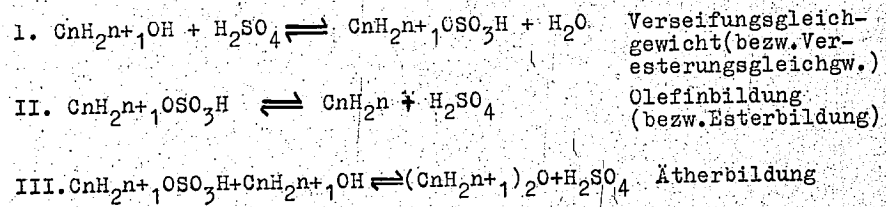


B7

Ausbeutebestimmung bei der Aufarbeitung von Reaktionsgemisch
aus 75 %iger Schwefelsäure und Gasol.

1798

Das Reaktionsgemisch aus Gasol und 75 %iger Schwefelsäure wird mit Wasser verdünnt und gekocht. Dabei destilliert ein Gemisch von Alkoholen und Wasser ab. Nebenher entweichen je nach den Versuchsbedingungen größere oder kleinere Mengen von Olefinen. Je nach der Größe dieser Olefinmengen schwankt die Ausbeute, die dann am besten ist, wenn die Olefinentwicklung klein bleibt. Drei Reaktionsgleichungen geben die Vorgänge bei der Alkoholdarstellung und Aufarbeitung wieder.



Um die Bedingungen der Olefinbildung aufzuklären, wurden nachstehende Versuche unternommen. Dabei ergab sich als Ursache einer Olefinbildung folgende 3 Versuchsbedingungen:

- 1.) Säurekonzentration über 30 % H_2SO_4 im Verseifungsgemisch.
- 2.) Überhitzung des Verseifungsgemisches.
- 3.) Lange Erhitzungsdauer des Verseifungsgemisches.

Nr.	Seite	Ausgangsgemisch			Verdünnung auf H_2SO_4	Versuchsdauer Min.	Zusammensetzung des Destillats		Bemerkung
		Zusammensetzung					% ROH	% H_2O	
		% H_2SO_4	% H_2O	% C_6H_6					
								% der abs. Olefine	
1	49	53	17,6	29,4	18,5			2	
2	49	53	17,6	29,4	22,0			2	
3	49	53	17,6	29,4	26,2			1,4	
4	50	53	17,6	29,4	27,5			3	
5	50	53	17,6	29,4	29,0			2,7 Mit Rührung	
6	50	54,5	18,3	27,2	29,0			1,5 Ohne "	
7	52	54,5	18,3	27,2	31,0			3,5	
8	51	54,5	18,3	27,2	33,0			6,4	
9	51	54,5	18,3	27,2	35,0			7,6	
10	52	54,5	18,3	27,2	37,0			15,2	
11	49	54,5	18,3	27,2	39,6			31,0	
12	48	53,0	17,6	29,4	28,0			2,0	
13	48	53,0	17,6	29,4	28,0			2,8 Mit "Silica"-Steinen	
14	126a	55,5	18,6	25,9	18,4	48	52	0,9 Mit Steinverkleidung des Ruhrch-Kessels	
15	89	58,5	22,3	19,2	19,5			2,0 Dest. mit Schlamm aus Ruhrch-Kessels	
16	89	58,5	22,3	19,2	19,5			2,0 Dest. mit Eisenkolonne	
17	75	59,3	19,8	20,9	34,2			13,5	
18	82	58,3	19,6	22,1	33,7			11,6 Mit Benzolzusatz dest. unter Rührung	
19	82	58,3	19,6	22,1	33,7			13,0 Ohne Benzolzusatz, ohne Rührung	
20	95	58,5	22,3	19,2	19,5			2,7 Benzoldampfdest.	
21	83	58,5	22,3	19,2	18,5	138		4,7 Heizung durch Bleischlange mit überhitztem Dampf (Glaskolb)	
22	83	58,5	22,3	19,2	20,0		30 70	1,9 Vergleichsversuch (ohne Blei) m. Bunsenbrenner	
23	84	57,8	23,0	19,2	19,2		44 56	2,0 Neues Reakt. gem. Flasche II	
24	86	58,5	22,3	19,2	19,0	200	46,7 53,3	5,0 Wie 21	
25	90	58,5	22,3	19,2	19,5	80		2,6 Wie 21 aber mit gewöhnl. Dampf geheizt	
26	96	57,8	23,0	19,2	19,3			2,4 " "	
27	97	57,8	23,0	19,2	19,3			1,9 Hohe Schicht	
								2,8 Bl. Schlange in Glasgefäß.	
28	98	57,8	23,0	19,2	19			2,4 " "	
								3,4	

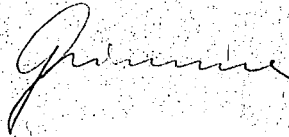
1799

Nr.	Seite	Ausgangsmisch				ver- dünn auf %	Ver- suchs Dau- er min.	Zusammen- setzung des Destil- lats		% der abs. Ole- fine ent- wicken	Bemerkung
		Zusammensetzung						ROH	H ₂ O		
		% H ₂ SO ₄	% H ₂ O	% CnH _{2n}	% H ₂ SO ₄						
29	102	57,8	23,0	19,2	19	142	39	61	1,8	Hohe Schicht Überh. Dampf	
30	105	57,8	23,0	19,2	19	40	27	73	4,2	Hohes Bl.Gefäß geheizt mit kondensierendem Dampf 2,5 atü	
31	106	57,8	23,0	19,2	19	85	18	82	2,3	" " "	
32	107	57,8	23,0	19,2	19	114	40	60	3,0	Hohes Bl.Gefäß geheizt mit Busenbrenner ohne Aufsatz	
33	107	57,8	23,0	19,2	19	37	20	80	2,3	" " m. Aufs.	
34	117	56,2	20,8	23	19	100	16,9	83,1	2	Bleispäne und Platin, Glas- apparatur, Bun- senbrenner	
35	118	56,2	20,8	23	19	129	16,4	83,6	1,7	Bleispäne allan "	
36	117	56,2	20,8	23	19	73	21	79	1,7	H. Bleigefäß u. Platin kond. Dampf 2-2,5 atü	
37	125	55,5	18,6	25,9	18,5	21	21	79	4,6	H. Bleigefäß geh. mit kond. Dampf 9 atü	
38	125	55,5	18,6	25,9	18,5	33	21	79	3,3	" 6 atü	
39	126	55,5	18,6	25,9	18,5	28	18,5	81,5	4,2	" 8 atü	
40	126	55,5	18,6	25,9	18,5	--	33	67	4,0	" u. Steine in Dest. Kessel 8 atü Roh.	
41	109	55,0	19,2	25,8	18,3	360	68	32	2,0	Aufarbeitg. gr. Mengen Reaktion gem. 5,33 kg in Glaskolben ohne Abtrennung des Poly-Benzins	
42	110	55,0	19,2	25,8	18,3	360	57	43	1,3	" " ohne Abtrennung des Poly-Benzin	
43	111	55,0	19,2	25,8	18,3	360	44	56	1,0	" " nach Abtr. des Poly-Benzins	
44	122	55,5	18,6	25,9	19,8	161	15	85	3,9	Vak.-Destill. I	
45	130	55,5	18,6	25,9	19,8	---	32	68	5,4	414 min. u.	
46	129	55,6	21,3	23,1	18,5	---	---	---	0,1	Rückfl. gekocht	
47	129	55,6	19,4	25	18,5	---	---	---	8,5	dann abdest. " CnH _{2n} = Butylen	

Die Versuche Nr. 1-20, 22,23,34,35 und 41-47 wurden in Jenaer-Glaskolben mit Gasheizung (Bunsenbrenner oder bei 41-43 Ringbrenner) durchgeführt. Die Versuchsanordnung von den Versuchen Nr. 21,24-26 bestand aus einem Rundkolben, in den von oben eine Bleischlange mit 435 cm^2 Heizfläche eingeführt war.

Bei den Versuchen Nr. 27-29 wurde in ein 1000 cm hohes Glasrohr von oben eine Bleischlange mit 890 cm^2 Heizfläche eingeführt. Bei Versuch Nr. 29 wurde der Dampf vor seinem Eintritt durch eine Eisenschlange geschickt, die in einem Ölbad von 120° lag; eine starke Überhitzung lag also nicht vor.

Bei den Versuchen Nr. 30-33 und 36-40 wurde ein 100 cm hohes Bleirohr verwendet, das durch ein unten ein- und austretendes Rohr aus Hartblei mit einer Heizfläche von 90 cm^2 angeheizt werden konnte.

A handwritten signature in cursive script, likely belonging to the author of the document, is centered below the text.