

23. Untersuchung von Girbotollösung.

(Äthanolamin-Kaliumphosphatlösung).

Bestimmung der Normalität.

Bestimmung des Gehalts an

- 1. Stickstoff (Aminen),
- 2. Phosphorsäure,
- 3. Kalium,
- 4. unlöslichen Bestandteilen.

Die Lösung ist für die einzelnen Bestimmungen (mit Ausnahme von Nr. 5) stets filtriert anzuwenden.

Bestimmung der Normalität.

10 ccm Girbotollösung werden mit etwa 150 ccm dest. Wasser verdünnt und nach Zusatz von einigen Tropfen Methylorange mit n/1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bis zur schwachen Rotfärbung titriert. Der Umschlag ist nicht ganz scharf, zumal da sich die Lösung gegen Erde der Titration etwas trübt; er läßt sich jedoch auf 0,1 ccm n/1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> genau bestimmen. Statt Methylorange läßt sich auch Methylrot als Indikator verwenden, bei dunkel gefärbten Lösungen Bromphenolblau.

Berechnung.

$$\text{Normalität} = \frac{\text{verbr. ccm n/1 H}_2\text{SO}_4}{\text{angew. ccm Girbotollösg.}}$$

Beispiel. Angewandt: 10 ccm Girbotollösung  
 Verbrauch: 22,10 ccm n/1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

$$\text{Normalität} = \frac{22,10}{10} = 2,21$$

$$\text{Normalität} = 2,21.$$

Die Normalität läßt sich auch aus den alkalischen Komponenten (Äthanolamin + K<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) der Girbotollösung berechnen, wobei zu berücksichtigen ist, daß die drei Äthanolamine die gleiche Normalität (auf Stickstoff bezogen) haben und daß man bei der Titration mit Methylorange nur 2/3 des Kaliumphosphats (nämlich die Stufen K<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> → K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> → KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>) titriert, da KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> gegen Methylorange neutral reagiert.

174

Molekulargewichte:

|       |        |             |                                  |                   |
|-------|--------|-------------|----------------------------------|-------------------|
| Mono: | 61,063 | log 1,78578 | 1 ccm,                           | 0,0611 g Monoäth. |
| Di:   | 105,09 | log 2,02156 | n/1 ) =                          | 0,1051 g Di- "    |
| Tri:  | 149,13 | log 2,17357 | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ) | 0,1491 g Tri- "   |

Stickstoffgehalt:

|       |         |             |
|-------|---------|-------------|
| Mono: | 22,94 % | log 1,36060 |
| Di:   | 13,33 % | log 1,12482 |
| Tri:  | 9,39 %  | log 0,97282 |

2. Siedeanalyse und Zusammensetzung der wässrige Lösung.

Man wiegt - je nach dem Amingehalt der wässrigen Lösung - etwa 1-2 Liter der wässrigen Lösung ab, z.B. genügen 1000 ccm bei einer etwa 50 %igen Lösung. Dann destilliert man aus einem Fraktionierkolben (bei 1000 ccm etwa 1 1/2 Literkolben) mit hoch angesetzttem Ableitungsrohr in einem Ölbad bei 150° soviel Wasser über, bis die Dampftemperatur über 100° zu steigen beginnt. Man benutzt hierbei einen Liebigkühler (l = 70 cm, Kühlmantellänge = 45 cm) mit anschließendem Vorstoß und leitet das Destillat in eine gewogene Saugflasche von etwa 500 ccm (Destillat A).

Nachdem man die Destillation abgebrochen hat, wird das Destillat gewogen und eine Menge von etwa 100 g (genau gewogen) mit n/1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> und Methylorange-bis-zum-Farbumschlag zur Bestimmung der geringen mit den Wasserdämpfen flüchtigen Mengen an Mono-äthanolamin titriert. Die im Kolben zurückgebliebene, ziemlich dicke und dunkel gefärbte Lösung der Amine wird durch eine weite Nutsche mit doppeltem Filter gesaugt (ohne Rücksicht auf Verluste), um die Verunreinigungen mechanischer Art (Eisen usw.) zu entfernen. Darauf wiegt man in einem 750-1000 ccm fassenden Claisenkolben mit tief angesetzttem Ableitungsrohr möglichst viel von dem so gereinigten Filtrat ab und destilliert nun im Ölbad bei vermindertem Druck weiter. Die Temperatur des Ölbadessoll nicht mehr als 30° über der Destillationstemperatur liegen und ist mit dieser langsam zu steigern. Als Vorlage dient eine etwa 500 ccm fassende Saugflasche (vorher tarieren!), die zur besseren Kondensation der Wasserdämpfe mit Eis zu kühlen ist.

Solange das Wasser noch nicht völlig abdestilliert ist, neigt der Kolbeninhalt sehr leicht zum plötzlichen Schäumen, so daß man anfangs zweckmäßig nur bei geringem Unterdruck (etwa 100 mm) arbeitet. Sobald das Thermometer über 80° steigt, unterbricht man die Destillation (Destillat B), wechselt die Vorlage und destilliert nun bei stärkerem Unterdruck (etwa 50 mm) den Rest des Wassers und die Hauptmenge des Monoderivates über, bis die Siedetemperatur etwa 120° beträgt (Destillat C).

Man unterbricht die Destillation jetzt wieder, filtriert den Rest im Kolben, wenn nötig, durch eine Nutsche und destilliert mit einer neuen Vorlage und mit neuer Einwaage weiter. Das Thermometer wird schnell ansteigen, wobei der Rest des Morpöthanolamins und die Hauptmenge an Di-derivat übergeht (Druck 10-20 mm, Temp. 120-185°). (Destillat D). Nachdem man bei 185° die Vorlage nochmals gewechselt hat, wird über 185° bis etwa 230° die Hauptmenge des Triäthanolamins und der Rest an sekundärem Amin gewonnen (Destillat E).

Die letzten Anteile im Kolben zersetzen sich meist spontan bzw. destillieren nur schwer über. Es ist besonders wichtig, daß man die Lösung der Amine, bevor man auf höheren Temperaturen erhitzt, sorgfältig durch Filtrieren von Verunreinigungen befreit. ~~Namentlich soll ausgeschiedenes Eisen~~ die Zersetzung der Amine beschleunigen.

Nach beendigter Destillation wiegt man von jedem Destillat eine bestimmte Menge genau ab, verdünnt mit dest. Wasser und titriert mit n/1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. Die letzten, dunkler gefärbten Fraktionen titriert man statt mit Methylorange zweckmäßig mit Methylrot oder Bromphenolblau.

Berechnung.

Wenn die einzelnen Fraktionen so getrennt worden sind daß sie jeweils nur zwei Komponenten enthalten, also H<sub>2</sub>O + Mono- oder Mono- + Di- oder Di- + Tri-äthanolamin, so kann man die Zusammensetzung jeder einzelnen Fraktion aus der Anzahl der verbrauchten ccm n/1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> und der angewandten Menge berechnen, da jeder Anzahl ccm n/1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nur eine einzige Zusammensetzung entsprechen kann.

Wenn z.B. a = angewandte Menge der Fraktion D, bestehend aus Mono- und Di-äthanolamin,

b = verbr. ccm n/1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ist,

dannist

% Mono- =  $\frac{100 \cdot 0,061}{a} \cdot (b - \frac{a-b \cdot 0,061}{0,105-0,061})$

% Di- =  $\frac{100 \cdot 0,105}{a} \cdot \frac{a-b \cdot 0,061}{0,105-0,061}$

Wenn nämlich x = verbr. ccm n/1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> für Mono- und y = verbr. ccm n/1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> für Di-derivat ist, so gilt: b = x + y.

Also; Einwage a = x · 0,061 + y · 0,105 g

Oder, da x = b - y ist,

a = (b-y) · 0,061 + y · 0,105 g

Verbrauch an Di- ( y =  $\frac{a-b \cdot 0,061}{0,105-0,061}$  ccm n/1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

n/1-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> für: Mono ( x =  $b - \frac{a-b \cdot 0,061}{0,105-0,061}$  ccm n/1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

oder allgemein:

verbr. ccm für Derivat mit höherem Mol. Gew. =  $\frac{a-b \cdot \text{Mol. Gew. des niedr. mol. Deriv.}}{0,044}$

verbr. ccm für Derivat mit niedrig. Mol. Gew. = b-ccm für Derivat mit höherem Mol. Gew.

Berechnung für die einzelnen Fraktionen:

1. Destillat A, Wasser + Monoäthanolamin.

% Mono- =  $\frac{100 \cdot \text{verbr. ccm n/1 H}_2\text{SO}_4 \cdot 0,061}{\text{Einwage}}$

% H<sub>2</sub>O = 100 - % Mono-äthanolamin

2. Destillat B, Wasser und Monoäthanolamin.

wie oben

3. Destillat C, Wasser + Monoäthanolamin.

wie oben

4. Destillat D, Mono- + Di-äthanolamin.

% Mono- =  $\frac{100 \cdot 0,061}{a} \cdot (b - \frac{a-b \cdot 0,061}{0,044})$

% Di- =  $\frac{100 \cdot 0,105}{a} \cdot (\frac{a-b \cdot 0,061}{0,044})$

22,94 % für Mono-Äthanolamin  
 13,33 % für Di- " " " " " " " "  
 9,59 % für Tri- " " " " " " " "  
 100 g reines Äthanolamin = 6,957 g N<sub>2</sub> für Mono  
 = 3,519 g " " " Di  
 = 4,049 g " " " Tri

---

Zusammen = 14,565 g Stickstoff

Also entspricht einer gef. Menge N<sub>2</sub> g/Ltr. ein Gehalt von  $\frac{100}{14,565} \cdot \text{gef. N}_2$  g/Ltr. Äthanolamin.

Der Gehalt an Äthanolamin ist in obigem Beispiel also

$$\frac{100}{14,565} \cdot 6,65 = 45,68$$

Äthanolamin = 45,7 g/Ltr.

Daraus folgt, daß z.B. in obigem Falle 1 Liter Girbotollösung enthält:

|                  |                                                |                                                                  |
|------------------|------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|
| Mono-Äthanolamin | $\frac{45,7}{100} \cdot 30,5 = 13,9 \text{ g}$ | N <sub>2</sub> = $\frac{22,94}{100} \cdot 13,9 = 3,19 \text{ g}$ |
| Di- " "          | $\frac{45,7}{100} \cdot 26,4 = 12,1 \text{ g}$ | $\frac{13,33}{100} \cdot 12,1 = 1,61 \text{ g}$                  |
| Tri- " "         | $\frac{45,7}{100} \cdot 43,1 = 19,7 \text{ g}$ | $\frac{9,39}{100} \cdot 19,7 = 1,85 \text{ g}$                   |
| Gesamt-Amine     | = 45,7 g                                       | Gesamt N <sub>2</sub> = 6,65 g                                   |

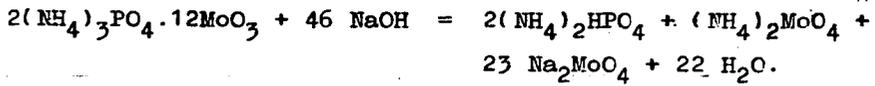
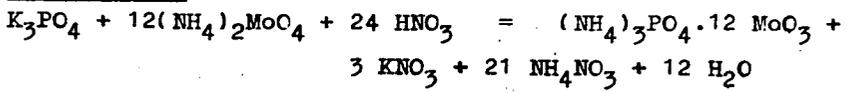
Bestimmung des Phosphatgehaltes.

25 ccm filtrierte Girbotollösung werden im Meßkolben mit dest. Wasser auf 500 ccm verdünnt. Von dieser Auffüllung versetzt man 25 ccm (entsprechend 1,25 ccm Originalgirbotollösung) in einen 600 ccm Becherglas mit soviel verdünnter Salpetersäure und dest Wasser, daß das Volumen der klaren, schwach sauer reagierenden Lösung 130-150 ccm beträgt, erhitzt zum Sieden und fällt mit 100 ccm kalter Ammoniummolybdatlösung, wobei sich die Phosphorsäure als gelber Niederschlag von Ammoniumphosphormolybdat abscheidet, dessen Abscheidung nach kurzer Zeit vollständig ist. Nach einstündigem Stehen wird durch ein Filter filtriert, der Niederschlag zuerst mit etwas Waschflüssigkeit und zuletzt mehrmals mit verdünnter Ammoniumnitratlösung gewaschen, bis das Waschwasser neutral reagiert.

Man bringt nun Niederschlag samt Filter in ein Becher-

glas, verteilt das Filter unter Zerreißen mit einem Glasstab in dest. Wasser und setzt solange eine gemessene Menge n/1 NaOH hinzu, bis der gelbe Niederschlag vollständig in Lösung gegangen ist und die Flüssigkeit farblos erscheint. Nach Zusatz von Phenolphthalein wird der Überschuß an Lauge mit n/1 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bis zur Entfärbung zurücktitriert.

Gleichungen.



Erforderliche Lösungen.

- 1) Ammoniummolybdatlösung (zum Fällen der Phosphorsäure):  
100 g (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub> in 1500 ccm verd. HNO<sub>3</sub> (spez.Gew. = 1,2 = 32 %) lösen und mit einer Auffüllung von 200 ccm NH<sub>3</sub>-Wasser (spez.Gew. 0,92 = 22 %) auf 1 Liter versetzen.
- 2) Waschflüssigkeit (zum Auswaschen des Niederschlages):  
50 g NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>, 40 ccm verd. HNO<sub>3</sub> (spez.Gew. 1,153 = 25 %), mit dest. Wasser auf 1000 ccm auffüllen.
- 3) Ammoniumnitratlösung (zum Nachwaschen des Niederschlages):  
10 g NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub> in 1000 ccm dest. Wasser lösen.

Berechnung.

$$1 \text{ NaOH} = \frac{2 \text{ P}}{46} = \frac{\text{P}}{23} = \frac{31,02}{23} = 1,3487 \text{ g P oder:}$$

$$1 \text{ NaOH} = \frac{2K_3PO_4}{46} = \frac{K_3PO_4}{23} = \frac{212,332}{23} = 9,2316 \text{ g } K_3PO_4$$

Daher:

$$1 \text{ ccm n/1 NaOH} = 0,0013487 \text{ g P} = 0,0092316 \text{ g } K_3PO_4$$

$$\log 1,3487 = 0,12991$$

$$\log 9,2316 = 0,96528$$

$$P = \frac{\text{verbr. ccm n/1 NaOH} \cdot 0,0013487 \cdot 1000}{\text{angew. ccm Girbotollösg.}} \text{ g/Ltr.}$$

$$K_3PO_4 = \frac{\text{verbr. ccm n/1 NaOH} \cdot 0,0092316 \cdot 1000}{\text{angew. ccm Girbotollösg.}} \text{ g/Ltr.}$$

Beispiel. Angewandt: 25/500/25 = 1,25 ccm Originalgirbotollösung.

Vorgelegt: 30,00 ccm n/1 NaOH

Zurücktitriert : 5,55 ccm " H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

Verbraucht: 24,45 ccm n/1 NaOH

$$P = \frac{24,45 \cdot 0,0013487 \cdot 1000}{1,25} = 26,38 \text{ g/Ltr.}$$

$$K_3PO_4 = \frac{24,45 \cdot 0,0092316 \cdot 1000}{1,25} = 180,57 \text{ g/Ltr.}$$

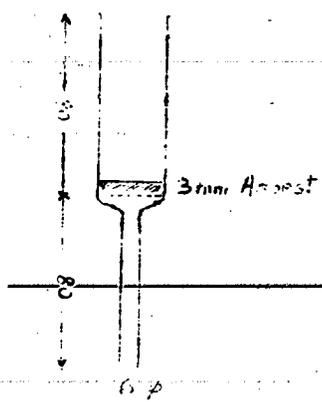
Die Lösung enthält also im Liter

- 26,4 g Phosphor =
- 180,6 g Kaliumphosphat.

Bestimmung des Kaliumgehaltes.

Man dampft 100 ccm einer Auffüllung von 25 ccm filtrierter Girbotolllösung auf 250 ccm (entsprechend 10 ccm Originallösung) zunächst im Becherglas auf dem Drahtnetz, dann in einer Quarzschale auf dem Wasserbad ein, bringt zur Trockene und zerstört die organischen Bestandteile durch vorsichtiges Glühen über freier Flamme. Den Rückstand nimmt man, evtl. unter Zusatz von etwas konz. HCl, mit dest. Wasser auf und versetzt mit etwas Ammoncarbonatlösung, bis eine geringe bleibende Trübung entsteht, die man durch Zusatz von ganz wenig verd. HCl. bis zur schwach sauren Reaktion wieder beseitigt. Dann setzt man Ammonacetatlösung und hierauf tropfenweise Ferrichlorid zu, bis die über dem Niederschlage des Ferriphosphats stehende Flüssigkeit deutlich braun gefärbt erscheint, erhitzt nach Zugabe von dest. Wasser zum Sieden und filtriert in einen 500 ccm Meßkolben, der nach dem Auswaschen mit ammonacetathaltigem heißem Wasser bis zur Marke mit dest. Wasser aufgefüllt wird. Zweimal je 100 ccm dieses Filtrates, entsprechend 2 ccm Originalgirbotolllösung, werden zunächst im Becherglas, dann in der Quarzschale im Wasserbad zur Trockene gedampft, worauf die Ammonsalze durch Glühen zerstört werden. Man nimmt nochmals mit wenig Wasser auf, prüft mit Ammoncarbonatlösung auf Verunreinigungen, filtriert nötigenfalls noch einmal und dampft dann, nachdem man die eine Schale mit konz. Salzsäure, die andere mit Schwefelsäure versetzt hat, zur Trockene. Nach dem Verjagen der freien Säure und der Ammonsalze wird das Gewicht der Alkalien als Chloride bzw. Sulfate bestimmt.

Zur Isolierung des Kaliums als Perchlorat löst man die Chloride in wenig dest. Wasser, setzt etwa 5-10 ccm überchlorsäure zu und dampft auf dem Wasserbade ein, bis der Geruch nach Salzsäure verschwunden ist und sich weiße Nebel von überchlorsäure entwickeln. Man läßt erkalten, setzt 20-25 ccm absol. Alkohol hinzu, rührt mit einem Glasstab gut durch und filtriert den fein kristallinen Niederschlag von Kaliumperchlorat durch einen Asbestfiltertiegel ab. Zweckmäßig verwendet man hierzu ein Glasrohr ( $\varnothing$  20 mm), das etwa 160 mm lang und in der Mitte zu einem Rohr von ca 6 mm  $\varnothing$  ausgezogen ist. Eine Siebplatte sowie gut mit Salzsäure ausgekochter und mit dest.



Wasser ausgewaschener Asbest vollständigen die Filtriervorrichtung. Zweckmäßiger ist allerdings ein Gooch-Neubauer-Platintiegel. Über Herstellung des Asbestfilters vgl. Traub<sup>e</sup>, II. Bd. 11. Aufl. (1927) Seite 22.

Die Filterröhre ist vorher bei 105° getrocknet und dann gewogen worden.

Der Niederschlag wird zuerst mit überchlorsäurehaltigem Alkohol, dann mit ganz wenig absolutem Alkohol gewaschen, um die überchlorsäure zu entfernen, und bei 105° getrocknet.

Berechnung.

Bei genügend großer Reinheit der Girbotollösung läßt sich der Kaliumgehalt <sup>oder</sup> der daraus berechnete Gehalt an Kaliumphosphat aus dem ermittelten Gewicht an Chlorid und Sulfat errechnen. Größere Genauigkeit liefert natürlich die Berechnung aus dem gefundenen Gewicht an Kaliumperchlorat.

|                           |                                |   |         |
|---------------------------|--------------------------------|---|---------|
| <u>Molekulargewichte:</u> | K                              | = | 39,104  |
|                           | KCl                            | = | 74,561  |
|                           | K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> | = | 174,27  |
|                           | KClO <sub>4</sub>              | = | 138,551 |
|                           | K <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> | = | 212,332 |

Faktoren:

| Faktor | log Faktor | gesucht                        | gefunden                       |
|--------|------------|--------------------------------|--------------------------------|
| 0,5245 | 0,71971-1  | K                              | KCl                            |
| C,4:88 | 0,65203-1  |                                | K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> |
| 0,2822 | 0,45058-1  |                                | KClO <sub>4</sub>              |
| C,9493 | 0,97738-1  | K <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> | KCl                            |
| 0,8123 | 0,90970-1  |                                | K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> |
| 0,5108 | 0,70825-1  |                                | KClO <sub>4</sub>              |

$$K = \frac{\text{gef. g KCl} \cdot 1000}{\text{angew. ccm}} \cdot 0,5245 \text{ g/Ltr.}$$

$$= \frac{\text{gef. g K}_2\text{SO}_4 \cdot 1000}{\text{angew. ccm}} \cdot 0,4488 \text{ "}$$

$$= \frac{\text{gef. g KClO}_4 \cdot 1000}{\text{angew. ccm}} \cdot 0,2822 \text{ "}$$

$$K_3PO_4 = \frac{\text{gef. g KCl} \cdot 1000}{\text{angew. ccm}} \cdot 0,9493 \text{ g/Ltr.}$$

$$= \frac{\text{gef. g K}_2\text{SO}_4 \cdot 1000}{\text{angew. ccm}} \cdot 0,8123 \text{ "}$$

$$= \frac{\text{gef. g KClO}_4 \cdot 1000}{\text{angew. ccm}} \cdot 0,5108 \text{ "}$$

Beispiel:

Angewandt: 25/250/100 = 10 ccm/500/100 = 2 ccm Original-  
Lösung.

|                  |                                |   |          |
|------------------|--------------------------------|---|----------|
| Gefundene Menge: | KCl                            | = | 0,3855 g |
|                  | K <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> | = | 0,4514 g |
|                  | KClO <sub>4</sub>              | = | 0,7072 g |

Dann ist:

$$K = \frac{0,7072 \cdot 1000}{2} \cdot 0,2822 = 99,79 \text{ g/Ltr.}$$

$$K_3PO_4 = \frac{0,7072 \cdot 1000}{2} \cdot 0,5108 = 180,6 \text{ g/Ltr.}$$

Aus dem Chlorid berechnet:  
" " Sulfat " :

| K g/Ltr. | K <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> g/Ltr. |
|----------|---------------------------------------|
| 101,1    | 183,0                                 |
| 101,3    | 183,3                                 |

Bestimmung der unlöslichen Bestandteile.

100 ccm einer guten Durchschnittsprobe der Girbotollösung werden in einem Meßkolben abgemessen und zum Absitzenlassen des Niederschlages mit dest. Wasser in ein Becherglas übergespült und längere Zeit (am besten 24 Std.) beiseite gestellt. Inzwischen hat man ein Filter (Ø 15 cm) mit Wasser ausgewaschen, im Trockenschrank bei 105° bis zur Gewichtskonstanz getrocknet und in einem geschlossenen Wäggläschen gewogen. Nun dekantiert man zunächst die ziemlich klare Lösung, die man anfangs ziemlich oft durch das Filter zurückgießen muß, bis das Filtrat klar abläuft. Dann bringt man die Hauptmenge des Niederschlages aufs Filter und wäscht mehrmals mit kochendem Wasser aus, wobei man jeweils nur möglichst wenig Waschwasser auf das Filter bringt. Darauf trocknet man Filter und Niederschlag und wägt im geschlossenen Wäggläschen. Die Gewichtszunahme entspricht der Menge der unlöslichen Bestandteile und wird auf 0,1 g genau angegeben.

Anmerkung.

Die Menge der anzuwendenden Girbotollösung richtet sich nach der Menge des Niederschlages. Ist dieser gering, so kann man entsprechend mehr Girbotollösung (bis zu 1 Liter) anwenden, da dann die Filtration weniger Zeit beansprucht.

~~Zweckmäßig kocht man die Lösung nach dem Abmessen etwa 10 Min. lang kräftig auf, bevor man sie zum Absitzenlassen der unlöslichen Bestandteile zur Seite stellt.~~

Filtrieren mit Unterdruck beschleunigt den Vorgang nicht wesentlich, sondern führt eher zu einer beschleunigten Verstopfung der Filterporen.

Berechnung.

Unlösliche Bestandteile = Gewichtszunahme ·  $\frac{1000}{\text{angew. ccm Girbotollsg.}}$  g/l

Beispiel: Angewandt: 100 ccm Girbotollösung.

|                                  |   |           |
|----------------------------------|---|-----------|
| Wägglas mit Filter und Rückstand | = | 36,742 g  |
| " " " ohne "                     | = | 35,459 g  |
| Gewichtszunahme                  |   | = 1,283 g |

Unlösliche Bestandteile = 1,283 ·  $\frac{1000}{100}$  = 12,83

Unlösliche Bestandteile = 12,8 g/Ltr.

Übereinstimmung zwischen den beiden Werten für den Stickstoffgehalt, berechnet aus der Siedeanalyse und nach Kjeldahl.

Auf Grund der Zusammensetzung der Lösung

|                  |   |        |                   |            |       |
|------------------|---|--------|-------------------|------------|-------|
| H <sub>2</sub> O | = | 52,8 % | d.h. wasserfrei = |            |       |
| Mono-            | = | 13,8 % | 29,2 %            | spez. Gew. | 1,061 |
| Di-              | = | 11,8 % | 25,0 %            |            |       |
| Tri-             | = | 21,6 % | <u>45,8 %</u>     |            |       |
|                  |   |        | 100,0 %           |            |       |

und nach den Angaben auf Seite 4/5 (Äthanolamin-Kaliumphosphatlg.) errechnet sich der Stickstoffgehalt der Lösung aus der Zusammensetzung wie folgt:

$$\begin{aligned}
 \text{Mono-} &: \frac{13,8 \cdot 1061 \cdot 22,64}{100 \cdot 100} = 33,59 \text{ g N}_2/\text{Ltr.} \\
 \text{Di-} &: \frac{11,8 \cdot 1061 \cdot 13,33}{100 \cdot 100} = 16,69 \text{ g " } \\
 \text{Tri-} &: \frac{21,6 \cdot 1061 \cdot 9,32}{100 \cdot 100} = 21,53 \text{ g " } \\
 \hline
 \text{1 Liter Lösung enthält} &= 71,81 \text{ g N}_2/\text{Ltr.}
 \end{aligned}$$

Ergebnis: Stickstoff = 73,19 g/Ltr. (Kjeldahl)  
= 71,81 " (Siedeanalyse).

Über die Bestimmung des Kohlensäuregehaltes und der unlöslichen Bestandteile vgl. die Ausführungen auf Seite .....  
und .....

h.