

Über die quantitative Bestimmung von Methylalkohol in Lösungsmittelgemischen.

Von
H. Salvaterra.

Aus dem Institut für chemische Technologie organischer Stoffe
an der Technischen Hochschule in Wien.

(Eingelangt am 13. Mai 1946. Vorgelegt in der Sitzung am 27. Juni 1946.)

Einige Jahre vor dem Kriege ereigneten sich Unfälle durch methylalkoholhaltige Lackverdünnungsmittel. Ich war damals mehrfach genötigt, kompliziert zusammengesetzte Lösungsmittelgemische auf ihren Gehalt an Methylalkohol zu untersuchen. Der qualitative Nachweis war, insolange keine niedern Methylester anwesend waren, einfach zu führen. Sobald aber solche, wie z. B. Methylacetat, vorhanden waren, versagten die gebräuchlichen Methoden, die auf der Oxydation des Methanols zu Formaldehyd beruhten, da dabei die Ester wenigstens teilweise verseift wurden.¹ Um also sicherzugehen, mußten die niederen Alkohole von den übrigen Komponenten getrennt werden. Wegen der Bildung von konstant siedenden Gemischen aus Methylalkohol und Methylacetat bzw. deren beider Wasserlöslichkeit war weder eine Trennung durch Fraktionieren, noch durch Ausschütteln möglich.

Da sowohl Methylalkohol wie auch Äthylalkohol eine Kristallverbindung mit Calciumchlorid bilden, versuchten wir zunächst auf diesem Weg eine Trennung zu erreichen. Als brauchbarste Möglichkeit erwies sich zunächst folgende Methode: Aus dem Lösungsmittelgemisch nimmt man mit einer geeigneten, gut wirkenden Kolonne die Fraktion bis 74° ab. Diese Fraktion soll mindestens 40 ccm betragen; aus der vorher bestimmten Siedekurve findet man die Menge, von der man auszugehen

¹ Am besten bewährt hat sich die von *Denigés* angegebene Methode (Oxydation mit 1% Kaliumpermanganat in saurer Lösung und Nachweis des Formaldehyds mit Fuchsinbisulfit in stark schwefelsaurer Lösung, wobei Acetaldehyd nicht mitreagiert). C. R. Acad. Sci. Paris **150**, 832 (1910); Chem. Zbl. **1910 I**, 1902.

hat. Die abgenommene Fraktion läßt man zur vollkommenen Entwässerung mit einem entwässerten Gemisch von Kaliumkarbonat und Kupfersulfat (5 : 1) durch 12 Stunden stehen. Dann filtriert man durch ein trockenes Filter und nimmt vom Filtrat 20 bis 25 ccm zur Analyse. Diese Menge wird mit 25 bis 30 g vollkommen trockenem Calciumchlorid² 1 Stunde lang in einer Schliffapparatur unter Rückfluß gekocht (Rückflußkühler mit einem Chlorealciumrohr verschlossen). Dann läßt man mindestens 2 Stunden stehen und destilliert hierauf die nicht gebundenen Lösungsmittel aus demselben Kolben ab. Dann bringt man den Kolben in den Vakuumtrockenschrank und läßt dort bei 60° solange stehen, bis Gewichtskonstanz erreicht ist (zirka 2 Stunden). Man achte darauf, daß die Temperatur nicht auf 100° steigt, da sonst bereits Alkohole entweichen. Es ist günstig, vor dem Trocknen die Masse mit dem Spatel aufzulockern, damit keine Lösungsmittel von der zusammengebackenen Masse eingeschlossen bleiben. Dann wird der Kolbeninhalt mit 30 bis 50 ccm Wasser in einem 100 ccm-Destillationskolben gespült und mindestens 60% des zugegebenen Wassers abdestilliert. Im wäßrigen Destillat befindet sich der gesamte Methyl- und der größte Teil des Äthylalkohols. Der Methylalkohol wird dann nach *Koenig*² bestimmt.

Da hier mehrfach Details dieser Methode besprochen bzw. abgeändert werden, so sei sie im nachstehenden kurz angeführt:

Die Probe wird in einem 1-Liter-Kolben mit Bichromatschwefelsäure oxydiert. Die Kohlensäure, die aus dem Methylalkohol entsteht (die höheren Alkohole werden zu den entsprechenden Säuren oxydiert) gelangt durch einen Rückflußkühler zunächst in ein mit Schwefelsäure gefülltes Peligotrohr (*a*) und durch ein Chlorealciumrohr (*b*) zu zwei gewogenen U-Röhren (*c* und *d*), die mit Natronkalk und etwas Chlorealcium gefüllt sind; den Abschluß bildet ein mit Chlorealcium und Natronkalk gefülltes Schutzrohr. In den Weithalskolben führt durch eine zweite Bohrung des Stopfens ein bis zum Boden reichender Tropftrichter. Zuerst wird der Apparat mit kohlenstofffreier Luft ausgespült. *König* setzt zu diesem Zweck ein Natronkalkrohr auf den Tropftrichter, was nach unseren Erfahrungen nicht hinreicht. Wir haben an seiner Stelle die Luft durch eine Intensivwaschflasche mit Kalilauge und dahinter geschaltetem Trockenturm mit Natronkalk-Chlorealciumfüllung, der an den Tropftrichter angeschlossen war, gereinigt. Nachdem der Apparat kohlenstofffrei ist, werden die gewogenen Röhren *c d* angeschlossen. Dann wird durch den Tropftrichter die Probe zugegeben und dann eine zunächst 15 Minuten gekochte und darauf auf + 5° gekühlte Lösung von 30 g Kaliumbichromat in 500 ccm Wasser + 50 ccm Schwefelsäure 1,84. Dann wird der Hahn des Tropftrichters geschlossen, der Kolbeninhalt durch Schütteln gut durchgemischt und vier Stunden sich selbst überlassen. Sodann wird langsam zum Sieden erhitzt, so daß gleichmäßig und langsam Gasblasen durch die Peligotröhre streichen. Die Schwefelsäure des Peligotrohres darf sich nicht braun färben, sonst war die Oxydationsdauer in der Kälte zu gering. Nach einstündigem Kochen entfernt man den Brenner und saugt

² W. *Koenig*, Köth. Chem.-Ztg. 109, 1025 (1912).

bei stark laufendem Rückflußkühler mit einem Aspirator erst langsam, dann rascher Luft durch den Apparat und reguliert dies so, daß die Reaktionswärme nur in der ersten Hälfte des Rohres *c* wahrnehmbar ist und das Rohr *d* nur wenige Milligramm CO_2 aufnimmt. Wir raten das Rohr *c* nach jeder Bestimmung frisch zu füllen. Die Menge der zur Oxydation zu bringenden Probe ist so zu bemessen, daß nicht mehr wie 3 g Gesamtalkohole und nicht mehr als 1 g Methylalkohol enthalten sind. Bei gänzlich unbekanntem Gehalt nimmt man für den ersten Versuch 1 g Gesamtalkohol, den man aus der Dichte schätzt. Sämtliche verwendeten Chemikalien sollen reinst sein. Man überzeugt sich durch einen Blindversuch davon und muß gegebenenfalls dessen Wert in Rechnung stellen. Der Methylalkoholgehalt ergibt sich aus dem Gewicht der gefundenen Kohlensäure mal 0,728.

Die Brauchbarkeit der *Koenigschen* Methode geht aus nachstehenden Werten hervor:

Tabelle 1.

Angew. Menge Methanol (99,5%)	Einw. d. Oxydationsgem. bei Zimmertemp.	Gefund. CO_2 in g	= Gefund. Methanol in g	Gef. Methanol in % des eingewogenen
1,0305	4	1,4032	1,0215	99,6
0,6017	14	0,8169	0,5947	99,7
0,2423	4	0,3310	0,2410	100,0

Zu allen Versuchen wurde verwendet: Methylalkohol reinst *Kahlbaum* (D $15/15^\circ = 0,7977$) und Äthylalkohol *Kahlbaum* (D $15/15^\circ = 0,7958$), beide 99,5%ig.

Nach Angaben von *Th. E. Thorpe* und *J. Holmes* werden bei der eingeschlagenen Versuchsausführung durch 100 Teile Äthylalkohol im Durchschnitt 0,5 Teile Methylalkohol vorgetäuscht, falls in dem untersuchten Gemisch auch Äthylalkohol vorhanden war. Diese Angaben wurden durch folgende Versuche bestätigt:

Tabelle 2.

Angew. Menge Äthylalkohol (99,5%) in g	Einw. d. Oxydationsgem. bei Zimmertemp. in Stunden	Gefund. CO_2 in g	Gefund. Methanol in g	= Methanol in % des angew. Äthylalkohols
3,1988	4	0,0200	0,0146	0,46
3,1634	14	0,0207	0,0151	0,48
1,5201	4	0,0107	0,0078	0,51
1,5465	14	0,0113	0,0082	0,53
0,5596	4	0,0043	0,0031	0,55
0,5621	20	0,0036	0,0026	0,46

Auch wenn man der Tatsache, daß bei Gegenwart von Methylalkohol nicht die ganze Menge Oxydationsgemisch auf den Äthylalkohol einwirkt, Rechnung trägt und eine weniger konzentrierte Lösung auf den Äthyl-

alkohol einwirken läßt, wird das Resultat kein anderes. So wurden verschiedene Mengen Äthylalkohol mit einer Lösung von nur 20 g Bichromat in 500 ccm Wasser und 40 ccm konz. Schwefelsäure, im übrigen wie oben beschrieben, behandelt. Das Resultat ist aus Tabelle 3 ersichtlich.

Tabelle 3.

Angew. Menge Äthylalkohol in g	Einw. d. Oxydationsgem. bei Zimmertemp. in Stunden	Gefund. CO ₂ in g	Gefund. Methanol in g	= Methanol in % des angew. Äthylalkohols
3,1489	14	0,0215	0,0157	0,50
1,5473	4	0,0087	0,0063	0,41
0,5618	14	0,0049	0,0034	0,61

(Bei Blindversuchen ohne Alkohole ergab sich als höchste Gewichtszunahme der gewogenen U-Röhren 0,0003 g, im Durchschnitt 0,00015 g.)

Aus diesen Versuchen mit Äthylalkohol ergibt sich eine gute Übereinstimmung mit den Beobachtungen von *Thorpe* und *Holmes*, daß bei dem Bichromatverfahren 100 Teile Äthylalkohol im Durchschnitt 0,50 Teile Methylalkohol vorzutauschen vermögen, eine Menge, die man in den meisten Fällen wird unberücksichtigt lassen können.

Will man bei hohem Gehalt an Äthylalkohol und niederem an Methylalkohol aber eine solche anbringen, so kann man mit genügender Genauigkeit aus dem spez. Gewicht der Mischung bzw. des Destillats den Gesamtalkoholgehalt der Alkoholtabelle von *Windisch* entnehmen, von diesem den gefundenen Methylalkohol abziehen und für den verbleibenden Äthylalkoholgehalt entsprechend korrigieren. So wurde in einer Mischung aus 6,63% Methyl- und 93,37% Äthylalkohol der Methylalkohol zu 7,07% gefunden und der Gesamtalkoholgehalt als zu 100% aufgeschlagen angenommen, so sind für $100 - 7,07 = 92,93\%$ Äthylalkohol $0,46\%$ Methylalkohol abzuziehen nach dem Ansatz $100 : 0,5 = 92,93 : x$. Der Methylalkoholgehalt ergab sich damit zu $7,07 - 0,46 = 6,61\%$ mit guter Übereinstimmung.

Im übrigen kann der genaue Gehalt an Äthylalkohol in Gemischen von Äthylalkohol, Methylalkohol und Wasser bei bekanntem Gehalt an Methylalkohol nicht in allen Fällen ohne weiteres aus dem aus der Tabelle von *Windisch* entnommenen Gesamtalkoholgehalt bestimmt werden, wohl aber aus der bei der Oxydation gebildeten Essigsäure.

Wenn in den zu untersuchenden Lösungsmitteln größere Mengen von Methylacetat, Aceton, Methyläthylketon oder Äthylacetat enthalten sind, so ist das Gemisch der Chlorcalciumverbindungen der niederen Alkohole nur sehr schwer frei von jener Begleitern zu erhalten. Die vollkommene Abtrennung des Methylacetats ist aber kritisch, im Falle man zu entscheiden hat, ob ein Gemisch völlig frei von Methylalkohol ist.

Wenn aber in dem zur Oxydation kommenden Gemisch sekundäre Alkohole, wie i-Propylalkohol enthalten sind, versagt die Methode vollständig, da die sekundären Alkohole unter den Bedingungen der *Koenig*-schen Methanolbestimmung teilweise bis zum CO_2 oxydiert werden.³ Da Versuche zeigten, daß es nicht leicht ist, aus einer wäßrigen Lösung von Methylalkohol, Äthylalkohol und i-Propylalkohol durch fraktionierte Destillation den Methylalkohol quantitativ abzutrennen, blieb mir nur die Wahl, die Abtrennung des Methylalkohols auf andere Art durchzuführen. Dies im Hinblick darauf, daß bei der Isolierung der niederen Alkohole über die Calciumchloridverbindung stets eine wäßrige Lösung resultiert.

Nach *Reid*,⁴ *Stephan*⁵ und *Willstätter* und *Hocheder*⁶ sollen primäre Alkohole durch einstündiges Erwärmen mit Phthalsäureanhydrid und einem Lösungsmittel (Benzol) quantitativ in saure Ester übergeführt werden. Die Ester sind in Sodalösung löslich, durch Verseifen mit Alkali und Übertreiben mit Wasserdampf kann der primäre Alkohol zurückgewonnen werden. Sekundäre Alkohole sollten erst bei Fortlassung des Lösungsmittels und Erhitzen auf 110 bis 120° reagieren, tertiäre reagieren gar nicht.

*Reid*⁴ weist in seiner Arbeit auf die Versuche von *Erdmann*,⁷ *Labbe*⁸ und *Stephan*⁵ hin mit dem Bemerkenswerten, daß primäre Alkohole mit Phthalsäureanhydrid versetzt, rasch bei Temperaturen unter 100° reagieren, während die sekundären erst bei Temperaturen über 120° rasch reagieren. Weiters schreibt er, daß Methanol bereits bei Zimmertemperatur mit Phthalsäureanhydrid verestert, während Äthylalkohol bei 80° innerhalb 1 Stunde verestert, dagegen Iso-Propylalkohol erst bei 140° nach 1 Stunde mit Phthalsäureanhydrid reagierte. *Stephan*⁵ berichtet, daß der Methylalkohol 5,7mal schneller mit Phthalsäureanhydrid verestert als Äthylalkohol und daß primäre Alkohole bei 100°, sekundäre aber erst bei 140° verestern.

Um diese Hinweise zu überprüfen, wurde in einer großen Reihe von Versuchen untersucht, unter welchen Bedingungen

1. der Methylalkohol quantitativ verestert und
2. unter welchen Bedingungen der Iso-Propylalkohol bzw. sekundäre Alkohole nicht verestert werden.

Alle für diese Versuche verwendeten Präparate und Lösungsmittel wurden als 100%ige Produkte verwendet. Zur Veresterung wurde ein 300 ccm Stehkolben mit aufgeschliffenem 5-Birnen-Kühler verwendet.

³ So wurde bei einer Einwaage von 3 g Isopropylalkohol 0,6028 g CO_2 ausgewogen, d. i. 0,4388 g = 14,6% Methanol.

⁴ *E. Reid*, J. Amer. chem. Soc. **39**, 1249 (1917).

⁵ *Stephan*, J. prakt. Chem. **60**, 248 (1899).

⁶ *Willstätter* und *Hocheder*, Liebigs Ann. Chem. **354**, 249 (1907).

⁷ *Erdmann*, J. prakt. Chem. **56**, 15 (1898).

⁸ *Labbe*, Bull. Soc. chim. France **19**, 633 (1898).

Zunächst wurde die Veresterung im siedenden Wasserbad durchgeführt (Dauer 2 Stunden). Dabei zeigte sich, daß entgegen den Literaturangaben der sekundäre Alkohol schon mitverestert wurde. Weiters wurde festgestellt, daß auch bei 80° eine quantitative Veresterung des Methanols in der angegebenen Zeit möglich war. Als *optimale Veresterungstemperatur* wurden schließlich 70° festgestellt.

Versuche, den Gehalt an Methylalkohol aus der Verseifungszahl des gebildeten Methylesters festzustellen, schlugen fehl. An Versuchen mit rein hergestelltem Phthalsäuremonomethylester zeigte sich, daß dieser außerordentlich leicht durch wäßrige Kalilauge verseifbar ist, was schon von *Haller*⁹ festgestellt wurde. Um die V. Z. zu bestimmen, mußte zuerst das überschüssige Phthalsäureanhydrid neutralisiert werden. Da diese Neutralisation viel langsamer geht als die Verseifung des sauren Esters, wird dabei immer schon ein Teil Methyl ester verseift, so daß die V. Z. und damit der Methanolgehalt zu niedrig gefunden werden.

Nun wurde versucht, nach der Veresterung den Iso-Propylalkohol mit oder ohne Wasserzusatz durch Eindampfen im Trockenschrank bei 100° zu entfernen, um dann den Methyl- bzw. Äthylester verseifen und diese Alkohole abdestillieren und im Destillat nach *Koenig* bestimmen zu können. Dabei zeigte sich, daß stets beträchtlich zu wenig Methanol gefunden wurde. Aus Kontrollversuchen mit reinem Phthalsäuremonomethylester ergab sich, daß der Ester, wenn er aus benzolischer Lösung über seinen Schmelzpunkt von 85° erhitzt wird, unbeständig ist. Vielleicht ist damit die optimale Veresterungstemperatur erklärt. Beim Eintrocknen einer benzolischen Lösung des Esters bei 70° und 20 mm Druck ist er innerhalb praktisch in Betracht kommender Zeiten beständig. Wenn aber im Falle der Anwesenheit höher siedender Lösungsmittel das Abdampfen zu lange dauert bzw. unter Benzolzusatz zu oft wiederholt werden muß, so treten auch dabei noch Verluste ein. Als beste Methode erwies sich das Abtreiben des Benzols und der unveresterten Anteile im Luftstrom bei max. 70°.

Schließlich war noch zu untersuchen, ob bei Anwesenheit niederer Methyl ester (wie Methylacetat) nicht vielleicht eine Umesterung mit Phthalsäureanhydrid eintritt. Versuche zeigten, daß dies nicht der Fall ist.

Es ergab sich schließlich folgende Ausführung der Bestimmung als zuverlässig:

Man destilliert vom Lösungsmittel aus einem Fraktionierkolben mit kleiner *Raschig*-Kolonnen¹⁰ soviel ab, daß aller Methylalkohol im Destillat

⁹ *Haller*, C. R. Acad. Sci. Paris **114**, 1327 (1892); Ber. dtsch. chem. Ges. **25**, Ref. 724 (1892).

¹⁰ Sehr bewährt haben sich für diesen Zweck eine Art *Claisen*-Kolben, deren zweiter Hals verlängert und durch Füllung mit aus einem Glasrohr geschnittenen Ringen zur *Raschig*-Kolonnen gestaltet ist.

ist, was dann der Fall ist, wenn das Thermometer 100° zeigt. Das Destillat fängt man in einem eisgekühlten Meßkolben auf und füllt mit Benzol bis zur Marke¹¹. Die Einwaage zur Veresterung ist so zu bemessen, daß sie nicht mehr wie 1 g Methylalkohol enthält. Die Einwaage wird mit der zehnfachen Menge Phthalsäureanhydrid versetzt und ebensoviel Kubikzentimeter Benzol als die Einwaage in Gramm betrug. Zur Veresterung dient eine Glasschliffapparatur. Sie besteht aus einem 300 ccm Stehkolben mit 5 Birnen-Rückflußkühler. An den Rückflußkühler angesetzt ist ein kleiner absteigender *Liebig*-Kühler, dessen verlängerte Seele an beiden Enden nach abwärts gebogen ist. Ein Ende ist an den Rückflußkühler angesetzt, das andere ist schief abgeschliffen und reicht in eine eisgekühlte Vorlage. Das Gemenge aus Einwaage, Phthalsäureanhydrid und Benzol wird zunächst einige Zeit, am besten über Nacht, bei Raumtemperatur sich selbst überlassen. Dann wird der Kolben bis zum Hals in ein Wasserbad eingetaucht und dieses langsam auf 70° erhitzt und bei dieser Temperatur durch 4 Stunden bei laufendem Rückflußkühler belassen. Bei Erreichen der vorgeschriebenen Wasserbadtemperatur und nach Beendigung der Veresterung spült man den Rückflußkühler mit einigen Kubikzentimeter Benzol aus. Während der Veresterung ist der Kolben öfters umzuschwenken. Nach Ablauf der 4 Stunden wird das Wasserbad entfernt, Kolben und Kühler werden sorgfältigst trocken gewischt, daß ja keine Spur Wasser in den Kolben gelangen kann, da dies zu einer Verseifung des gebildeten Esters führen kann. Zur Entfernung des Benzols und der unveresterten Anteile wird mit Chlorcalcium und Schwefelsäure getrocknete Luft durch den Kolben, der wieder bis zum Hals in das auf 70° erhitzte Wasserbad gesenkt wurde, gesaugt. Dieser Vorgang wird dreimal wiederholt,¹² indem der nach der Verflüchtigung der unveresterten Bestandteile zurückbleibende Schlamm mit soviel Benzol als anfangs zugegeben wurde aufgeschlemmt wird. Darnach liegen nur mehr Ester, Benzol und überschüssiges Anhydrid vor. Nun gibt man die zehnfache Menge des zugegebenen Anhydrids an $1/n$ KOH (wäßrig) zu, setzt den Rückflußkühler auf und verseift mindestens 3 Stunden bei direktem Erhitzen (*Babo*-Trichter, Siedekapillaren). Nach Ablauf dieser Zeit läßt man den Rückflußkühler trocken laufen und

¹¹ Im Falle eines Nitrolacks destilliert man 200 g Lack aus einem 250-ccm-Kolben mit etwa 15 cm bis 20 cm langer Kolonne und fängt in einem 250-ccm-Meßkolben auf.

¹² Das Durchsaugen der Luft wird jedesmal so lange fortgesetzt, bis das Phthalsäureanhydrid in das Luftableitungsrohr zu sublimieren beginnt. (Der Kolben ist beim Durchblasen mit einem doppelt durchbohrten Stopfen verschlossen; durch eine Bohrung reicht das Lufteinleitungsrohr bis knapp über die Flüssigkeit, beim ersten und zweiten Durchsaugen am besten in diese hinein. Durch die zweite Bohrung führt das Luftableitungsrohr bis in den Kolben.)

destilliert bei stark laufendem *Liebig*-Kühler den Methylalkohol ab. Man destilliert so lange, bis das gebildete Kaliumphthalat sich an der Wand des Verseifungskolbens abscheidet. Das Destillat wird nun nach *Koenig* untersucht, wozu noch zu bemerken wäre, daß man als eisgekühlte Vorlage zum Auffangen des aus dem verseiften Ester abdestillierten Alkohols den Oxydationskolben der *Koenigschen* Apparatur verwendet. Dadurch ist es zwar nicht möglich, die Apparatur vor Beginn des Versuches mit kohlenstofffreier Luft auszuspülen, aber, wie Versuche zeigten, sind die Fehler so klein, daß sie vernachlässigt werden können; andererseits vermeidet man die Verluste, die sich beim Umfüllen der Vorlage in den Oxydationskolben ergäben. Weiters ist darauf zu achten, daß die Konzentration der Chromschwefelsäure der Menge der Alkohole angepaßt ist. Sollte sich die Chromatlösung grün färben, so ist der Versuch abzubrechen und die Konzentration der Chromschwefelsäure zu verdoppeln.

Als Beleg für die zu erreichende Genauigkeit seien von den vielen durchgeführten Analysen zwei angeführt.

1. Ein Lack bestehend aus:

Acetylcellulose	15%
Dichloräthylen	45%
Tetrachloräthan	30%
Butanol	10%
Benzol	10%

dem pro 100 g noch 7,903 g Methylalkohol 99,5%ig zugesetzt waren, wurde wie vor untersucht. 100 g wurden in einen 100 ccm Meßkolben destilliert, mit Benzol auf 100 aufgefüllt und 10 ccm zur Analyse verwendet. Die Auswaage an CO_2 betrug 1,0421 g = 0,7587 g Methanol, d. i. 96% des tatsächlich enthaltenen.

2. Ein Gemenge von je 10 ccm Isoamylalkohol, Amylalkohol, Methylacetat, Isobutylalkohol, Butanol, Methyläthylketon, Xylol, Aceton, Äthylalkohol und Isopropylalkohol mit 35 ccm Methanol 99,5%ig (d. i. 27,53 g 100%ig) wurden mit Benzol auf 250 ccm aufgefüllt. Zur Untersuchung wurden 10 ccm verwendet. Die Auswaage betrug 1,4222 g CO_2 = 1,036 g Methanol oder 1,32 ccm, somit in 250 ccm gefunden 33,0 ccm Methanol, d. i. 94,5% des tatsächlich enthaltenen.