

Anlage 3**ÖAB 2008/004****ETHANOL 70 Prozent****Ethanolum 70 per centum**

Aethanolum dilutum

Definition

Ethanol 70 Prozent ist eine Mischung von Ethanol 96 Prozent und Wasser.

Gehalt: Ethanol 70 Prozent enthält mindestens 69,2 und höchstens 71,5 Prozent (V/V) Ethanol (C₂H₆O; *Mr* 46,07) beziehungsweise mindestens 61,5 und höchstens 64,0 Prozent (mlm) Ethanol (C₂H₆O; *Mr* 46,07) bei 20 °C.

Herstellung

Ethanol 96 Prozent 665 g

Wasser, Gereinigtes 335 g

Eigenschaften

Aussehen: klare, farblose, flüchtige Flüssigkeit

Löslichkeit: mischbar mit Wasser und Dichlormethan

Die Substanz brennt mit blauer, nicht rußender Flamme.

Prüfung auf Identität

1: A, B

2: A, C, D

A. Relative Dichte (2.2.5): 0,883 bis 0,889

B. IR-Spektroskopie (2.2.24)

Vergleich: Ethanol-70 Prozent Referenzspektrum des ÖAB. Das Spektrum der Substanz muss unter den gleichen Bedingungen aufgenommen werden wie das Referenzspektrum von Ethanol 70 Prozent.

C. 0,2 ml Substanz werden in einem 10-ml-Becherglas mit 1 ml einer Lösung von Kaliumpermanganat *R* (10 g · l⁻¹) und 0,2 ml verdünnter Schwefelsäure *R* gemischt. Das Becherglas wird sofort mit einem Filterpapier bedeckt, das mit einer frisch hergestellten Lösung von 0,1 g Natriumpentacyanonitrosylferrat *R* und 0,5 g Piperazin-Hexahydrat *R* in 5 ml Wasser *R* getränkt ist. Nach einigen Minuten entwickelt sich auf dem Filterpapier eine intensive Blaufärbung, die nach 10 bis 15 min verblasst.

D. 1 ml Substanz wird mit Wasser *R* zu 100 ml verdünnt. Werden 5 ml Lösung mit 3 ml verdünnter Natriumhydroxid-Lösung *R* und anschließend langsam mit 2 ml Jod-Lösung (0,05 mol · l⁻¹) versetzt, entwickelt sich der Geruch nach Jodoform. Innerhalb von 10 min bildet sich ein gelber Niederschlag.

Prüfung auf Reinheit

Aussehen: Die Substanz muss klar (2.2.1) und farblos (2.2.2, Methode II) sein. 0,5 ml Substanz wird mit Wasser *R* zu 10 ml verdünnt. Nach 5 min langem Stehen muss die Lösung klar (2.2.1) sein.

Sauer oder alkalisch reagierende Substanzen: 20 ml Substanz werden mit 20 ml kohlendioxidfreiem Wasser *R* und 0,1 ml Phenolphthalein-Lösung *R* versetzt. Die Lösung ist farblos. Nach Zusatz von 1,0 ml Natriumhydroxid-Lösung (0,01 mol · l⁻¹) muss eine Rosafärbung auftreten (30 ppm, berechnet als Essigsäure).

Flüchtige Verunreinigungen: Gaschromatographie (2.2.28).

Untersuchungslösung: 100 ml Substanz werden mit 25 µl 4-Methylpentan-2-ol *R* versetzt.

Referenzlösung: 50,0 ml Substanz werden mit 125 µl 4-Methylpentan-2-ol *R*, 75 µl wasserfreiem Methanol *R*, 4 µl Acetaldehyd *R*, 12 µl Acetal *R* und 1 µl Benzol *R* versetzt. 20 ml Lösung werden mit Substanz zu 200 ml verdünnt.

Säule:

-Größe: $l = 30 \text{ m}$, $\varnothing = 0,32 \text{ mm}$

-Stationäre Phase: Poly[(cyanopropyl)(phenyl)][dimethyl]siloxan *R* (Filmdicke 1,8 µm)

Trägergas: Helium zur Chromatographie *R*

Durchflussrate: 1,5 ml · min⁻¹

Splitverhältnis: 1 : 20

Temperatur:

	Zeit (min)	Temperatur (°C)
Säule	0-12	40
	12-32	40-240
	32-42	240
Probeneinlass		260
Detektor		260

Detektion: Flammenionisationsdetektor

Einspritzen: je 1 µl

1 µl Referenzlösung wird eingespritzt. Die Empfindlichkeit des Systems wird so eingestellt, dass die Höhe des zweiten Peaks, der vor dem Hauptpeak eluiert, mindestens 50 Prozent des maximalen Ausschlags beträgt.

Eignungsprüfung: Referenzlösung

-Auflösung: mindestens 1,5 zwischen dem ersten (Acetaldehyd) und dem zweiten Peak (Methanol)

Grenzwerte

- Acetaldehyd und Acetal: höchstens 8 ppm (V/V), berechnet als Acetaldehyd

Die Summe der Gehalte an Acetaldehyd und Acetal, berechnet als Acetaldehyd in ppm (V/V), wird nach folgender Formel berechnet:

$$\frac{8 \cdot Aldehyd_U \cdot P_R}{Aldehyd_R \cdot P_U - Aldehyd_U \cdot P_R} + \frac{8 \cdot Acetal_U \cdot P_R}{Acetal_R \cdot P_U - Acetal_U \cdot P_R}$$

$Aldehyd_U$ = Fläche des Acetaldehyd-Peaks im Chromatogramm der Untersuchungslösung

$Aldehyd_R$ = Fläche des Acetaldehyd-Peaks im Chromatogramm der Referenzlösung

$Acetal_U$ = Fläche des Acetal-Peaks im Chromatogramm der Untersuchungslösung

$Acetal_R$ = Fläche des Acetal-Peaks im Chromatogramm der Referenzlösung

P_U = Fläche des Peaks von 4-Methylpentan-2-ol im Chromatogramm der Untersuchungslösung

P_R = Fläche des Peaks von 4-Methylpentan-2-ol im Chromatogramm der Referenzlösung

-Methanol: höchstens 150 ppm (V/V)

Der Gehalt an Methanol (ppm) wird aus den Flächen der entsprechenden Peaks in den Chromatogrammen der Untersuchungslösung und der Referenzlösung nach folgender Formel berechnet:

$$\frac{150 \cdot Methanol_U \cdot P_R}{Methanol_R \cdot P_U - Methanol_U \cdot P_R}$$

$Methanol_U$ = Fläche des Methanol-Peaks im Chromatogramm der Untersuchungslösung

$Methanol_R$ = Fläche des Methanol-Peaks im Chromatogramm der Referenzlösung

P_U = Fläche des Peaks von 4-Methylpentan-2-ol im Chromatogramm der Untersuchungslösung

P_R = Fläche des Peaks von 4-Methylpentan-2-ol im Chromatogramm der Referenzlösung

-Benzol: höchstens 2 ppm (V/V)

Der Gehalt an Benzol (ppm) wird aus den Flächen der entsprechenden Peaks in den Chromatogrammen der Untersuchungslösung und der Referenzlösung nach folgender Formel berechnet:

$$\frac{2 \cdot Benzol_U \cdot P_R}{Benzol_R \cdot P_U - Benzol_U \cdot P_R}$$

$Benzol_U$ = Fläche des Benzol-Peaks im Chromatogramm der Untersuchungslösung

$Benzol_R$ = Fläche des Benzol-Peaks im Chromatogramm der Referenzlösung

P_U = Fläche des Peaks von 4-Methylpentan-2-ol im Chromatogramm der Untersuchungslösung

P_R = Fläche des Peaks von 4-Methylpentan-2-ol im Chromatogramm der Referenzlösung

Falls erforderlich kann der Nachweis von Benzol mit einem anderen geeigneten Chromatographie-System (stationäre Phase mit unterschiedlicher Polarität) geführt werden.

-Summe weiterer Verunreinigungen im Chromatogramm der Untersuchungslösung:

Die Summe der Peakflächen, mit Ausnahme der Fläche des Hauptpeaks und der Peakflächen von 4-Methylpentan-2-ol, Acetaldehyd, Methanol, Acetal und Benzol, darf nicht größer sein als die Peakfläche von 4-Methylpentan-2-ol im Chromatogramm der Referenzlösung (250 ppm).

Verdampfungsrückstand: höchstens 25 ppm (*m/V*)

100 ml Substanz werden auf dem Wasserbad zur Trockne eingedampft. Der Rückstand, 1 h lang bei 100°C bis 105°C getrocknet, darf höchstens 2,5 mg betragen.

Lagerung

Vor Licht geschützt

Verunreinigungen

- A. 1,1-Diethoxyethan (Acetal)
- B. Acetaldehyd
- C. Aceton
- D. Benzol
- E. Cyclohexan
- F. Methanol
- G. Butan-2-on (Ethylmethylketon)
- H. 4-Methylpentan-2-on (Isobutylmethylketon)
- I. Propan-1-ol
- J. Propan-2-ol (Isopropanol)
- K. Butan-1-ol
- L. Butan-2-ol
- M. 2-Methylpropanol (Isobutanol)
- N. Furan-2-carbaldehyd (Furfural)
- O. 2-Methylpropan-2-ol (tert-Butanol; 1,1-Dimethylethylalkohol)
- P. 2-Methylbutan-2-ol

Q. Pentan-2-ol

R. Pentan-1-ol

S. Hexan-1-ol

T. Heptan-2-ol

U. Hexan-2-ol

V. Hexan-3-ol