

Weitergabe außerhalb des Versuchslaboratoriums darf nur auf Veranlassung des Laboratoriumleiters erfolgen.

Aufgabe : 628

Aufgabe : KW-Synthese aus CO und H₂

Bearbeiter: Wintzer, Reisinger, Breywisch

Stand am 1. April 1942

2523-101

30/9.06

W

Versuchsanlage 458 (Wintzer)

In der Zeit vom Februar bis April 1942 wurden in der inzwischen größtenteils fertiggestellten Versuchsanlage Me 458 vorbereitende Arbeiten zur Inbetriebnahme der Anlage ausgeführt.

Bisher war nur die Kontaktreduktion vollständig in Betrieb. Die 2 bisher durchgeführten Versuche mit 400, bzw. 500 l Kontakt verliefen ohne nennenswerte Störung. Das Einfüllen, die Reduktion und das Ausbringen des sehr luftempfindlichen Katalysators bereitet keine Schwierigkeiten. Chargen von mehr als 500 l können bei Einhalten einer Wasserstoffbelastung von 1 : 2000 jedoch nicht eingesetzt werden. Die Leistung des Brenners und die Größe der Heizschlange setzen einer weiteren Ausnutzung des Reduktionsraumes hier eine Grenze.

Kontaktproben, die in Me 776 geprüft wurden, erwiesen sich als voll aktiv. Sy-Temperatur lag bei 190°, der Alkoholgehalt der von 230 - 350° siedenden Fraktion war größer als 50 %.

Außer der Reduktion wurde bisher ein Synthesofen angefahren, da jedoch noch nicht alle Nebenapparaturen mit in Betrieb sind, berechtigen die bisherigen Ergebnisse noch nicht zu einem Bericht.

Kleintechnische + Kontaktversuche (Breywisch)

1.) Im Rahmen einer Versuchsreihe zur Ermittlung des Druckeinflusses auf die Synol-Synthese wurden drei 3 l-Öfen mit 12, 14 und 16 atü Wassergasdruck gefahren. Alle übrigen Versuchsbedingungen wurden gleichgehalten (Belastung 1 : 350; 15 % CO₂). Bei der Auswertung ergab sich folgendes:

1.) Die Reaktionstemperaturen bei gleichem Umsatz sinken um etwa 2 - 3°, wenn der Druck von 12 auf 14 bzw. von 14 auf 16 usw. erhöht wird.

2.) Bei zunehmendem Druck verschiebt sich das Siedediagramm zu Gunsten höhersiedender Anteile. Dabei nimmt die niedrigste Fraktion ab und der Rückstand zu, ohne daß sich die Menge der mittleren Fraktionen ändert.

3.) Die Alkohol- und Olefingehalte nehmen mit steigendem Druck etwas zu; jedoch bleibt in dem relativ kleinen Intervall von 12 - 16 atü die Zunahme innerhalb der Analysenfehlergrenze.

2.) Anlässlich der Ausprüfung der ersten 400-l-Kontaktcharge aus der Synol-Anlage Me 458 (siehe Bericht Dr. Wintzer) wurde die Änderung des Syntheseproduktes während der Anfahrperiode verfolgt. Es wurden die Anfälle von je 2 Tagen vom 4. bis zum 17. Fahrtag untersucht. Es ergab sich, daß man etwa vom 10. Tage an mit einem gleichmäßigen Produktanfall rechnen kann. Der Alkoholgehalt (in der Fraktion 230 - 350° als Beispiel) ist in den ersten Tagen sehr hoch (68 % 4.-6. Tag) und fällt dann ziemlich schnell auf einen konstanten Wert ab (55 % ab 10. Tag).

3.) In Me 776 laufen zur Zeit folgende Versuche: Versuch zur Feststellung des Kontaktschicht Höheneinflusses, Versuch zur Bestimmung der günstigsten Eingangsbelastung bei gleichem Umsatz, Versuch mit einem höheren Schwefelgehalt im Synthesegas. Außerdem werden nach erfolgtem Umbau der 150 mm-Destillierkolonne die Versuche zur günstigsten Zerlegung

des Primäranfalls kombiniert mit der Entsäuerung und Entesterung wieder aufgenommen.

4.) Ausprüfung neuer Kontakte

Die Fahrweise der 200 cm³-Öfen in Me 245, die in der Hauptsache zur Ausprüfung neuer Kontakte dienen, wurde entsprechend den in Me 776 gemachten Erfahrungen abgeändert: Um das besonders in der Fahrzeit öfter auftretende Durchgehen der Kontakte zu vermeiden, wird die Anfangsbelastung auf 1 : 200 (Umsatz 1 : 80) herabgesetzt. Nach einer Fahrzeit von etwa 3 - 4 Tagen werden die Öfen mit 1 : 350 bei 15 % CO₂ (Umsatz 1 : 150) belastet. Die Reduktionszeit für alle Kontakte außer Schmelzkontakten wird von 2½ Tagen auf 5 Stdn. herabgesetzt. Weiter wurde festgestellt, daß sich erst nach etwa 6 Tagen ein gleichmäßiger Produkthanfall einstellt. Die Anfälle der ersten 6 Tage werden daher verworfen.

Als wichtigste Kontaktversuche laufen augenblicklich 2 Vergleichsreihen von Fällungskontakten, die sich bei sonst gleicher Zusammensetzung (im ersten Falle Fe₂O₃ mit 3,5 % Al₂O₃ und im anderen Falle dasselbe mit 0,1 % As) nur durch ihren Gehalt an Kalium unterscheiden. Der Alkaligehalt wird mit einiger Zeit im unreduzierten, getrockneten Kontakt spektralanalytisch festgestellt. Es ergab sich dabei, daß der Alkaligehalt die Qualität des Kontaktes entscheidend beeinflusst. Die Versuchsreihen ergeben übereinstimmend folgendes Bild: Kontakte mit 1 - 4 % Alkali springen bei sehr tiefer Temperatur an und sind am 1. Tag sehr aktiv. Die Aktivität läßt jedoch sehr schnell nach; und um den gleichen Umsatz zu erzwingen, muß die Temperatur laufenerhöht werden (etwa 1 - 2°/Stunde). Nach 3 - 5 Tagen war in jedem Falle die Temperatur so hoch, daß die Versuche abgestellt werden mußten. Kontakte mit einem K-Gehalt < 0,1 % springen bei relativ hoher Temperatur an. In jedem Falle lagen beim Erreichen der Endbelastung die Fahrtemperaturen über 205°. Die an diesen Kontakten erhaltenen Produkte haben einen hohen Gehalt an tiefsiedenden Bestandteilen und der Alkoholgehalt ist gering. Der optimale Kaliumgehalt dürfte nach bisherigen Feststellungen zwischen 0,1 und 0,5 % liegen. Die Versuche werden fortgesetzt.

Besonders günstige Ergebnisse wurden mit einem Eisenfällungskontakt erzielt, der 3,5 % Al, 0,16 % K und 0,1 % Sh₂O₃ enthielt. Die am meisten interessierende Fraktion 230 - 350° enthielt bei einer Breite von 25 % des Gesamtanfalles 57 % Alkohole.

Zwei Trägerkontakte (2643 mit 30 bzw. 50 % Kieselgur) gaben bei hohen Fahrtemperaturen geringe Alkoholgehalte. Bemerkenswert ist bei diesen Kontakten, daß sich das Verhältnis von in der Reaktion gebildetem CO₂ : H₂O, das an Eisenkontakten bei etwa 55 % CO₂ liegt, weitgehend zugunsten des Wassers verschiebt.

Synolaufarbeitungsversuche: Alkoholisolierung mit Borsäure (Reisinger)

Über den Stand der Erkenntnisse bezüglich des Synolaufarbeitungsanges ist nichts Neues zu berichten. Zwecks Erstellung einer Borsäureveresterungsanlage in Me 458 für eine Tagesproduktion von 100 kg Alkohole sind die Konstruktionsarbeiten in Fluß.

Spezielle Aufarbeitungsfragen

Bisher ist die Ansicht vertreten worden, daß für die Isolierung der Synolalkohole durch Borsäureveresterung eine Zerlegung des Primärproduktes in 50°-Fraktionen genügt. An dieser Ansicht hat sich

1. Verseifungsversuch 225/10

Ausbeute an Rohalkohol: 35,30 kg = 97,4 % der Theorie.

Ausbeute an Reinalkohol (Fraktion 284 - 340°C): 30,80 kg = 85 % d.Th.

OH-Zahl des Reinalkohols: 225, entsprechend 97,3 % Alkoholgehalt.

2. Verseifungsversuch 225/11

Ausbeute an Rohalkohol: 36,04 kg = 99,3 % der Theorie. (Anfall enthielt ca. 6 % H₂O.)

Ausbeute an Reinalkohol (Fraktion 284 - 340°C): 31,50 kg = 86,8 % d.Th.

OH-Zahl des Reinalkohols: 255, entsprechend 97,3 % Alkoholgehalt.

Die endgültigen Reinalkoholausbeuten von 85 und 86,8 % der Theorie erscheinen zwar etwas niedrig; es ist jedoch zu bedenken, daß der Rohalkohol, dessen Siedekurve in Nr. IV des Kurvenblattes I darges stellt ist, einen um etwa 5 % größeren Rückstand (über 340°C siedend) enthält, als das Ausgangsmaterial. Dies erklärt sich durch einen Rest an unverseiftem Borsäureester, der seinerseits eine wahrscheinlich in Betracht zu ziehende Menge an freiem Alkohol zurückhält. Diese als Ester und freier Alkohol im Rückstand noch vorhandenen Anteile sind nicht als Verluste zu buchen, da sie bei der nächsten Verseifung des gleichen Materials wieder eingesetzt werden könnten. Ferner bringt die hohe Viscosität des C14-Alkohols zwangsläufig größere Verluste durch Haftenbleiben an den Reaktionsgefäßwänden mit sich.

Die Borsäureabrechnung ergibt folgendes Bild:

Die titrimetrisch bestimmbar Borsäuremengen in % bezogen auf den gesamten Borsäureeinsatz für die beiden Versuche, die in den Verseifungslösungen wiedergefunden wurden, sind folgende:

1. Verseif.-Vers. 225/10: 106 %	} im Mittel: 99,25 %	Ausgewogen u. im Nachwaschwasser titr.
" " 225/11: 92,5 %		93,5 % } 94,2 %
		94,8 % }

Diese Werte ergeben zwar einen befriedigenden Mittelwert, zeigen jedoch eine erhebliche Streuung, was bei den Borsäurebestimmungen häufiger der Fall ist. Die Erklärung liegt in den Konzentrationen der anfallenden Borsäurelösungen. Diese sind einmal sehr verdünnt (als Waschwasser oder Mutterlaugen etwa 3 %ig) oder heiß gesättigt. Im ersten Falle sind schon kleine Bestimmungsfehler Ursache großer Fehler, wenn man den Gehalt größerer Borsäurelösungen an Borsäure rechnerisch ermittelt. Im zweiten Falle werden leicht infolge Wasserverdunstung aus den heißen Lösungen zu große Borsäuregehalte titrimetrisch ermittelt.

Durch Auskristallisation der Borsäure aus den erkaltenden Verseifungslösungen wurden nach dem Trocknen der Säure folgende Ausbeuten erzielt.

1. Verseifungsversuch 225/10: 61,8 % der für die Borsäureveresterung verwendeten Borsäureanteile in Form trockener Borsäure, ferner 64,66 kg ca. 3 %ige Borsäurelösung.

2. Verseifungsversuch 225/11: 63,7 % des für die Borsäureveresterung verwandten Borsäureanteils in Form trockener Borsäure, ferner 63,70 kg ca. 3 %ige Borsäurelösung.

Die hierbei wiedergefundenen Säuremengen einschließlich der als trockene Säure gewogenen Anteile betragen 93,5 und 94,8 % des Gesamtborsäureeinsatzes. Die Verseifungen wurden mit so viel 3 %igem Borsäurewasser ausgeführt, daß die heißen Borsäurelösungen etwa zu 40 - 60 % ihres Sättigungswertes gesättigt sind, d.h. etwa 11 - 16,5 Gew.% H_3BO_3 enthalten. Die Nachwäsche des Verseifungsproduktes mit Kondenswasser erfolgte in einer Menge, daß das abgetrennte Waschwasser eine etwa 3 %ige Borsäurelösung darstellte.

Die vorstehenden Ergebnisse bei der Abtrennung eines Oxoalkohols aus seinem Gemisch mit C16-Krackolefin zusammenfassend, läßt sich sagen, daß die Abtrennung sowohl was die Alkoholausbeute, als auch die Wiedergewinnung der Borsäure anbelangt, recht befriedigend verlaufen ist. In den Tabellen I und II sind nochmals die erzielten Werte in Vergleich mit denjenigen gesetzt, die bei der Verarbeitung einiger der wichtigsten Synolfractionen: (Bandbreite: 50°) 220 - 230°, 270 - 320° und (Bandbreite 30°) 340 - 370°, erzielt wurden. In den genannten Tabellen (Spalten 11, 12 und 13, Tabelle I) sind auch Daten bezüglich der Veresterungsdauer niedergelegt, aus denen folgt, daß die benötigte Zeit für eine Charge der Borsäureveresterung etwa mit 24 Stunden maximal anzugeben wäre, wobei eine 2-stündige Verseifungsdauer als konstant belassen und stets als sicher gefunden wurde. Bei der Veresterung des "Oxoalkohols" machte sich eine größere Zeitspanne bis zum Ende des Veresterungswasseranfalles bemerkbar. Die Ursache hierzu wurde in einem stärkeren Inerscheinungtreten "sterischer Hinderung" infolge der stärkeren Verzweigung der Oxoalkohole gesehen. Vergleichsversuche zur Ermittlung der Veresterungsgeschwindigkeiten (nach Menschutkin) eines Synol- und eines Oxoalkohols zeigten jedoch, daß die Veresterungsgeschwindigkeiten praktisch die gleichen sind.^{x)} (Vgl. Tabelle III!). Versuche, die Minimaldauer für die Verseifung festzustellen, wurden bisher noch keine angestellt.

Aus den Versuchen ergibt sich ferner folgendes:

Ein von 284 - 292° siedendes Alkohol-Kohlenwasserstoffgemisch enthält in Wirklichkeit Kohlenwasserstoffe, die von 290 - 302° (zum größten Teil 295 - 302°) siedend, während die Alkohole sogar von 298 - 305° siedend. Der Siedepunkt der Komponenten liegt also

für Kohlenwasserstoffe	10 - 20°	im Mittel	15°
für die Alkohole	14 - 23°	im Mittel	18°

über dem des Gemisches.

Einige kritische Betrachtungen zur Veresterungsdauer mit Borsäure im Zusammenhang mit den Ergebnissen in Tabelle I, Spalte 8b.

Für die technische Alkoholisolierung mittels Borsäure ist es wichtig zu wissen, wie lange die Arbeitsphase der Alkoholveresterung dauert. Für die Praxis gilt die Tatsache, daß nach Beendigung des Wasseranfalles die Veresterung beendet ist, falls das Veresterungswasser fortlaufend dem Reaktionsraum entzogen wurde. Leider schwanken die festgestellten Werte der Veresterungsdauer beträchtlich, was aus Tabelle I, Spalte 8b, ersichtlich wird. Eine Kritik an diesen Werten drängt zunächst die Frage auf: Wovon hängt die Veresterungsdauer ab?

x) Vergleiche hierzu die unten angegebenen Ausführungen: Einige kritische Betrachtungen über die Veresterungsdauer mit Borsäure

Theoretisch muß hierzu folgendes gesagt werden:

Sorgt man für eine fortlaufende Entfernung des Wassers aus dem Reaktionsraum, so geht die Veresterung praktisch zu einer Gleichgewichtslage zu Ende, bei der die Endalkoholkonzentration gleich 0 ist. Unter der Voraussetzung gleicher Reaktionstemperaturen, gleichen Borsäureüberschusses und der Abwesenheit katalytisch wirksamer Substanzen, hängt somit die Veresterungsdauer bei den vorliegenden Versuchen

1. Von der Natur der zu veresternden Alkohole,
2. Von der Anfangskonzentration des zu veresternden Alkohols und der Geschwindigkeit, mit der das sich bildende Reaktionswasser dem Reaktionsraum entzogen wird, ab.

Insbesondere die letzte Bedingung kann der Engpaß für den Reaktionsverlauf sein, insofern, als die in der Zeiteinheit dem Reaktionsraum entzogene Wassermenge kleiner ist als diejenige, die im gleichen Zeitraum neu anfällt.

Bei sämtlichen halbtechnischen Borsäureveresterungsversuchen wurde nun das anfallende Veresterungswasser mit Hilfe von Benzol abgetrieben und zwar betrug die stündliche Benzoldestillatmenge ca. 8 - 12 l, entsprechend ca. 7 - 11 kg, eine Menge, die entsprechend dem Partialdruckverhältnis ca. 0,64 - 1,0 kg Wasser dem Reaktionsraum entziehen würde, wenn der Blaseninhalt nur aus Wasser und Benzol bestünde und sich eine Siedetemperatur des Gemisches um etwa 74° einstellen könnte. Tatsächlich aber ist der Partialdampfdruck des Benzols infolge Anwesenheit einer beträchtlichen Menge hochsiedenden Sumpfes beträchtlich niedriger und der Partialdampfdruck zu Beginn der Reaktion beträchtlich höher, da die Sumpftemperatur über 100° und die Übergangstemperatur etwas über 80° liegen. Rechnerisch kommt man zu dem Schluß, daß mit 7 - 11 kg Benzol maximal ca. 1 - 1,8 kg Wasser dem Reaktionsraum entzogen werden könnten, eine Menge, die aufgrund der Versuche 3a und 3b mit der geringsten Veresterungsdauer für einen 100 %igen Alkohol in jedem Falle größer ist als diejenige Wassermenge, die bei Verwendung von verdünnten Alkoholen anfallen kann. Das bedeutet nun für die halbtechnische Versuchsapparatur in Me 225, daß die Veresterungsdauer nur durch die Art der Alkohole und deren Anfangskonzentration unter Voraussetzung gleicher Veresterungstemperaturen über 100°C und Benzoldestillatmengen pro Std. von 7 - 11 kg bestimmt wird. Wenn die Veresterungsdauer bei den Versuchen mit Oxoalkohol (225/17 und 18 in Tab. I) auffallend größer war als bei den Versuchen mit Synolalkoholen, so lag dies einmal an der Verwendung einer noch feuchten, rückgeführten Borsäure, zum anderen an einem nicht unbeträchtlichen Wassergehalt des Ausgangsgemischs und nicht an der speziellen chemischen Struktur der Oxoalkohole.

Über einige orientierende Versuche zum Vergleich der Veresterungsgeschwindigkeiten eines Oxo- und eines Synolalkohols C₁₂, sowie zur Ermittlung der Veresterungsdauer mit Borsäure allgemein.

Die Versuche:

- a) Veresterung mit Essigsäure nach Menschutkin
- b) Veresterung mit Borsäure im "Aufhäuser" unter Verwendung von

- 1.) Benzol
- 2.) Toluol
- 3.) Synol-Neutralöl, Fraktion 110 - 120°C

hatten folgende Ergebnisse: (Vgl. Tabelle II)

Aufgabe: 628

- 1.) Die Veresterungsgeschwindigkeiten von Oxo- und Synolalkoholen gleichen Molekulargewichts mit Essigsäure sind praktisch dieselben. (Vgl. Tabelle IV)
- 2.) Die Veresterungsdauer von Oxo- und Synolalkoholen gleichen Molekulargewichts mit Borsäure, soweit man sie gleich der Zeitspanne vom Beginn bis zur Beendigung des Veresterungswasseranfalles setzen darf, ist praktisch dieselbe. (Vgl. Tabelle IV, Vers. 1a und 1b, die unter identischen Bedingungen ausgeführt wurden.)
- 3.) Die Veresterungsdauer ein und desselben Alkohols mit Borsäure ist eine Funktion der Geschwindigkeit, mit der das sich bildende Veresterungswasser dem Reaktionsraum entzogen wird. Letztere ist eine Funktion des Siedepunktes der Hilfsflüssigkeit. Toluol führt das Wasser rascher aus dem Reaktionsraum heraus als Benzol. (Vgl. Tabelle IV, Vers. 2a und 2b, die bei gleichen Rückflussmengen ausgeführt wurden.)
Toluol kann in dieser Hinsicht gut durch einen nichtaliphatischen Kohlenwasserstoff des gleichen Siedebereiches ersetzt werden. (Vgl. Tabelle IV, Vers. 3a und 3b, die bei gleichen Rückflussmengen ausgeführt wurden.)
- 4.) Die Geschwindigkeit, mit der das sich bildende Reaktionswasser dem Reaktionsraum entzogen wird, hängt außer vom Siedepunkt der Hilfsflüssigkeit auch von deren verdampfenden Menge pro Zeiteinheit ab. (Vgl. Tabelle IV, Vers. 1a und 2a, wobei letzterer mit größerem Rückfluß ausgeführt wurde.)
- 5.) Der Veresterungswasseranfall beträgt meistens etwa 110 - 120 % der Theorie. Die Erklärung hierzu ist in 3 Punkten zu erblicken:
 1. Sämtliche Borsäureveresterungsversuche wurden mit einem Borsäureüberschuß von etwa 20 % ausgeführt. Dieser Überschuß an Borsäure verliert ein Mol Wasser und geht in Metaboräure über.
 2. Die technische Borsäure enthält meistens einige Prozent Wasser. Falls rekristallisierte Borsäure verwendet wurde, kann der Wassergehalt noch beträchtlich sein. (bis ca. 10 %).
 3. Die Alkoholschnitte, die einen Alkohol gewünschter C-Zahl umfassen sollen, deren Siedegrenzen nach einem Umrechnungsmonogramm für die Vakuumdestillation ermittelt wurden, umfassen meist einen Alkoholbereich, dessen C-Zahl im Durchschnitt nur 0,5 C-Zahl unter der gewünschten Zahl liegt.

Zusammenfassend muß bemerkt werden: Sterische Hinderung bei der Borsäureveresterung von Oxo-Alkoholen kann nicht beobachtet werden. Ihre zahlenmäßige Auswirkung liegt sicher innerhalb der Fehlergrenzen.

Weitere Arbeiten zur Erweiterung der Kenntnisse über die chemischen Eigenschaften der Synolprimärprodukte: Alkoholkonstitution

Im letzten Monatsbericht (Stand vom 1.2.42) ist bereits darauf hingewiesen worden, daß durch Feinfraktionierung gewisser Synolanteile in einer Kolonne nach Jantzen gut ausgeprägte Siedestufen erhalten werden können und somit scharf siedende, d.h. einheitliche Individuen oder Gemische (Azeotrope) abgetrennt und charakterisiert werden können. Diese Feinfraktionierung wurde mit in normalen Labor-Glaskolonnen bereits vorfraktionierten Primärproduktfraktionen der Bandbreiten von 15, 25 und 35° des unter 200°C liegenden Siedebereiches oder mit schmalen, bei

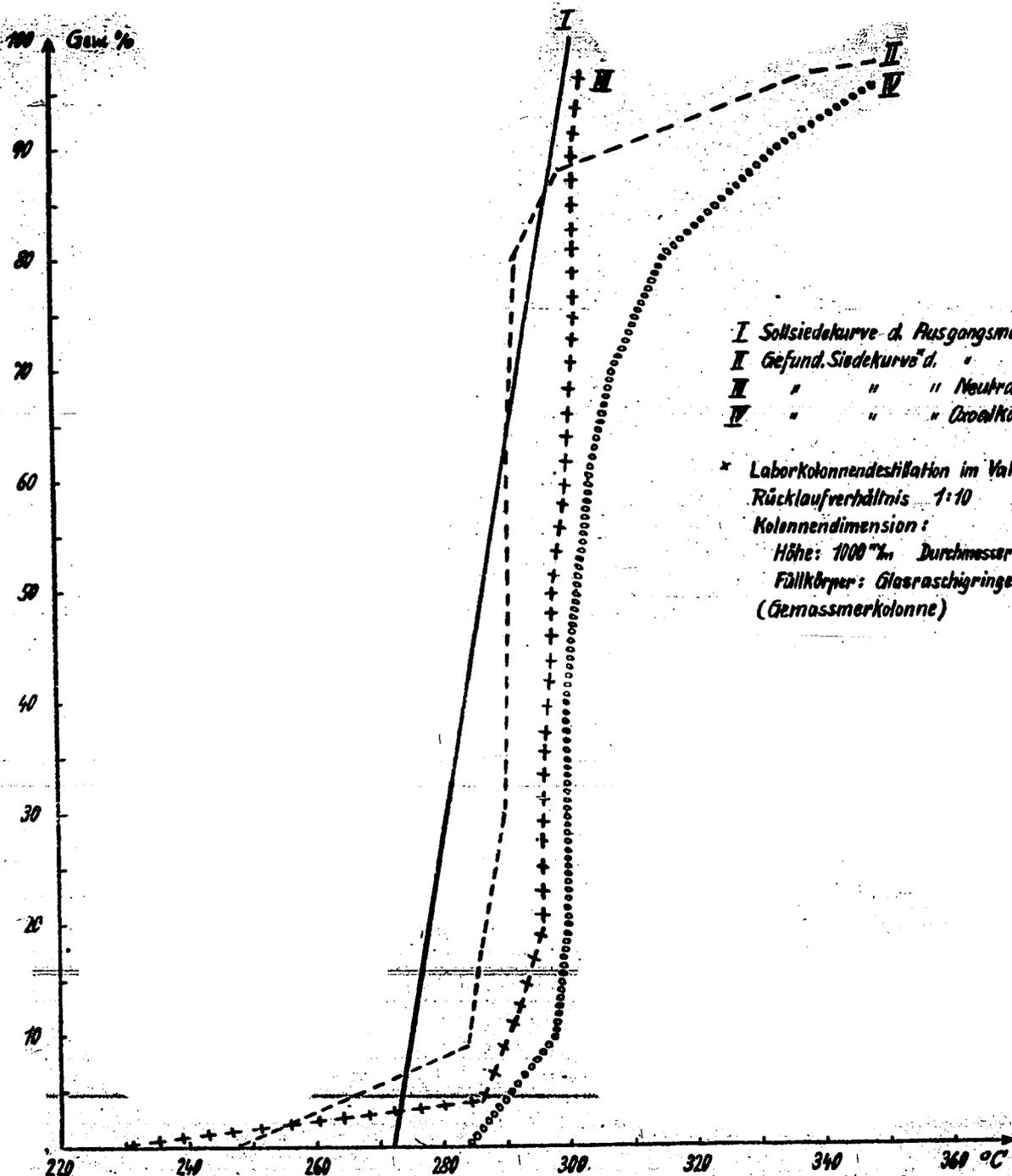
weise entwässerten Siedebündern von 5°C Bandbreite, die dem Reaktionswasser entstammen, (vgl. die Aufarbeitung des Reaktionswassers im letzten Bericht), aber auch nicht über 200°C sieden, ausgeführt. Die "Jantzen-Kolonnen"-Feinfraktionierung, die aus technischen Gründen (Vermeidung von zum Zerspringen des Vakuummantels der Kolonne führenden hochtemperaturbedingten Glasspannungen) nur mit Fraktionen, die bis höchstens 220° über Normaldruck sieden, ausgeführt wurden, hat zu einer überraschenden Erkenntnis bezüglich der Natur der niedrigen Synolalkohole bis etwa der Kettenlänge C₉ geführt. Hierüber kann nämlich eindeutig behauptet werden, daß diese Alkohole praktisch ganz unverzweigt und endständig sind. Eine eingehendere Darstellung der Resultate, sowie deren Diskussion wird im nächsten Bericht gegeben.

gez. Wintzer

gez. Reisinger

gez. Breywisch

Kurvenblatt Nr. 1



I Sollsiedekurve d. Ausgangsmaterials
 II Gefund. Siedekurve d. " "
 III " " " Neutralöls
 IV " " " Oxalkohols

* Laborkolonnendestillation im Vakuum
 Rücklaufverhältnis 1:10
 Kolonnendimension:
 Höhe: 1000 mm, Durchmesser: 50 mm
 Füllkörper: Glasraschringe: 5 mm ϕ
 (Gemassmerkolonne)

(Temp. nach Nomenogramm SK 1080 Me 431 auf Normaldruck umgerechnet)

Tabelle I

Versuchs-Nr. (Versäufungsversuch)	Bezeichnungen	225/10	225/11	225/14	225/19	225/5	245/11	Spalte
1) Bestimmung an Borsäureester: $a =$ in kg Herkunft: Ester von Veresterungs-Versuch Nr. Fraktion von... bis... 2) Bestimmter Borsäuregehalt im Ester: $b =$ in kg $b_0 =$ in Gew. % 3) Errechner $b_0 = a \cdot \frac{100}{\text{Gew. \%}}$ Einsatz an Borsäurewasser zur Verseifung: $c =$ in kg Gehalt an Borsäure: $d =$ in kg $d_0 =$ in Gew. % " " $e =$ " " $e_0 =$ " " $e_0 =$ " " $e_0 =$ " " 3) Gesamteinsatz an Borsäure: $f =$ in kg	a b b ₀ c d e f	33.57 22.5/177 271-302 3.95 4.08 35.15 1.050 34.1 5.13	35.37 22.5/18 271-302 3.78 4.37 36.20 1.09 35.11 5.40	29.17 22.5/11 220-270 5.22 5.51 38.9 1.17 37.73 6.7	26.1 22.5/12 270-300 3.76 72.1 30.0 0.9 29.1 4.74	13.5 22.5/19 344-370 6.38 9.5 16.2 0.305 1.655	10 11 12 13 14 15 16 17 18 19	
4) Abgetrennte teils wässrige H ₂ BO ₃ -Lösung: $g =$ in kg $g' =$ in % Theor. Anfall in kg Gehalt an H ₂ BO ₃ : $h =$ in kg $h' =$ in Gew. % (Titrim. Best.) H ₂ BO ₃ -Konzentration: $h' =$ % der Sättigungskonzentration	g h	36.35 4.35	37.21 11.8	41.94 43.2	35.8 4.28	9.92 1.373	10 11	
Kondenswasserzuzusatz: $i =$ in kg Anfall Waschwasser: $k =$ " " Gehalt an Borsäure: $l =$ " " $l_0 =$ in Gew. %	i k l	30.0 31.98 0.92	30.0 29.74 0.56	21.1 21.6 0.792	20.0 11.55 0.25	9.45 9.76 0.178	12 13 14	
Anfall-Rohalkohol: $m =$ in kg $m' =$ in Gew. % d. Theorie Gehalt an H ₂ BO ₃ : $n =$ " " $n' =$ in Gew. %	m n	35.37 0.445	36.04 0.415	29.27 0.238	26.5 0.137	13.82 0.03	15 16	
5) Gesamtmenge d. Titrimet. wiedergefundenen H ₂ BO ₃ : $o =$ in kg $o' =$ in % des Einsatzes f' Anfall trock. H ₂ BO ₃ : $p =$ in kg $p' =$ in % d. Einsatzes, e Tab. I Anfall an wässriger H ₂ BO ₃ -Lösung: $q =$ in kg $q_0 =$ Gew. % H ₂ BO ₃	o p q	5.425 2.74 64.66	4.974 2.82 59.11	6.777 4.66 55.4	4.667 2.258 44.95	1.618 0.994 17.85	17 18 19	

4) Theoret. Anfall: $c + a \cdot \frac{100}{0.333 \cdot M} + 4.72$ Borsäure-Est.
 5) $= (l + q_0) / (Tab. I) + (h + k + n) / (Tab. I)$
 6) Anfall meistens infolge Wassergehalt zu hoch
 7) Die Einsätze sind meist kleiner als der Anfall bei der Borsäureveresterung. Hierin ist der grösste mechanische Borsäureverlust zu erblicken

477
478
479
480
481
482
483
484
485
486
487
488
489
490
491
492
493
494
495
496
497
498
499
500

Tabelle 3 Veresterung von Oxo- u. Synalkohol

	Elo- waage g	davon ist CH ₃ COOH		n/2 KOH Verbr.	SZ	Ver- estert %	Anfangs- wert 1Std.%	Grenz- wert 20Std.%	Bemerkungen
		%	g						
a {	0.6942	98.2	0.680	22.7	935	0.0	0.0		Blindprobe
	0.8691	"	0.853	28.8	945	0.0	0.0		"
	0.8398	24.4	0.204	3.3	521	42.2	42.2	-	Synol
	0.5405	"	0.132	2.4	510	44.2	44.2	-	"
b {	0.5372	"	0.131	2.5	535	43.0	43.0	-	Oxo
	0.5105	"	0.124	2.3	520	44.2	44.2	-	"
a {	0.510	"	0.124	1.5	293	68.5	-	68.5	Synol
	0.794	"	0.171	1.5	246	73.6	-	73.6	"
b {	0.3854	"	0.094	1.0	298	67.8	-	67.8	Oxo
	0.5274	"	0.129	1.4	304	67.2	-	67.2	"

Me776
9.7.42. 7/1000

Tabelle IV

Einsatz-Alkohol		Hilfsflüssigkeit		Wasseraanfall			Vers. Nr.
Art	Menge	Art	Menge	Zeit	Menge	% d.Th.	
Synol C12	280 g	Benzol	300 g	6 Std.	30,5g	112,5	1a
Oxo C12	280 g	Benzol	300 g	6 Std.	30,5g	112,5	1b
Synol C12	372 g	Benzol	300 g	4 Std.	42,4g	118,0	2a
Synol C12	372 g	Toluol	300 g	3,25 Std.	41,9g	116,0	2b
Synol C12	279 g	Syn.-Neu- tralöl	200 ccm	2,5 Std.	30,4g	113,0	3a
Synol C12	279 g	Toluol	200 ccm	2,5 Std.	29,3g	109,0	3b