

# Organisch-chemisches Praktikum für Studierende des Lehramts

WS 08/09

Praktikumsleitung: Dr. Reiß

Assistent: Jan Schäfer

Name: Sarah Henkel

Datum: 10.12.2008

Gruppe 8: Ester, Fette, Seifen und Tenside

Versuch: Bestimmung der Iodzahl im Schülerversuch

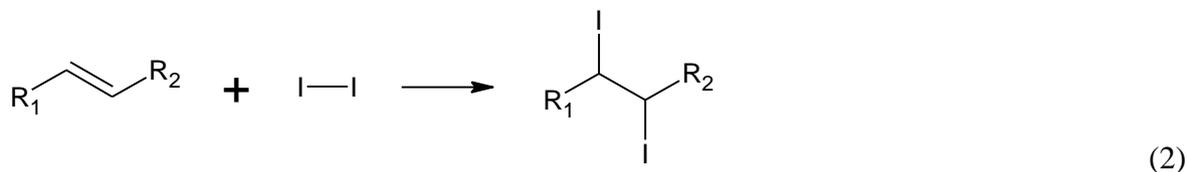
## Zeitbedarf

Vorbereitung: 15 Minuten

Durchführung: 15 Minuten

Nachbereitung: 5 Minuten

## Reaktionsgleichung



## Chemikalien

Tab. 1: Verwendete Chemikalien.

Eingesetzte Stoffe	Formel	Menge	R-Sätze	S-Sätze	Gefahrensymbole	Schul-einsatz
1-Propanol	H <sub>3</sub> C-CH <sub>2</sub> -CH <sub>2</sub> -OH	300 mL	11-41-67	2-7-16-24-26-39	F, Xi	S I
Iod	I <sub>2</sub>	25,4 g	20/21-50	23-25-61	Xn, N	S I
Natriumthio-sulfat-	Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	200 mL	-	-	-	S I

Lösung c = 0,1 mol/L						
Stärke- Lösung 1%ig	$(C_6H_{10}O_5)_n(aq)$	4 mL	-	-	-	S I
Stärke	$(C_6H_{10}O_5)_n$	1 g	-	-	-	S I
Salicylsäure	$C_6H_4(OH)(CO$ $OH)$	0,1 g	22-36/38	22	Xn	S I
Kokosfett		6 Tropfen des verflüssigten Fettes	-	-	-	S I

### Geräte

- Waage
- Spatel
- Magnetrührer mit Rührfisch
- Erlenmeyerkolben (100 mL)
- Erlenmeyerkolben (300 mL)
- Messkolben (100 mL)
- Becherglas (250 mL)
- Becherglas (100 mL)
- Bürette
- Stativmaterial
- Petrischale

## Aufbau



Abb. 1: Versuchsaufbau.



Abb. 2: Iodlösung vor der Titration.



Abb. 3: Iodlösung während der Titration.



Abb. 4: Iodlösung bei Stärkezusatz.



Abb. 5: Iodlösung bei abgeschlossener Titration.

### Durchführung

In einem 100 mL-Erlenmeyerkolben werden 8,47 g Iod in 50 mL 1-Propanol unter Erwärmen gelöst. Nach dem Erkalten wird die Lösung in einem 100 mL-Messkolben auf 100 mL mit 1-Propanol aufgefüllt. Für die Stärkelösung werden 1 g Stärke in 100 mL Wasser gelöst. Die Lösung wird bis zum Sieden erhitzt und wird 3 Minuten auf der Temperatur gehalten. Zum Konservieren wird der Stärkelösung 0,1 g Salicylsäure zugesetzt.

In den 300 mL-Erlenmeyerkolben werden 6 Tropfen Kokosfett (0,16 g) gegeben. Das Kokosfett wird anschließend in 10 mL 1-Propanol gelöst. Zum besseren Lösen hält man den Erlenmeyerkolben kurz in ein Gefäß mit etwa 50 °C heißem Wasser und schwenkt solange um, bis sich alles gelöst hat und keine Schlieren mehr zu erkennen sind.

Nachdem die Lösung abgekühlt ist, werden 10 mL der Iod-Lösung dazu pipettiert und gründlich umgeschwenkt. Danach werden zwei Portionen von je 40 mL Wasser hinzu gegeben und vermischt. Der Erlenmeyerkolben ist dann mit einer Petrischale zu verschließen. Der verschlossene Kolben bleibt dann 7-8 Minuten stehen. Danach wird mit Natriumthiosulfat-Lösung die überschüssige Iodportion gegen Stärke zurücktitriert. Die Natriumthiosulfat-Lösung wird solange zugetropft, bis nur noch ein schwaches Gelb in der Iod-Lösung zu erkennen ist. Nachdem 2 mL Stärke-Lösung dazu gegeben wurden, wird bis zur Entfärbung titriert.

Hinterher wird ein Blindversuch durchgeführt, indem 10 mL Iod-Lösung vorgelegt werden. Es wird soviel Natriumthiosulfat-Lösung dazu titriert, bis eine Aufhellung zu erkennen ist. Dann werden 80 mL Wasser hinzugegeben und gegen 2 mL Stärke-Lösung zu Ende titriert.

### Beobachtung

Die intensive gelb-orangefarbene Lösung nimmt nach einiger Zeit des Titrierens eine hellgelbe Färbung an. Bei der Zugabe von Stärke-Lösung färbt sich die Lösung intensiv blau. Ab diesem Zeitpunkt sind nur noch wenige Tropfen nötig, um eine Entfärbung der Lösung herbeizuführen.

Insgesamt wurden bei der Titration 4,3 mL Natriumthiosulfat verbraucht. Bei der Blindprobe waren es 5,7 mL.

### Entsorgung

Alle Lösungen werden mit Thiosulfat versetzt in die organischen Lösungsmittelabfälle gegeben.

### Fachliche Auswertung der Versuchsergebnisse

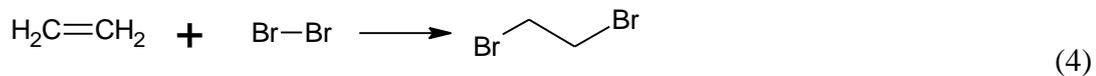
Die Iodzahl ist ein Maß für den Anteil an ungesättigten Fettsäuren in einem Fett. Die Eigenschaften eines Fettes werden maßgeblich durch den Anteil an gesättigten und ungesättigten Fettsäuren beeinflusst. Die Iodzahl ist die Menge Iod in Gramm, die an 100 g der Probe angelagert wird. Für eine bestimmte Masse eines Fettes und einem bestimmten Verbrauch an Iod (in Gramm) lässt sich folgende Gleichung aufstellen:

$$IZ = \frac{m(I_2) \cdot 100}{m(\text{Fett})} \quad (3)$$

Anhand der Gleichung ist zu sehen, dass die Iodzahl dimensionslos ist. Die Iodzahl wird jedoch nach DIN in g Iod/ 100 g Fett angegeben. Theoretisch kann die Bestimmung mit jedem beliebigen Halogen durchgeführt werden. Der Name Iodzahl geht auf v. Hübl, den Erfinder der Iodzahlbestimmung zurück. Er verwendete eine Lösung aus Iod und Quecksilber in Alkohol.

Das Prinzip beruht auf dem Mechanismus der Addition. An C=C-Doppelbindungen können Halogene addiert werden. In der Praxis kann elementares Chlor jedoch nicht verwendet wer-

den, da es neben der Addition auch noch zu einer Substitution kommen würde. Bei Brom sollte eine Verdünnung genommen werden, um eine Substitution auszuschließen.



Da die Addition ihre Zeit braucht, kann es häufig zu einer unvollständigen Addition kommen. Aus diesem Grund wird das Reaktionsgemisch häufig sehr lange stehen gelassen (bis zu 2 Stunden), um diese Fehlerquelle möglichst klein zu halten. Insgesamt hängt die addierte Halogen-Stoffmenge von der Zusammensetzung des Fettes, der Art des Lösungsmittels, in dem das Halogen gelöst ist, der Einwirkzeit, der Belichtung und der Temperatur ab. Um die ermittelten Iodzahlen untereinander vergleichen zu können, muss unter anderem auch immer das verwendete Verfahren zur Bestimmung mit angegeben werden.

Zur Ermittlung der Iodzahl gibt es verschiedene Verfahren, denen allen gemeinsam ist, dass eine bestimmte Menge an Fett eingewogen wird und dann in einem bestimmten Lösungsmittel gelöst wird. Dazu wird eine Halogenlösung mit bekanntem Volumen im Überschuss gegeben. Das Reaktionsgemisch wird zum Vollenden der Addition einige Zeit stehen gelassen. Das Ergebnis errechnet sich aus der Differenz der vorgelegten Stoffmenge und der nicht verbrauchten Stoffmenge. Über Iodometrie wird die nicht verbrauchte Menge an Halogenlösung bestimmt. Gleichzeitig wird eine Blindprobe erstellt, um einen Vergleichswert zu erhalten. Die Titrationen erfolgen mit Natriumthiosulfat-Lösung.

Dieser Versuch wurde nach dem Verfahren nach Margosches durchgeführt.

Für die Bestimmung der Iodzahl wird in der Literatur folgende Formel angegeben:

$$IZ = \frac{(V_{Blind} - V_{Probe}) \cdot 1,269 \cdot t}{m(Fett)} \quad (5)$$

VBlind:	Verbrauch in mL an Thiosulfat-Lösung beim Blindversuch
VProbe:	Verbrauch in mL an Thiosulfat-Lösung bei der Titration der Probe
t:	Titer der Thiosulfat-Lösung; kann aber 1,0 gesetzt werden, wenn die Konzentration genau 0,1 mol/L beträgt
m(Fett):	Masse der Fettportion

Aus Gleichung (1) ist ersichtlich, dass für die Reaktion zwischen Iod und Thiosulfat nur die Hälfte der Stoffmenge an Thiosulfat für die Umsetzung einer bestimmten Stoffmenge an Iod gebraucht wird. Das Stöchiometrische Verhältnis ist folglich 2:1.

$$n(I_2) = \frac{n(Na_2S_2O_3)}{2} \quad (6)$$

Mithilfe der Gleichung  $n = V \cdot c$  lässt sich ein Bezug zum verbrauchten Volumen an Thiosulfat-Lösung herstellen.

$$n(I_2) = \frac{c(Na_2S_2O_3) \cdot V(Na_2S_2O_3 - Lsg)}{2} \quad (7)$$

Die Menge an addiertem Iod ergibt sich aus der Menge an vorgelegtem Iod und der Menge an Iod die noch übrig ist. Dies kann durch die Blindproben titration und die Proben titration wie folgt ausgedrückt werden.

$$n(I_2)_{add} = n(I_2)_{Blind} - n(I_2)_{Probe} \quad (8)$$

Nach dem Umstellen mithilfe der Gleichung  $n = \frac{m}{M}$  ergibt sich:

$$m(I_2)_{add} = M(I_2) \cdot (n(I_2)_{Blind} - n(I_2)_{Probe}) \quad (9)$$

Durch Einsetzen von Gleichung (7) in (9) erhält man unter Berücksichtigung der Konzentration der Natriumthiosulfat-Lösung ( $c(Na_2S_2O_3) = 0,1 \text{ mol/L}$ , dem Volumen von  $1 \text{ L} = 1000 \text{ mL}$  und  $M(I_2) = 126,9 \text{ g/mol}$ ):

$$m(I_2) = (V'(Na_2S_2O_3 - Lsg)_{Blind} - V'(Na_2S_2O_3 - Lsg)_{Probe}) \cdot 126,9 \cdot 10^{-4} \frac{g}{mL} \quad (10)$$

Durch Einsetzen der Volumina aus der Titration in Gleichung (5) ergibt sich:

$$IZ = \frac{(5,7 \text{ mL} - 4,3 \text{ mL}) \cdot 1,269 \frac{g}{mL} \cdot 1}{0,16 \text{ g}} = \mathbf{11,1} \quad (11)$$

Der Literaturwert liegt bei etwa 9<sup>[6]</sup>. Daraus ergibt sich eine prozentuale Abweichung von 23,33 %.

Dieser niedrige Wert kommt dadurch zustande, dass nur zwei der Fettsäuren, aus denen Kokosfett besteht ungesättigt sind. Linolsäure tritt nur zu 1,5 % und Ölsäure zu 6,4 % in Kokosfett auf. Der Größte Anteil im Kokosfett wird durch die Laurinsäure gebildet. Diese liegt mit 45 % im Kokosfett vor. Weitere Säuren sind: Stearinsäure (2,3 %), Palmitinsäure (2,3 %), Myristinsäure (20,8 %), Caprinsäure (6,3 %), Caprylsäure (9,2 %) und Capronsäure (0,8 %)<sup>[5]</sup>.

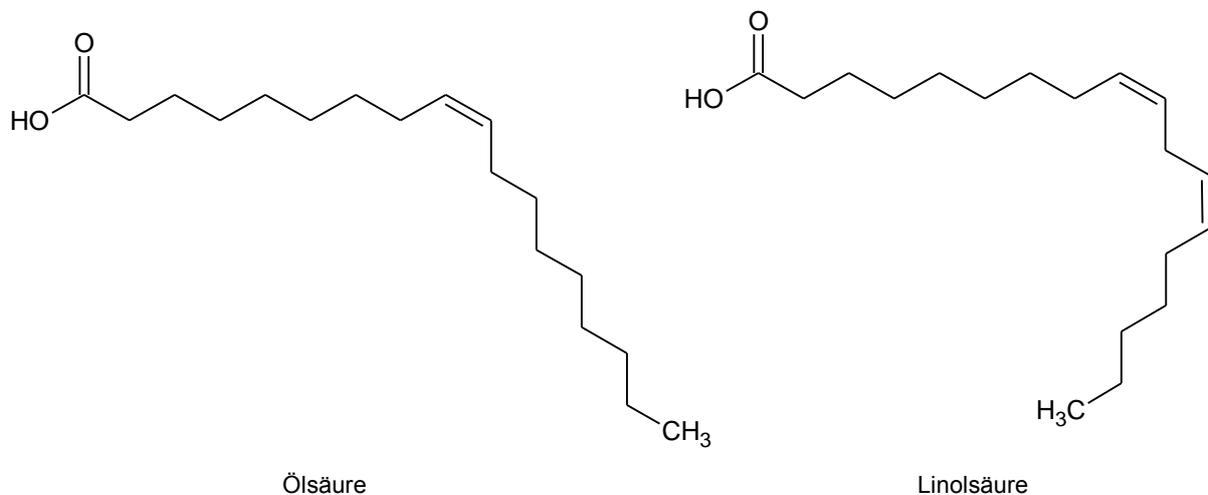


Abb. 6: Strukturformeln von Ölsäure und Linolsäure.

Neben der Iodzahl gilt auch die Verseifungszahl als eine fettbeschreibende Größe. Sie gibt an, wie viel Säure in gebundener und ungebundener Form in einem Gramm Fett enthalten ist. Gleichzeitig lässt sich durch sie bestimmen, welche Menge an Kaliumhydroxid notwendig ist, um die Säure, die in diesem einem Gramm Fett enthalten ist, zu verseifen. Sie ist somit ein Indikator für die durchschnittliche Kettenlänge der Fettsäuren in einem Molekül. Je größer die Verseifungszahl ist, desto kleiner ist das durchschnittliche Molekulargewicht, d.h. desto mehr kurz- und mittelkettige Fettsäuren sind in einem Fett enthalten. Sie wird in der Einheit mg(KOH)/ g(Fett) angegeben.

## Methodisch-Didaktische Analyse

### **1 Einordnung**

Das Thema Fette wird in der Schule laut Lehrplan im zweiten Halbjahr der Jahrgangstufe 11 durchgenommen. Dort ist es neben den Kohlenhydraten und den Proteinen ein Teilgebiet der

Naturstoffe. Bei Schwerpunktsetzung auf dieses Thema kann auf die Margarinehärtung und die Untersuchung von Speisefett eingegangen werden. Auf die Bestimmung der Iodzahl und auch der Verseifungszahl für die Bestimmung des Gehalts an ungesättigten Fettsäuren wird jedoch nur im Leistungskurs eingegangen. Dort gehört es sogar zu den verbindlichen Themen. Anhand der Iodzahlbestimmung können weiterhin auch die analytischen Methoden der Chemie kennengelernt werden.

## **2 Aufwand**

Der Versuch ist relativ schnell durchzuführen, wenn die notwendigen Vorbereitungen bereits getroffen wurden. Das Ansetzen der Lösungen nimmt genauso viel Zeit in Anspruch wie die Durchführung selbst, da die Stärke-Lösung zunächst aufgekocht werden muss und dann noch abkühlen muss. Der Versuch ist jedoch sehr gut als Schülerversuch durchführbar, da alle Chemikalien für den Schülerversuch zugelassen sind und die Durchführung recht leicht ist. Es ist jedoch notwendig, dass genügend Büretten für die Schülergruppen gestellt werden.

## **3 Durchführung**

Die Schwierigkeit in der Durchführung liegt bei Schülern vor allem in der Unerfahrenheit. Bei der Iodometrie muss sehr genau und vorsichtig titriert werden. Es muss infolgedessen eine ausreichend gute Einführung geboten werden, in der die Schüler die Möglichkeit haben, die Methode der Titration für die analytische Chemie zu üben. Es ist deswegen sinnvoller, die Titration in einer Doppelstunde durchzuführen, um die Schüler nicht unter Druck zu setzen und damit eventuell das Ergebnis zu verschlechtern.

## Literatur

- [1] PdN Chemie in der Schule 4/84 Seite 120-125.
- [2] Soester Liste. Version 2.7.
- [3] Hessischer Lehrplan: Chemie. 2008.
- [4] Vollhardt, K. P. C. und Neil E Schore: Organische Chemie. Übersetzungs-Hrsg: Holger Butenschön. Vierte Auflage. WILEY-VCH. Weinheim **2005**.
- [5] Bernhardt, Martin: *Elaeis guineensis*.  
[http://www.phytochemie.botanik.univie.ac.at/Thailand\\_2007/Seminar/Bernhard.pdf](http://www.phytochemie.botanik.univie.ac.at/Thailand_2007/Seminar/Bernhard.pdf).  
(15.12.2008).
- [6] Lehmden, Felix von: Ausarbeitung des Experimentalvortrages „Öle und Fette“

[www.chids.de/dachs/expvotr/706Fette\\_vonLehmden.doc](http://www.chids.de/dachs/expvotr/706Fette_vonLehmden.doc). (15.12.2008).

[7] Rauh, Michael: Lebensmittellexikon.de. Verseifungszahl.

<http://www.lebensmittelwissen.de/lexikon/v/verseifungszahl.php>. (15.12.2008).