

⑩ 2744-30/S.05-55
Abschrift
29

Bestimmung von Bleitetraäthyl im Kraftstoff.
Methode des B.V.

Im nachfolgenden wird eine Methode zur Bestimmung von Bleitetraäthyl im Kraftstoff beschrieben, die besonders schnell ausführbar ist und sich daher zu Serienanalysen gut eignet. Die Methode beruht darauf, dass die Bildung von Bleisulfat in dem Kraftstoff vorgenommen wird und zwar in der Weise, dass die Umsetzung des mit Jod gebildeten Bleitriäthyljodid durch Zugabe von alkoholischer Schwefelsäure erfolgt. Das Bleisulfat wird abfiltriert, in Ammonacetat gelöst und das Blei mit Natriumsulfid titrimetrisch ermittelt.

Die Ausführung ist folgende:

50 bis 100 ccm Kraftstoff, auch alkoholischer Kraftstoff, werden in einem besonders dafür konstruierten Kolben (angefertigt wird dieser Kolben von der Pa. Dr. Güttes, Bochum) von ca. 500 ccm Inhalt unter Zusatz von 10 bis 15 ccm einer 8%igen alkoholischen Jodlösung 20 Minuten am Rückflusskühler erhitzt. Gleichzeitig gibt man 20 ccm alkoholische Schwefelsäure hinzu, die im Liter 50 ccm konzentrierte Schwefelsäure enthält. Bei Crackbenzin kann unter Umständen der Jodzusatz erhöht werden müssen, meist reichen aber die angegebenen Mengen hierfür aus. Nach dem Erhitzen wird die Flüssigkeit abgekühlt und der Rückstand, nachdem man eine geringe Menge Wasser (10 ccm) zugesetzt hat, durch einen Glasfildertiegel G 4 filtriert. Bei Crackbenzin ist der Niederschlag meist dunkelbraun bis schwarz gefärbt, was auf organische Zersetzungsprodukte zurückzuführen ist. Um diese Stoffe in Lösung zu halten, gibt man zweckmässig schon vor oder während des Erhitzens 10 bis 15 ccm Benzol hinzu, evtl. auch ein Gemisch von Tetrachlorkohlenstoff und Benzol. Der Filderrückstand wird mit wenig 96%igem Alkohol ausgewaschen, nicht ganz trocken gesaugt und dann mit ca. 20 ccm einer 10%igen heissen Ammonacetatlösung in Lösung gebracht. Nach dem Auswaschen des Fildertiegels mit heissem Wasser, erhitzt man kurze Zeit über freier Flamme, bis der Niederschlag vollkommen gelöst ist. War der Niederschlag nicht zu trocken gesaugt, so findet die Auflösung des Niederschlages in kurzer Zeit statt. Die annähernd neutrale Flüssigkeit wird hierauf abgekühlt, mit Ammoniak schwach alkalisch gemacht (Indikator Lackmuspapier) und das Blei mit einer n/10 Natriumsulfidlösung unter Zugabe von etwas Filderschleim titriert. Durch den Zusatz von Filderschleim ballt sich der Niederschlag sehr rasch zusammen und man kann an dem einfallenden Tropfen der Natriumsulfidlösung sehr leicht erkennen, wann die Titration beendet ist.

Zweckmässig gibt man stufenweise 0,3 ccm Sulfidlösung hinzu und beobachtet nach kurzem Umschütteln, ob noch eine Bräunung der oberen Flüssigkeitsschicht eintritt. Ist dies nicht der Fall, so ist das Blei ausgefällt und man nimmt den Überschuss des Natriumsulfids nach vorherigem Ansäuern mit verdünnter Essigsäure mit einer n/10 Jodlösung (Indikator, Stärkelösung (nicht Jodzinkstärke) zurück. Es hat sich als praktisch erwiesen, dass man den Niederschlag von Bleisulfid durch ein Faltenfilter abfiltriert, gut auswaschen, und das Rückfiltrieren des unverbrauchten Natriumsulfids in der klaren Lösung vornimmt. Sollte die Lösung noch schwach braun erscheinen, so giesst man sie durch dasselbe Filter zurück. Das Natriumsulfid ändert sehr schnell seinen Titer und es empfiehlt sich daher, diese Lösung in nicht allzu grossen Mengen herzustellen und ein über den anderen Tag mit einer Jodlösung zu kontrollieren. Die Berechnung des Bleitetraäthylgehaltes geschieht in folgender Weise:

Angewandt wurden z.B. 50 ccm Kraftstoff. Verbrauch an Natriumsulfid 5,2 ccm, deren Titer 1,020 beträgt. Faktor für Bleitetraäthyl = 0,01597.

$$\frac{0,01597 \times 5,2 \times 1,02 \times 20}{1,63} = 1,04 \text{ ccm Bleitetraäthyl im Liter.}$$

Laboratorium, den 16.8.1941.

Dr. Sa./St.