

**Nur für den Dienstgebrauch**  
G 11-1

000298

# Deutsche Luftfahrtforschung

Forschungsbericht Nr. 181.

**FKFS-Verfahren  
zur Bestimmung des Bromgehaltes in Flugkraftstoffen**

Widmaier

Verfaßt bei

**Forschungsinstitut für Kraftfahrwesen und Fahrzeugmotoren  
an der Technischen Hochschule Stuttgart**

**Zentrale für wissenschaftliches Berichtswesen  
der Luftfahrtforschung des Generalluftzeugmeisters (ZWB)  
Berlin-Adlershof**

000299

### **Zur Beachtung!**

Dieser Bericht ist bestimmt für die Arbeiten im Dienstbereich des Empfängers. Der Bericht darf innerhalb dieses Dienstbereichs nur an Persönlichkeiten ausgehändigt werden, die aus dem Inhalt Anregungen für ihre Arbeiten zu schöpfen vermögen.

Verwendung zu Veröffentlichungen (ganz oder teilweise) sowie Weiterleitung an Persönlichkeiten außerhalb des Dienstbereichs des Empfängers ist ausgeschlossen.

Der Bericht ist unter Stahlblechverschluß mit Patentschloß zu halten.

1. - Vorschriften zur Bestimmung des Brom  
Fluckkraftstoffes.

Umsicht:

Nach den technischen Lieferbedin-  
gungen und deren Nacharbeiten  
punkt des abgekühlten Kraftstoffes nicht  
diese Forderung ist nicht immer erfüllt  
die noch wesentlich höher liegen, schon  
verbleiben Kraftstoff zur Verhinderung  
des Auftretens von Nitrilbromid in kristalliner  
Form in der Kraftstoffmischung aus-  
gewirkt. Die Niederschläge entstehen  
dieser Ursache macht es notwendig,  
den Kraftstoff jeucils in kurzer Zeit  
in der nachstehend beschriebenen Verfa-  
hrendung erfüllt werden.

Forschungsinstitut für Kraftfahrwesen  
an der Technischen Hochschule Stuttgart

Institut

W.K

000300

Titel-Verfahren zur Bestimmung des Bromgehaltes in  
Flugkraftstoffen.

Vorsicht:

Nach den technischen Lieferbedingungen für Flugkraftstoffe und deren Mischungsbestandteile darf der Verfestigungspunkt des abgekühlten Kraftstoffes nicht über  $-60^{\circ}\text{C}$  liegen. Diese Forderung wird nicht immer erfüllt. Bei Temperaturen, die noch wesentlich höher liegen, scheidet sich aus dem verbleibenden Kraftstoff zur Verhinderung von Bleioxydbildung zugesetztes Äthylenbromid in kristalliner Form ab, so daß namentlich im Verbrennungsraum die gefährlichen, zu Anfrassungen neigenden Bleiniederschläge entstehen können.

Diese Tatsache macht es notwendig, den Bromgehalt von Flugkraftstoffen jeweils in kurzer Zeit bestimmen zu können. Mit dem nachstehend beschriebenen Verfahren kann diese Forderung erfüllt werden.

Forschungsinstitut für Kraftfahrwesen und Fahrzeugmotoren  
in der Technischen Hochschule Stuttgart.

Institutsleiter:



W. Kamm.

Gliederung

- I. Anlaß und Ziel der Versuche.
- II. Bestimmung des Bromgehaltes in organischen Verbindungen.
  - 1. Überführung von organisch gebundenem Brom in Brom-Ionen.
  - 2. Allgemeine Verfahren zur Brombestimmung.
- III. Bestimmung des Bromgehaltes in Flugkraftstoffen.
  - 1. Anwendung bekannter Brombestimmungsverfahren unter verschiedenen Versuchsbedingungen.
  - 2. Aufspaltung von Aethylenbromid mit Kaliumäthylat in der Bombe.
- IV. Versuchsergebnisse über die Brombestimmung in der Bombe.
  - 1. Festlegung der Versuchsbedingungen.
  - 2. Brombestimmung in handelsüblichen Flugkraftstoffen.
- V. Zusammenfassung.
- VI. Schrifttum.

Der Bericht umfaßt:  
18 Seiten mit  
4 Bildern und  
2 Zahlentafeln

Abteilungsleiter:

*P. Riskert*

P. Riskert.

Bearbeiter:

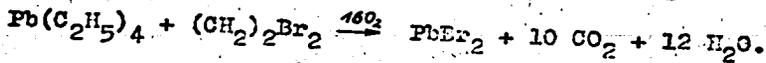
*O. Widmaier*

O. Widmaier.

Stuttgart, den 19.6.43.

## I. Anlaß und Ziel der Versuche.

Stützliche Flugkraftstoffe enthalten zur Erhöhung der Klopfestigkeit bis zu 0,125 Vol.-% Bleitetraäthyl, das im Verbrennungsraum in das sehr beständige Bleioxyd übergeführt wird und dort unangenehme Korrosionserscheinungen hervorruft. Zur Verhinderung der Bleioxydbildung wird der Bleitetraäthyllösung Aethylenbromid<sup>1) 2)</sup> zugesetzt, wodurch in Gegenwart von Luftsauerstoff unter bestimmten Temperatur- und Druckbedingungen folgende chemische Umsetzung vor sich geht:



Das gebildete Bleibromid hat einen Verfestigungspunkt von  $370^\circ\text{C}$ , ist also gegenüber Bleioxyd mit einem Verfestigungspunkt von  $800^\circ\text{C}$  wesentlich flüchtiger, so daß die Bleiab-scheidung im Motor auf ein Mindestmaß herabgesetzt wird. Andererseits neigt das Aethylenbromid mit einem Verfestigungspunkt von  $+8^\circ\text{C}$  bei tieferen Temperaturen zur Ausscheidung, was zur Folge hat, daß das Verhältnis Bleitetraäthyl zu Aethylenbromid im Kraftstoff geändert wird und die Bleioxydbildung im Verbrennungsraum zunimmt. Aus diesen Gründe ist es wichtig, vor dem Gebrauch neben dem Blei - auch den tatsächlichen Bromgehalt von Flugkraftstoffen möglichst schnell ermitteln zu können. Demzufolge wird ein einfaches Schnellverfahren zur Brombestimmung in Flugkraftstoffen angestrebt.

## II. Bestimmung des Bromgehaltes in organischen Verbindungen.

Ist in einer organischen Verbindung ausser Kohlenstoff und Wasserstoff noch Brom enthalten, z.B. in Aethylenbromid, so muß zur Analyse das Brom in die Ionenform übergeführt werden. Dazu wird im allgemeinen nach den Verfahren von Carius<sup>3)</sup> die zu untersuchende Substanz meist durch Erhitzen mit roter rauchender Selpetersäure in Gegenwart von Silbernitrat im Einschlußrohr oxydiert und das Brom als Silberbromid bestimmt. Auf die wesentlichsten Aufschlußverfahren für organisch gebundenes Brom und die quantitative Brombestimmung wird im folgenden eingegangen.

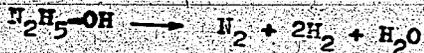
## 1. Überführung von organisch gebundenem Brom in Brom-Ionen.

Das organisch gebundene Brom kann man ausser noch dem allgemein anwendbaren Verfahren von Carius auch durch Glühen mit halogenfreiem Kalk<sup>3)</sup> in Bromid überführen. Es bildet sich hierbei Kalziumbromid.

Weitere Halogenbestimmungen beruhen darauf, daß die organischen Verbindungen bei hohen Temperaturen in einem abgeschlossenen Rohr oder Gefäß, z.B. in der Parr-Bombe<sup>4)</sup>, unter Anwendung von Kalziumhydroxyd<sup>5)</sup> oder Natriumsuperoxyd<sup>6) 7)</sup> oxydiert bzw. zersetzt werden. Selbst einfaches Verbrennen mit Sauerstoff<sup>8)</sup> führt das organisch gebundene Brom in Gegenwart von Natriumsalzen in Natriumbromid über.

Die Überführung des organisch gebundenen Broms kann man auch durch Hydrierung vornehmen, indem die organische Bromverbindung bei 350 bis 400°C<sup>9)</sup> oder in Gegenwart von Nickel und Chromat in Wasserstoffstrom bei 400 bis 450°C<sup>10)</sup> behandelt wird.

Ausserdem ist es nach O. Tomicsek und K. Petak<sup>11)</sup> auch möglich, die organische Bromverbindung durch Verseifung mit Alkohol, Natronlauge und Zinkstaub quantitativ aufzuspalten. Giacalone<sup>12)</sup> behandelt die organische Bromverbindung mit Kaliumbichromat und Schwefelsäure, wodurch elementares Brom frei wird. Das freie Brom wird in eine wässrige Wasserstoffsuperoxydlösung geleitet und darauf quantitativ bestimmt. Mit Hydrazinhydrat und aktivem Palladium<sup>13)</sup> läßt sich organisch gebundenes Brom ebenfalls sehr schnell quantitativ aufspalten. Gemäß der Gleichung:



wird der entstehende Wasserstoff katalytisch zur hydrierenden Jonisation des gebundenen Broms verwendet.

## 2. Allgemeine Verfahren zur Brombestimmung.

Während die oben beschriebenen Verfahren nur das organisch gebundene Brom in die Ionenform überführen, seien nun kurz die bekannten Brombestimmungsverfahren besprochen.

Das Bromid kann sowohl gewichts- als auch maßanalytisch bestimmt werden. Gewichtsanalytisch wird es in salpetersaurer Lösung mit Silbernitrat als Silberbromid gefällt, in Porzellanfiltertiegeln filtriert, bei 110°C getrocknet und gewogen.

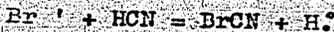
Aufbauend auf den Erfahrungen von Carius geben E. Abrahamiczik und F. Blumel<sup>14)</sup> ein Verfahren an, bei dem zur Filtration des Silberbromids Jenaer Filterbecher nach Eich und Schwarz-Bergkamp<sup>15)</sup> benutzt werden. Diese haben den Vorteil, daß sie in sich Fällungsgefäß und Filter vereinigen und Volumenveränderungen vermeiden. Ausserdem ist die Dauer einer Bestimmung kürzer. Eine verbesserte Mikro- und Halbmikrobestimmung nach Carius wird von R.H. Kimball und E.H. Wittenberg beschrieben<sup>16)</sup>. Ebenso gibt C. Tiedcke<sup>17)</sup> einige Hinweise für die Halogenbestimmung nach Carius.

Ein organisches Fällungsreagens schlagen R. Berg und E. Becker<sup>18)</sup> vor. Es handelt sich um Chinolin-chinon (5,8) - 8 - oxychinolyl - (5) - imid (5), genannt Indoxin.

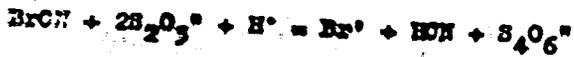
Auf maßanalytischem Wege wird Brom hauptsächlich nach Volhard und Mohr bestimmt<sup>19)</sup>. Volhard gibt zur Untersuchungslösung einen großen Überschuß von n/10-Silbernitrat-Lösung, 5 cm<sup>3</sup> Ferriammoniumsulfat und so viel verdünnte Salpetersäure, daß die Flüssigkeit farblos wird. Der Überschuß an n/10-Silbernitrat-Lösung wird mit n/10-Ammoniumrhodanid zurücktitriert.

Das Mohrsche Verfahren beruht darauf, daß Silbernitrat-Lösung in einer neutralen, mit einigen Tropfen Kaliumchromat versetzten Bromidlösung rotes Silberchromat bildet, das wieder verschwindet, so lange noch Bromionen in der Flüssigkeit vorhanden sind. Die Rotfärbung bleibt bestehen, wenn die quantitative Fällung des Bromions stattgefunden hat.

Durch starke Oxydationsmittel werden Bromide in saurer Lösung in Gegenwart von Cyanwasserstoff zu Bromcyan oxydiert:



Als Oxydationsmittel verwenden Willard und Fenwick<sup>20)</sup> Permanganat. Das gebildete Bromcyan<sup>21)</sup> kann nach Kurtzacker nach der Gleichung:



titriert werden.

### III. Bestimmung des Bromgehaltes in Flugkraftstoffen:

Bei der Brombestimmung in Flugkraftstoffen kommt gegenüber der Bestimmung des Broms in organischen Verbindungen neu hinzu, daß die zu untersuchende organische Bromverbindung, nämlich Äthylenbromid, im Kraftstoff selbst ist und nur kleinste Mengen dieser Verbindung jeweils zur Untersuchung vorliegen. Auch ist es nicht möglich, das Benzol von Äthylenbromid durch Destillation abzutrennen, da der Siedepunkt des Äthylenbromids, der bei 131°C liegt, mit den Siedetemperaturen der Kraftstoffe zusammenfällt.

Auf Grund der im Schrifttum niedergelegten Erkenntnisse wurden einzelne bekannte Verfahren zur Brombestimmung in Gegenwart von Benzol angewandt.

#### 1. Anwendung bekannter Brombestimmungsverfahren unter verschiedenen Versuchsbedingungen.

##### a) Versuche zur Aufspaltung von Äthylenbromid durch Oxydation.

In der Berthelot-Mehler-Heizwertbombe wurde in einer Gelatinekapfel 1 g Benzol bei einem Sauerstoffdruck von 25 atm in Gegenwart von Silbernitrat und wenig verdünnter Salpetersäure mit Hilfe von Glühfunken verbrannt und das gebildete Silberbromid gewichts- und maßanalytisch bestimmt. Obwohl zur Verbrennung von 1 g Benzol nur etwa 3 g Sauerstoff und für die Kapsel etwa 6 g Sauerstoff notwendig waren und insgesamt etwa 40 g Sauerstoff zur Verfügung standen, traten in der Bombe Verkohlungserscheinungen auf. Die gefundenen Bromwerte waren zu nieder.

Die Versuche in der Bombe wurden fortgesetzt, wobei verdünnte Natronlauge zur Umsetzung in Natriumbromid zugegeben wurde. Das Silberbromid wurde in salpetersaurer Lösung mit einem Überschuß an Silbernitrat behandelt und die gebildete Menge an Silberbromid durch Titration des überschüssigen Silbernitrats mit Ammoniumrhodanid und Ferriammoniumsulfat als Indikator bestimmt.

Auch diese Versuche befriedigten nicht, da die Bromwerte wieder zu nieder ausfielen; ausserdem traten vielfach schwankende Werte auf. Diese Unterschiede sind wohl auf die Nebenreaktionen der Bromionen mit Natronlauge zurückzuführen, da ausser Natriumbromid sich auch Natriumhypobromid nach folgender Reaktion bilden kann:



Es wurde noch versucht, die Oxidation mit Natriumperoxyd zu beschleunigen; aber auch auf diese Weise konnten keine quantitativen Werte erhalten werden.

Weitere Versuche wurden im Verbrennungsgarolr nach Grote-Krekeler durchgeführt. Dazu wurde 1 g Benzol, das etwa 100 mg Äthylbromid enthielt, in Luft- und Sauerstoffstrom verbrannt und die Verbrennungsgase mit Gas aus Äthylbromid frei gewordenen Brom in eine n/10-Silbernitratlösung geleitet. Die gebildete Menge an Silberbromid, die entweder gewichtsanalytisch oder titrimetrisch bestimmt wurde, war wieder viel zu nieder. Die Verbrennungsgase mit freiem Brom wurden auch in eine n/10-KJ-Lösung geleitet, um die durch das freie Brom abgeschiedenen Jodmoleküle quantitativ nach folgender Umsetzung zu bestimmen:



Das hierbei auftretende freie Jod wurde mit Natriumthiosulfat titriert. Die Bromwerte waren ebenfalls durchweg zu nieder.

#### b) Versuche zur Aufspaltung von Äthylbromid durch Hydrierung.

In dem Grote-Krekeler-Gerät wurde nun versucht, das organisch gebundene Brom mit Hilfe von Wasserstoff in Gegenwart eines Katalysators zu reduzieren. Dabei sollte 1 g der zu untersuchenden Probe in Wasserstoffstrom in Gegenwart eines Nickelkatalysators bei etwa 400°C durch Reduktion in Bromwasserstoff übergeführt und die entstandene Säure mit Lauge titriert werden. Die Reaktion sollte nach folgender Gleichung vor sich gehen:



An Stelle des Ni-Katalysators wurden auch Versuche mit Palladium durchgeführt. Doch konnte mit beiden Katalysatoren kein Bromwasserstoff erzeugt werden.

c) Versuche zur Aufspaltung von Aethylenbromid durch Verseifung.

Ähnliche Versuche zur Aufspaltung von Aethylenbromid wurden mit Alkohol, Zink und NaOH angestellt, wobei die Erfahrungen von O. Tomick und K. Pataki<sup>11)</sup>, die über ein Verfahren zur Brombestimmung nach Jansky berichteten, zugrunde gelegt wurden. Nach diesem Verfahren werden 0,2 g Substanz mit 25 cm<sup>3</sup> Alkohol und 5 g NaOH + 0,5 g Zinkstaub verseift.

An Stelle der Substanz wurde nun Benzol verwendet, das etwa 1 Gew.-% Aethylenbromid enthielt, und am Rückfluskkühler mit Alkohol, NaOH und Zn-Staub verschieden lange behandelt.

Alle Versuche ergaben zu niedrige Bromwerte.

2. Aufspaltung von Aethylenbromid mit Kaliumäthylat in der Bombe.

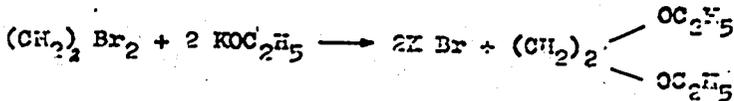
Bei den früheren Verseifungsversuchen mit Natrium, Alkohol und Zinkstaub wurde am Rückfluskkühler nicht die Temperatur erreicht, die zur quantitativen Aufspaltung von Aethylenbromid notwendig ist. Deshalb wurde zu der Bombe gegriffen. Anstelle von Natrium wurde Kalium verwendet. Ausserdem wurden nicht Kalium und Alkohol gesondert zum Aethylenbromidhaltigen Kraftstoff gegeben, sondern als Kaliumäthylat. Kaliumäthylat ist wirksamer als Natriumäthylat.

Die für die Versuche verwendete Bombe mit Glaseinsatzgefäß ist aus Bild 1 zu sehen. Die genauen Maße gehen aus Bild 2 hervor.

Zur Verhütung der unmittelbaren Erweiterung mit dem Bombenwerkstoff wurde der zu untersuchende Kraftstoff in ein hitzebeständiges Glasgefäß (Bild 1) gebracht und in der Bombe auf verschiedene Temperaturen erhitzt. Der in Bild 3 dargestellte Blechkasten dient zur gleichzeitigen Untersuchung von vier Kraftstoffproben. Durch einen Aufbau

In dieser Art ist es möglich, Reihenuntersuchungen sehr schnell durchzuführen.

Die Bombe wurde auf verschiedene Temperaturen gebracht und das Reaktionsgemisch - bestehend aus Kraftstoff, Äthylenbromid und Kaliumäthylat - nach bestimmter Einwirkungszeit auf den Gehalt an Bromionen untersucht. Die Reaktionsgleichung lautet:



Die neben Kaliumbromid entstehende organische Verbindung ist nicht beständig.

IV. Versuchsergebnisse über die Brombestimmung in der Bombe.

Bei der großen Anzahl von Brombestimmungen hat sich herausgestellt, daß besonders auf völlige Dichtigkeit der Bombe zu achten ist. Es ist deshalb notwendig, nach jeder Bestimmung den Sitz des Deckels, am besten mit Chloroform oder Aceton, gut zu reinigen.

Zuerst wurden unverbleite Grundbenzine mit bekannten Mengen von Äthylenbromid versetzt und der Bromgehalt ermittelt. Sodann wurden die Bromgehalte von verbleiten Flugkraftstoffen bestimmt.

1. Festlegung der Versuchsbedingungen.

Zur Festlegung der Versuchsbedingungen wurden jeweils 25 cm<sup>3</sup> Leuko-Benzin mit Äthylenbromid versetzt und mit 25 cm<sup>3</sup> Kaliumäthylat bei 150, 200, 250 und 300°C in der Bombe behandelt. Die Menge an entstandenen Kaliumbromid wurde mit n/10-Silbernitrat-Lösung und Ammoniumrhodanid in Gegenwart von Ferriammoniumsulfat maßanalytisch quantitativ erfasst. Dabei hat sich ergeben, daß - wie Bild 4 zeigt - bei 150°C eine Behandlungszeit von einer Stunde notwendig ist, um 99,5 Gew.-% Äthylenbromid zu erfassen. Bei 200°C wird die Zeit schon auf 30 min herabgesetzt. Noch kürzere Reaktionszeiten zu wählen, ist nicht ratsam, da z.B. in 15 min auch bei höheren Temperaturen keine vollständige Umsetzung erreicht wird. Weiter kommt hinzu, daß bei 300°C manche Kraftstoffe schon stark zersetzt werden und die dabei entstehenden Verfärbungen die Titration des Reaktionsgemisches stören.

Für die folgenden Bestimmungen wurden deshalb die Temperatur von 200°C und die Zeitdauer von 30 min gewählt.

Auf diese Weise wurden die in Schichtfol 1 angegebenen gestellten Werte erhalten. Die angegebene Kraftstoffmenge war hierbei 50 cm<sup>3</sup> und die Reaktionszeit gegenüber früheren Versuchen nur noch 1 cm<sup>3</sup>. Außerdem wurden harzhaltige und olefinische Kraftstoffe 1 min lang mit 70%iger Schwefelsäure ausgeschüttelt. Trotz des geringen Äthylbromidzusatzes von etwa 0,05 bzw. 0,1 Gew.-% wurde eine befriedigende Genauigkeit erzielt.

2. Brombestimmung in handelsüblichen Flackkraftstoffen.

Für die weiteren Brombestimmungen wurde nun folgende Arbeitsweise festgelegt:

50 cm<sup>3</sup> Kraftstoff werden in das Glasgefäß der Bombe mit 1 cm<sup>3</sup> konzentrierter Kaliumethylat-Lösung<sup>1)</sup> gegeben und bei 200°C 30 min lang in dicht verschlossener Bombe erhitzt. Darauf wird die gesamte Flüssigkeit mit etwa 100 cm<sup>3</sup> Wasser quantitativ in einem 200 cm<sup>3</sup>-Erlenmeyerkolben gegeben und mit Salpetersäure angesäuert.

Nun wird das vorliegende Kaliumbromid mit einem Überschuß an n/10-Silbernitratlösung als Silberbromid gefällt und das überschüssige Silbernitrat mit n/10-Ammoniumrhodanid-Lösung in Gegenwert von mit Salpetersäure entfärbtem Ferrisulfat als Indikator zurücktitriert. Die verbrauchte Menge in cm<sup>3</sup> an n/10-Silbernitrat-Lösung mit 0,01878 multipliziert ergibt den Gehalt an Äthylbromid in Gew.-%; für die Angabe in Gew.-% Brom gilt der Faktor 0,01598.

Harzhaltige und olefinische Kraftstoffe werden vorbehandelt, indem etwa 80 cm<sup>3</sup> Kraftstoff in Scheidetrichter mit 50 cm<sup>3</sup> 70%iger Schwefelsäure 1 min lang geschüttelt und nach Entfernen der Schwefelsäure gut mit Wasser nachgewaschen werden.

Anstelle des reinen Äthylbromidzusatzes wurde jetzt Ethylfluid, das ein Gemisch aus Bleitetraäthyl, Äthylbromid und sonstigen geringen Beimengungen darstellt, verwendet; der Gehalt an Äthylbromid wurde aus dem Verhältnis für Ethylfluid:

Bleitetraäthyl = 61,42 Gew.-%  
Äthylbromid = 35,68 Gew.-% errechnet.

1) Zu 100 cm<sup>3</sup> 93%iger Äthylalkohol werden etwa 15 g Kalium

Mit Ausnahme einer etwa größeren Streuung für russisches Benzin kann der Bromgehalt von verbleiten Flugkraftstoffen mit ausreichender Genauigkeit bestimmt werden. Die Untersuchungs-Ergebnisse gehen aus Klentafel 2 hervor.

#### V. Zusammenfassung.

zur Bestimmung des Bromgehaltes in Flugkraftstoffen wurde ein Verfahren entwickelt, das mit Hilfe von Kaliumäthylat den Aufschluß von Äthylbromid in einer Bombe in kurzer Zeit ermöglicht. Die Brombestimmung wird hierbei auf maßanalytische Wege durchgeführt. Eine Untersuchung dauert bei hinreichender Genauigkeit etwa 40 Min; bei Reihenuntersuchungen kann diese Zeitdauer noch wesentlich herabgesetzt werden.

VI. S c h r i f t t u m .

- 1) Szezepanski, Kraftstoff Bd. 16 (1940) S. 52.
- 2) O. Widmaier u. L. Henninger, Techn. Berichte der ZVE Bd. 9 (1942) S. 111.
- 3) L. Gattermann, Die Praxis des organischen Chemikers, 22. Aufl. Verlag Walter de Gruyter & Co., Berlin und Leipzig 1930.
- 4) Chao Lun Tseng, Mei Hu, Ming-Shin Chiang, J. Chin. Chem. Soc. Bd. 3 (1935) S. 39.
- 5) R. H. Kimball, Lewis El Tufts, Ind. Engng. Chem. Analyt. Edit. Bd. 10 (1938) S. 530.
- 6) R. Kraus, Z. analyt. Chemie Bd. 117 (1939) S. 245.
- 7) Eiji Ochiai, Kyosuke Tsuda, Syuusaka Sakamoto, J. Pharm. Soc. Japan Bd. 57 (1937) S. 301.
- 8) M. Jurecek, Chem. Zentralblatt 1936 I, S. 1064.
- 9) A. Lacourt, C. R. Séances Acad. Sci. Bd. 203 (1936) S. 1367.
- 10) A. Lacourt, Mikrochemie, Bd. 23 (1938) S. 308.
- 11) O. Tomicek u. K. Petak, Chem. Zentralblatt 1938 I-S. 1838.
- 12) A. Giacalone, Ann. Chim. applicata Bd. 29 (1939) S. 271.
- 13) M. Busch, Angew. Chemie Bd. 38 (1925) S. 519.
- 14) E. Abrahamiczik u. F. Blümel, Mikrochim. Acta Bd. 3 (1938) S. 185.
- 15) Emich u. Schwarz-Berkampf, Z. analyt. Chem. Bd. 69 (1926) S. 3.
- 16) R. H. Kimball u. H. H. Wittenberg, Ind. Engng. Chem. Analyt. Edit. Bd. 9 (1937) S. 48.
- 17) C. Tiedcke, Mikrochemie Bd. 23 (1938) S. 301.
- 18) R. Berg u. E. Becker, Z. analyt. Chem. Bd. 119 (1940) S. 81.
- 19) Gutbier u. Birckenbach, Prakt. Anleitung zur Maßanalyse, 3. Auflage, Verl. Conrad Wittwer, Stuttgart.
- 20) Willard u. Fenwick, Journ. Amer. Chem. Soc. Bd. 45 (1923) S. 45.
- 21) Kurtmacker, Zeitschr. anorg. Chem. Bd. 116 (1921) S. 243.

Zahlentz. 2011.

000306

Bestimmung des Bromgehaltes von Äthylbromidhaltigen Kraftstoffen.

Bezeichnung des Kraftstoffes	Menge Äthylbromid in 50 cm <sup>3</sup> Kraftstoff	Verbrauch an n/10-Äthylbromid	Sekundäre Menge an Äthylbromid	Menge	Gefundener Bromgehalt
	kg	cm <sup>3</sup>	g	g	g
Leucht-Flugbenzin	50	5,20	40,50	0,0992	0,0344
" "	50	5,20	40,50	0,0928	0,0340
" "	50	5,20	40,20	0,0984	0,0336
" "	25	2,60	20,79	0,0496	0,0422
" "	25	2,65	24,88	0,0497	0,0424
" "	25	2,64	24,79	0,0496	0,0422
Synthese-Benzin	50	5,20	48,83	0,0977	0,0832
" "	50	5,19	48,73	0,0975	0,0830
" "	50	5,17	48,55	0,0971	0,0826
" "	25	2,54	24,79	0,0496	0,0422
" "	25	2,58	25,17	0,0503	0,0428
" "	25	2,67	25,07	0,0501	0,0426
Rum-Benzin	50	5,61	52,63	0,1054	0,0896
" "	50	5,37	50,42	0,1008	0,0856
" "	50	5,44	51,03	0,1022	0,0870
" "	25	2,93	27,04	0,0541	0,0460
" "	25	2,96	27,79	0,0556	0,0474
" "	25	2,91	27,33	0,0546	0,0465

000307

- 14 -

## Tabelle 2.

Bestimmung des Gehaltes von verbleibenden Kraftstoffen.

Beschreibung des Kraftstoffes	Gehalt an Kohlenstoff		Vorbereitung		Gefundene Menge an Kohlenstoff	
	gew.-%	an C	an N <sub>2</sub>	an N <sub>2</sub>	gew.-%	gew.-%
Ruß-Brennöl	0,1078	0,0626	3,26	30,61	0,0512	0,0521
" "	0,1078	0,0626	3,19	29,95	0,0509	0,0510
" "	0,0539	0,0313	1,70	16,71	0,0334	0,0234
" "	0,0539	0,0313	1,70	16,61	0,0336	0,0239
" "	0,2157	0,1255	6,48	60,95	0,1217	0,1039
" "	0,2157	0,1255	6,51	61,15	0,1223	0,1040
Leuna-Brennöl	0,0539	0,0313	1,63	15,76	0,0316	0,0268
" "	0,0539	0,0313	1,70	15,96	0,0319	0,0272
" "	0,1078	0,0626	3,26	30,61	0,0512	0,0522
" "	0,1078	0,0626	3,19	29,95	0,0509	0,0510
" "	0,1659	0,0964	5,05	47,42	0,0948	0,0498
" "	0,1659	0,0964	5,05	47,42	0,0948	0,0800
" "	0,1659	0,0964	5,05	47,42	0,0948	0,0800
" "	0,1659	0,0964	5,07	47,61	0,0952	0,0810
Synthese-Brennöl	0,1659	0,0964	5,01	47,04	0,0941	0,0800
" "	0,1659	0,0964	5,05	47,7	0,0954	0,0812
" "	0,0330	0,0482	2,51	23,57	0,0471	0,0402
" "	0,0330	0,0482	2,48	23,29	0,0465	0,0395
" "	0,0330	0,0483	2,48	23,30	0,0468	0,0398
C3-Kraftstoff	0,2062	0,1198	6,10	57,28	0,1146	0,0974
" "	0,2062	0,1198	6,01	56,43	0,1129	0,0960
" "	0,2062	0,1198	5,92	55,59	0,1112	0,0946
B4-Kraftstoff	0,2011	0,1163	6,10	57,28	0,1145	0,0974
" "	0,2017	0,1172	6,10	57,28	0,1146	0,0974
" "	0,2017	0,1172	6,07	57,00	0,1140	0,0970
" "	0,2031	0,1180	6,01	56,43	0,1129	0,0960
" "	0,2062	0,1198	6,01	56,43	0,1129	0,0960

000308

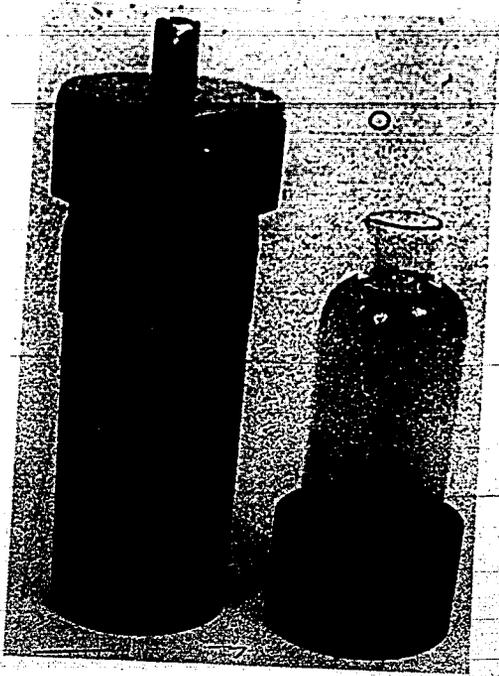


Bild 1

Membranzelle als Glasgefäß zur Brombestimmung in Fluorwasserstoffen.

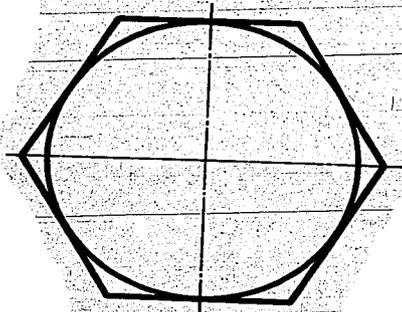
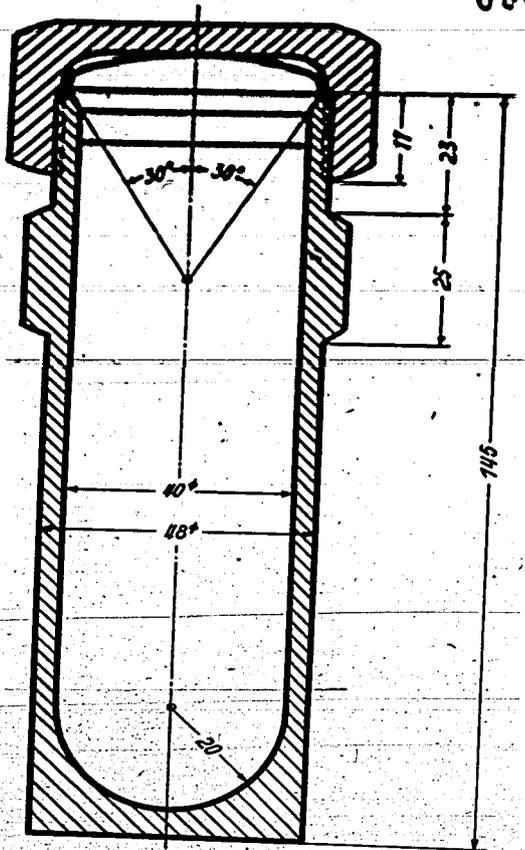


Bild 2  
Bombe in Schnitt

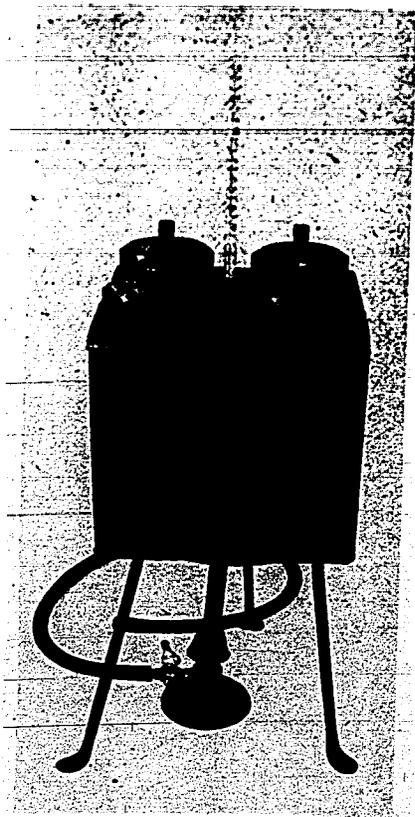


Bild 3.

Blechkasten mit vier Metallbomben.

000311

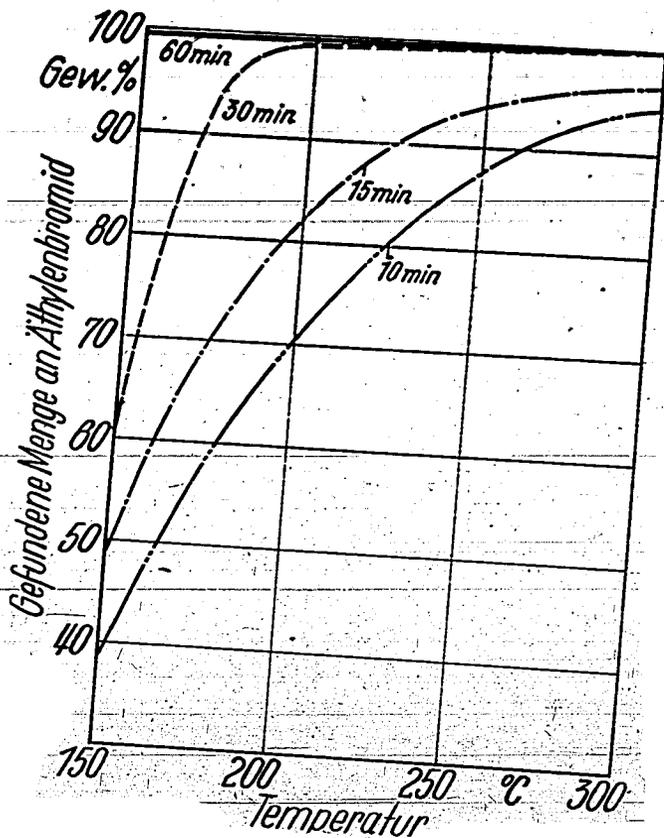


Bild 4

Bestimmung von Aethylenbromid in Gegenwart von  
Leuna-Benzin unter Temperaturänderung in der Bombe.