

1478-7  
30/5.05

Tr. No. des So. März 1942  
Dr. Ko./Sch.

## Alkohol-Anlage, Analysenvorschriften.

### Inhalt:

#### Grundsätzliches zur Probenahme

#### A. Analysenvorschriften für folgende Proben:

##### I. Angelieferte Rohprodukte

1. Frischsäure
2. Natronlauge
3. Phenolatlauge

##### II. Hilfestoffe und Zwischenprodukte

1. Ester aus Tank
2. Ester nach Mischer
3. Restsäure
4. Rohalkohol
5. Blubbertopf, Kaskade
6. Blubbertopf, Entgasung
7. Lauge vor Gasolverdampfung
8. Wasser nach Gasolverdampfung
9. Phenolatlauge aus Dilenolreinigung
10. Frischsäure
11. Fertigsäure
12. Säure aus Vorverdampfer
13. Fallwasser
14. Pumpenwasser
15. Lutterwasser
16. A-Kolonne

### III. Fertigprodukte

#### 1. Isopropylalkohol

- a) Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle
- b) Proben aus der Vorlage
- c) Versandproben aus Kesselwagen

#### 2. Butylalkohol

- a) Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle
- b) Proben aus der Vorlage
- c) Versandproben aus Kesselwagen

#### 3. Fuselöl

- a) Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle
- b) Versandproben

#### 4. Milenol

- a) Proben aus der Milenolreinigung
- b) Versandproben

#### 5. Äther

- a) Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle
- b) Versandproben

### IV. Besondere Untersuchungen

#### 1. Ketonbestimmung

**Grundsätzliches zur Probenahme:**

An jeder Probestelle sind täglich 2 mal Proben zu nehmen. Ist wegen eines Stillstandes der Anlage die Probenahme nicht möglich, so werden die Proben frühestens eine Stunde nach dem Anfahren des Betriebes genommen. In jedem Falle ist der Grund für das Fehlen einer Bestimmung genau anzugeben.

Werden die Proben aus Standgläsern oder längeren Zuleitungen genommen, so muss man vor der eigentlichen Probenahme erst die Flüssigkeit, die noch von der letzten Probenahme im Standglas oder in der Leitung steht, ablaufen lassen.

## I. 1.

### Frischeure

#### Farbe

Bestimmung der Wichte bei 15°, Berechnung der %  $H_2SO_4$  an Hand der Tabelle.

Bestimmung der Konzentration durch Titration.

Rund 1 g der Probe wird in einem Erlenmeyer eingewogen, mit Wasser verdünnt und mit 1-n-Natronlauge titriert.

Berechnung:

$$\% H_2SO_4 = \frac{\text{Verbrauch an Natronlauge} \cdot 4,9}{\text{Einwaage}}$$

Beispiel:

Einwaage

0,9873 g

Verbrauch an 1/1-n-Natronlauge 15,2 ccm

$$\% H_2SO_4 = \frac{15,2 \cdot 4,9}{0,9873} = 75,3$$

Wenn  $SO_2$ -Geruch zu beobachten ist, so ist das im Protokoll anzugeben.

I. 2.

Matronalauge:

Die Ermittlung der Konzentration erfolgt gleichfalls mit Hilfe der bei 15° bestimmten Wichte.

## II. 1.

Ester aus Tanki (Wichte bei 20°).

Nach längerem Stehen setzt sich zuweilen auf dem Ester eine Schicht ab, daher ist der Ester vor dem Zinwägen gut zu durchmischen. Dann werden 100 g der Probe in einen 1 l-Kolben eingewogen, mit 160 cm<sup>3</sup> Wasser versetzt und gut durchmischt. Der Alkohol wird abdestilliert. Zum Schluss lässt man noch 5 Minuten bei 100° kochen. Das Destillat wird solange mit gekörntem Kaliumcarbonat versetzt und geschüttelt, bis ein fester Rückstand von ungelöstem Carbonat auftritt. Pulverförmiges Kaliumcarbonat ist ungeeignet, da sich damit keine scharfe Trennschicht erzielen lässt. Die obere Schicht wird in dem mit Messstellung versehenen Schüttelzylinder abgelesen.

Berechnung des Alkohols:

Gewichtsprozent ROH-cm<sup>3</sup> obere Schicht . 0,8.

Der nach der Destillation im Kolben verbleibende Säurerest wird im gleichen Kolben zurückgewogen, bei 15° gespindelt und der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Gehalt wird von der Tabelle abgelesen.

Berechnung der Schwefelsäure im Ester:

Gewichtsprozent H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> =  $\frac{\text{Säurerückwaage} \cdot \% \text{ H}_2\text{SO}_4 \text{ aus Tabelle}}{100}$

Beispiel:

Einwaage 100 g

obere Schicht im Destillat

nach Aussalzen mit Kaliumcarbonat: 24 cm<sup>3</sup>

Gewichtsprozent ROH 24 . 0,8 = 19,2 %

Säurerückwaage : 156 g

Wichte bei 15° 1,515, 40,9 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Gew.-% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> =  $\frac{156 \cdot 40,9}{100} = 63,9 \%$

## II. 2.

### Ester nach Mischer

Wichte bei 20°

600 g werden in einen 1 l-Kolben eingewogen. Der Alkohol wird abdestilliert (Siedende 100°) und mit Kaliumcarbonat ausgesalzen.

Berechnung des Alkohols:

$$\text{Gew.-% ROH} = \frac{\text{ausgesalzene ccn (obere Schicht)} \cdot 0,8}{6}$$

Der nach der Destillation im Kolben verbliebene Säurerest wird im gleichen Kolben zurückgewogen, bei 15° gespindelt und der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Gehalt aus der Tabelle abgelesen.

Berechnung der Schwefelsäure nach Ester aus Mischer:

$$\text{Gew.-% H}_2\text{SO}_4 = \frac{\text{Säurerückwaage} \cdot \% \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ aus Tabelle}}{600}$$

Beispiel:

Einwaage: 600 g

obere Schicht im Destillat nach  
Aussalzen mit Kaliumcarbonat:

61 ccn

$$\text{Gew.-% ROH} : \frac{61 \cdot 0,8}{6} = 8,14 \%$$

Säurerückwaage

521 g

Wichte bei 15° = 1,225; 30,5 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

$$\text{Gew.-% H}_2\text{SO}_4 = \frac{521 \cdot 30,5}{600} = 26,5 \%$$

## II. 3.

### Restsäure

Wichte bei 15° und Bestimmung des  $H_2SO_4$ -Gehaltes nach Tabelle.

Die Bestimmung des Alkoholgehaltes erfolgt genau so wie beim Ester nach Mischer (Abschnitt II. 2.).

## II. 4.

### Roalkohol

Der Inhalt der Vorlagen 12 und 13 besteht gewöhnlich aus 2 Schichten. Es werden angegeben: Gesamthöhe der Flüssigkeit in der Vorlage und Höhe der oberen Schicht. Sind die Vorlagen bis zum Überlauf gefüllt, so beträgt die Gesamthöhe 135 cm.

Bestimmung des Alkoholgehaltes:

#### Obere Schicht:

100 ccm der Probe werden so lange mit gekörntem Kaliumcarbonat versetzt und geschüttelt, bis ein fester Rückstand von ungelöstem Carbonat auftritt. Die obere Schicht wird in dem mit Messteilung versehenen Schüttelzylinder abgelesen.

Berechnung des Alkoholgehaltes:

$$\text{Gew.-% ROH} = \frac{\text{ccm ausgesalzene Schicht} \cdot 0,8}{D_{20}^{20}}$$

Beispiel:

Zur Bestimmung eingesetzt: 100 ccm obere Schicht

Wichte der Probe bei 20° : 0,852

ausgesalzener Alkohol : 86 ccm

$$\% \text{ ROH} = \frac{86 \cdot 0,8}{0,852} = 80,7 \%$$

#### Untere Schicht:

Die Bestimmung des Alkohols erfolgt genau so wie in der oberen Schicht.

II. 5. und II. 6.

Blubbertopf, Kaskaden

Blubbertopf, Entgasung

1 cem wird mit 1-n oder 1/10-n-Schwefelsäure titriert.

Indikator: Methylorange.

$$\% \text{ NaOH} = \frac{\text{cem 1-n-H}_2\text{SO}_4 \cdot 4}{1,1}$$

$$= \frac{\text{cem 0,1-n-H}_2\text{SO}_4 \cdot 0,4}{1,1}$$

## IX. 7.

### Leuze vor Gasolverdampfung

Die Ermittlung der Konzentration erfolgt mit Hilfe der bei 15° bestimmten Wichte.

II. 8.

Wasser nach Gasolverdampfung

Bestimmung des  $p_H$ -Wertes.

## II. 10.

### Frischsäure

Die Säure wird nach Möglichkeit aus dem Hahn an der Säurepampe entnommen, andernfalls aus dem Standglas am Dosiergefäß.

Für die Wichte bei 15° wird der Prozentgehalt an  $H_2SO_4$  aus der Tabelle abgelesen.

**II. 11. und II. 12.**

---

**Fertigsäure und**

**Säure aus Vorverdampfer**

**Bestimmung des Prozentgehaltes aus der Wichte bei 15°.**

II. 15. und II. 14.

Fallwasser

Pumpwasser

Bestimmung des  $P_H$ -wertes.

## II. 15.

### Lutterwasser

Das Lutterwasser wird aus dem Probehahn im Innern der Anlage entnommen (nicht aus dem Abscheider im Freien).

Die Probe wird in einen 1 l-Kolben eingewogen, der Alkohol abdestilliert (Siedepunkt 100°) und das Destillat ausgesalzen.

$$\text{Gew.-% ROH} = \frac{\text{ausgesalzene GGM} \cdot 0,9}{\text{Einwaage}} \cdot 100$$

Besteht die Probe aus 2 Schichten, so ist die gesamte Menge zur Bestimmung einzusetzen.

Bestimmung des  $P_H$ -wertes:

Etwaige Öltröpfchen sind vor der Untersuchung durch Filtrieren zu entfernen.

## II. 16.

### A-Kolonne

**Benzolbestimmung:**

5 ccm der Probe werden in einem Eggertröhrchen mit 40 ccm Wasser geschüttelt, anschliessend wird die obere Schicht abgelesen. Eine scharfe Trennung der Schichten wird durch Zugabe einiger Körnchen Kochsals erreicht.

**Berechnung:**

Vol.-% Benzol = obere Schicht nach dem Schütteln(20).

**Beispiel:**

Eingesetzte Probe: 5 ccm

obere Schicht nach dem Schütteln: 3,4 ccm

Vol.-% Benzol:  $3,4 \cdot 20 = 68$  Vol.-%

Der Benzolgehalt wird für alle mit Probekähnen versehenen Kolonnenböden bestimmt. Ausserdem werden alle Thermometer der A-Kolonne abgelesen.

### III.

#### Untersuchung der Fertigprodukte

Handelt es sich bei der Untersuchung der Fertigprodukte um die Betriebsüberwachung, so werden nur die wichtigsten Daten bestimmt.

Die Versandproben werden jedoch eingehender untersucht.

### III. 1. a)

#### Isopropylalkohol

#### Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle

Es werden bestimmt:

1. Wichte bei 15° (auf 4 Stellen genau).
2. Mischbarkeit mit Wasser.

Isopropylalkohol muss in jedem Verhältnis mit Wasser mischbar sein. Man gibt 10 ccm Isopropylalkohol in einen Schüttelsylinder und fügt zunächst tropfenweise Wasser hinzu, dann füllt man auf 20 ccm, 50 ccm, schliesslich auf 100 ccm Gesamtvolumen auf. Es darf in keinem Fall eine Trübung auftreten.

### III. 1 b)

#### Proben aus der Vorlage

Anzugeben ist:

1. Wichte bei 15° (auf 4 Stellen genau)
2. Mischbarkeit mit Wasser
3. Brechungsindex bei 20° ( $n_D^{20}$ )
4. Säuresahl: mg KOH/100 ccm.

a)

III. 1 e)Verwandproben am Kesselwasser

1. Wichte bei 15°
2. Mischbarkeit mit Wasser
3. Brechungsindex bei 20°
4. Säurezahl mg KOH/100 ccm
5. Jodzahl
6. Gew.-% H<sub>2</sub>O
7. Siedeanalyse nach Krämer - Spilker.

6. Gew.-% H<sub>2</sub>O.

Die Wasserbestimmung mit Magnesiumnitrid nach Dietrich und Conrad beruht auf der Gleichung:  $Mg_3N_2 + 6 H_2O = 2 NH_3 + 3 Mg(OH)_2$  und der Bestimmung des gebildeten Ammoniaks.

Nach einer Einwaage von ca. 5 - 7 g Magnesiumnitrid in einen Erlenmeyerkolben wird ein Schliff aufgesetzt, an dem ein Tropftrichter und ein Tropfenfänger angeschmolzen sind. An den Tropfenfänger schliesst sich ein senkrecht stehender Kühler an. Die Verlängerung des Kühlers reicht bis zum Boden einer Saugflasche, die 50 ccm n/10-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> enthält und mit einer Wasserstrahlpumpe in Verbindung steht, um ein Zurückstoigen der Schwefelsäure während der Destillation zu verhindern. Die durchgesaugte Luft wird mit Chlorcalcium oder mit Blaugel getrocknet. Die Alkoholprobe (50 ccm) gibt man aus dem Tropftrichter zu dem Magnesiumnitrid. Man destilliert so lange, bis ein Stossen und Spritzen des Magnesiumnitrids auftritt. Dann wird der Überschuss der vorgelegten Schwefelsäure mit n/10-Natronlauge zurücktitriert.

Berechnung:

$$\text{Gew. - Wasser} = \frac{\text{Verbrauch an } H_2SO_4 \cdot 5,405}{50 \cdot \text{Dichte des Alkohols} \cdot 10}$$

Beispiel:

50 ccm Isopropylalkohol ( $D_{20} = 0,786$ )  
 50 ccm n/10-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> vorgelegt

b)

III. 1 c)

48,2 ccm n/10 NaOH zurücktitriert  
1,8 ccm n/10 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> verbraucht.

$$\text{Gew.-% Wasser} = \frac{1,8 \cdot 5,405}{50 \cdot 0,786 \cdot 10} = 0,025 \% \text{ H}_2\text{O}$$

Das zur Wasserbestimmung benutzte Magnesiumnitrid muss frei von Ammoniak sein. Zur Entfernung der letzten Ammoniakspuren gibt man das Magnesiumnitrid in eine heisse Porzellanschale und kühlt im Exsikkator über Phosphorpentoxyd (bei Anwesenheit von Calciumchlorid) ab.

### III. 2 a)

#### Butylalkohol.

#### Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle.

Es werden bestimmt:

1. Wichte bei 15°.
2. Trübungspunkt und Löslichkeit in Wasser.

Das System sek. Butylalkohol-Wasser besitzt eine Mischungslücke. Die untere Grenze der Mischungslücke liegt bei 20,00 Gew.% sek. Butylalkohol und 80,00 Gew.% Wasser (bei 20°). Zur Bestimmung des Trübungspunktes werden mit einer Pipette oder Bürette 25 cm<sup>3</sup> Butylalkohol und 80 cm<sup>3</sup> Wasser genau abgemessen und in ein 300 cm<sup>3</sup> fassendes Reagenzglas gegeben. Die Mischung wird in einem Wasserbad (800 cm<sup>3</sup> Becherglas) unter Umrühren langsam erwärmt bis eine Trübung auftritt. Die dazu gehörige Temperatur wird an einem in zehntel Grade geteilten Thermometer abgelesen. Wenn die Mischung bei Zimmertemperatur schon trübe ist, muss sie zur Ermittlung der Trübungstemperatur langsam abgekühlt werden bis die Trübung verschwindet. Nach der Messung füllt man das Reagenzglas fast bis zum Rand mit Wasser auf und mischt gut durch. Es darf jetzt keine Trübung mehr vorhanden sein.

Das oben angegebene Mischungsverhältnis entspricht einem 20,15 %igen Alkohol. Die Abweichung von dem vorgeschriebenen Prozentgehalt von 20,00 % kann aber bei der Bestimmung des Trübungspunktes vernachlässigt werden.

III. 2 b)

Proben aus der Vorlesung

Angegeben ist:

1. Wichte bei 15°.
2. Trübungspunkt und Löslichkeit in Wasser. (III. 2 a).
3. Brechungsindex bei 20° ( $n_D^{20}$ ).
4. Säuresahl mg KOH/100 ccm.

### III. 2 c)

#### Vergandproben aus Kesselwachs

1. Wichte bei 15°.
2. Trübungspunkt und Löslichkeit in Wasser. (III 2 a) 2).
3. Brechungsindex bei 20°.
4. Säuresahl mg KOH/100 ocm.
5. Jodzahl.
6. Gew.-% H<sub>2</sub>O (vergl. III. 1 c).
7. Siedeanalyse nach Krämer - Spilker.

### III. 4 a)

#### Proben aus der Diäthylreinigung

1. Farbe
2. Wichte bei 15°
3. Siedeanalyse (ASTM): Es ist anzugeben, wann Schwarzfärbung und SO<sub>2</sub>-Geruch auftritt.

## Äther

### Proben von Lauf zur Betriebskontrolle

#### 1. Vol.-% Alkohol.

100 ccm der oberen Schicht aus dem Ätherwäscher werden mit 200 ccm Wasser geschüttelt. Nach der Trennung der Schichten wird die obere Schicht abgelesen (= Vol.-% Äther). Zieht man diesen Wert von 100 ab, so erhält man den Gehalt an Alkohol.

Die Ausbildung einer scharfen Trennschicht wird durch Zusatz einiger Körnchen Kochsals nach dem Schütteln erreicht.

#### 2. Vol.-% Wasser.

100 ccm Äther werden mit 100 ccm Benzol (Motorenbenzol) versetzt und in Wasserbestimmungsapparat nach Hofmann/Marcusson zum Sieden erhitzt. Nach ungefähr einer halben Stunde vergrößert sich die abgeschiedene Wasserschicht nicht mehr. Die abgelesenen ccm geben den Wassergehalt in Vol.-% an.

a)

III. 5 b)Versuchsproben

1. Farbe.
2. Wichte bei 15°.
3. Vol.-% Alkohol (vergl. Abschnitt III. 5 a).
4. Vol.-% Wasser. (III. 5 a).
5. OH-Zahl.
6. Jodzahl.
7. Prüfung auf Peroxyde.
8. Dampfdruck nach Reid.
9. Abdampftest.
10. Siedeanalyse (ASTM).

5. OH-Zahl.

Die zu untersuchende Substanz wird in einen 100 ccm Rundkolben eingewogen. Die Einwaage ist so zu wählen, dass ein mindestens 100 mgiger Überschuss an Acetylchlorid vorhanden ist. Im allgemeinen ist eine Einwaage von 0,2 g ausreichend. Die Probe wird in 5 ccm trockenem Pyridin gelöst und mittels der Derona-Bürette mit 5 ccm 1 - 1,5 molarer Acetylchloridlösung versetzt, wobei die Spitze der Bürette nahezu in die Lösung eintaucht. Man hat darauf zu achten, dass von dem Reaktionsprodukt zwischen Pyridin und Acetylchlorid nichts an der Bürette hängen bleibt. Darauf wird der Kolben mit einem gut schliessenden Gummistopfen verschlossen und 5 Minuten im Wasserbade unter ständigem Schütteln auf 65 - 70° erhitzt. Man kühlt dann unter der Wasserleitung ab, gibt 10 ccm Wasser hinzu und schüttelt kräftig durch und erhitzt noch 5 Minuten. Nach dem Abkühlen wird der Kühler mit Wasser gut durchgespült und die Mischung nach Zusatz von Phenolphthalein mit n/2-alkohol. KOH titriert. Die S.Z. der Probe ist gesondert zu bestimmen. Ein Blindversuch ohne S-Einwaage ist in der gleichen Weise durchzuführen.

Berechnung:

$$\text{OH-Zahl} = \frac{(\text{Blindversuch} - \text{Hauptversuch}) \cdot 28,055}{\text{Einwaage}} + \text{S.Z.}$$

b)

III. 5 b)

**Beispiel**

Einwaage            0,2177 g  
Blindversuch        23,15 ccm  
Hauptversuch        20,75 ccm  
S.Z.                    0,0

$$\text{OH-Zahl} = \frac{(23,15 - 20,75) \cdot 28,955}{0,2177} + 0,0 = 316$$

Das Pyridin wird über Bariumoxyd getrocknet. Es muss durch Filtrieren durch ein doppeltes Filter vollständig von Bariumoxyd befreit werden.

Die zu untersuchenden Proben müssen vollkommen wasserfrei sein, sie werden am besten mit geglühtem Kaliumcarbonat getrocknet.

Zur Herstellung der Acetylchloridlösung werden 75 - 100 ccm Acetylchlorid mit trockenem Toluol auf 1.000 ccm Gesamtvolumen aufgefüllt.

7. Prüfung auf Peroxyde.

15 ccm Äther werden mit 2 ccm einer frisch bereiteten 5 %igen Kaliumjodidlösung 5 Minuten geschüttelt. Ausscheidung von Jod (Gelbfärbung der wässrigen Lösung) zeigt Peroxyde an.

10. Siedeanalyse.

Die Siedeanalyse darf erst durchgeführt werden, wenn die Prüfung auf Peroxyde (Abschnitt 7) negativ ausgefallen ist.

## IV. 1.

### Besondere Untersuchungen

#### Ketonbestimmung

Die Einwaage zur Ketonbestimmung hängt vom Ketongehalt der Probe ab. Bei grösseren Konzentrationen genügt eine Einwaage von 1 g, bei geringeren Konzentrationen können bis zu 20 g der Probe angewandt werden.

#### Vorschrift:

Die gegen Methylorange neutrale Probe wird mit 10 ccm einer annähernd normalen Hydroxylaminsalzlösung und 150 ccm destilliertem Wasser gut durchgeschüttelt, dann lässt man das Gemisch etwa eine halbe Stunde bei Zimmertemperatur stehen. Die freiwerdende Säure wird mit n/10 Natronlauge und Methylorange als Indikator titriert.

Der Natronlaugeverbrauch der Hydroxylaminsalzlösung ist in einem Blindversuch gesondert zu bestimmen.

#### Berechnung:

$$\% \text{ Methyläthylketon} = \frac{\text{ccm n/10 NaOH im Hauptvers.} - \text{ccm n/10 NaOH im Blindvers.}}{\text{Einwaage}} \cdot 0,72$$

#### Beispiel:

Einwaage	0,2620 g
Hauptversuch	38,2 ccm
Blindversuch	3,8 ccm

$$\text{Methyläthylketon} = \frac{38,2 - 3,8}{0,2620} \cdot 0,72 = 94,5 \%$$

Handelt es sich um die Bestimmung von Aceton, so wird an Stelle des Faktors 0,72 der Wert 0,58 eingesetzt.

## Analyse der Ester.

### 1. Bestimmung des Alkoholgehaltes.

Man gibt 25 g des Esters in ein 250er Rundkolben, der vorher mit 40 ccm dest Wasser beschickt wurde. Der Kolben wird mit einem absteigenden Schlangenkühler verbunden. Man destilliert das Ester-gemisch bei nicht zu großer Flamme (um ein zu starkes Schäumen zu verhüten) bis 100° ab. Die dabei übergehenden wässrigen Alkohole werden in einem graduierten Oefinröhrchen aufgefangen. Das wässrige Destillat wird solange mit fein gemörsertem wasserfreien Kaliumkarbonat versetzt und kräftig geschüttelt, bis Karbonat als Bodenkörper zurückbleibt. Nach einigem Stehen bildet sich eine obere Schicht von wasserfreien Alkoholen, deren Menge in ccm man abliest. Die an der Trennschicht sich manchmal bildende Schmutzschicht wird zum Alkohol gerechnet. (die Dichte des Alkoholgemische ist erfahrungsgemäß 0,8)

Die Berechnung geschieht nach folgender Formel:

ausgesalzen.  $\text{ROH in cm}^3 \cdot 0,8 \cdot 4 = \text{Gew. \% ROH im Ester}$

### 2. Bestimmung der Restsäure.

Die im Kolben verbleibende Restsäure wird gewogen und bei 15° gespindelt. Den zu der abgelesenen Dichte gehörigen %-Gehalt an Schwefelsäure liest man aus einer Tabelle ab.

### 3. Berechnung des Schwefelsäuregehaltes des eingesetzten Esters.

Aus den oben gefundenen Werten berechnet sich dieser nach folgender Formel:

$\frac{\% \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ der Restsäure} \cdot \text{Gew. der Rests.} \cdot 4}{100} = \text{Gew. \% H}_2\text{SO}_4 \text{ i. Ester}$

4. Bei dem verdünnten Ester im Betrieb genügt für die Schwefelsäurebestimmung ein einfaches Spindeln ohne Berücksichtigung der Temperatur. Aus dem beigefügten Diagramm kann der Säuregehalt abgelesen werden.

Die Bestimmung des Alkoholgehaltes im verdünnten Ester geschieht wie oben angegeben. In diesem Falle aber ist eine Verdünnung mit Wasser nicht mehr notwendig (Einwaage = 65 g).

5. Ebenso kann man nach der gleichen Methode den Alkoholgehalt der im Betrieb anfallenden Restsäure bestimmen (Einwaage = 500 g).

6. Verdünnter Rohalkohol

Die Bestimmung des Alkoholgehaltes geschieht wie unter 1. angegeben durch Aussalzen mit wasserfreiem Kaliumkarbonat.

Einwaage=50 g.

# Alkohol - Anlage.

Gezogen werden folgende Proben:

1. Ester aus Tank
2. Ester nach Mischer
3. Restsäure
4. Frischsäure
5. Fertigsäure
6. Säure aus Verdampfer
7. Blubbertopf Kaskade
8. Blubbertopf Entgasung
9. Fallwasser
10. Pumpenwasser

## 1. Ester aus Tank.

Bestimmt wird die Dichte bei 20°, 100 g Ester aus Tank werden eingewogen, mit 160 cm<sup>3</sup> Wasser verdünnt und im Destillierapparat der Alkohol abdestilliert. Siedende 100°. Das Destillat wird mit Kal.carb. ausgesalzen und die cm<sup>3</sup> Alkohol im Schüttelsylinder abgelesen.

Gew. % ROH =  $\frac{\text{abgelesene cm}^3 \times 0,8}{6}$   
Der nach dem Destillieren verbleibende Rest wird gewogen und dessen Dichte bei 15° bestimmt. Aus der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Tabelle wird der Prozentgehalt an H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> abgelesen.

Gew. % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in Ester =  $\frac{\text{gewog. Rest}}{6} \times \%$  H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> aus Tabelle.

## 2. Ester nach Mischer:

600 g werden abgewogen, daraus der Alkohol überdestilliert. Das Destillat wird mit Kal.carb. ausgesalzen.

Gew. % ROH =  $\frac{\text{ausgesalzene cm}^3 \times 0,8}{6}$

Der nach dem Destillieren verbleibende Rest wird gewogen und dessen Dichte bei 15° bestimmt. Aus der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Tabelle wird der Prozentgehalt an H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> abgelesen.

Gew. % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in Ester nach Mischer =  $\frac{\text{gewog. Rest}}{6} \times \%$  H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> aus Tabelle

## 3. Restsäure:

Die Bestimmung des Alkoholgehalts erfolgt genau so wie im Ester nach Mischer Bestimmung des H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Gehaltes: Es wird die Dichte bei 15° bestimmt und der zugehörige Gehalt an H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in Gew.% aus der Tabelle abgelesen.

## 4. Blubbertopf Kaskade:

1 cm<sup>3</sup> wird mit 1 n oder <sup>1/10</sup> n H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> titriert. Indikator Methylorange.

% NaOH =  $\frac{\text{cm}^3 \text{ 1 n H}_2\text{SO}_4 \times 4}{1,1}$

% NaOH =  $\frac{\text{cm}^3 \text{ 1/10 n H}_2\text{SO}_4 \times 0,4}{1,1}$

5. Blubbertopf Entgasung: Titration und Berechnung wie Blubbertopf Kaskade.
6. Frischsäure: Bestimmung der Dichte bei 15°. %  $H_2SO_4$  werden auf Grund der Dichte aus  $H_2SO_4$ -Tabelle bestimmt.
7. Fertigsäure: Bestimmung der Dichte bei 15°. Errechnung der %  $H_2SO_4$  an Hand der Tabelle.
8. Säure aus Vorverdampfer: Wie Fertigsäure, Bestimmung der Dichte bei 15°.
9. Fallwasser: 100  $cm^3$  werden mit  $\frac{1}{10}$  n  $H_2SO_4$  titrier Indikator Methylorange. mg NaOH =  $\frac{cm^3 \frac{1}{10} H_2SO_4 \times 4.0}{100}$  in 100  $cm^3$ .  
(muss immer alkalisch sein.)
10. Pumpenwasser: Ausführung wie Fallwasser.

Roh - Alkohol.

Vorlage aus Tank 12 und 13.

Beim Ziehen wird die obere Schicht gemessen, Ziehen der Probe 2-3 mal. Im Scheidetrichter werden Schichten getrennt.

1) Untere Schicht:

100  $cm$  werden im Schüttelzylinder mit Kal. carb. ausgesalzen.

Gew.% ROH =  $\frac{\text{ausgesalzene } cm \times 0,8}{\text{Dichte der eingesetzten Probe bei } 20^\circ}$

2) Obere Schicht:

Ausführung wie untere Schicht.

Abfallsäure.

Dichtebestimmung bei 15°. Errechnung der %  $H_2SO_4$  an Hand der Tabelle.