar mit einem Magnet- oder Stabrührer zur Verwendung als separater Titrierstand. Frei wählbare Zylindereinheit mit 5, 10, 20 oder 50 mL.



Doppel-Pt-Draht-Elektrode für die Coulometrie
Indikatorelektrode, die für coulometrische Karl-
Fischer-Titration verwendet wird.



Pt1000-Temperaturfühler (Einbaulänge 12.5 cm)
Pt1000-Temperaturfühler (Klasse B) aus Glas.
Dieser Pt1000-Temperaturfühler ist unter der
Artikelnummer 6.1110.110 auch in einer
Einbaulänge von 17.8 cm erhältlich.