

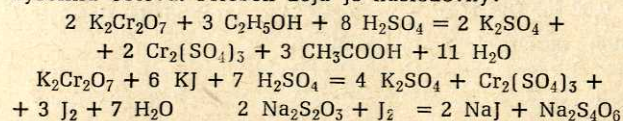
Rýchla metóda na stanovenie alkoholu v roztokoch a záparách

ERVÍN KELLERMANN, Kvasný priemysel, n. p., Trenčín

663,5 : 545,37

V národnom podniku Kvasný priemysel, Trenčín, sme vyskúšali a uviedli do praxe rýchly spôsob na stanovenie alkoholu podľa *E. Martina a K. R. Dietricha*.

Princíp metódy spočíva na oxydácii alkoholu dvojchromanom draselným v prítomnosti kyseliny sírovej na kyselinu octovú. Priebeh deja je nasledovný:



Alkohol sa mení na kyselinu octovú kvantitatívne a za daných podmienok je kyselina octová stála a nepodlieha ďalším zmenám.

K prevedeniu sú potrebné tieto roztoky:

1. Asi 0,05 N roztok dvojchroman-kyselina sírová, ktorý sa pripraví takto: 2,45 g dvojchromanu draselného sa rozpustí v 500 ml vody a doplní koncentrovanou kyselinou sírovou na 1 l. Ak nie je k dispozícii čistá kyselina sírová, treba najprv v nej sa nachádzajúce oxydovateľné látky zoxydovať. V tomto prípade sa dvojchroman rozpustí najprv v 20–30 ml vody, pridá sa 500 ml kyseliny sírovej a zohrieva sa asi hodinu pri teplote 100 °C. Potom sa ochladí a opatrne doplní vodou na 1 l (silné zohrievanie!). Faktor tohoto roztoku sa stanoví, ako bude ďalej uvedené, a v prípade potreby sa pridá ďalšie množstvo dvojchromanu.

2. 0,1 N roztok thiosíranu sodného.

3. Roztok jodidu draselného, okrúhle 100%ný.

4. 2%ný roztok škrobu, ktorý sa kvôli stálosti môže nasýtiť chloridom sodným.

5. Alkalická voda, ktorá obsahuje 1,5 ml 1 N NaOH asi v 100 ml vody.

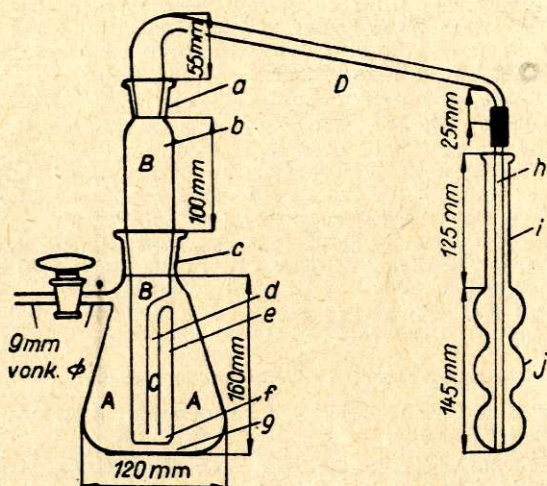
Stanovenie alkoholu sa prevádza v prístroji podľa obr. 1. V tomto prístroji sa alkohol destiluje vodnou parou. Postup je nasledovný:

1. *Slepý pokus (stanovenie titra roztoku dvojchroman-kyselina sírová)*

20 ml roztoku sa odpipetuje do predlohy. Potom sa vnesie 10 ml (bez veľkej presnosti) alkalickej vody do nasadnej trubice B, a aparátúra sa zloží tak, aby prestupník siahal až na dno predlohy s roztokom dvojchromanu. V Erlenmayerovej baňke sa nachádza asi 400 ml vody, ku ktorej sa pridajú varné kamienky. Pri otvorení kohúta sa zahrieva až k varu, krátky okamžik sa nechá unikať vodná para a potom sa kohút uzavrie.

Para potom prechádza vtavenou trubičkou C cez alkalickejšiu vodu a prestupník do predlohy.

Para spočiatku v predlohe kondenzuje a potom uvedie obsah predlohy do varu. Zohrievanie sa nastaví tak, aby var v predlohe nastal asi za päť minút. Potom sa destiluje ešte ďalších päť minút, poloha predlohy sa zníži



Obr. 1. Prístroj na stanovenie alkoholu

A — Erlenmayerova baňka, B — nasadná trubica, C — nádržka na alkalickú vodu, D — prestupník; a — normálny zábrus 26 mm, b — vonkajší priemer 40–43 mm, c — normálny zábrus 45/40 mm, d — vnútorná trubica, vonkajší priemer 8 mm, e — vonkajšia trubica, vonkajší priemer 38 mm, f — vzdialenosť od dna 3 mm, g — vzdialenosť od dna 7 mm, h — vnútorná trubica vonkajší priemer 7 mm, i — vonkajšia trubica vonkajší priemer 18 mm, j — gule vonkajší priemer 44 mm, k — vonkajší priemer 9 mm

tak, aby prestupník bol ponorený len asi 1 cm od kvapaliny a destiluje sa ďalšie 2 minuty.

Potom sa destilácia preruší, prestupník sa spláchnie vodou do predlohy a obsah predlohy sa kvantitatívne preniesie do Erlenmayerovej baňky na 200 ml tak, aby objem kvapaliny bol asi 100 ml. Tekutina sa pod vodou ochladí, pridá sa 2 ml roztoku jodidu draselného, 1 ml škrobového roztoku a titruje sa 0,1 N thiosíranom sodným až do odfarbenia. Spotrebované ml 0,1 N roztoku thiosíranu sodného sa použijú pri výpočte ako spotreba na slepý pokus.

2. Stanovenie alkoholu

Prevedenie je totožné ako pri slepom pokuse, ale k alkalickému roztoku sa do nasadnej trubice pridá 1 ml

vzorky, ak obsahuje asi 1 % obj. alkoholu; ak obsahuje alkoholu asi 2 % obj., pridá sa len 0,5 ml vzorky. Pri vyšších koncentráciách je potrebné príslušné riedenie.

Pri sériových pokusoch treba dbať na to, aby po predchádzajúcich pokusoch, kedy voda v Erlenmayerovej baňke je ešte horúca, sa po pridaní vzorky ihneď nasadil priestupník, lebo ináč vznikajú straty alkoholu.

3. Výpočet

Ekvivalentná váha alkoholu pri oxydácii dvojchromanom je podľa uvedených vzorcov $\frac{1}{4}$ molekulárnej váhy, t. zn. 11,5 g = 14,6 ml. Potom 1 ml 0,1 N dvojchromanu je 0,00115 g = 0,00146 ml alkoholu. Výpočet sa prevedie podľa nasledovného vzorca

$$\frac{(a - b) \cdot 0,00146 \cdot 100}{c} = \text{obj. \% alkoholu,}$$

kde a je počet ml thiosíranu pri slepom pokuse,

b je počet ml thiosíranu v hlavnom pokuse,

c je počet použitých ml skúmaného roztoku.

Na popísanej aparátúre sme previedli rad meraní a porovnávali sme dosiahnuté výsledky s bežnou metódou stanovenia pomocou pyknometra. Pri koncentrácii alkoholu okolo 1 % obj., ktorý je bežný v našej prevádzkovej praxi, sme mali odchylky $\pm 0,02$ %, ktorá presnosť pre bežné analytické stanovenia stačí. Metóda je rýchla, jedno prevedenie trvá asi $\frac{1}{2}$ hodiny, oproti $1\frac{1}{2}$ hodiny pri bežne užívanom spôsobe. Hodí sa ako pri bežnej analytickej kontrole v prevádzke, tak aj pri laboratórnych pokusoch, najmä tam, kde sa pracuje s malými objemami, a umožňuje pohodlne sledovať objemové zmeny v kvasiacich záparách.

Sklenená aparátúra je vhodná aj na stanovenie prchavých kyselín.

Záver

Bola vyskúšaná a do praxe uvedená metóda na stanovenie alkoholu podľa Martina-Dietricha. Metóda je rýchla, jedno stanovenie trvá $\frac{1}{2}$ hodiny a dáva výsledky s presnosťou $\pm 0,02$ %. Je uvedený podrobný popis metódy.

Došlo do redakcie 12. 8. 1959.

СКОРОСТНОЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СПИРТА В РАСТВОРАХ И ЗАТОРАХ

Был разработан, проверен и внедрен в практику на заводах метод Мартен-Дитриха для определения спирта. Метод обеспечивает возможность скоростного определения, так как один анализ требует приблизительно лишь $\frac{1}{2}$ часа, при чем погрешность результатов не выходит за пределы $\pm 0,02$ %. Метод в статье подробно описывается.

SCHNELLMETHODE DER ALKOHOLBESTIMMUNG IN LÖSUNGEN UND MAISCHEN

Die Methode der Alkoholbestimmung nach Martin-Dietrich wurde erprobt und in die Praxis eingeführt. Die Methode ist schnell; eine Bestimmung dauert $\frac{1}{2}$ Stunde. Die Präzision der Ergebnisse ist $\pm 0,02$ %. Die Methode wird ausführlich beschrieben.

QUICK METHOD FOR DETERMINATION OF ALCOHOL IN SOLUTIONS AND MASHES

Martin-Dietrich method for determination of alcohol has been verified and introduced in refineries. The method is a rapid one, since an analysis takes only $\frac{1}{2}$ hour. Mean error in the results does not exceed $\pm 0,02$ %. The method is described in detail.

II. mezinárodní veletrh v Brně ve dnech 11. až 25. září 1960

Jak bylo rozhodnuto, bude se II. mezinárodní veletrh v Brně konat ve dnech 11. až 25. září 1960. Takto brněnský veletrh navazuje bezprostředně na podzimní veletrh v Lipsku, naproti tomu veletrh v bulharském Plovdivu, který začíná 18. září 1960, navazuje na veletrh v Brně.

Stanovený termín, jenž byl dohodnut mezi pořadateli veletrhů ve všech třech zúčastněných zemích, umožní obchodním zájemcům a technikům navštívit v krátké době tři významné veletrhy: veletrh spotřebního zboží v Lipsku, veletrh strojírenských výrobků v Brně a všeobecný veletrh v Plovdivu.