

Bestimmung von Kohlenwasserstoffen  
in Fettalkoholen, insbesondere in Lorolen  
(PC-Lorol und Kokoslorol)

Die Fettalkohole werden durch Umsetzung mit einem Kalikalkgemisch 1 : 2 zunächst bei  $100^{\circ}$  als Alkoholate gebunden und diese dann bei  $250 - 280^{\circ}$  zu fettsauren Salzen oxydiert. Vorhandene Kohlenwasserstoffe werden dabei abdestilliert und in einer Vorlage mit Absorptionsgefäß festgehalten. Nach der Wägung wird das Destillat gegebenenfalls noch untersucht. Eine Aufarbeitung des Rückstandes kann bei Lorol-Untersuchungen unterbleiben, da unter den Versuchsbedingungen nichtflüchtige höhere Kohlenwasserstoffe hierin nicht vorhanden sind.

Apparatur:

Destillationssatz, bestehend aus Retorte, Haube und Vorlage mit angeschmolzenem Absorptionsgefäß gemäß Zeichnung. Das Absorptionsgefäß der Vorlage wird mit Paraffinstückchen gefüllt.

Elektrischer Ofen, zur Heizung der Retorte auf  $100^{\circ}$  und  $250 - 280^{\circ}$  regulierbar. Ein solcher Ofen kann aus einem 1 Liter-Becherglas, das mit Chromnickeldraht umwickelt und gut isoliert wird, behelfsmäßig hergestellt werden.

Reagenzien:

Paraffin zur Beschickung des Absorptionsgefäßes der Vorlage.  
Kalikalkgemisch 1 : 2, das wie folgt hergestellt wird:

Das käufliche KOH in Stangen, Plätzchen- oder Pulverform, das als trocken bezeichnet wird, enthält ca. 20 % Wasser und muss erst entwässert werden. Es wird im Eisen-, Nickel- oder Silbertiegel über freier Flamme erhitzt. Bald nach dem Schmelzen beginnt das Wasser unter heftigem Aufwallen zu entweichen. Ist alles Wasser verjagt, so beruhigt sich die Schmelze und wird klar. Man lässt sie unter Ausschluss von Feuchtigkeit erkalten, löst sie dann durch kräftiges Umsützen aus dem Tiegel, zer-



das im Ablaufrohr befindliche wenige Destillat noch in die Vorlage tropft. Nachdem die Vorlage mit den erhaltenen Kohlenwasserstoffen gewogen ist, empfiehlt sich bei einem grösseren Gehalt an KW die Bestimmung der Hydroxylzahl zum Beweis, dass in der Vorwärmzeit die Alkoholatbildung ordnungsgemäss verlaufen ist und keine Fettalkohole mit übergegangen sind. Auch empfiehlt sich die Bestimmung der Carbonylzahl als Beweis, dass in der Hauptreaktionszeit keine Ketonisierung eingetreten ist.

Die Bestimmung der Kohlenwasserstoffe neben primären Alkoholen nach der Kalikalkmethode ist zu den angegebenen Bedingungen selbstverständlich nur dann möglich, wenn der Siedepunkt der Kohlenwasserstoffe unter  $280^{\circ}$  liegt. Liegt er darüber, so muss entweder im Vakuum gearbeitet, oder es muss das Reaktionsgemisch nach beendeter Reaktion mit Aether extrahiert und der Kohlenwasserstoffgehalt weiter nach den üblichen Methoden der Fettbestimmung ermittelt werden.