

Brennstoffwerk, den 22.Juni 1942.

Br/kr.

In A.S.T.M.-Apparat nach DIN - Richtwert 2 DIN 3672, Sept. 1940,  
werden destilliert:

Akko-Benzin

Stabil-Benzin

Grundbenzin

Leichtbenzin (Festgrenze)

In Kugel-Destillationszylinder werden destilliert:

Leichtbenzin (Betriebskontrolle) mit fließender Wasserkühlung

Schwerbenzin " mit stehender Wasserkühlung

Mittelöl " mit stufenweiser Kühlung

(100 - 120°C mit fließender Wasserkühlung

bis 200° mit stehender Wasserkühlung

über 200° Wasser aus dem Kühlrohr ableiten  
(lassen.)

In Kugel-Destillationszylinder (See zu lang), ohne Kühlmantel, werden  
aus einem 250 cm<sup>3</sup> Destillationsschalen, mit mittlerem Angriff, unter  
Anwendung eines Normalthermostaten destilliert:

Leicht-Kerosin (Betriebskontrolle)

Schwer-Kerosin "

Mittelöl "

Gefech "

Rückstand aus der Ölspaltanlage (Betriebskontrolle)

Kleiner-Dieselkraftstoff (Verkaufsfertiges Produkt)

Leicht-Dieselkraftstoff "

IG.-Kerosin "

Fr. W., den 30. März 1942  
Bw.Eb./Sch.

Qualitätsanforderungen für Isopropylalkohol und sek. Butylalkohol.  
(für den Verkaufszweck).

Isopropylalkohol

sek. Butylalkohol

<u>1) Aussehen:</u>	wasserhell und klar	wasserhell und klar
<u>2) Geruch:</u>	rein, nicht nach Steinkohlenteerdestillaten.	rein, nicht nach Steinkohlenteerdestillaten.
<u>3) Säurezahl:</u>	unter 1 mg KM/100 cm	unter 1 mg KM/100 cm
<u>4) Dichte:</u> <u>bei 15°:</u>	$0,7890 - 0,7897$	$0,8105 - 0,8112$
<u>5) Brechung:</u> <u>index n<sub>D</sub>20:</u>	$1,3770 - 1,3777$	$1,3970 - 1,3977$
<u>6) Siedelang:</u>	Der Siedebeginn soll nicht unter 51,5° und das Ende nicht über 53° liegen.	Der Siedebeginn soll nicht unter 90,8° und das Ende nicht über 100° liegen.
<u>7) Mischbarkeit:</u> <u>mit Wasser:</u>	in jedem Verhältnis klar mischbar.	Trübungspunkt 20 - 27°.
<u>8) Wassergehalt:</u>	weniger als 0,05 % H <sub>2</sub> O	weniger als 0,03 % H <sub>2</sub> O.

Fr. V. o. den 20. März 1942  
Dr. Körn/Sch.

Alkohol-Anlage, Analysenverschriften.

Inhalts:

Grundzügliches zur Probenahme

II. Analysenverschriften für folgende Proben:

I. Angelieferte Rohprodukte

1. Frischessig
2. Metronalze
3. Phenolatlauge

II. Hilfsmittel und Reaktionsprodukte

1. Ester aus Tank
2. Ester nach Mischer
3. Restessig
4. Rohalkohol
5. Blabbertopf, Kaskade
6. Blabbertopf, Entgasung
7. Lauge vor Gasolverdampfung
8. Wasser nach Gasolverdampfung
9. Phenolatlauge aus Dihydrexinigung
10. Frischessig
11. Pottigessig
12. Säure aus Verdampfer
13. Fallwasser
14. Pumpenwasser
15. Letterwasser
16. A-Kolonne

### III. Fertigprodukte

#### 1. Isoprodukte

- a) Proben von Lauf zur Betriebskontrolle
- b) Proben aus der Verlade
- c) Versandproben aus LKW-Liegern

#### 2. Betriebsmittel

- a) Proben von Lauf zur Betriebskontrolle
- b) Proben aus der Verlade
- c) Versandproben aus Leistungslagen

#### 3. Ausalb

- a) Proben von Lauf zur Betriebskontrolle
- b) Versandproben

#### 4. Dilenol

- a) Proben aus der Milchreinigung
- b) Versandproben

#### 5. Ether

- a) Proben von Lauf zur Betriebskontrolle
- b) Versandproben

### IV. Besondere Untersuchungen

#### 1. Kettenbestimmung

Grundzügliches zur Probenahme:

An jeder Probestelle sind täglich 2 mal Proben zu nehmen.  
Ist wegen eines Stillstandes der Anlage die Probenahme nicht möglich, so werden die Proben frühestens eine Stunde nach dem Anfahren des Betriebes genommen. In jedem Falle ist der Grund für das Fehlen einer Bestimmung genau anzugeben.

Werden die Proben aus Stangengläsern oder längeren Leitungen genommen, so muss man vor der eigentlichen Probenahme erst die Flüssigkeit, die nach von der letzten Probenahme im Standglas oder in der Leitung steht, ablaufen lassen.

Prinzipielle

Farbe

Bestimmung der Sichtbarkeit bei 15°, Berechnung der %  $\text{H}_2\text{SO}_4$  an Hand der Tabelle.

Bestimmung der Konzentration durch Titration.

Rund 1 g der Probe wird in einem Erlenmeyer eingeschüttet, mit Wasser verdünnt und mit 1-n-Natriumlauge titriert.

Berechnung:

$$\% \text{ H}_2\text{SO}_4 = \frac{\text{Verbrauch an Natronlauge} \cdot 4,9}{\text{Einschüttung}}$$

Beispiel:

Einschüttung	0,9875 g
Verbrauch an 1-n-Natriumlauge	15,2 cm³
$\% \text{ H}_2\text{SO}_4 = \frac{15,2 \cdot 4,9}{0,9875} = 75,3$	

Vom 50% Gehalt zu beobachten ist, es ist das im Protokoll angegeben.

I. 2.

Notrallagen:

Sie Ermittlung der Konzentration erfolgt gleichfalls mit Hilfe der bei 15° bestimmten Richter.

## II. 1.

### Ester aus Facke (Wichte bei 20°).

Nach längerem Stehen setzt sich zweilen auf dem Ester eine Schicht ab, daher ist der Ester vor dem Einwagen gut zu durchmischen. Dann werden 100 g der Probe in einen 1 l-Kolben eingewogen, mit 160 cm<sup>3</sup> Wasser versetzt und gut durchmischt. Der Alkohol wird abdestilliert. Zum Schluß läßt man noch 5 Minuten bei 100° kochen. Das Destillat wird solange mit getrocknetem Kaliumcarbonat versetzt und geschüttelt, bis ein fester Rückstand von ungelöstem Carbonat auftritt. Pulverförmiges Kaliumcarbonat ist ungeeignet, da sich damit keine scharfe Trennschicht erzielen lässt. Die obere Schicht wird in den mit Messeteilung versehenen Schüttelzyylinder abgelesen.

#### Berechnung des Alkohols:

$$\text{Gewichtsprozent } \text{ROH} = \frac{\text{cm}^3 \text{ obere Schicht}}{\text{cm}^3 \text{ gesamter Flüssigkeit}} \cdot 100\% = 0,8\%$$

Der nach der Destillation im Kolben verbleibende Säurerest wird im gleichen Kolben zurückgewogen, bei 15° gespindelt und der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Gehalt wird von der Tabelle abgelesen.

#### Berechnung der Schwefelsäure im Ester:

$$\text{Gewichtsprozent H}_2\text{SO}_4 = \frac{\text{Säurerückwange} \cdot \% \text{ H}_2\text{SO}_4 \text{ aus Tabelle}}{100}$$

#### Beispiel:

Einwage 100 g

obere Schicht im Destillat

nach Aussalzen mit Kaliumcarbonat: 24 cm<sup>3</sup>

Gewichtsprozent ROH: 24 : 100 = 24 %

Säurerückwage: 156 g

Wichte bei 15° 1,015, 40,9 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>

$$\text{Gew.-\% H}_2\text{SO}_4 = \frac{156 \cdot 40,9}{100} = 63,9\%$$

## II. 2.

### Ester nach Kischer

Sichter bei 20°

600 g werden in einem 1 l-Kalben eingewogen. Der Alkohol wird abdestilliert (Siedez. 100°) und mit Kaliumcarbonat umgesetzt.

Berechnung des Alkohols:

$$\text{Gew.-\% ROM} = \frac{\text{Sauerstoffmenge aus (obere Schicht)}}{600} \cdot 0,8$$

Der nach der Destillation im Kalben verbliebene Säurerest wird im gleichen Kalben zurückgewogen, bei 15° geprindelt und der  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -Gehalt aus der Tabelle abgelesen.

Berechnung der Schwefelsäure nach Ester aus Kischer:

$$\text{Gew.-\% } \text{H}_2\text{SO}_4 = \frac{\text{Sauerstoffmenge} \cdot 1 \text{ H}_2\text{SO}_4 \text{ aus Tabelle}}{600}$$

Beispiel:

Einzug: 600 g

obere Schicht im Destillat nach  
Auszählen mit Kaliumcarbonat: 61 g

$$\text{Gew.-\% ROM} = \frac{61 \cdot 0,8}{600} = 8,14 \%$$

Säurerückfrage : 521 g

Sichter bei 15° = 1,225; 30,5 %  $\text{H}_2\text{SO}_4$

$$\text{Gew.-\% } \text{H}_2\text{SO}_4 = \frac{521 \cdot 30,5}{600} = 26,5 \%$$

III. 3.

Bestattung

Wichte bei 15° und Bestimmung des  $\text{K}_2\text{SO}_4$ -Gehaltes nach Tabelle.  
Die Bestimmung des Alkoholgehaltes erfolgt genau so wie beim  
Roter nach Kiecher (Abschnitt III. 2.).

III. 4.

Zahlreiche

Der Inhalt der Verlageren 12 und 13 besteht gewöhnlich aus 2 Schichten. Es werden angegeben: Gewichtsanteile der Flüssigkeit in der Verlager und Höhe der oberen Schicht. Sind die Verlageren bis zum Überlauf gefüllt, so beträgt die Gesamthöhe 135 cm.

Bestimmung des Alkoholgehaltes:

Oberer Schicht:

100 cm der Probe werden so lange mit gekochtem Kaliumcarbonat versetzt und geschröpft, bis ein fester Rückstand von ungelöstem Carbonat auftritt. Die obere Schicht wird in den mit Maasteilung versehenen Schnittzylinder abgelesen.

Berechnung des Alkoholgehaltes:

$$\text{Gew.-\% BOH} = \frac{\text{cm ungelöster Schicht} \cdot 0,9}{50}$$

Beispiel:

Zur Bestimmung eingesetzt: 100 cm obere Schicht

Wichte der Probe bei 20° : 0,952

umgesetzter Alkohol : 86 cm

$$\% \text{ BOH} = \frac{86 \cdot 0,9}{0,952} = 80,7 \%$$

Untere Schicht:

Die Bestimmung des Alkohols erfolgt genau so wie in der oberen Schicht.

II. 5. und II. 6.

Bestimmung, Kochsalz

Bestimmung, Magnesium

1 ccm wird mit 1-n oder 1/10-n-Schweifelsäure titriert.

Indikator: Methylorange.

$$5 \text{ g KOH} = \text{ccm } 1\text{-n-H}_2\text{SO}_4 \cdot 4$$

1,1

$$= \text{ccm } 0,1\text{-n-H}_2\text{SO}_4 \cdot 0,4$$

1,1

II. 7.

Lage der Gasentfernung

Die Ermittlung der Konzentration erfolgt mit Hilfe der bei  
15° bestimmten Richte.

III. 8.

Wasser nach Gaselverdampfung

Bestimmung des  $P_y$ -Wertes.

II. 10.

Frischablage

Die Säure wird nach Möglichkeit aus dem Hahn an der Säurepumpe entnommen, andernfalls aus dem Standglas am Desiergefäß.

Für die Wichte bei 15° wird der Prozentgehalt an  $H_2SO_4$  aus der Tabelle abgelesen.

III. 11. und III. 12.

Perticulare und

Sätze aus Verordnungen

Bestimmung des Prozentgehaltes aus der Wichte bei 15°.

**II. 13. und II. 14.**

---

**Fallsoester**

**Fallsoester**

**Bestimmung des P<sub>1</sub>-Wertes.**

## III. 15.

### Untersuchen

Das Butterwasser wird aus dem Probekahn im Innern der Anlage entnommen (nicht aus dem Abscheider im Freien).

Die Probe wird in einen 1 l-Kolben eingewogen, der Alkohol abdestilliert (Siedeende 100°) und das Destillat ausgesaugt.

$$\text{Gew.-\% BOM} = \frac{\text{gewogene Masse} - 0,2}{\text{Einsauge}} \cdot 100$$

Besteht die Probe aus 2 Schichten, so ist die gesamte Menge zur Bestimmung einzusetzen.

Bestimmung des  $P_1$ -Wertes:

Staubige Öltröpfchen sind vor der Untersuchung durch Filtrieren zu entfernen.

## II. 16.

### A-Kalome

#### Benzalbestimmung:

5 cm<sup>3</sup> der Probe werden in einem Eggerttrichter mit 40 cm<sup>3</sup> Wasser geschüttelt, anschließend wird die obere Schicht abgelesen. Eine scharfe Trennung der Schichten wird durch Zugabe einiger Körnchen Kochsalz erreicht.

#### Berechnung:

Vol.-% Benzal = obere Schicht nach dem Schütteln(20).

#### Beispiel:

Eingesetzte Probe: 5 cm<sup>3</sup>

obere Schicht nach dem Schütteln: 3,4 cm<sup>3</sup>

Vol.-% Benzal: 3,4 . 20 = 68 Vol.-%

Der Benzolgehalt wird für alle mit Probeklinnen versehenen Kalomeabläufen bestimmt. Anzusehen werden alle Thermometer der A-Kalome abgelesen.

### **III.**

---

#### **Untersuchung der Fertigprodukte**

**Handelt es sich bei der Untersuchung der Fertigprodukte um die Betriebsüberwachung, so werden nur die wichtigsten Daten bestimmt.**

**Die Versandproben werden jedoch eingehender untersucht.**

### III.

#### Untersuchung der Fertigprodukte

Handelt es sich bei der Untersuchung der Fertigprodukte um die Betriebsüberwachung, so werden nur die wichtigsten Daten bestimmt.

Die Versandproben werden jedoch eingehender untersucht.

III. I. a)

Isopropylalkohol

Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle

Es werden bestimmt:

1. Wichte bei 15° (auf 4 Stellen genau).
2. Mischbarkeit mit Wasser.

Isopropylalkohol muss in jedem Verhältnis mit Wasser mischbar sein. Man gibt 10 ccm Isopropylalkohol in einen Schmiedezylinder und fügt zunächst tropfenweise Wasser hinzu, dann füllt man auf 20 ccm, 50 ccm, schließlich auf 100 ccm Gesamtvolume auf. Es darf in keinen Fall eine Trübung auftreten.

III. I b)

Proben aus der Verlager

Anzugeben ist:

1. Wichte bei  $15^{\circ}$  (auf 4 Stellen genau)
2. Mischbarkeit mit Wasser
3. Brechungsindex bei  $20^{\circ}$  ( $n_D^{20}$ )
4. Säureszahl: mg KOH/100 cm.

a)

III. 1 e)

Ionenanalyse von Isopropanol

1. Dichte bei 15°
2. Mischarbeit mit Wasser
3. Brechungsindex bei 20°
4. Sturenzahl mg KOH/100 cm³
5. Jodzahl
6. Gew.-% H₂O
7. Siedeanalyse nach Krämer - Spilker.
8. Gew.-% H₂O.

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

Nach einer Einwage von ca. 5 - 7 g Magnesiumnitrid in einem Erlenmeyerkolben wird ein Schiß aufgesetzt, an dem ein Tropftrichter und ein Tropfenfänger angeschmolzen sind. An dem Tropfenfänger schließt sich ein senkrecht stehender Kühlrohr an. Die Verlängerung des Kühlrohrs reicht bis zum Boden einer Saugflasche, die 50 cm n/10-H₂SO₄ enthält und mit einer Wasserstrahlpumpe in Verbindung steht, um ein Zurücksteigen der Schwefelsäure während der Destillation zu verhindern. Die durchgesaugte Luft wird mit Chlortalcium oder mit Kieselgel getrocknet. Die Alkoholprobe (50 cm) gibt man aus dem Tropftrichter zu dem Magnesiumnitrid. Man destilliert so lange, bis ein Stoßen und Spritzen des Magnesiumnitrids auftritt. Dann wird der Überschuss der vorgelegten Schwefelsäure mit n/10-Natronlauge zurücktitriert.

Berechnung:

$$\text{Gew.- Wasser} = \frac{\text{Verbrauch an } H_2SO_4 \cdot 5,403}{50 \cdot \text{Dichte des Alkohols} \cdot 10}$$

Beispiele:

50 cm Isopropanolalkohol ( $D_{20} = 0,786$ )  
50 cm n/10-H₂SO₄ vorgelegt

b)

III. 1 e)

45,2 cm n/10 NaOH surjektitriert

1,8 cm n/10 H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> verbraucht.

$$\text{Gew.-\% Wasser} = \frac{1,8 \cdot 5,465}{50 \cdot 0,785 \cdot 10} = 0,025 \% \text{ H}_2\text{O}$$

Das zur Wasserbestimmung benutzte Magnesiumnitrid muss frei von Ammoniak sein. Zur Entfernung der letzten Ammoniakspuren gibt man das Magnesiumnitrid in eine heiße Porzellschale und kühlt im Exsikkator über Phosphorpentoxyd (bei Anwesenheit von Calciumchlorid) ab.

III. 2 a)

Butylalkohol.

Proben vom Lauf zur Betriebskontrolle.

Es werden bestimmt:

1. Dichte bei 15°.
2. Trübungspunkt und Löslichkeit im Wasser.

Das System sek. Butylalkohol-Wasser besitzt eine Mischungslücke. Die untere Grenze der Mischungslücke liegt bei 20,00 Gew.% sek. Butylalkohol und 80,00 Gew.% Wasser (bei 20°).

Zur Bestimmung des Trübungspunktes werden mit einer Pipette oder Pipette 25 cm<sup>3</sup> Butylalkohol und 50 cm<sup>3</sup> Wasser genau abgemessen und in ein 300 cm<sup>3</sup> fassendes Reagenzglas gegeben. Die Mischung wird in einem Wassertopf (800 cm<sup>3</sup> Becherglas) unter Umrühren langsam erwärmt bis eine Trübung auftritt. Die dazu gehörige Temperatur wird an einem in zehntel Grade geteilten Thermometer abgelesen. Wenn die Mischung bei Zimmertemperatur schon trübe ist, muss sie zur Ermittlung der Trübungstemperatur langsam abgekühlt werden bis die Trübung verschwindet. 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.

Das oben angegebene Mischungsverhältnis entspricht einem 20,15 %igen Alkohol. Die Abweichung von den vorgeschriebenen Prozentgehalt von 20,00 % kann aber bei der Bestimmung des Trübungspunktes vernachlässigt werden.

III. 2 b)

Festen aus der Verlasse

Angegeben ist:

1. Wichte bei  $15^{\circ}$ .
2. Prüfungspunkt und Melchkeit in Verzesse (III. 2 a).
3. Brechungswinkel bei  $30^{\circ}$  ( $n_p^{30}$ ).
4. Schraubzahl zur DIN/100 mm.

III. 2 e)

Leistungsfähigkeit eines Konservierens

1. Sichtbarkeit bei  $15^{\circ}$ .
2. Erhöhungspunkt und Melancholie in Wasser. (III 2 a) 2).
3. Brechungsexponent bei  $20^{\circ}$ .
4. Schüttzahl mg Hg/100 cm<sup>2</sup>.
5. Siedzahl.
6. Gew.-% H<sub>2</sub>O (vergl. III. 1 e).
7. Siedeanalyse nach Krämer - Sylicher.

III. 4 a)

Proben aus der Diamolydinung

1. Farbe
2. Wichte bei  $15^{\circ}$
3. Siebanalyse (ASTM): Es ist anzugeben, wann Schwerförmung und  $50_{\mu}$ -Durchtritt.

III. 3 a)

Aether

Prüfen von Laut zur Betriebskontrolle

1. Volum-% Alkohol.

100 cm<sup>3</sup> der oberen Schicht aus dem Aetherreicher werden mit 200 cm<sup>3</sup> Wasser gemischt. Nach der Trennung der Schichten wird die obere Schicht abgelesen (= Volum-% Aether). Zieht man diesen Wert von 100 ab, so erhält man den Gehalt an Alkohol.

Die Ausbildung einer scharfen Trennschicht wird durch Zusatz einiger Kirschenkohleins nach dem Schütteln erreicht.

2. Volum-% Wasser.

100 cm<sup>3</sup> Aether werden mit 100 cm<sup>3</sup> Benzol (Methoxybenzol) vermischt und im Wasserbestimmungsapparat nach Becham/Merckens zum Sieden erhitzt. Nach ungefähr einer halben Stunde vergesamt sich die abgeschiedene Wasserschicht nicht mehr. Die abgelesenen cm geben den Wassergehalt in Volum-% an.

a)

III. 5 b)

Vorversuch

1. Farbe.
2. Wichte bei  $15^{\circ}$ .
3. Vol.-% Alkohol (vergl. Abschnitt III. 5 a).
4. Vol.-% Wasser (III. 5 a).
5. OH-Zahl.
6. Jodzahl.
7. Prüfung auf Peroxyde.
8. Dampfdruck nach Raub.
9. Abkühlungstest.
10. Siedeanalyse (ASTM).

Zu OH-Zahl

Die zu untersuchende Substanz wird in einen Iosom-Kolben eingewogen. Die Einwage ist so zu wählen, dass ein mindestens 10 %iger Überschuss am Acetylchlorid vorhanden ist. In allgemeinen ist eine Einwage von 0,2 g ausreichend. Die Probe wird in 5 cm trockenem Pyridin gelöst und mittels der Beroma-Bürette mit 5 cm 1 - 1,5 molarer Acetylchloridlösung versetzt, wobei die Spitze der Bürette möglichst in die Lösung eintaucht. Man hat darauf zu achten, dass von dem Reaktionsprodukt zwischen Pyridin und Acetylchlorid nichts an der Bürette hängen bleibt. Darauf wird der Kolben mit einem gut schließenden Gummistopfen verschlossen und 5 Minuten im Wasserbade unter ständigen Schütteln auf  $65 - 70^{\circ}$  erhitzt.

Man kühl dann unter der Wasserleitung ab, gibt 10 cm Wasser hinzu und schüttelt kräftig durch und erhitzt noch 3 Minuten. Nach dem Abkühlen wird der Kübler mit Wasser gut durchgespült und die Mischung nach Zusatz von Phenolphthalein mit n/2-alkohol. KOH titriert. Die S.I. der Probe ist gesondert zu bestimmen. Ein Blindversuch einer 8-Einwage ist in der gleichen Weise durchzuführen.

Berechnung:

$$\text{OH-Zahl} = \frac{(\text{Blindversuch} - \text{Reaktionsversuch})}{\text{Reaktionsversuch}} \cdot 20,92 + \text{S.I.}$$

b)

III. 9 b)

### Material

Rückstand 0,2177 g  
Klindversuch 23,15 cm  
Hauptversuch 20,73 cm  
S.d.s. 0,0

$$\text{OH-Zahl} = \frac{(23,15 - 20,73)}{0,2177} + 0,0 = 116$$

Das Pyridin wird über Bariumoxyd getrocknet. Es muss durch Filtrieren durch ein doppeltes Filter vollständig von Bariumoxyd befreit werden.

Die zu untersuchenden Proben müssen vollkommen wasserfrei sein, sie werden am besten mit geätztem Kaliumcarbonat getrocknet.

Zur Herstellung der Acetylchloridlösung werden 75 - 100 cm Acetylchlorid mit trockenem Toluol auf 1.000 cm Gesamtvolumen aufgefüllt.

#### 1. Prüfung auf Peroxyde

15 cm Ether werden mit 2 cm einer frisch bereiteten 5 %igen Kaliumjodidlösung 5 Minuten geschüttelt. Ausscheidung von Jod (Gelbfärbung der wässrigen Lösung) zeigt Peroxyde an.

#### 2. Siedeanalyse

Die Siedeanalyse darf erst durchgeführt werden, wenn die Prüfung auf Peroxyde (Abschnitt 7) negativ ausgefallen ist.

No. 1.

Bestimmung von Aceton

Ketonbestimmung

Die Einnage zur Ketonbestimmung hängt vom Ketongehalt der Probe ab. Bei größeren Konzentrationen genügt eine Einnage von 1 g, bei geringeren Konzentrationen können bis zu 20 g der Probe angewandt werden.

Vorarbeit:

Die gegen Nethylorange neutrale Probe wird mit 10 cm einer anhydrioi normalen Hydroxylaminsalzlösung und 150 cm destilliertem Wasser gut durchgeschüttelt, dann lässt man das Gemisch etwa eine halbe Stunde bei Zimmertemperatur stehen. Die freiwerdende Säure wird mit 1/10 Natronlauge und Nethylorange als Indikator titriert.  
Der Natronlangeverbrauch der Hydroxylaminsalzlösung ist in einem Blindversuch gesondert zu bestimmen.

Potentiometrie

% Methyläthylketon =

100 x 1/10 NaOH in Paravore - 100 x 1/10 NaOH in Blindversuch  
Einnage

Potentiell:

Einnage 0,2620 g

Hauptversuch 39,2 cm

Blindversuch 3,5 cm

$$\text{Methyläthylketon} = \frac{39,2 - 3,5}{0,2620} \cdot 0,72 = 94,5 \%$$

Handelt es sich um die Bestimmung von Aceton, so wird an Stelle des Faktors 0,72 der Wert 0,50 eingesetzt.