

Wa Prüf 10

Koblenz

Seite 1

Dieser Bericht umfaßt  
12 Blatt  
mit 3 Zeichnungen  
und Abbildungen

Archiv Nr. 110/20 g

A. D. I. (16)

TD 393

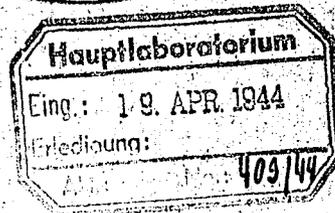
3112



20. März 1944

4. Ausfertigung

*L. b. Lindner*  
*H. v. Hagens*



Methoden zur Untersuchung

von

Brenzkatechin-Brennstoffen mit Visol 6

Bearbeiter und Berichter:  
Dipl. Chem. Luft

Abteilungsleiter:  
Dipl. Chem. Heller

Kontrollmethoden.Nachweis- und Bestimmungsverfahren.Gesamtanalyse.I). Einleitung.

Die Untersuchung von Treibstoffen auf ihre allgemein-chemische Zusammensetzung ist neben der Überprüfung typischer Kraftstoffeigenschaften ein Hauptproblem der Treibstoff-Chemie. Sie ist im Falle der Sondertreibstoffe des Gerätes "Wasserfall", d.h. der Brenzkatechin-Treibstoffe mit Visol 6, gerade in letzter Zeit immer dringender geworden.

Aufgabe der analytisch-chemischen Untersuchung ist neben der qualitativen Erfassung von Hauptkomponenten und Verunreinigungen besonders deren genaue quantitative Bestimmung, um dadurch zunächst die Herstellung überwachen und die Einhaltung einer bestimmten Zusammensetzung überprüfen zu können. Des weiteren ist wegen der mehr oder weniger starken Alterung der betreffenden Brennstoffe eine Methode zur laufenden Kontrolle und zur Charakterisierung gealterter Produkte aufzufinden.

Die Untersuchung wird in jedem Falle dadurch erschwert, dass

- 1.) die zur Herstellung der Brennstoffe dienenden Substanzen selbst keine chemisch reinen Verbindungen, sondern weitgehend "verunreinigte" Gemische darstellen; dies gilt für das angewandte Brenzkatechin in erhöhtem Maße;
- 2.) gebräuchliche Bestimmungsmethoden hier sehr erschwert bzw. mannigfach gestört werden;
- 3.) Ausgangs- und Alterungsprodukte teilweise ziemlich labil sind;
- 4.) mitunter schon eine geringe, zur Analyse erforderliche Verschiebung der äußeren Bedingungen (z.B. Erhöhung der Temperatur, Änderung des pH-Wertes, Zusatz von Schwermetallsalzen) die Zusammensetzung des Brennstoffes stark verschiebt. Leicht zersetzliche Verbindungen würden so nicht erfasst bzw. die Alterung würde rasch weiterschreiten, sodass man über den jeweiligen Stand der Reaktion nur ein ungenaues Bild gewinnen kann.

Den gebräuchlichen physikalischen Methoden haften hier meist nicht übersehbare Mängel an, z.B. der Fraktionierung durch

Destillation: Bildung azeotroper Gemische, Reaktionsbeschleunigung, thermische Zersetzung,

Kristallisation: Unterkühlung, Ausfällung von Mischkristallen,

Lösung und Verteilung zwischen Lösungsmitteln: Emulgierung, Verschleppung,

Chromatographische Adsorption: Katalytische Nebenwirkung.

## II. Kontrollmethoden

An schonenden Methoden stehen der laufenden Kontrolle neben einigen grob qualitativen Beobachtungen zur Verfügung:

die Messung von Leitfähigkeit, pH,

Wichte,

Viskosität,

Trübungs- und Erstarrungspunkt,

Brechungsindex und Refraktion.

Wie ausdrücklich betont wird, erhält man dadurch nur gewisse Anhaltspunkte über die Zusammensetzung und den Grad der Alterung.

Das eigentliche Problem einer quantitativ-chemischen Analyse ist die Bestimmung von Anilin, Brenzkatechin und Visol 6. Sowohl die technischen Ausgangsstoffe, als auch das Brennstoffgemisch selbst lassen sich dadurch für unsere Zwecke hinreichend genau charakterisieren.

Nachstehend folgt eine Zusammenstellung der einzelnen qualitativen Nachweismethoden, dann werden die jeweiligen Bestimmungsverfahren durchgesprochen. Der experimentelle Teil folgt am Schluß.

## III. Qualitativer Nachweis

Alkohol: Außer der Charakterisierung als p-Brom-Benzoesäureester Überführung in Acetaldehyd: 1 ccm Lösung + 1 ccm Schwefelsäure 1:4 + 4 ccm  $\text{KMnO}_4$ -Lösung 5 %ig; man läßt 10 Minuten stehen und entfärbt dann mit konzentriert. Oxalsäure-Lösung, Acetaldehydnachweis. Visol 6 stört.

Äther: 4 ccm 1 %ige K-bichromat-Lösung + 4 Tropfen verdünnte Schwefelsäure + 5 ccm Probe + einige Tropfen 3 %iges  $\text{H}_2\text{O}_2$ ; bei Anwesenheit von Äther erhält man eine beständige Blaufärbung.

Acetaldehyd: a) 1 ccm Lösung + 2 ccm frisch bereitete Na-nitroprussid-Lösung + 2 Tropfen 5 %ige Diphenylamin- oder Piperidin-Lösung ergeben bei Anwesenheit von Acetaldehyd eine azurblaue Förbung.

b) Spiegelbildung mit einer Lösung von 5 %igem  $\text{AgNO}_3$  + 5 %iger NaOH in Ammoniak der Dichte 0,92.

Visol 6: a) Überföhrbar in Acetaldehyd und Acetal.

b) Entförbung Br-wasser durch Addition, K-permanganat (in Pyridin).

Anilin:

a) Isonitril-Reaktion mit KOH-Lösung und Chloroform.

b) Indophenol-Reaktion mit 2 ccm Phenol- und frisch bereiteter Chlorkalk-Lösung: schmutzig-violett, überschichteter Ammoniak färbt sich blau.

c) Azofarbstoff-Reaktion: Saure Lösung bei  $0^\circ$  +  $\text{KNO}_2$ -Lösung (5 bis 10 %ig) + einige Tropfen  $n/2$  NaOH bis zur alkalischen Reaktion + alkoholische Lösung von  $\beta$ -Naphthol im Überschuß: Roter Farbstoff.

Brenzkatechin: a) Reaktion mit 0,5 %igem  $\text{FeCl}_3$  in Wasser smaragdgrün, in Alkohol blau; auf Zusatz von  $\text{NaHCO}_3$  tiefrot.

b) Die Reaktion nach Eyckmann, eine unspezifische Vorprobe auf Phenole, fällt mit Brenzkatechin ziegelrot aus; 1 Tropfen 0,1 %ige wässrige Echtrotalb-B-Lösung gibt man auf ein Filter, dazu eine Spur Lithcarbonat, dann einen Tropfen Probe-Lösung.

c) Silbernitrat wird schon in der Kälte reduziert.

d) Mit Formalin- $\text{H}_2\text{SO}_4$  violett.

Aethylidenanilin: gibt nach Zersetzung mittels Säure bzw. Lauge die Reaktion des Acetaldehyds bzw. Anilins.

Aethyliden-dianilin: wird durch K-ferri-cyanid zu Azobenzol oxydiert.

Wasser:

a) Ca-carbid entwickelt Acetylen.

b) Al-äthylat in Xylol liefert eine weiße Trübung.

#### IV. Quantitative Bestimmung

Die Methoden zur Bestimmung der einzelnen Brennstoff-Komponenten sind zahlreich. Doch eignen sie sich wegen ungenügender Selektivität meist nicht zur Untersuchung der vorgegebenen Gemische, sondern bestenfalls zur Prüfung der Ausgangsstoffe auf Reinheit. Nachfolgend eine kurze Übersicht:

- Acetaldehyd:
- 1.) Rotfärbung von salzsaurer Pyrrol-Lösung. Ssobolewa, Zaleski, H 69, 442.
  - 2.) Bindung an  $\text{KHSO}_3$  und Titration des Überschusses mit Jod. v. Pürth, Charnass, Bio.Z. 26, 207.
  - 3.) Versetzen mit genau neutralisierter 10 %iger  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ -Lösung und Titration mit normaler Schwefelsäure gegen Phenolphthalein nach:  $2 \text{Na}_2\text{SO}_3 + 2 \text{CH}_3\text{CHO} + \text{H}_2\text{SO}_4 = (\text{NaHSO}_3 \cdot \text{CH}_3\text{CHO})_2 + \text{Na}_2\text{SO}_4$ , (Bardin und Seyewetz, Chem. Ztg. 29/1905), 278.
  - 4.) Oxydation mit einer alkalischen Silberlösung von bekanntem Gehalt. Hügglung, Fr. 53, 453.

- Visol 6:
- 1.) Allgemeine Verfahren zur Bestimmung der Doppelbindung z.B. mit Quecksilberacetat nach Tausz, C. 1919, II, 125.
  - 2.) Jod- und Bronzehl, Routala C, 1912, II, 638.
  - 3.) Überführung in Acetaldehyd durch saure Destillation.

- Brenzkatechin:
- 1.) In wässriger Lösung jodometrisch, Gardner und Hogson, Soc. 95, 1824.
  - 2.) Als Blei-Brenzkatechat gravimetrisch. Degener, J. prakt. Chem. 20(1879), 320.
  - 3.) Umkristallisieren der Halogensalze der Antimonylverbindung aus verdünnten Halogen Säuren.
  - 4.) Alkalimetrische Bestimmung der durch Fällen mit Ba-nitrat freigemachten Salpetersäure.

- Anilin:
- 1.) a) Nach Lösen von 0,2 g in 10 ccm  $\text{HBr}$  (Dichte 1,45 bis 1,48) und 10 ccm Wasser Titration mit 0,8 %igem wässrigem  $\text{KBrO}_3$ , bis zum Verschwinden der entstandenen Trübung bzw. bis KI-Stärkepapier überschüssiges Brom anzeigt. 1 Mol  $\text{KBrO}_3$  entspricht 1 Mol Jod (bei Titerstellung) und 1 Mol Anilin bei Titration. (Berl-Lange V, 1224 ff)

b) Titration in verdünnter HCl-Lösung mit KBr. + KBrO<sub>3</sub> (Vaubel, J.pr. (2) 67,476).

2.) Nach der Nitritmethode

a) durch diazotierende Titration der eiskalten wässrigen Lösung, unter Verwendung von KI-Stärke-Papier als Indikator.

b) Gravimetisch nach Kuppeln mit H-Salz (lg-Naphtol-%) Reverdin und de la Harpe (Ber.22, 1889, 1004).

3.) Acidimetrisch durch Titration in methanolischer Lösung gegen Phenolphthalein.

Teilweise genügt schon ein Vergleich der angeführten Analysemethoden um die Schwierigkeiten bzw. die Störungsmöglichkeiten bei der Untersuchung von Gemischen zu übersehen. Kenntnis der Reaktionsweise der einzelnen Stoffe des Gemisches verdeutlicht dies noch mehr. Dazu kommt, daß die Aufarbeitung in wässrigem Medium infolge Schwerlöslichkeit bzw. Emulsionsbildung erschwert oder zu unübersichtlich ist und daher die Unsicherheit weiter vergrößert. Im Folgenden werden die für die einzelnen Bestimmungen geeigneten Verfahren ausführlich besprochen.

#### Siede-Analysen von BK-Brennstoffen

Wie die Modellanalysen zeigen (siehe Diagrammteil, Bl.2), lassen sich die Gemische durch einfache Siedeanalyse oft nur mangelhaft trennen. Ganz grob lassen sich BK-Brennstoffe zwar durch ihre Siedekurve charakterisieren, zur Analyse selbst aber empfiehlt sich das Arbeiten im Vakuum (siehe später), evtl. für hochsiedende Fraktionen im Hochvakuum.

#### Wichte-Kontrolle

Während Viskosität und Zündverhalten für die Verwendbarkeit der Brennstoffe ausschlaggebend sind, läßt sich durch regelmäßige Wichtemessungen die fortschreitende Alterung einigermaßen überwachen. Die Entstehung spezifisch schwerer bzw. das Verschwinden spezifisch

leichter Körper zeichnet sich dabei besonders ab. (Zur Abhängigkeit des spezifischen Gewichtes von der jeweiligen Zusammensetzung vgl. Kurvenblatt 1). Bei der zweckmäßig aräometrisch durchgeführten Bestimmung sind Verdampfungsverluste, die teilweise in Arbeiten anderer Analytiker ein erhöhtes spezifisches Gewicht vortäuschten, tunlichst zu vermeiden.

#### Fällung von Brenzkatechin als Pb-brenzkatechat

Die Fällung nach Degener (J.prakt.Chem. 20(1879), 320) eignet sich zur Untersuchung technischer Brenzkatechinpräparate, wie z.B. Roh-Brenzkatechine, Optol u.ä.

Man löst 0,5 bis 1g Brenzkatechin in einem Meßkölbchen zu 100 ccm Wasser; 10 ccm der Lösung verdünnt man mit 60 ccm Wasser, versetzt mit (konzentrierter wässriger Pb-acetat-bzw.) mäßig verdünnter Bleisubacetat-Lösung und sammelt den Niederschlag auf einem gewogenen Filter. Man wäscht rasch 5-6 mal mit Wasser aus (jedesmal bei vollem Trichter) und trocknet den Niederschlag samt Filter bei 100 bis 110°. 1 g Pb-brenzkatechat entspricht 0,3490 g Brenzkatechin.

Bei Anwesenheit von Verbindungen wie Anilin, die in wässriger Lösung Trübungen bzw. Emulsionen erzeugen, empfiehlt sich ein geringer Alkoholzusatz bzw. vorherige Neutralisation mit Essigsäure. Man löst 0,5 bis 1 g Brennstoffgemisch in 50 ccm Wasser, setzt n/10 Essigsäure bis zur schwach sauren Reaktion und 5 ccm Alkohol zu. Dann füllt man mit Wasser auf 100 ccm auf und verfährt weiter wie oben. Kurvenblatt 3 zeigt den bei der Analyse gemachten Fehler in Abhängigkeit vom Anilingehalt.

#### Gravimetrisch-titrimetrische

##### Bestimmung von Homobrenzkatechin und anderen Homologen.

55,0 g der Probe werden in einem Meßkolben mit Wasser zu 500 ccm gelöst. Nach gutem Schütteln setzen sich die einwertigen, höheren Phenole als Öl am Boden ab. Nach dem Filtrieren werden 20 ccm in einem 300 ccm Erlenmeyerkolben mit etwa 80 ccm destilliertem Wasser verdünnt und mit einigen Tropfen n-NaOH bzw. n-HNO<sub>3</sub> bis zur erkennbaren Reaktion auf Indikatorpapier Nr. 6 (Dibrom-2-kresol-sulfo-phtalein, pH-Bereich 5,2 bis 6,8) neutralisiert. In glei-

cher Weise wird eine Lösung von 7 g Bleinitrat in etwa 100 ccm Wasser neutralisiert. Man gießt nun die Bleinitratlösung zu der untersuchenden, erwärmt kurz zum Sieden, läßt den Niederschlag 10 Minuten absetzen, filtriert und spült mit destilliertem Wasser nach. Nach dem Abkühlen des Filtrates titriert man mit n-NaOH unter Verwendung des Indikatorpapiers Nr. 6. Der Umschlag ist beim Tüpfeln als ein etwas dunklerer Fleck besonders deutlich erkennbar, wenn man durch ein auf das Indikatorpapier gelegtes Filter hindurchtüpfelt. Wurden b ccm n-NaOH verbraucht, so ist:

$B = 2,5 \cdot b = \% \text{ Brenzkatechin + Homologe (Molgew. 110) und}$   
 $1,127 \cdot (B - A) = \text{homologe Brenzkatechine berechnet als}$   
 Homobrenzkatechin (Molgew. 124), wobei A = Brenzkatechin-  
 gehalt.

Das Ammoniakwerk Merseburg (Leuna) schlägt dieses Verfahren zur Untersuchung von Rohbrenzkateschin vor (HAP. 11/EW Bb. Nr. E1332/44g).

#### Bestimmung von Anilin

0,5 g Anilin werden mit der Wägebipette abgewogen und in reinem Methanol, das gegen Methylorange neutral reagiert, aufgelöst. Die Lösung wird dann mit einigen Tropfen Methylorange-Lösung versetzt und mit n-HCl bis zum Umschlag auf Rotfärbung titriert.  
 1 ccm n-HCl entspricht 93,06 mg Anilin.

Nach Mitteilung des Ammoniakwerkes Merseburg ist das Verfahren zur Bestimmung von Anilin in Optan hinreichend genau. Infolge der starken Färbung der Analysenlösung ist aber der Umschlag nur schwer erkennbar. Es empfiehlt sich daher die Anwendung von Fluoreszenz-Indikatoren an Stelle von Methylorange.

#### Diazotierungsmethode

Man löst ungefähr 10 bis 20 g des Brennstoffgemisches bzw. Destillationsrückstandes unter Zusatz von etwa 50 ccm konzentrierter Salzsäure ( $d=1,16$ ) und evtl. Alkohol zur Beseitigung auftretender Trübung in 200 ccm Wasser, kühlt mit Eis auf 5 bis 10° ab und verdünnt dann auf 500 ccm. Man titriert mit n-NaNO<sub>2</sub>-Lösung (69 g in

1 Liter sauerstoffreiem destilliertem Wasser), wobei man anfangs jeweils 5 ccm, dann je 1 ccm und gegen Ende tropfenweise die Meßlösung zusetzt. Überschüssiges Nitrit wird mit KI-Stärke-Papier (durch Befeuchten von Filterpapier mit einer 1 %igen Stärke-, 0,3 %igen KI-Lösung hergestellt) nachgewiesen; die Diazotierung ist beendet, wenn nach 10 Minuten noch deutliche Reaktion auf KI-Stärke-Papier eintritt. Gut eignet sich diese Methode z.B. zur Bestimmung von Anilin in Gemischen Homologer.

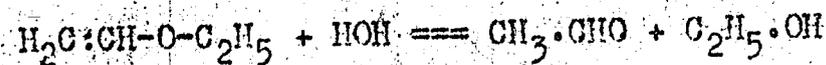
### Jod-Zahl-Bestimmung

In ein 50 ccm fassendes Erlenmeyerkölbchen gibt man 6,35 g zerriebenes Jod und 4,0 g Brom, erwärmt vorsichtig unter beständigem Umschwenken, bis die Masse flüssig geworden ist und kühlt dann unter weiterem Umschwenken rasch ab. Nach vollständigem Erkalten löst man das entstandene Bromjod in 500 ccm Eisessig.

Zur Bestimmung der Jodzahl wägt man ungefähr 1 g Substanz in eine 200 ccm-Flasche mit Glasschliffstöpsel ein und löst in 15 ccm Chloroform. Nachdem man aus einer Bürette 25 ccm Br<sub>2</sub>-Lösung langsam zugegeben und tüchtig geschüttelt hat, setzt man nach etwa 15 min. Lagern im Dunklen 15 ccm 10 %ige Kaliumjodid-Lösung zu und titriert unter Schütteln mit n/10 Na-thiosulfat, bis die wässrige Lösung farblos geworden ist. Ein Blindversuch liefert den Titer der Jodlösung. Die Jodzahl kann als vorläufiger Anhaltspunkt auf Doppelbindungen dienen, etwa zur Bestimmung von Visol 6-Präparate.

### Saure Destillation zur Bestimmung des Visol 6

Als Ausgangsmaterial dient das bei 2 bis 4 mm Q.S. und bis zu 50° erhaltene Brennstoff-Destillat. Man benutzt dabei die quantitative Entstehung von Acetaldehyd aus Visol 6 unter dem Einfluß saurer Agentien:



zur Bestimmung. Mit Vorteil benutzt man zur Analyse die von Lieb und Zacherl zur Milchsäurebestimmung beschriebene.

In einen Reaktionskolben bringt man 10 ccm einer neutralen oder schwach sauren Lösung des Destillates, enthaltend 0,2 bis 2 mg Visol 6 und fügt 0,5 g Zitronensäure zu. Durch das Seitenrohr läßt man 2 ccm n-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> zutropfen, erwärmt etwas, sodaß die Lösung zu

sieden beginnt, und saugt dann einen schwachen Luftstrom durch das ganze System. Der dabei gebildete Acetaldehyd wird in einer Vorlage, die 4 ccm 1 %ige Natrium-bisulfit-Lösung enthält, aufgefangen. Die Reaktion ist nach 15 Minuten beendet.

Die Titration wird jodometrisch durchgeführt:

Der Überschuß von Bisulfit wird durch Zusatz von n/10 Jod-Lösung zersetzt und der Jodüberschuß sorgfältig mit n/100 Thiosulfat bis zur Entfärbung von Jod-Stärke zurücktitriert. Die Lösung wird dann mit  $\text{NaHCO}_3$  gesättigt, wodurch die Acetaldehyd-Bisulfit-Verbindung zerlegt wird. Das freigemachte Bisulfit wird mit n/100 Jod-Lösung aus einer Bürette titriert. 1 ccm Jodlösung entspricht 0,324 mg Visol 6 rein.

#### Chromatographische Adsorption

Die chromatographische Adsorptionsanalyse soll hier kurz besprochen werden, da sie harzartige Stoffe charakterisieren kann: Auf einer Nutschflasche ist ein Vorstoß und auf diesem wiederum die Adsorptionsröhre, meist Uviolglas, 1 cm Durchmesser, etwa 20 cm Länge aufgesetzt. Die Nutschflasche steht durch einen Dreiweghahn nach der einen Seite mit einem Vakuumexsikkator, nach der anderen Seite mit einer Wasserstrahlpumpe in Verbindung. Das Adsorptionsrohr ist unten durch einen einfach durchbohrten Kork und eine darauf liegende Filzplatte verschlossen. Zur Analyse wird das Adsorbens, gewöhnlich Aluminiumoxyd "Merck", mit dem betreffenden Lösungsmittel zu einem fast flüssigen Brei angerieben und dieser dann in das Rohr gefüllt. Auf das feuchte Adsorbens werden zwei Papierfilter gelegt um ein Aufwirbeln zu vermeiden. Die Filtration wird so geregelt, daß zwei Tropfen je Sekunde ausfließen. Ohne die Säule dabei trocken zu saugen filtrierte man nacheinander reines Lösungsmittel, Lösung und Elutionsflüssigkeit.

#### V. Gesamtanalyse

Auf Grund der angestellten Versuche wird vorgeschlagen, die BK-Brennstoffe mit Visol 6 zur Analyse durch fraktionierte Destillation vorzubereiten:

Man destilliert bei 2 bis 4 mm Q.S., anfänglich unter Kühlung, dann unter Erwärmen bis etwa  $50^\circ$  die nieder siedenden Anteile des

Brennstoffes in eine mit flüssigem Stickstoff gekühlte doppelte Vorlage ab. Das Destillat kann

Visol 6  
 Äther  
 Alkohol  
 Wasser  
 Acetal

enthalten.

Visol 6 wird bei genauen Analysen durch saure Destillation bestimmt, das Wasser bestimmt man volumetrisch mittels Calcium-carbid durch Abmessung des gebildeten Acetylen; das Acetal wird dann in der hochsiedenden Fraktion nachgewiesen.

Derart erhält man den Gehalt an unverändertem Visol 6 bzw. bei bekannter Ausgangsmenge den Anteil des umgesetzten Visol 6. Das ist in den meisten Fällen schon ein sehr wichtiger Hinweis. Oft wird es dann genügen, das Mischungsverhältnis Anilin:Brenzkatechin bzw. Optol zu kennen, um die Art des Umsatzes hinreichend genau charakterisieren zu können.

Im Destillationsrückstand bestimmt man nun das Brenzkatechin durch Fällung mit Pb-acetat, dann das freie unveränderte Anilin nach der Nitritmethode, Homobrenzkatechin gravimetrisch-titrimetrisch.

Stoffe, die unter Zersetzung hoch sieden und dabei harzartige Körper bilden, lassen sich durch chromatographische Adsorption erfassen.

Bearbeiter und Berichtser:

*Luft*  
 (Luft)

Abteilungsleiter:

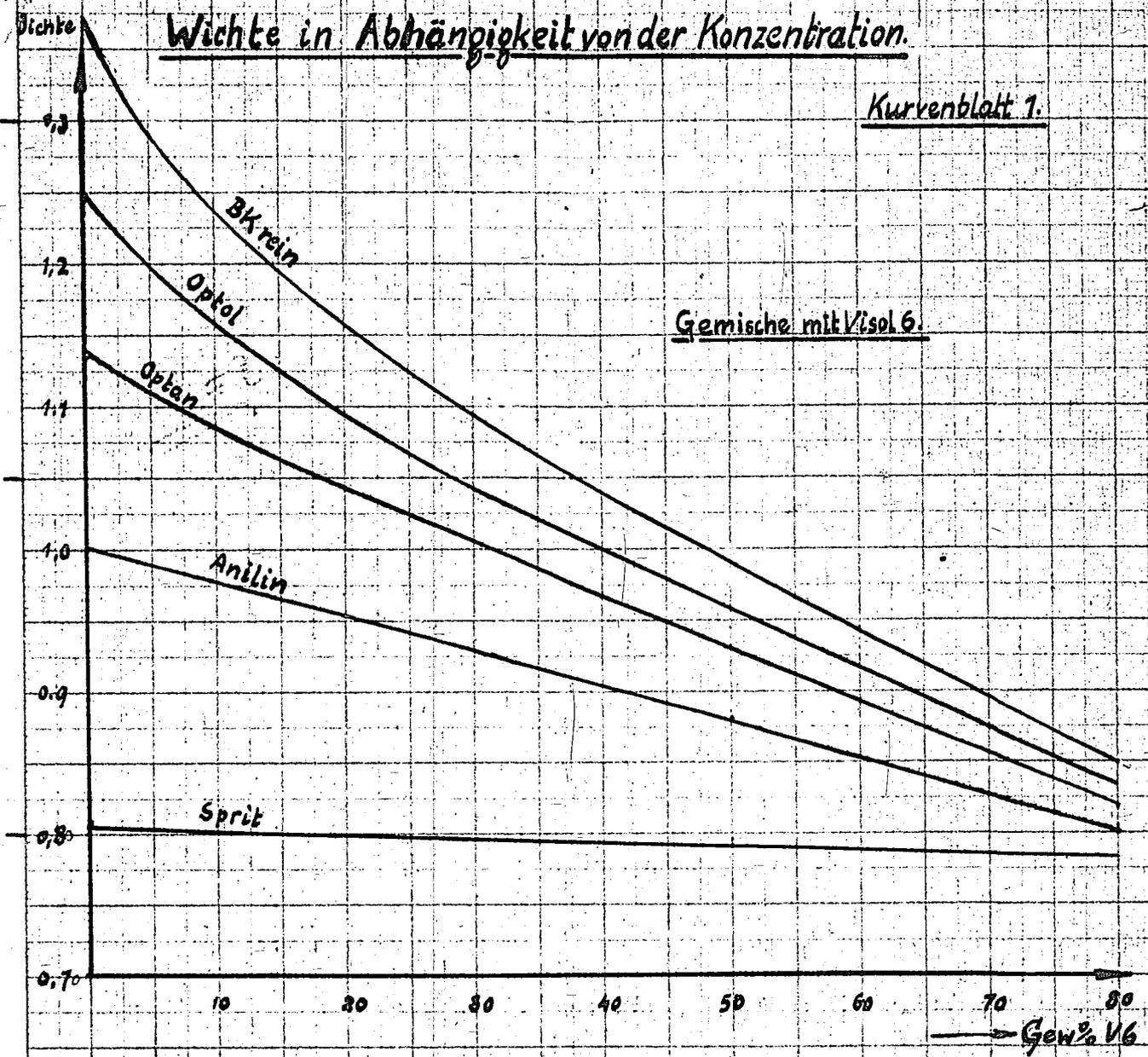
*Heller*  
 (Heller)

Wichtige Daten der Ausgangsstoffe und Reaktionsprodukte

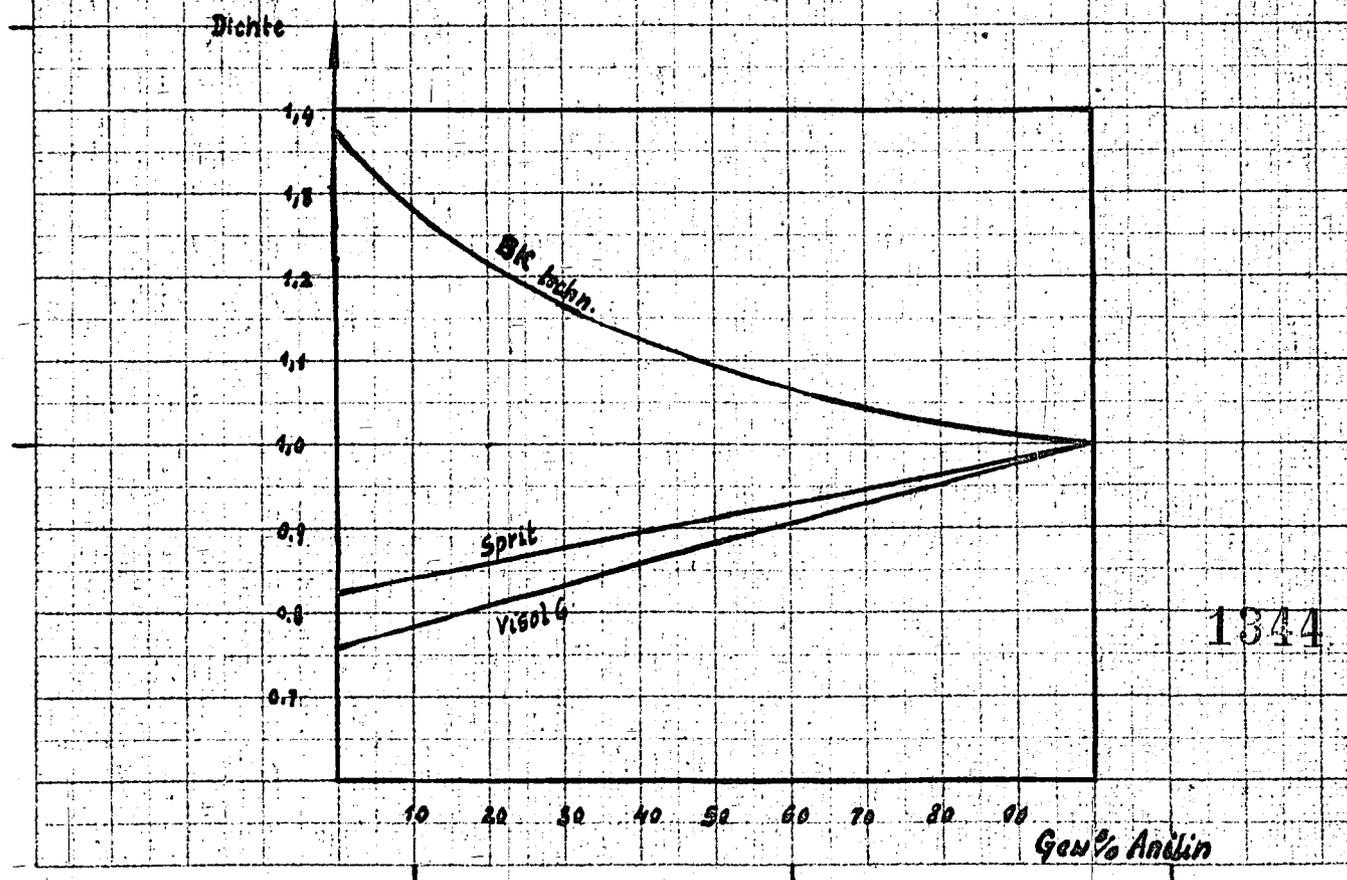
Stoff	Mol. Gew.	T <sub>p</sub> °C	K <sub>p</sub> °C	Dichte 20°C	Löslichkeit bei 20°C in				Spez. Wärme g	Verbr. Wärme /kg	Bild. Wärme /Mol, 25°C	
					W.	A.	A.	PA/Bol				
Wasser	18	0	100	0,998	∞	∞			0,998		-68,313	
Äthanol	46	-174	78	0,79	∞	∞	∞	+	+	0,59	7086	-66,7
Visol 6	72		35	0,76	(+)	+	∞	+		0,60	8200	-58 <sup>s</sup>
Anilin	93	-6	184 60 <sup>o</sup> bei 5ml	1,022	36	∞	∞	+	∞	0,503	8760	-7,5
Brenzka- techin	110	105	245	1,36	45	+	+		+	0,313	6250	-35
Acetal- dehyd	44	-123	20	0,784	∞	∞	∞			0,53	6340	-51
Acetal	118	fl.	102	0,831	46	∞	+			0,51	7870	-118
Paralde- hyd	132	12	124	0,994	13	∞	∞					
AnAc	119	fl.				+	+	+	+	0,53		
AcAn <sub>2</sub>	212	51				+	+	-				
Äthyl- anilin	121	-64	205	0,963		∞	∞	+	+			
DK-A	158	28	215			+	+					

Wichte in Abhängigkeit von der Konzentration.

Kurvenblatt 1.



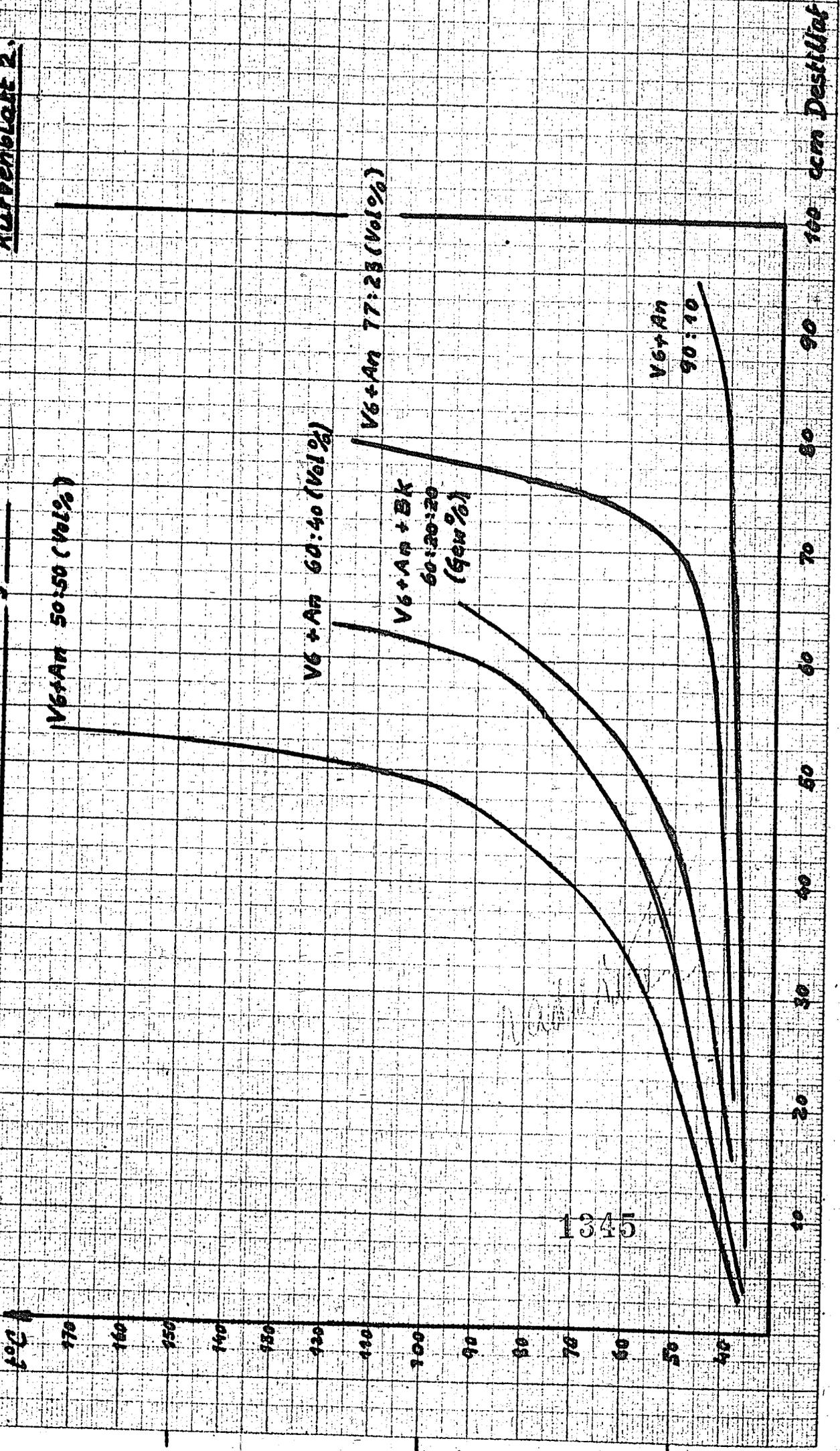
Gemische mit Anilin.



1344

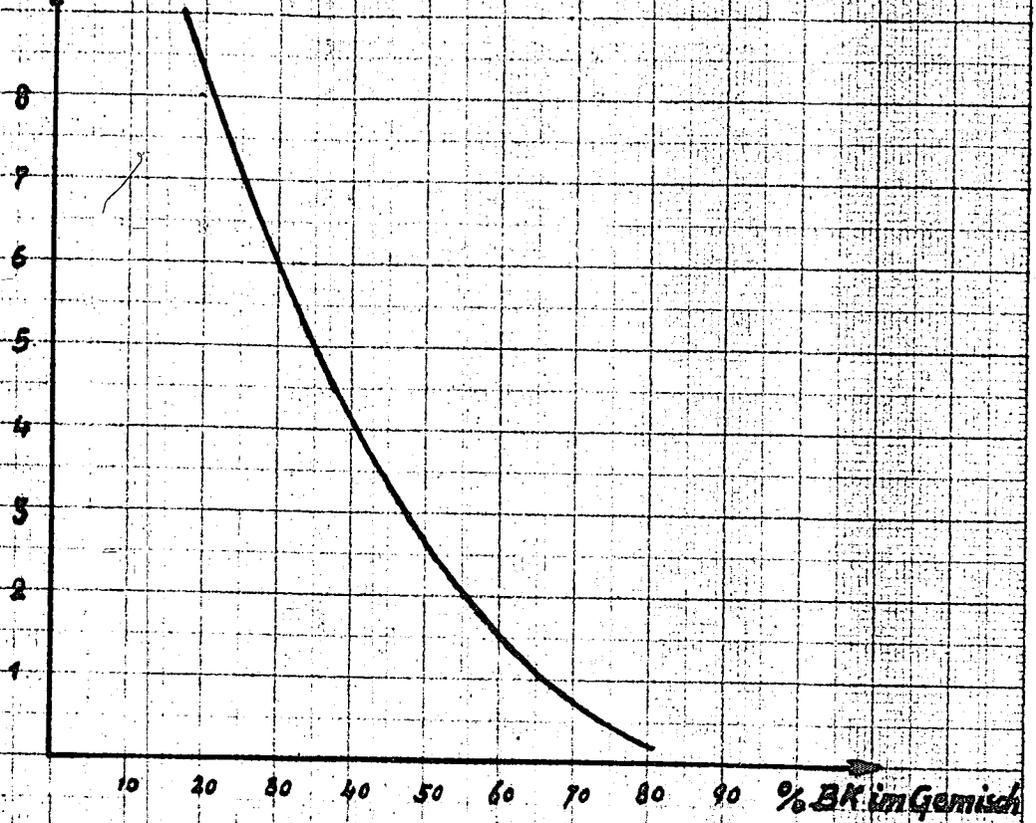
Siede-Analyse.

Kurvenblatt 2.



BK-Fällung bei Gegenwart von Anilin. Analysenfehler.

Zu wenig gef. BK



Vakuum-Destillation (4 mm Q.S.). Analysenfehler.

Gemische An, BK, V6.

Zu wenig gef. V6

