

Betriebsanalysen der Butol-Destillation A 18.

(Die Analysen sind, wenn nicht anders angegeben, täglich auszuführen).

1. Rohbutol:

Acetaldehyd
(1 mal wöchentl. Gesamtanalyse)
Siehe Schema unten

2. Kolonne I:

a) Destillat:

Wasser
Acetaldehyd
Acetal
Croton
Dichte
(1 mal wöchentl. Gesamtanalyse)
Siehe Schema unten

b) Sumpf:

3. Kolonne II:

a) Destillat:

Acetaldehyd pro m³
Acetaldehyd pro gr
Croton
Methylamin
(1 mal wöchentl. Gesamtanalyse)
Siehe Schema unten

4. Kolonne IV:

a) Rohbutanol:

Ethyraldehyd
Acetal
(1 mal wöchentl. außerdem noch:
Ester Croton und Dichte)

b) Sumpf:
(Waschturm)

= Wasser Kol.

5. Kolonne VI:
a) Destillat:

01

b) Sumpf:

01

= Rohbutol Kol.

6. Kolonne VII:
a) Sumpf
(Rückstand)

Butol
(7 mal wöchentl. abgerollt)
noch: Acetal u. Croton

Schema für ~~Q~~ samtanalyse.

Acetaldehyd
Acetal
Ester
Croton
Methylan
Wasser
Dichte

Betriebsanalyse der Triol-Destillation B 21

1. Ruhrbehälter

Wasser

pH

2. Kolonne II:
a) Destillat:

Wasser
Crotonsäure
(jeden 3. Tag außer-
dem Triol)

3. Kolonne III:
a) Destillat:

Jeden 2. Tag Gesamtanalyse
bestehend aus:

Acetaldehyd
Acetal
Ester
Croton
Wasser
Crotonsäure
pH
Dichte
Brechungsindex
OH-Zahl

b) Sumpf

Triol
(wenn Kol. IV nicht in Betr.)

4. Kolonne IV:
a) Destillat:

wie Kolonne III

b) Sumpf:

Triol

Betriebsanalysen der Butanol-Destillation A 30

1. Einlauf von Hydrierung: Farbzahl

2. Ablauf nach Destillation: Farbzahl

Betriebsanalysen der Butandiol-Destillation A 30

1. Rohbutandiol (Zulauf).

Wasser

2. Kolonne Ia:

2a. Kolonne I:

Sumpf

Öl Wasser

3. Kolonne II:

Destillat:

Oxybutyraldehyd

4. Kolonne III:

Destillat:

Oxybutyraldehyd
Acetal
Wasser

5. Kolonne I:

Destillat:

Oxybutyraldehyd
Acetal
Wasser
Gefrierpunkt

b) Rückstand)

Butanol

Ausführung der Analysen für Reineprodukte der Butol-
Destillation (mit Grenzwerten)1. Reinebutol:

Acetaldehyd:	0,2 %
Acetal:	0,6-0,7 %
Ester:	0,2-0,3 %
Crotonaldehyd:	0,3 %
Wasser:	0,3 %
NaOH	max. 6
äußere Beschaffenheit:	klar und ohne Lösung wasserlös
Dichte bei 20°	1,00

Siedepunkt

208°/760 mm

2. Reinspirit:

Acetaldehyd:	0,05-0,1 %
Methylamin:	max. 1 %
KOH:	"
Farbzahl	"
Salizyltest	mögl. keine braune Färbung
Gewicht-%	mindst. 95 %
Ester	0,02 %
Acetal	0,01-0,05 %
Croton	0,01 %
Siedepunkt	77°/760 mm

3. Reinbutanol:

Butyraldehyd:	0,08-0,1 %
Acetal	0,5 - 1 %
Ester	0,05 %
Croton (alkohol)	0,05 %
Farbzahl	max. 3-5°
Siedeintervall	2°
Wasser	0,05-0,1 %
Siedebeginn	117°/760 mm

4. Butanol R.

wie bei Reinbutanol
zusätzl. Permanganatprobe mind. 20'

5. Reppe-Butanol.

wie bei Reinbutanol
zusätzlich Wasser und Dichte

6. Reinbutandiol:

Oxybutyraldehyd:	0,4-0,5 %
Acetal:	0,5-1,0 %
Wasser:	0,1-0,3 %
Gefrierpunkt:	mind. 18-18,5°
Siedeintervall	170°
Siedebeginn	222°/760 mm

7. Triol technisch u.H:

✓ Acetaldehyd:	0,1-0,2 %
✓ Acetal für Triol techn.:	12 %
" für Triol H:	1,5-2 %
✓ Ester:	0,5-0,7 %
✓ Croton: (als Crotonsäure) für techn.:	2-3 %
✓ Wasser:	-
✓ Säure: (durch Titration nach NaOH)	-
✓ Dichte:	7,0
✓ Brechungsindex	1,08-1,09
✓ Siedepunkt	mind. 1,4780
OH-Zahl (Volproz. OH)	140°/1mm
Triol gelöst	2,0

8. Hexalal A bzw. Hexalal E:

Acetaldehyd:	0,1-0,2 %
Acetal:	mögl. 100 %
Ester:	0,5-0,7 %
Croton:	1 %
Wasser:	1 %
Äußere Beschaffenheit:	klar und ohne Trübung wasserlöslich
Siedeintervall:	max. 10° 120°
Siedebeginn:	220°

9. Hexanol: (rein, hydriert)

Butyraldehyd:	0,05-0,1 %
Acetal:	0,2 %
Croton:	0,1-0,2 %
Farbzahl:	mögl. unter 0
Siedeintervall:	ca 20°
Ester:	0,05-0,1 %
Siedebeginn:	142°/760 mm

10. Stufenöl: (Hexanol S)

Croton	0,1 - 0,2 %
Harz-Test	max. 10 mg/100 ccm
Siedeintervall	20°
Siedebeginn	60°/760

Ausführungsvorschriften für die einzelnen
Analysen und Bestimmungen.

1. Aldehyd
2. Acetal
3. Brechungsindex
4. Butandiol im Rückstand
5. Butol im Rückstand
6. Croton
 - a) Croton als Verunreinigung
 - b) Reinheitsgrad von Crotonaldehyd
7. Dichte
8. Ester
9. Farbzahl
10. Gefrierpunkt
11. Harztest
12. Methylamin
13. NaOH-Zahl
14. Cl in Elmowasser etc.
15. OH-Zahl
16. Oxybutyraldehyd
17. Permanganat-Probe
18. pH-Bestimmung
19. Salizyltest
20. Siedeanalyse
21. Triol im Rückstand
22. Wasser
 - a) nach Fischer
 - b) mit Benzol
23. KON-Probe

1. Aldehyd.

Einwaage richtet sich je nach voraussichtlichem Gehalt an Aldehyd, (z.B. für Spirit 50 g). Man gibt Bromphenolblau zu, neutralisiert mit Schwefelsäure $\frac{n}{10}$, und versetzt mit 90 ccm neutralisierter Hydroxylaminchlorhydratlösung $\frac{n}{4}$. Hierauf stellt man 15 Minuten in Eis und titriert mit Natronlauge $\frac{n}{10}$ bis zum Umschlag zurück.

Berechnung:

$$\frac{\text{verbrauchte Natronlauge } \frac{n}{10} \cdot 100}{\text{Einwaage}} \cdot \text{Faktor} = \%$$

Faktoren: Acetaldehyd: 0,0044
Butyraldehyd: 0,0072

2. Acetal.

Einwaage richtet sich je nach dem vermutlichen Gehalt (z.B. für Triol technisch 10 g). Man gibt 10 ccm neutralisierte Hydroxylaminchlorhydratlösung $\frac{n}{10}$ zu, erwärmt eine Stunde lang auf dem Wasserbad (ca. 60 - 90°), kühlt ab, setzt als Indikator Bromphenolblau zu und titriert bis zum Umschlag mit Natronlauge $\frac{n}{10}$ zurück. x)

Berechnung:

$$\frac{\text{verbrauchte Natronlauge } \frac{n}{10} \cdot 100}{\text{Einwaage}} \cdot \text{Faktor} = \%$$

Faktor: 0,0118

3. Brechungsindex:

bei 20° mittels Refraktometer. Die scharf gestellte Schattengrenze muß durch das Fadenkreuz gehen.

x) Wenn schwer spaltbare Acetale vorliegen (z.B. Hexalal A) verdünnt man das eingewogene und neutralgestellte Produkt mit Alkohol (1:5) und kocht 2 Stunden auf dem Wasserbad. Berechnung wie oben.
Von dem verwendeten Alkohol wird in einer getrennten Acetalbestimmung der Blindwert ermittelt, der dann vom Hauptwert abgezogen werden muß.

4. Butandiol im Rückstand:

Einwaage 300 g. Man destilliert im Vakuum und macht vom Destillat laufend Gefrierpunktbestimmungen. Destillationsende, sobald der Gefrierpunkt unter 15° sinkt. Erhaltene Gramm: 3 = %.

5. Butol im Rückstand. (Stoßf Kolonne 7).

Einwaage 300 g. Im Vakuum (Ölpumpe) destilliert man bis zur Übergangstemperatur 120° . Das Überdestillierte Butol wird gewogen und davon der Brechungsindex bestimmt auf Grund dessen aus dem Kurvenblatt der Gehalt an Triol in Prozenten festgestellt wird. Die erhaltene Butolmenge multipliziert man mit dieser Prozentzahl teilt durch 100 und zieht von der Überdestillierten Butolmenge ab, teilt diese Zahl durch 3 und hat dann in Prozenten den Gehalt von Butol im Rückstand.

Zahlenbeispiel:

Einwaage 300 g. Bis zu 120° 1 mm erhält man 85 g Substanz vom Brechungsindex 1,4460. Diesem Brechungsindex entspricht ein Triolgehalt von 20%.

$$\begin{aligned} 85 \cdot 20 &= 1700; \\ 1700 : 100 &= 17 \text{ g Triol} \\ 85 \text{ g Gesamtbutol} - 17 \text{ g Triol} &= 68 \text{ g Reinbutol} \\ 68 : 3 &= 22,60 \% \text{ Butol im Rückstand.} \end{aligned}$$

6. Croton.

a) Croton als Verunreinigung, z.B. in Spirit, Triol, Hexanol etc.

Einwaage je nach vermutlichem Gehalt. Dazu gibt man 10 ccm destilliertes Wasser, 6 ccm reine konz. Salzsäure, stellt 3 Minuten in Eis und gibt solange Bromid-Bromat-Lösung zu, bis die gelbe Farbe deutlich bestehen bleibt. Man stellt wieder in Eis, fügt 5 ccm Jodkaliumlösung (5 %ig), sowie etwas Stärkelösung zu und titriert mit Natriumthiosulfatlösung bis zur Entfärbung zurück.

Berechnung:

$$\frac{\text{verbrauchte Natriumthiosulfatlösung}}{\text{Einwaage}} \cdot \frac{n}{10} \cdot 100 = F. = \%$$

Faktoren: Crotonaldehyd: 0,0035.
Crotylalkohol: 0,0036
Crotonsäure: 0,0086

10700

b) Bestimmung des Reinheitsgrades von Crotonaldehyd.

Man wiegt in ein kleines Reagensglas 0,8 - 0,2 g ein, stopf es zu, gibt es in eine Flasche, in die sich 200 ccm destilliertes Wasser und 200 ccm Bromat-Lösung befinden und zertrümmert es mit einem Glasstab, läßt 1 Stunde stehen, fügt 20 ccm reine konz. Salzsäure zu, läßt wieder 1 Stunde stehen und titriert dann mit arseniger Säure n zurück.

$$\frac{n}{10}$$
Berechnung:

Verbrauch der arsenigen Säure $\frac{n}{10} \cdot 100 \cdot \text{Faktor} = \%$
 $\frac{\text{Einwaage}}{10}$

Faktor: 0,003

Um neben Crotonaldehyd auch den Acetaldehyd zu erfassen, muß noch eine normale Aldehydbestimmung gemacht werden. Die Differenz zwischen beiden Ergebnissen stellt den Gehalt an Acetaldehyd dar.

8. Ester.

Einwaage 5 g. Man verdünnt mit 50 ccm Wasser, gibt 25 cc Natronlauge n , sowie 1 paar Tropfen Phenolphthalein zu.

$$\frac{n}{10}$$

Hierauf kocht man $\frac{1}{2}$ Stunde unter Rückfluß (mit Siedestein) titriert dann mit Schwefelsäure n bis zur Entfärbung zurück.

$$\frac{n}{10}$$
Berechnung:

Verbrauchte Schwefelsäure $\frac{n}{10} \cdot 100 \cdot \text{Faktor} = \%$
 $\frac{\text{Einwaage}}{10}$

Faktor: 0,0088

9. Farbnach:

Zu 5 ccm Produkt gibt man langsam unter Schräghalten des 5 ccm fassenden Reagensglases 5 ccm konz. Schwefelsäure und schüttelt gut um. Nach Ablauf einer Minute vergleicht man den Farbton mit der Farbskala.

10. Gefrierpunkt.

10 ccm Produkt (z.B. Butandiol) werden in einem 50 ccm fassenden Reagensglas, das sich in einer Kältemischung befindet, mit Hilfe eines Kälthermometers gut gerührt. Sobald das Produkt zu kristallisieren beginnt und die Temperatur stehenbleibt, wird abgelesen.

11. Harztest.

100 ccm Produkt werden in einer bis zum Produktspiegel vom Dampf umströmten Glasschale (Jenaer Glas) (Form der Schale am besten halbkugelförmig, Durchmesser 10 cm, Höchstgewicht 50 g) auf dem Wasserbad verdampft, wobei ein Luftstrom von solcher Stärke auf das Produkt aufgeblasen wird, daß es in längstens 20 Minuten verdampft ist. Hierauf kommt die Glasschale in einem auf 110° g. geheizten Trockenschrank und bleibt 1½ Stunde darin. Sodann läßt man im Chlorkalziumexsikkator 45 Minuten erkalten und bringt zur Wägung. Der Harzgehalt soll 10 mg/100 ccm nicht übersteigen.

12. Methylamin.

In einen 500er Fraktionierkolben gibt man 20 ccm Schwefelsäure n , 250 ccm Produkt (z.B. Spirit oder Kondensat) und

Siedesteine, destilliert 250 ccm ab und läßt den Rückstand erkalten. Nun tropft man langsam durch einen Tropftrichter 25 ccm Natronlauge n zu und destilliert dann bis auf einen

Rest von ca. 5 ccm in eine Kugelvorlage, die 20 ccm Salzsäure n und etwas Methylrot vorgelegt enthält.

Hierauf schüttet man in einen Erlenmeyerkolben um, spült gut nach und titriert mit Natronlauge n zurück.

Berechnung:

$$a) \text{ Vorgelegte Salzsäure } \frac{n}{10} - \text{zurücktitr. NaOH } \frac{n}{10} \cdot 100 \cdot \text{Faktor}$$

= %

Faktor: 0,0031.

- 12

$$b) (\text{vorgelegte Salzsäure } \frac{n}{10} - \text{zurücktitr. NaOH } \frac{n}{10}) \cdot 12,42 = \text{mg/l}$$

Betriebsanalysen der Butol-Destillation A 18.

(Die Analysen sind, wenn nicht anders angegeben, täglich auszuführen).

1. Rohbutol:

Acetaldehyd
(1 mal wöchentl. Gesamtanalyse)
Siehe Schema unten.

2. Kolonne I:

a) Destillat:

Wasser
Acetaldehyd
Acetal
Croton
Dichte
(1 mal wöchentl. Gesamtanalyse)
Siehe Schema unten

b) Sumpf

3. Kolonne II:

a) Destillat:

Acetaldehyd pro cm^3
Acetaldehyd pro gr
Croton
Methylamin
(1 mal wöchentl. Gesamtanalyse)
Siehe Schema unten

4. Kolonne IV:

a) Rohbutanol:

Butyraldehyd
Acetal
(1 mal wöchentl. außerdem noch:
Ester, Croton und Dichte)

b) Sumpf:

(aschigturn)

Ü1

= Lower Kol.

5. Kolonne VI:
a) Destillat:

Cl

b) Sumpf:

Cl

= Reinbutrol Kol.

6. Kolonne VII:
a) Sumpf
(Rückstand)

Butol
(1 mal wöchentl. außerder
noch: Acetal u. Croton)

Schema für Gesamtanalyse:

Acetaldehyd
Acetal
Ester
Croton
Methylamin
Wasser
Dichte

Betriebsanalysen der Triol-estillation B 21.

1. Mischbehälter I:

Wasser
PH

2. Kolonne II:
a) Destillat:

Wasser
Crotonsäure
(jeden 3. Tag außer-
dem Triol)

3. Kolonne III:

a) Destillat:

Jeden 2. Tag Gesamtanalyse
bestehend aus:

Acetaldehyd
 Acetal
 Ester
 Croton
 Wasser
 Crotonsäure
 pH
 Dichte
 Brechungsindex
 OH-Zahl

b) Sumpf:

Triol
 (wenn Kol. IV nicht in Betr.)

4. Kolonne IV:

a) Destillat:

wie Kolonne III

b) Sumpf:

Triol

Betriebsanalysen der Butanol - Destillation A 30

1. Einlauf von Hydrierung: Farbzahl

2. Ablauf nach Destillation: Farbzahl

Betriebsanalysen der Butandiol-Destillation A 301. Rohbutandiol (Zulauf):

Wasser

2. Kolonne Ia:

2a. Kolonne I:

Sumpf

Öl Wasser

3. Kolonne II:

Destillat:

(Oxybutyraldehyd

4. Kolonne III:

Destillat:

Oxybutyraldehyd
Acetal
Wasser

5. Kolonne IV:

a) Destillat:

Oxybutyraldehyd
Acetal
Wasser
Gefrierpunkt

b) S.
(Rückstand)

Butandiol

Ausführende Analysen für Reinprodukte der Butol-
Destillation (mit Grenzwerten).

1. Reinbutol:

Acetaldehyd:	0,2 %
Acetal:	0,6-0,7 %
Ester:	0,2-0,3 %
Crotonaldehyd:	0,3 %
Wasser:	0,3 %
NaOH	max. 6
äußere Beschaffenheit:	klar und ohne Lösung wasserlös.
Dichte: bei 20°	1,005

Siedepunkt

-208°/760 mm

2. Reinspirit.

Acetaldehyd:	0,05-0,1 %
Methylamin:	max. 1-2 %
KOH - Probe	"
Farbzahl	3-4
Salizyltest	mögl. keine braune
	Färbung
Gewicht-%	mindst. 95 %
Ester	0,02 %
Acetal	0,02-0,05 %
Croton	0,01 %
Siedepunkt	78°/760 mm

3. Reinbutanol:

Butyraldehyd:	0,08-0,1 %
Acetal	0,5 - 1 %
Ester	0,05 %
Crotyl (Alkohol)	0,05 %
Farbzahl	max. 3-5
Siedeintervall	2°
Wasser	0,05-0,1 %
Siedebeginn	117°/760 mm

4. Butanol F:

wie bei Reinbutanol
zusätzl. Permanganatprobe mind. 20'

5. Reppe-Butanol:

wie bei Reinbutanol
zusätzlich Wasser und Dichte

6. Reinbutandiol:

Oxybutyraldehyd:	0,4-0,5 %
Acetal:	0,5-1,0 %
Wasser:	0,1-0,3 %
Gefrierpunkt:	mind. 18-18,5°
Siedeintervall	17°
Siedebeginn	222°/760 mm
	6 -

7. Triol technisch u.H.:

✓ Acetaldehyd:	0,1-0,2 %
✓ Acetal für Triol techn.:	12 %
" für Triol H:	1,5-2 %
✓ Ester:	0,5-0,7 %
✓ Croton: (als Crotonan.) für techn.:	2-3 %
✓ Wasser:	-
✓ Säure: (durch Titration nach NaOH)	-
✓ pH:	7,0
✓ Dichte:	1,08-1,09
✓ Brechungsindex	mind. 1,4700
○ Siedepunkt	140°/1mm
OH-Zahl (100 g pro 1 g OH)	2,0-2,2
Galat gelöst	

8. Hexalal A (bzw. Hexalal F):

Acetaldehyd:	0,1-0,2 %
Acetal:	mögl. 100 %
Ester:	0,5-0,7 %
Croton:	0,1-0,2 %
Wasser:	1 %
Äußere Beschaffenheit:	klar und ohne Trübung wasserlöslich
Siedeintervall:	max. 10° 120°
Siedebeginn	220°

9. Hexanol: (rein, hydriert)

Butyraldehyd:	0,05-0,1 %
Acetal:	0,2 %
Croton:	0,1-0,2 %
Farbzahl:	mögl. unter 0
Siedeintervall:	ca 20°
Ester:	0,05-0,1 %
Siedebeginn	142°/760 mm

10. Stufenöl: (Hexanol S)

Croton	0,1 - 0,2 %
Harz-Test	max. 10 mg/100 ccm
Siedeintervall	20°
Siedebeginn	60°/760 mm

Ausführungsvorschriften für die einzelnen
Analysen und Bestimmungen.

1. Aldehyd
2. Acetal
3. Brechungsindex
4. Butandiol im Rückstand
5. Butol im Rückstand
6. Croton
 - a) Croton als Verunreinigung
 - b) Reinheitsgrad von Crotonaldehyd
7. Dichte
8. Ester
9. Farbzahl
10. Gefrierpunkt
11. Harztest
12. Methylamin
13. NaOH-Zahl
14. Gl in Elmowasser etc.
15. OH-Zahl
16. Oxybutyraldehyd
17. Permanganat-Probe
18. pH-Bestimmung
19. Salizyltest
20. Siedeanalyse
21. Triol im Rückstand
22. Wasser
 - a) nach Fischer
 - b) mit Benzol
23. KOM-Probe

1. Aldehyd.

Einwaage richtet sich je nach voraussichtlichem Gehalt an Aldehyd, (z.B. für Sprit 50 g). Man gibt Bromphenolblau zu, neutralisiert mit Schwefelsäure $\frac{n}{10}$, und versetzt mit 90 ccm neutralisierter Hydroxylaminchlorhydratlösung $\frac{n}{4}$. Hierauf stellt man 15 Minuten in Eis und titriert dann mit Natronlauge $\frac{n}{10}$ bis zum Umschlag zurück.

Berechnung:

$$\frac{\text{verbrauchte Natronlauge } \frac{n}{10}}{\text{Einwaage}} \cdot 100 \cdot \text{Faktor} = \%$$

Faktoren: Acetaldehyd: 0,0044
Butyraldehyd: 0,0072

2. Acetal.

Einwaage richtet sich je nach dem vermutlichen Gehalt (z.B. für Triol technisch 5 g). Man gibt 50 ccm neutralisierte Hydroxylaminchlorhydratlösung $\frac{n}{10}$ zu, erwärmt eine Stunde lang auf dem Wasserbad (ca 85 - 90°), kühlt ab, setzt als Indikator Bromphenolblau zu und titriert bis zum Umschlag mit Natronlauge $\frac{n}{10}$ zurück. x)

Berechnung:

$$\frac{\text{verbrauchte Natronlauge } \frac{n}{10}}{\text{Einwaage}} \cdot 100 \cdot \text{Faktor} = \%$$

Faktor: 0,0118

3. Brechungsindex:

bei 20° mittels Refraktometer. Die scharf gestellte Schattengrenze muß durch das Fadenkreuz gehen.

x) Wenn schwer spaltbare Acetale vorliegen (z.B. Hexalal A) verdünnt man das eingewogene und neutralgestellte Produkt mit Alkohol (1:5) und kocht 2 Stunden auf dem Wasserbad. Berechnung wie oben. Von dem verwendeten Alkohol wird in einer getrennten Acetalbestimmung der Blindwert ermittelt, der dann vom Hauptwert abgezogen werden muß.

4. Butandiol im Rückstand:

Einwaage 300 g. Man destilliert im Vakuum und macht vom Destillat laufend Gefrierpunktsbestimmungen. Destillationsende, sobald der Gefrierpunkt unter 15° sinkt. Erhaltene Gramm: 3 = %.

5. Butol im Rückstand. (Sumpf Kolonne 7).

Einwaage 300 g. Im Vakuum (Ölpumpe) destilliert man bis zur Übergangstemperatur 120° . Das überdestillierte Butol wird gewogen und davon der Brechungsindex bestimmt, auf Grund dessen aus dem Kurvenblatt der Gehalt an Triol in Prozenten festgestellt wird. Die erhaltene Butolmenge multipliziert man mit dieser Prozentzahl teilt durch 100 und zieht von der überdestillierten Butolmenge ab, teilt diese Zahl durch 3 und hat dann in Prozenten den Gehalt von Butol im Rückstand.

Zahlenbeispiel:

Einwaage 300 g. Bis zu 120° 1 mm erhält man 85 g Substanz vom Brechungsindex 1,4460. Diesem Brechungsindex entspricht ein Triolgehalt von 20 %.

$$\begin{aligned} 85 & \cdot 20 = 1700; \\ 700 & : 100 = 17 \text{ g Triol} \\ 85 \text{ g Gesamtbutol} & - 17 \text{ g Triol} = 68 \text{ g Reinbutol} \\ 68 & : 3 = 22,60 \% \text{ Butol im Rückstand.} \end{aligned}$$

6. Croton.

a) Croton als Verunreinigung, z.B. in Sprit, Triol, Hexanol etc.

Einwaage je nach vermutlichem Gehalt. Dazu gibt man 10 ccm destilliertes Wasser, 6 ccm reine konz. Salzsäure, stellt 3 Minuten in Eis und gibt solange Bromat-Bromat-Lösung zu, bis die gelbe Farbe deutlich besteht bleibt. Man stellt wieder in Eis, fügt 5 ccm Jodkaliumlösung (5 %ig), sowie etwas Stärkelösung zu und titriert mit Natriumthiosulfatlösung n bis zur Entfärbung zurück.

Berechnung:

$$\frac{\text{verbrauchte Natriumthiosulfatlösung } n}{\text{Einwaage}} \cdot 100 \cdot F. = \%$$

Faktoren: Crotonaldehyd: 0,0035.
Crotylalkohol: 0,0036
Crotonsäure: 0,0086

10700

b) Bestimmung des Reinheitsgrades von Crotonaldehyd.

Man wiegt in ein kleines Reagensglas 0,8 - 0,9 g ein, stopf es zu, gibt es in eine Flasche, in der sich 200 ccm destilliertes Wasser und 200 ccm Bromat-Lösung befinden und zertrümmert es mit einem Glasstab, läßt 1 Stunde stehen, fügt 20 ccm reine konz. Salzsäure zu, läßt wieder 1 Stunde stehen und titriert dann mit arseniger Säure n zurück.

$$\frac{n}{I_0}$$
Berechnung:

Verbrauch der arsenigen Säure $\frac{n}{I_0} \cdot 100 \cdot \text{Faktor} = \%$
 $\frac{\text{Linwaage}}{I_0}$

Faktor: 0,0035

Um neben Crotonaldehyd auch den Acetaldehyd zu erfassen, muß noch eine normale Aldehydbestimmung gemacht werden. Die Differenz zwischen beiden Ergebnissen stellt den Gehalt an Acetaldehyd dar.

8. Ester.

Einwaage 50 g. Man verdünnt mit 50 ccm Wasser, gibt 25 ccm Natronlauge n , sowie 1 paar Tropfen Phenolphthalein zu.

$$\frac{n}{I_0}$$

Hierauf kocht man $\frac{1}{2}$ Stunde unter Rückfluß (mit Siedesteinen) titriert dann mit Schwefelsäure n bis zur Entfärbung zurück.

$$\frac{n}{I_0}$$
Berechnung:

Verbrauchte Schwefelsäure $\frac{n}{I_0} \cdot 100 \cdot \text{Faktor} = \%$
 $\frac{\text{Einwaage}}{I_0}$

Faktor: 0,0088

9. Farbnahl:

Zu 5 ccm Produkt gibt man langsam unter Schräghalten des 50 ccm fassenden Reagensglases 5 ccm konz. Schwefelsäure und schüttelt gut um. Nach Ablauf einer Minute vergleicht man den Farbton mit der Farbskala.

10. Gefrierpunkt.

10 ccm Produkt (z.B. Butandiol) werden in einem 50 ccm fassenden Reagensglas, das sich in einer Kältemischung befindet, mit Hilfe eines Kältethermometers gut gerührt. Sobald das Produkt zu kristallisieren beginnt und die Temperatur stehenbleibt, wird abgelesen.

11. Harztest.

100 ccm Produkt werden in einer bis zum Produktspiegel vom Dampf umströmten Glasschale (Jenaer Glas) (Form der Schale am besten halbkugelförmig, Durchmesser 10 cm, Höchstgewicht 50 g) auf dem Wasserbad verdampft, wobei ein Luftstrom von solcher Stärke auf das Produkt aufgeblasen wird, daß es in längstens 20 Minuten verdampft ist. Hierauf kommt die Glasschale in einem auf 110° geheizten Trockenschrank und bleibt 1½ Stunde darin. Sodann läßt man im Chlorkalziumexsikkator 45 Minuten erkalten und bringt zur Wägung. Der Harzgehalt soll 10 mg/100 ccm nicht übersteigen.

12. Methylamin.

In einen 500er Fraktionierkolben gibt man 20 ccm Schwefelsäure n , 250 ccm Produkt (z.B. Sprit oder Kondensat) und 10

Siedesteine, destilliert 250 ccm ab und läßt den Rückstand erkalten. Nun tropft man langsam durch einen Tropftrichter 25 ccm Natronlauge n zu und destilliert dann bis auf einen Rest von ca 5 ccm in eine Kugelvorlage, die 20 ccm Salzsäure n und etwas Methylrot vorgelegt enthält. 10

Hierauf schüttet man in einen Erlenmeyerkolben um, spült gut nach und titriert mit Natronlauge n zurück. 10

Berechnung:

$$a) \frac{\text{Vorgelegte Salzsäure } n}{\text{Einwaage}} - \frac{\text{zurücktitr. NaOH } n}{10} \cdot 100 \cdot \text{Faktor} = \%$$

Faktor: 0,0031.

- 12

$$b) (\text{vorgelegte Salzsäure } n - \text{zurücktitr. NaOH } n) \cdot 12,42 = \text{mg/l}$$

13. NaOH-Zahl.

10 ccm NaOH (20 %ig) werden mit 10 ccm Produkt vermischt, 15 Minuten stehen gelassen. Den aufgetretenen Farbton vergleicht man mit der Farbskala.

14. Öl (in Elmowasser etc.)

Einwaage 1 Liter, oder bei geringen Ölmengen, 2 Liter. Man destilliert über eine kurze Kolonne an (ca 200 - 300 ccm). Das Öl scheidet sich als obenschwimmende Schicht ab. Um aus dem überdestillierten Wasser noch alles Öl herauszutreiben, saugt man nötige falls mit Pottasche aus.

15. OH-Zahl.

Zunächst wird ein Gemisch hergestellt von 3 Teilen Essigsäureanhydrid (Merck) und 2 Teilen Pyridin (mit Bariumoxyd getrocknet). In ein Einschmelzrohr werden vorsichtig 5 g Triol eingewogen. Dazu gibt man 20 ccm von obiger Mischung schmilzt das Rohr zu, schüttelt kräftig um und erhitzt eine Stunde lang im Kupferblock auf 120°. Nach dem Abkühlen spült man mit Wasser in einen 250 ccm Meßkolben und füllt mit Wasser bis zur Marke auf. Nach gutem Durchschütteln und halbstündigem Stehenlassen pipettiert man 25 ccm heraus und titriert diese mit Natronlauge n gegen Thymolphthalein bis zur Blaufärbung.

Anschließend muß noch eine Blindprobe gemacht werden. Von dem eingangs erwähnten Gemisch pipettiert man 10 ccm heraus, füllt im Meßkolben auf 250 ccm auf und titriert von dieser Lösung 50 ccm wie oben.

Berechnung: a) verbrauchte Natronlauge $\frac{n}{1}$ von Blindversuch
b) " " " von Hauptversuch

$$\frac{a-b}{\text{Einwaage}} = \text{Mol \% Hydroxyl (OH-Zahl)}$$

16. Oxybutyraldehyd

Einwaage 10 g. Wird gegen Bromphenolblau neutral gestellt, mit 90 ccm Hydroxylaminchlorhydratlösung n versetzt, 20

Minuten bei Zimmertemperatur stehengelassen und mit Natronlauge n zurücktitriert.

Berechnung:

$$\frac{\text{verbrauchte Natronlauge } \frac{n}{10} \cdot 100 \cdot \text{Faktor}}{\text{Einwaage}} = \%$$

Faktor: 0,0090

17. Permanganat-Probe.

10 ccm Produkt werden mit 0,5 ccm Permanganatlösung 0,1 % gut durchgeschüttelt. Die Zeit bis zur Gelbfärbung wird mit der Stoppuhr bestimmt.

18. pH-Bestimmung.

erfolgt mittels Indikatorpapier oder geeigneten Indikatoren.

19. Salizyltest.

In einem 50 ccm fassenden Reagensglas vermischt man 1 ccm Produkt (z.B. Spirit), 1 ccm Salizyllösung (1 %), 9 ccm reinen Alkohol und gibt hierauf vorsichtig unter Umschütteln 20 ccm konz. Schwefelsäure zu. Man läßt 12 Stunden stehen und bestimmt die Farbe, z.B. unverändert bis leicht gelblich: sehr gut, dunkelbraun bis schwarz: schlecht.

20. Siedeanalyse.

Man füllt 100 g bzw. 100 ccm Substanz in einen 150 ccm fassenden Destillierkolben und destilliert langsam über. Dauer ca 20 Minuten von Beginn (wenn der 5. Tropfen in der Meßzylinder gefallen ist) bis 95 ccm. Die Temperatur wird beim 2., 5., 10. ccm, später alle 10 ccm abgelesen und aufgeschrieben.

21. Triol in Rückstand.

Einwaage 300 g. Man destilliert am Vakuum (Ölpumpe) bis 170°. Erhaltene Triolmenge: 3 = %. Von dem Triol muß der Brechungsindex gemacht werden, der mindestens 1,4700 betragen muß.

22. Wasser.

a) nach Fischer:

Einwaage oder Einpipettierung je nach voraussichtlichem Gehalt. Man titriert mit Fischerlösung bis rötliche Farbe bestehen bleibt.

Berechnung:

$$\frac{\text{verbrauchte Fischerlösung} \cdot 100 \cdot \text{Faktor}}{\text{Einwaage}} = \%$$

Ist sehr viel Wasser enthalten, so wiegt man auf der Analysenwaage eine Menge unter 1 g ein.

Berechnung:

$$\frac{\text{verbrauchte Fischerlösung} \cdot \text{Faktor}}{\text{Einwaage} \cdot 10} = \%$$

Der Faktor der Fischerlösung wird jeden Tag auf folgende Weise errechnet: Man gibt zu 100 ccm Reinbutanol (aus einem Kesselwagen) 0,5 ccm Wasser, pipettiert hierauf davon 5 ccm in einen Erlenmeyerkolben und titriert mit Fischerlösung.

Blindprobe: 5 ccm von obigem Reinbutanol werden ^{ebenfalls} titriert.

$$\text{Faktor} = \frac{\text{verbr. Fischerlsg. v. Haupttitr.} - \text{verbr. F. Lsg. v. Blind}}{25}$$

b) mit Benzol:

Einwaage mindestens 10 g. Man gibt ca 150 ccm Benzol hinzu und erhitzt unter Rückfluß (Verwendung des analytischen Wasserabscheiders). Die im Abscheider abzulesende untere wässrige Schicht gibt in Prozenten direkt den Wassergehalt an.

23. KOH-Probe.

Man gibt in ein Reagensglas eine 2 - 3 cm lange Aetzkalkstange, füllt Sprit darauf bis sie vollständig verdeckt ist, läßt 1/2 Stunde stehen und prüft den Grad der Trübung gegen Vergleichsproben.