

den 7.3.1940.

### Prüfung von Isopropylalkohol und sek. Butylalkohol auf Reinheit.

Zur Prüfung der Alkohole werden folgende Daten bestimmt:

1. Licht, 2. Brechungsindex, 3. Löslichkeit in Wasser, 4. Wassergehalt, 5. Schwefelgehalt, 6. Säurezahl.

7a. Isopropylalkohol muß in jedem Verhältnis mit Wasser mischbar sein. Man gibt 10 ccm Isopropylalkohol in einen Schüttelzylinder und fügt zunächst tropfenweise Wasser hinzu, dann füllt man auf 20 ccm, 50 ccm, schließlich auf 100 ccm Gesamtvolumen auf. Es darf in keiner Falle eine Trübung auftreten.

7b. Das System sek. Butylalkohol-Wasser besitzt eine Mischungslücke. Die untere Grenze der Mischungslücke liegt bei ~~max~~ 17,85 Gew.-% sek.-Butylalkohol und 82,15 Gew.-% Wasser (bei 20°).

Zur Reinheitsprüfung werden 20 ccm sek. Butylalkohol aus einer Pipette in ein 300 ccm fassendes Reagenzglas gegeben. Man fügt aus einer Bürette 74,4 ccm Wasser hinzu und erwärmt unter Umrühren langsam in einem Wasserbad (500 ccm-Becherglas). Bei Auftreten der Trübung wird die Temperatur in der Mischung abgelesen. Die Trübungstemperatur soll nicht über 26° liegen. 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.

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

Nach einer Wäge von ca. 5-7 g Magnesiumnitrid in einen Brunnmeyer wird ein Schloß aufgesetzt an dem ein Tropftrichter und ein Tropfenfänger angeschloßen sind. An den Tropfenfänger schließt sich ein senkrecht stehender Röhler an. Die Verlängerung des Röhlers reicht bis zum Boden einer Fangflasche, die 50 ccm n/10  $H_2SO_4$  enthält und mit einer Wasserzählpumpe in Verbindung steht, um ein Zurücksteigen der Schwefelsäure während der Destillation zu verhindern. Die durchgesaugte Luft wird in einer Chlorcalciumturm getrocknet. Die Alkoholprobe (50 ccm) gibt man aus dem Tropftrichter zu dem Magnesiumnitrid. Man destilliert solange, bis ein Stoßen und Spritzen des Magnesiumnitrids auftritt. Dann wird der Überschuss der vorgelegten Schwefelsäure mit n/10 Natronlauge zurückgeführt.

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 Butylalkohol ( $D_{20} = 0,806$ )

50 ccm  $n/10 H_2SO_4$  vorgelegt

48,2 ccm  $n/10 NaOH$  zurücktitriert

1,8 ccm  $n/10 H_2SO_4$  verbraucht

$$\text{Gew. \% Wasser} = \frac{1,8 \cdot 5,405}{50 \cdot 0,806 \cdot 10} = 0,025 \% H_2O$$

Das zur Wassertrennung benutzte Magnesiumnitrid muß frei von Ammoniak sein. Zur Entfernung der letzten Ammoniakspuren gibt man das Magnesiumnitrid in eine über der Bunsenflamme erhitzte Porzellanschale und kühlt im Exsikkator über Phosphorpentoxyd (bei Abwesenheit von Calciumchlorid) ab.

Tabelle

Brechungsindex			
Alkohol	$n_D^{20}$	Aenderung für 1°	Dichte 15°
Isopropylalk.	1,3775	0,0003	0,7892
sek. Butylalkohol	1,3970	0,0003	0,8109