

Nur für den Dienstgebrauch

G 1-1

Deutsche Luftfahrtforschung

Forschungsbericht Nr.1382

Prüfung von Laboratoriumsverfahren zur Bestimmung
des Bleigehaltes in Kraftstoffen

O. Widmaier

Verfaßt bei

Forschungsinstitut für Kraftfahrwesen und Fahrzeug-
motoren an der Technischen Hochschule
Stuttgart

6285

Zur Beachtung!

Dieser Bericht ist bestimmt für die Arbeiten im Dienstgebrauch des Empfängers. Der Bericht darf innerhalb dieses Dienstgebrauchs 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 Dienstgebrauchs des Empfängers ist ausgeschlossen.

Der Bericht ist unter Stahlblechverschluß

mit Patentschloß zu halten.

Prüfung von Laboratoriumsverfahren zur Bestimmung des Bleigehaltes in Kraftstoffen.

Uebersicht:

Das den Flugmotorenkraftstoffen zugesetzte Bleitetraäthyl erhöht in erheblichem Masse die Klopfestigkeit und damit die erzielbare Leistung der Flugmotoren.

Je nach ihrer Verwendung werden die Kraftstoffe verschieden stark verbleit. Der Gehalt an Bleitetraäthyl gibt dabei schon Anhaltspunkte über die Klopfestigkeit des Kraftstoffes.

Es ist deshalb wichtig, den Bleitetraäthylgehalt einfach, schnell und genau bestimmen zu können. In letzter Zeit sind mehrere neue Bestimmungsverfahren ausgearbeitet worden.

An verschiedenen Kraftstoffen werden acht Bleibestimmungsverfahren erprobt und die Ergebnisse miteinander verglichen.

Forschungsinstitut für Kraftfahrwesen und Fahrzeugmotoren
an der Technischen Hochschule Stuttgart.

Institutsleiter:

H. Kamm

W. Kamm.

Gliederung:

- I. Anlass der Versuche
- II. Beschreibung der einzelnen Verfahren zur Bleibestimmung in Kraftstoffen.
 1. Chromat-Verfahren nach Edgar und Calingaert
 2. Salzsäure-Verfahren nach Calingaert und Gambrill
 3. Sulfat-Verfahren nach Ulrich
 4. FKFS-Chromat-Verfahren
 5. Chromat-Titrier-Verfahren
 6. DVL-Dithizon-Titrierverfahren
 7. FKFS-Chromat-Titrierverfahren
 8. FKFS-Jodverfahren
- III. Wahl der Kraftstoffe zur quantitativen Bleibestimmung.
- IV. Ergebnisse der einzelnen Verfahren.
- V. Zusammenfassung.

Der Bericht umfasst:

31 Seiten mit
7 Abbildungen und
6 Zahlentafeln

Abteilungsleiter:

P. Riekert

P. Riekert.

Bearbeiter:

O. Widmaier

O. Widmaier.

Stuttgart, den 18.4.1941.

A.Nr. 912.

6288

I. Anlass der Versuche.

Die Flugmotorenkraftstoffe werden vor ihrer Verwendung sowohl motorisch, als auch in Bezug auf eine Reihe physikalisch-chemischer Eigenschaften geprüft. Ausserst wichtig ist dabei die Bestimmung des in Flugmotorenkraftstoffen enthaltenen Bleitetraäthyls, da hieraus Schlüsse auf die Klopfestigkeit gezogen werden können.

Es gibt eine ganze Reihe von Untersuchungsverfahren, um den Bleigehalt in Flugmotorenkraftstoffen quantitativ zu ermitteln, nur haben die meisten dieser Verfahren den Nachteil, dass sie sehr viel Zeit in Anspruch nehmen. Aus einer Zusammenstellung der einzelnen Verfahren sollen ihre Vorteile und Nachteile erkannt werden. Die in dieser Arbeit untersuchten Verfahren sind folgende:

1. Chromat-Verfahren nach Edgar und Calingaert¹⁾
2. Salzsäure-Verfahren nach Calingaert und Gambrill²⁾
3. Sulfat-Verfahren nach Ulrich³⁾
4. FKFS-Chromat-Verfahren
5. Chromat-Titrierverfahren⁴⁾
6. DVL-Dithizon-Titrierverfahren⁵⁾
7. FKFS-Chromat-Titrierverfahren
8. FKFS-Jodverfahren⁶⁾.

Wichtig für die quantitative Bleibestimmung ist vor allen Dingen ein Verfahren, das einfach ist, genaue Werte liefert und nur kurze Zeit in Anspruch nimmt. Bei den meisten oben erwähnten Verfahren wird eine verhältnismässig grosse Genauigkeit erreicht, aber die Einfachheit und die Dauer lassen, wie schon gesagt, sehr oft zu wünschen übrig.

II. Beschreibung der einzelnen Verfahren zur Bleibestimmung in Kraftstoffen.

Von den acht oben erwähnten Verfahren zur quantitativen Bestimmung des Bleigehaltes in Kraftstoffen sind vier auf gewichtsanalytischer und vier auf maßanalytischer Grundlage aufgebaut. Im allgemeinen sind die gewichtsanalytischen Methoden

genauer als die maßanalytischen, kosten aber einen wesentlich grösseren Zeitaufwand.

1. Chromat-Verfahren nach Edger und Calingaert¹⁾.

100 cm³ des zu prüfenden alkoholfreien Kraftstoffs sind mit einer Pipette in ein 400 cm³-Becherglas abzumessen. Zur Ausfällung des Bleis ist eine Lösung von 30 Gewichtsteilen Brom in 70 Gewichtsteilen Tetrachlorkohlenstoff langsam hinzuzufügen, bis eine bleibende Braunfärbung auftritt. Das Ganze ist sofort durch einen 1 G4-Glasfiltertiegel zu filtrieren und mit Petroläther oder Normalbenzin nachzuwaschen. Dann ist der Tiegel in das Becherglas, in dem die Ausfällung vorgenommen wurde, zurückzusetzen, etwa 3 cm³ konzentrierte Salpetersäure hindurchzugießen, das Becherglas mit warmer 10 %iger Salpetersäure soweit aufzufüllen, dass der obere Rand des Tiegels gerade bedeckt ist, und kurz aufzukochen. Darauf ist der Tiegel herauszunehmen und mit warmem Wasser abzuspülen. Der Inhalt des Becherglases ist auf etwa 3 cm³ einzudampfen, mit destilliertem Wasser zu verdünnen und mit Ammoniak zu neutralisieren. Zur Bleifällung sind 5 cm³ 50 %ige Essigsäure und 40 cm³ 5 %ige Kaliumdichromatlösung hinzuzufügen.

Diese Lösung ist bis zum Sieden zu erhitzen und unter Rühren etwa 5 min in der Wärme zu halten. Nachdem man sie einige Zeit stehen gelassen hat, ist der Bleichromat-Niederschlag durch einen 1 G4-Tiegel zu filtrieren und mit destilliertem Wasser nachzuwaschen, bei 105°C bis zum Erreichen der Gewichtskonstanz zu trocknen und nach dem Erkalten zu wägen.

Die Auswaage an Bleichromat in g ergibt, durch 1,659 geteilt, den Gehalt an Bleitetraäthyl in Volumenteilen.

2. Salzsäure-Verfahren nach Calingaert und Gambrill.

Die von Calingaert und Gambrill beschriebene Einrichtung²⁾ wurde etwas abgeändert und zwar wurde der Einfachheit halber ein Rundkolben mit seitlichem Stutzen und ein Rückflusskühler verwendet. Die in den Apparat umgebaute elektrische Heizquelle wurde durch eine Propangasflamme ersetzt.

Mit einer Pipette werden 50 cm^3 Benzin in den Rundkolben gebracht und ausserdem zweckmässig noch 50 cm^3 eines hochsiedenden Destillates (Ruhrochemie-Dieselmkraftstoff).

Zu diesem Gemisch werden 50 cm^3 konzentrierte Salzsäure durch den Seitenstutzen mit Aufsatzrohr hinzugefügt und die Flüssigkeit in kürzester Zeit zum Kochen gebracht. Sobald dieser Punkt erreicht ist, stellt man die Wärmezufuhr derart ein, dass kein stetiger Kondensatstrom vom Kühler abläuft und setzt diese Erhitzung 30 min lang fort. Nach dieser Zeit entfernt man die Heizquelle, lässt einige Minuten abkühlen und überführt den Grossteil der Säure in ein 400 cm^3 -Becherglas; hierauf fügt man zum Kolbeninhalt 50 cm^3 destilliertes Wasser hinzu, kocht 5 min lang bei voller Hitze, lässt dann dieses Wasser zur Säure ab und wiederholt den Wasserauszug noch einmal. Dieser Säureauszug wird bis zur Trockenheit eingedampft. Sollte sich dabei das Bleichlorid nicht als weisses Salz abscheiden, so fügt man zur Zerstörung von organischen Stoffen Salpetersäure zu und dampft danach bis zur Trockenheit ein.

Das trockene Bleichlorid wird in 10 cm^3 verdünnter Salpetersäure aufgenommen und darin das Blei als Bleichromat bestimmt. Dazu neutralisiert man zuerst die salpetersaure Lösung mit Ammoniak, fügt 5 cm^3 Ammoniak im Ueberschuss zu und versetzt dann mit einem kleinen Ueberschuss von verdünnter Essigsäure. Diese Lösung wird auf etwa 200 cm^3 verdünnt, zum Kochen erhitzt und tropfenweise mit 10 bis 15 cm^3 einer 10% igen Kaliumbichromatlösung versetzt. Die Flüssigkeit wird noch 10 bis 15 min im Kochen gehalten, bis sich ein tief orangefarbener Niederschlag bildet. Hierauf lässt man ihn einige Stunden absitzen, filtriert durch einen Gooch-Tiegel, wäscht mit heissem destilliertem Wasser aus, trocknet bei 110°C und wägt als Bleichromat. Die Ausrechnung erfolgt wie unter 1. beschrieben.

3. Sulfat-Verfahren nach Ulrich³⁾.

100 cm^3 Kraftstoff von 20°C werden in einem Scheidetrichter von 250 cm^3 Inhalt mit 10 cm^3 einer Lösung von

10 Vol.-% Brom in Tetrachlorkohlenstoff versetzt und das Gemisch etwa 1/2 h lang stark geschüttelt. Sogleich danach schüttelt man mit 5 cm³ 65 %iger Salpetersäure kräftig durch bis sich der Niederschlag von Bleibromid vollständig gelöst hat. Nach kurzem Abstellen lässt man die abgesetzte Salpetersäure in einen gewogenen, vorher geglühten 50 cm³ fassenden Porzellantiegel ab. Das im Scheidetrichter verbliebene Benzin wird dann anschliessend noch zwei mal mit je 5 cm³ 10 %iger Salpetersäure ausgewaschen. Die Säureauszüge werden ohne Verluste in den Porzellantiegel übergeführt und mit 1 cm³ 10 %iger Schwefelsäure versetzt. Dann wird der Tiegelinhalt auf dem Dampfbade nahezu bis zur Trockenheit eingedampft und anschliessend mit nicht zu starker Flamme befächelt bis keine Säuredämpfe mehr auftreten. Dann wird solange geglüht, bis die organischen Bestandteile restlos verbrannt sind. Da hierbei ein Teil des Bleisulfates zu Metall reduziert werden kann, befeuchtet man den Tiegelinhalt mit verdünnter Salpetersäure, verdampft bis zur Trockenheit, fügt zwei Tropfen konzentrierte Schwefelsäure hinzu und erwärmt über freier Flamme, bis keine Schwefelsäuredämpfe mehr entweichen, glüht dann schwach und wägt nach dem Erkalten im Exsikkator.

Für die Berechnung des Bleitetraäthylgehaltes in Vol.-% ist die in 100 cm³ der Probe gefundene Bleisulfatmenge mit dem Faktor 0,6427 zu multiplizieren.

4. FKFS-Chromat-Verfahren^{†)}

Das FKFS-Verfahren zur gewichtsanalytischen Bleibestimmung in Kraftstoffen wurde noch nicht veröffentlicht. Für die vorliegende Zusammenstellung einzelner Verfahren soll aber auch dieses Verfahren mit erwähnt werden.

Eine genau pipettierte Menge von 100 cm³ Benzin wird mit einem Ueberschuss von 30 %iger Bromlösung in Tetrachlorkohlenstoff bis zur schwachen Braunfärbung versetzt, mit 2 mal 20 und 1 mal 30 cm³ heisser 10 %iger Salpetersäure im Scheidetrichter durchgeschüttelt. Die salpetersaure Lösung wird mit etwa 1 cm³ konzentrierter Salpetersäure 15 min

^{†)} Das Verfahren wurde von O. Widmaier und L. Nenninger entwickelt.

lang gekocht, mit konzentrierter Ammoniaklösung neutralisiert, mit 1 cm^3 Eisessig versetzt und kochend heiss mit 40 cm^3 5%iger Kaliumbichromatlösung gefällt. Nach kurzem Aufkochen wird heiss durch einen Porzellanfiltertiegel filtriert und heiss ausgewaschen. Der Filtrerrückstand wird $1/2 \text{ h}$ bei 110°C getrocknet und nach dem Erkalten im Exsikator gewogen. Die Umrechnung in Bleitetraäthyl wird entsprechend dem unter 1. beschriebenen Verfahren vorgenommen.

5. Chromat-Titrierverfahren⁴⁾.

Aus der nach 1. hergestellten Lösung ist anstelle der 5%igen Lösung eine $n/10$ -Kaliumbichromatlösung zu verwenden und zwar wird die Fällung mit 25 cm^3 unter Zugabe von wenig Natriumazetat vorgenommen. Der Bleichromatniederschlag wird durch einen 1 G4-Tiegel filtriert, das Filtrat mit $1,5 \text{ g KJ}$ und 5 cm^3 konzentrierter Salzsäure versetzt und mit $n/10$ -Natriumthiosulfat zurücktitriert.

Die Menge der verbrauchten Kaliumbichromatlösung in cm^3 ergibt, mit $0,00648$ multipliziert, den Gehalt an Bleitetraäthyl in Vol.-%.

6. DVL-Dithizon-Titrierverfahren⁵⁾.

Zur DVL-Bleibestimmung ist eine in Bild 1 dargestellte Apparatur⁵⁾ notwendig.

$2,0 \text{ cm}^3$ des verbleiten Kraftstoffes werden in einem trockenen Siedekolben mittels einer genauen Pipette (2Marken-Pipette) eingefüllt und mit $3,0 \text{ cm}^3$ einer Mischung von einem Teil Chloroform (vor Gebrauch schütteln mit CaCl_2) und zwei Teilen eines paraffinierten Naturbenzins verdünnt. Nach dem Zufügen von 1 cm^3 Sulfurylchlorid (pro analysi) wird der Kolben mit dem Steigrohr versehen und $2 \frac{1}{2} \text{ min}$ über einer kleinen Flamme bis zum Sieden erhitzt, 1 min im fliessenden Wasser abgekühlt, abermals jetzt 1 min erhitzt und abgekühlt und dann die Flüssigkeit vom Niederschlag abfiltriert. Das Kölbchen mit Filterröhrchen wird noch drei mal mit je 2 bis 3 cm^3 Petroläther gut ausgewaschen. Das Kölbchen wird jetzt kurz trocken gesaugt, mit 3 cm^3 einer wässrigen Lösung, die $0,1\%$ Ammoniak, $0,5\%$ Seignettesalz und $0,5\%$ Natriumthiosulfat ent-

hält, der Niederschlag gelöst und die Lösung vorsichtig in einen 10,00 cm³-Messkolben schliesslich bis zur Marke aufgefüllt und gut durchgemischt. 2,50 cm³ dieser Lösung kommen in ein Schüttelgefäss und werden nun nach Zusatz von 0,25 cm³ einer 2,5 bis 5 %igen wässrigen Zyankali-Lösung titriert. Die Titerlösung muss nach Vorschrift hergestellt werden.

Herstellung der Titerlösung.

600 cm³ auf etwa 40°C erwärmter Tetrachlorkohlenstoff (pro analysi) wird in einem 750 cm³-Scheidetrichter mit einem grösseren Ueberschuss an pulverisiertem Dithizon (ungefähr 0,5 g) 15 min lang kräftig geschüttelt und in einem 1ℓ-Scheidetrichter von Ungelöstem rasch filtriert (licht- und sauerstoffempfindlich). Die dunkelgrüne Cl₄-Lösung wird mit etwa 300 cm³ 0,25 % igem Ammoniak überschichtet und etwa 3 bis 5 min geschüttelt, wobei das Dithizon zum Grossteil in die wässrige Schicht übergeht. Nach kurzem Absitzenlassen wird die schmutzig braungrüne Tetrachlorkohlenstofflösung, welche die Verunreinigung des käuflichen Dithizon enthält, abgelassen und, nachdem die wässrige Lösung noch kurz mit ungefähr 30 cm³ Tetrachlorkohlenstoff einmal ausgespült wurde, mit 750 cm³ reinem Tetra unterschichtet, das Dithizon aus der ammoniakalischen Lösung durch Zugabe von 100 cm³ 10 % iger Schwefelsäure freigemacht und durch starkes Schütteln im Tetra aufgenommen. Die wässrige farblose Schicht wird nun mit Hilfe der Wasserstrahlpumpe oder eines zweiten Scheidetrichters möglichst entfernt, die Tetralösung neuerdings mit 200 bis 300 cm³ 2 % iger Schwefelsäure geschüttelt, die wässrige Lösung wieder entfernt und schliesslich die Dithizon-Lösung noch dreimal mit je 200 bis 300 cm³ destilliertem Wasser ausgewaschen, die Tetra-Lösung nach gutem Absitzenlassen gleich in einem trockenen Scheidetrichter abgelassen, mit etwas frisch geglühtem Natriumsulfat kräftig 10 min geschüttelt und dann rasch filtriert.

Von der so erhaltenen Dithizon-Lösung wird nach dem im folgenden beschriebenen Verfahren mit einer Bleilösung bekannten Bleigehaltes, die man sich am besten aus einem benzol- und homologefreiem gesättigtem paraffiniertem Bleibenzin - dessen

Bleigehalt nach einem der üblichen Verfahren genau bestimmt wurde - hergestellt, der ungefähre Wirkungswert bestimmt. Die Dithizon-Lösung wird nun mit soviel Tetra verdünnt, dass $0,5 \text{ cm}^3$ eines Bleibenzins von $0,10 \text{ Vol.-%}$ Bleigehalt ungefähr 9 bis 10 cm^3 Titerlösung entsprechen. Die Lösung wird dann in eine dunkelbraune $1 \frac{1}{2} \text{ l}$ -Flasche gefüllt, das Heberrohr eingetaucht, 1% ige Schwefelsäure vorsichtig über die Tetralösung geschichtet und dann luftdicht verschlossen und paraffiniert. Das Heberrohr wird durch Ansaugen gefüllt und die Bürette mit Hilfe eines Korkens angeschlossen und ebenfalls paraffiniert. Durch die Bürette wird nun mit Stickstoff die Luft aus dem Apparat gespült, eine Niederdruckwasserflasche mit Pyrogallol-Lösung angeschlossen und der Bürettenhahn angeschlossen. Das Heberrohr wird schwarz lackiert und sonst vor Licht geschützt. Ueber die braune Flasche wird noch zur Sicherheit ein schwarzes Tuch gelegt.

Am besten wird jetzt die Titerlösung 8 bis 10 Tage stehen gelassen, da manchmal in dieser Zeit noch geringe Titeränderungen eintreten können. Der Titer der Lösung wird dann mit einer frisch hergestellten Bleilösung genau bestimmt. Die Titriervorrichtung (Vorratslösung mit Bürette) sollte an einen kühlen, nicht zu hellen Ort gestellt werden. Die Titerlösung in der vor Licht ungeschützten Bürette ändert auch im Verlaufe eines Tages ihren Titer kaum.

Titration.

Die Titration wird folgendermassen durchgeführt: Der Bleilösung wird soviel Titerlösung zugefügt, wie die untere Grenze des zu erwartenden Bleigehaltes beträgt, 1 min geschüttelt und nun durch Zugabe von $0,2$ oder 1 cm^3 der Titerlösung so lange unter jedesmaligem Schütteln titriert, bis die früher farblose Schicht eine gelbe oder braune Färbung angenommen hat. Zur genauen Bestimmung wird jetzt zu weiteren 2 cm^3 der Probe gleich eine solche Menge Titerlösung zugesetzt, die beim Vorversuch noch keine Färbung hervorrufen konnte und jetzt von $0,05$ zu $0,05 \text{ cm}^3$ titriert, bis der Umschlag eintritt. Bei einiger Übung kann man aus dem Vorversuch den Wert so abschätzen, dass die eigentliche Bestimmung sehr rasch durch-

zuführen ist. Bei Kenntnis des ungefähren Bleigehaltes erübrigt sich der Vorversuch.

Berechnung:

$$pb = (C_2H_5)_4 \text{ in Vol.-%} = y \cdot \frac{a}{x} \text{ cm}^3 / 100 \text{ cm}^3$$

a bekannter Gehalt an Bleitetraäthyl in Vol.-%

x Dithizon-Lösungsmenge in cm^3

y Verbrauch der Dithizon-Lösung bei der Analyse in cm^3

7. FKFS-Chromat-Titrierverfahren.

Entsprechend dem unter 4. beschriebenen Verfahren wird die erhaltene Lösung nicht mit 5%igem Kaliumbichromat, sondern mit 25 cm^3 n/10-Kaliumbichromatlösung versetzt, 1,5 g Kaliumjod und 5 cm^3 konzentrierte Salzsäure zugegeben und mit n/10-Natriumthiosulfatlösung zurücktitriert. Die Berechnung des Bleitetraäthylgehaltes ist, wie unter 5. beschrieben, durchzuführen.

8. FKFS-Jodverfahren⁶⁾.

In einem 100 cm^3 fassenden Jodzählkolben werden 25 cm^3 des zu untersuchenden Kraftstoffs mit 5 cm^3 n/10 alkoholischer Jodlösung 5 bis 10 min geschüttelt. Zur Herstellung der Jodlösung werden beispielsweise 1 l 96 bis 98%igen Äthylalkohols und 12,7 g Jod mit 20 g Kaliumjodid etwa 1/2 h lang geschüttelt und das nicht in Lösung gegangene Kaliumjodid als Bodensatz belassen. Der Jodüberschuss wird mit n/10 Natriumthiosulfatlösung mit Hilfe einer Mikrobürette zurücktitriert. Die verbrauchte Menge an n/10 alkoholischer Jodlösung, mit 0,0391 multipliziert, ergibt den Bleitetraäthylgehalt in Vol.-%.

III. Wahl der Kraftstoffe zur quantitativen

Bleibestimmung.

Zur Durchführung der Versuche für die quantitative Bleibestimmung nach verschiedenen Verfahren wurden folgende Benzine gewählt:

1. Paraffin-Benzin
2. Leuna-Benzin (Hydrierbenzin)
3. Rheinpreussen-Benzin
4. Rumänisches Benzin
5. VT 702
6. VT 707
7. VT 810
8. A3-Kraftstoff
9. B4-Kraftstoff
10. C3-Kraftstoff

Die annähernde Zusammensetzung dieser Kraftstoffe geht aus der Zahlentafel 1 hervor.

Das Paraffin-Benzin stellt dabei das bei der Oktanzahlbestimmung verwendete IG-Eichbenzin dar, das, wie der Name sagt, in der Hauptsache aus Paraffinen besteht. Ähnlich ist das Leuna-Benzin zusammengesetzt. Das Rheinpreussen-Benzin entspricht im Naphtengehalt den bereits genannten Kraftstoffen, weist aber an Hand der Dimethylsulfatzahl und Jodzahl einen höheren Olefingehalt aus. Das rumänische Benzin enthält wenig Aromaten und viel Olefine, was aus der niederen Dimethylsulfatzahl und der hohen Jodzahl hervorgeht. Während die beiden Flugmotoren-Grundkraftstoffe VT 702 und VT 707 in ihrer Zusammensetzung etwa gleich sind, enthält der Kraftstoff VT 810 etwas mehr Paraffine und weniger Naphtene.

Die handelsüblichen Flugmotorenkraftstoffe, die mit A3, B4 und C3 bezeichnet werden, enthalten wenig Olefine. Der Aromatengehalt ist bei A3 am niedersten und bei C3 am höchsten, woraus zu schliessen ist, dass dieser Kraftstoff Benzol enthält. Einen ausgesprochen hohen Naphtengehalt hat der A3-Kraftstoff mit etwa 89 % im Vergleich zum B4-Kraftstoff mit etwa 55%. Einzelheiten sind aus der Zahlentafel 1 zu ersenen.

IV. Versuchsergebnisse.

Für eine übersichtliche Darstellung wurden sämtliche Grundkraftstoffe mit folgenden Mengen Bleitetraäthyl ver-

setzt:

0,0326 Vol.-% Bleitetraäthyl
0,0653 Vol.-% Bleitetraäthyl
0,1306 Vol.-% Bleitetraäthyl

Im allgemeinen werden, wie aus der Zahlentafel 2 bis 5 hervorgeht, bei allen Verfahren befriedigende Ergebnisse erhalten. Die besten Ergebnisse sind durchweg bei ausgesprochen paraffinhaltigen Kraftstoffen zu verzeichnen, so zum Beispiel bei Paraffinbenzin, Leuna-Benzin, VT 702 und VT 707. Auch Aromaten wirken im allgemeinen bei der Bleibestimmung nicht störend (C₅-Kraftstoff). Die Olefine dagegen wirken sich bei allen Verfahren nachteilig aus. Das geht eindeutig aus den Ergebnissen von Rheinpreussen- und rumänischem Benzin hervor. Diese beiden Benzine wurden deshalb für die Bestimmung der Fehlergrenze nicht herangezogen.

Ausgehend vom jeweiligen theoretischen Bleitetraäthylgehalt wurde die grösste und kleinste Abweichung der gefundenen Werte in Vol.-% angegeben, wobei mit Ausnahme von Rheinpreussen-Benzin und Rumänischem Benzin alle Kraftstoffe erfasst wurden.

Die nach den einzelnen Verfahren erhaltenen Ergebnisse werden im folgenden kurz besprochen, wobei das DVL-Dithionzoverfahren und das FKFS-Jod-Verfahren besonders eingehend betrachtet werden, da diese beiden Verfahren erst in letzter Zeit entwickelt wurden und den Vorzug haben, dass eine Bleibestimmung in kurzer Zeit durchgeführt werden kann.

1. Chromat-Verfahren nach Edgar und Calingaert¹⁾.

Das bekannte Verfahren von Edgar und Calingaert liefert im allgemeinen brauchbare Werte. Die grösste Genauigkeit wird bei den Flugmotorenkraftstoffen erreicht, wobei hauptsächlich gesättigte Kohlenwasserstoffe vorliegen. (Zahlentafel 2 bis 5). Beim Vorhandensein von viel Olefinen, wie bei Rheinpreussen-Benzin und bei rumänischem Benzin, treten grössere Fehler auf, die im Mittel für alle Verbleiungen auftretende Fehlergrenze ist -2,5 bis +0,5 %. Die Fehlergrenze wird um so kleiner, je höher die Kraftstoffe verbleit sind. Das Verfahren ist an die Ausführung

im Laboratorium gebunden, da verschiedene Laboratoriumsgeräte, u.a. Heizquelle und Saugpumpe, benötigt werden.

Nachteilig erweist sich das Verfahren vor allem deshalb, weil zu einer Bleibestimmung die Zeit von etwa 4 h notwendig ist.

2. Salzsäure-Verfahren nach Calingaert und Gambrill²⁾.

Wie aus der Beschreibung hervorgeht, handelt es sich hier, im Grund genommen, auch um ein Chromatverfahren, nur wird vorher das Bleitetraäthyl in Bleichlorid übergeführt. Mit dem HC 1-Verfahren werden ebenfalls - wie Zahlentafel 2 bis 5 zeigen - gute Werte erhalten; eine Ausnahme macht das rumänische Benzin. Allgemein sind die Werte etwas zu nieder.

Das Verfahren ist etwas umständlich, da zur Umsetzung des Bleitetraäthyls in Bleichlorid besondere Maßnahmen getroffen werden müssen. Die Fehlergrenze ist im Mittel für alle Verbleiungen -4,0 bis -1,0%. Die zu einer Bleibestimmung notwendige Zeit beträgt etwa 3 1/2 h, wobei das vorgeschlagene längere Stehenlassen des Bleichromatniederschlages nicht angerechnet ist.

3. Sulfat-Verfahren nach Ulrich³⁾.

Das im Kraftstoff enthaltene Bleitetraäthyl wird mit konzentrierter Salpetersäure zersetzt und in Bleisulfat übergeführt. Das Verfahren hat sich als einfach erwiesen, nur ist die grösste Vorsorge zu treffen, dass beim Abrauchen der Schwefelsäure das Bleisulfat nicht aus dem Porzellantiegel herausspritzt. Die im Mittel aufgetretenen Fehlergrenzen liegen zwischen -2,5 und +0,4%. Die Zeitdauer zur Durchführung einer Bleibestimmung beträgt etwa 2 h.

4. FKFS-Chromatverfahren.

Das FKFS-Chromatverfahren stellt nur eine Abkürzung, das bereits von Edgar und Calingaert angegebenen Verfahrens dar. Die Abkürzung besteht darin, dass der Bleibromidniederschlag unmittelbar im Scheidetrichter mit heisser ver-

dünnter Salpetersäure umgesetzt und aus der erhaltenen wässrigen Lösung das Blei als Bleichromat bestimmt wird. Es hat sich gezeigt, dass ein längeres Stehenlassen des Bleichromatniederschlags nicht notwendig ist.

Die Ergebnisse entsprechen durchaus den nach dem Calingaertschen Verfahren erhaltenen, weshalb das abgekürzte FKFS-Verfahren ohne Bedenken angewendet werden kann. Die aufgetretene Fehlergrenze ist $-3,7$ bis $+0,3\%$. Die Zeitdauer für eine Bleibestimmung beträgt $1\frac{1}{2}$ h.

5. Chromat-Titrierverfahren⁴⁾.

Das Chromat-Verfahren zur maßanalytischen Bestimmung des Bleigehaltes in Kraftstoffen stellt eine Abkürzung gegenüber dem gewichtsanalytischen Verfahren dar, da das Wägen der Tiegel und die zum Teil lange Trockenzeit wegfällt. Zu beachten ist, dass das mit Kaliumjodid und Salzsäure behandelte Filtrat eine geraume Zeit (mindestens 10 min) vor der Titration mit Natriumthiosulfat unter Luftabschluss stehen bleiben muss. Ausser den für das Calingaertsche Verfahren notwendigen Laboratoriumsgeräten werden zu dem Titrierverfahren noch Büretten benötigt, so dass in dieser Hinsicht keine Vereinfachung eintritt. Auch dieses Verfahren ist an das Laboratorium gebunden.

Die Fehlergrenze ist im Mittel für alle acht Kraftstoffe $-2,2$ bis $+0,6\%$. Zu einer Bleibestimmung wird ungefähr 1 h benötigt.

6. DVL-Dithizon-Titrierverfahren⁵⁾.

Das DVL-Schnellverfahren zur Bleibestimmung in Kraftstoffen beruht darauf, dass durch Sulfurylchlorid das Bleitetraäthyl in Dichloräthylblei umgesetzt und mit Dithizon titriert wird.

Die Ergebnisse in Zahlentafel 2 bis 5 zeigen, dass nach diesem Verfahren im allgemeinen gute Ergebnisse erzielt werden. Allerdings ist darauf zu achten, dass die zu untersuchende Kraftstoffprobe keine Spur Alkohol enthält und vollkommen wasserfrei ist.

So konnte bei Rheinpreussen-Benzin die Feststellung gemacht werden, dass Spuren von Wasser vollkommen falsche Bleiwerte ergeben (Zahlentafel 2 bis 5).

Das Rumänische Benzin zeigte Schwankungen, weshalb die gefundenen Werte nicht angegeben wurden.

Ferner wurde allgemein die Feststellung gemacht, dass nieder verbleite Kraftstoffe (0,0326 Vol.-% Bleitetraäthyl) etwas ungenauere Werte ergeben als hochverbleite. Der gefundene Bleiwert ist bei den mit 0,0326 Vol.-% verbleiten Kraftstoffen durchweg zu nieder. Der Grund dafür ist jedenfalls in der unterschiedlichen Kristallisation des Dichloräthylbleis zu suchen. Die Grösse und die Form dieser Kristalle sind massgebend für die Filterdurchlässigkeit.

Es wurden deshalb von verschiedenen Dichloräthylblei-niederschlägen mikroskopische Aufnahmen mit 400 facher Vergrösserung gemacht, die aus Bild 2 bis 7 zu ersehen sind. So geht zum Beispiel aus Bild 2 - das die Dichloräthylkristalle des mit 0,0326 Vol.-% verbleiten Leuna-Fahrzeug-Benzins darstellt - hervor, dass die einzelnen Kristalle sehr klein sind und dadurch nicht quantitativ am Filter hängen bleiben. Tatsächlich wird auch ein zu niederer Bleiwert gefunden.

Die in Bild 3 dargestellten Kristalle des Spuren von Wasser enthaltenen Rheinpreussen-Benzins sind nicht einheitlich, weshalb hier ein falscher Wert erhalten wird.

Die Verschiedenheit der Dichloräthylbleikristalle geht auch aus den weiteren Bildern 4 bis 7 klar hervor. Gegenüber den in Bild 2 und 3 dargestellten kleinen Kristallen geben der VT 707-Kraftstoff (Bild 4) und der C 3-Kraftstoff (Bild 5) etwas grössere Kristalle. Die grössten Dichloräthylbleikristalle sind beim Paraffin-Benzin (Bild 6) und beim B 4-Kraftstoff (Bild 7) festzustellen.

Aus dem Vergleich der Kristallbildung mit den erhaltenen Ergebnissen für die einzelnen Kraftstoffe kann gefolgert werden, dass die Genauigkeit mit der Grösse der Dichloräthylbleikristalle zunimmt.

Das DVI-Verfahren ist nur im Laboratorium ausführbar, verlangt bestimmte Laboratoriumsgeräte und ein gut eingearbeitetes Personal. Die verhältnismässig hohe Fehlergrenze mit -4,7 bis +0,3 ist hauptsächlich auf die niederen Bleiwerte des Leuna-Fahrzeug-Benzins zurückzuführen. Das Rheinpreussen-Benzin und das Rumänische Benzin sind dabei wieder berücksichtigt. Eine Bleibestimmung dauert 35 min, wobei das Reinigen und Trocknen der Glasgeräte und die Herstellung der Titerlösung nicht eingerechnet sind.

7. FKFS-Titrierverfahren.

Das FKFS-Chromat-Titrierverfahren entspricht in der Analysendurchführung dem gewöhnlichen Chromat-Titrierverfahren, es stellt nur eine Abkürzung in der Hinsicht dar, dass der Bleichromatniederschlag nach dem unter II 4. beschriebenen FKFS-Chromat-Verfahren hergestellt wird. Das Verfahren war bei allen Kraftstoffen mit Ausnahme des Rumänischen Benzins gut anwendbar. Die Fehlergrenze beträgt $-2,6$ bis $+0,07$ %. Die Zeitdauer für eine Bleibestimmung beträgt ungefähr 40 min.

8. FKFS-Jodverfahren⁶⁾.

Das FKFS-Jodverfahren beruht darauf, dass das Bleitetraäthyl mittels Jod in Bleitriäthyljodid und Aethyljodid übergeführt wird. Wesentlich ist bei diesem Verfahren, dass keine wässrige Jodlösung, sondern alkoholische Jodlösung verwendet wird, wobei der Aethylalkohol mindestens 96 bis 98% ig sein soll.

Zahlentafel 2 bis 5 zeigen, dass durchweg gute Ergebnisse erzielt werden. Eine Ausnahme macht das Rumänische Benzin, das so viel Ungesättigte enthält, dass das Jod angelagert wird und dadurch ein zu hoher Bleiwert gefunden wird. Das FKFS-Verfahren stellt ein ausgesprochenes Schnellverfahren dar. Es ist sehr einfach und nicht an das Laboratorium gebunden. Es fand deshalb bereits an der Front Verwendung. Die Fehlergrenze beträgt im Mittel $-0,5$ bis $+1,2$ %. Diese erstaunlich kleine Fehlergrenze ist teilweise darauf zurückzuführen, dass das Laboratoriums-Personal mit diesem Verfahren gut vertraut ist. Aber auch bei einem ungeübten Prüfer dürfte der Fehler im allgemeinen innerhalb der Fehlergrenzen der übrigen Verfahren bleiben. Die für eine Bleibestimmung benötigte Zeit beträgt 10 min. Diese kurze Zeit wird bis heute noch von keinem anderen Verfahren erreicht. In Zahlentafel 6 sind die Fehlergrenzen und der Zeitaufwand für die acht Verfahren zusammengestellt.

V. Zusammenfassung.

Der Bleitetraäthylgehalt in zehn verschiedenen Kraftstoffen wurde nach acht Verfahren quantitativ bestimmt. Hierbei wurde der Bleigehalt in den Grenzen von 0,0326 bis 0,1306 Vol.-% geändert.

Im allgemeinen liefern alle Verfahren brauchbare Ergebnisse. Eine Ausnahme bilden bei fast allen Verfahren ungesättigte Kraftstoffe. Ein Nachteil der älteren Verfahren ist die lange Zeitdauer einer Untersuchung.

Die in letzter Zeit entwickelten Schnellverfahren der Deutschen Versuchsanstalt für Luftfahrt und des Forschungsinstituts für Kraftfahrwesen und Fahrzeugmotoren an der Technischen Hochschule Stuttgart haben den grossen Vorteil, dass sie viel weniger Zeit erfordern. Das DVL-Verfahren bereitet bei einigen Kraftstoffarten Schwierigkeiten, die in der unterschiedlichen Kristallisation des durch Sulfurylchlorid erhaltenen Dichloräthylbleis liegen. Es ist an die Ausführung im Laboratorium gebunden. Eine Bleibestimmung dauert - ohne die Zeit für das Reinigen der Glasgeräte und das Herstellen der Titerlösung - 35 min.

Das FKFS-Jodverfahren ist mit Ausnahme von sehr ungesättigten Kraftstoffen allgemein gut brauchbar, schnell durchführbar und deshalb besonders für fahrbare Laboratorien geeignet. Die Zeitdauer für eine Bleibestimmung beträgt nur 10 min. Der Fehler liegt bei einem geübten Prüfer in den Grenzen $-0,5$ bis $+1,2\%$, ist also sehr gering.

Neuerdings wird von Herrn Dipl.Ing.Gross im Institut ein Verfahren auf röntgentechnischem Wege entwickelt, das demnächst in einem ZWB-Bericht veröffentlicht wird.

Schrifttum.

- 1) Edgar u. Calingaert
D. Holde,
Analytical Reactions of Tetraethyl,
Ind. Engng. Chem. Anal. Ed. Bd. 1 (1929)
S. 321
Kohlenwasserstofföle u. Fette,
7. Auflage, Berlin (1933), S. 215.
- 2) G. Calingaert u.
u. C. M. Gambrill,
Eine verbesserte Methode zur Blei-
bestimmung in Benzin, Oel und
Kohle, Bd. 15 (1939) S. 782.
- 3) W. Ulrich,
Ueber eine Schnellmethode zur
Bestimmung des Bleitetraäthylge-
haltes in Kraftstoffen, Oel und
Kohle, Bd. 14 (1938) S. 131.
- 4) Chromat-Titrier-Verfahren, Bauvorschriften für Flugmo-
toren (BVM), Ausgabe Okt. 1940, S. 59.
- 5) J. Morghen,
Ein exaktes Schnellverfahren zur
Bestimmung von Blei in Kraftstoffen,
Deutsche Luftfahrtforschung, FB 1292.
- 6) O. Widmaier,
Weiter vereinfachtes Schnellver-
fahren zur Bestimmung des Bleitetra-
äthylgehaltes in Flugmotorenkraft-
stoffen,
Deutsche Luftfahrtforschung, FB 1194
und FB 1252.

Zahlentafel 1 Annähernde Zusammensetzung der untersuchten Kraftstoffe.

Kraftstoff	Dimethylsulfatzahl (Aromaten + Olefine Vol.-%)	Naphtengehalt Vol.-%	Jodzahl (Hanus)
IG-Eichenbenzin	10,8	41,6	0,38
Leunabenzin	11,6	44,2	2,68
Rheinpreussenbenzin	24,4	42,8	79,52
Rumänisches Benzin	12,4	51,1	51,73
VT 702	11,6	58,9	1,81
VT 707	10,0	57,5	2,56
VT 810	12,0	39,6	2,58
A3-Kraftstoff	11,2	68,8	2,23
B 4-Kraftstoff	18,4	54,5	3,65
C3 - Kraftstoff	24,4	73,1	3,92

Zahlentafel 2 Bleiwerte nach verschiedenen Verfahren in Vol.-% bei einem theoretischen Gehalt von 0,0326 Vol.-% Bleitetraäthyl.

Theoretischer Bleitetraäthyl-Gehalt 0,0326 Vol.-%	Gewichtsanalytische Verfahren					Massanalytische Verfahren			
	Chromat-Verfahren n. Edgar u. Callingaert	HCl-Verfahren n. Callingaert u. Gambelli	Sulfat-Verfahren nach Ulrich	FKFS-Chromat-Verfahren	Chromat-Titrier-Verfahren	DVL-Dithizon-Verfahren	FKFS-Chromat-Titrier-Verfahren	FKFS-Jod-Verfahren	
Paraffin-Benzin	0,0317	0,0314	0,0320	0,0318	0,0324	0,0322	0,0324	0,0325	
Leuna-Benzin	0,0334	0,0326	0,0332	0,0322	0,0330	0,0308	0,0326	0,0326	
Hinterproussen-Benzin	0,0316	0,0314	0,030	0,0309	0,0316	(0,0129)	0,0314	0,0326	
Rumän. Benzin	(0,0355)	(0,0326)	(0,0279)	(0,0239)	(0,0279)	(0,0392)	(0,0288)	-	
VT 702	0,0329	0,0304	0,0323	0,0325	0,0322	0,0309	0,0326	0,0326	
VT 707	0,0331	0,0318	0,0319	0,0328	0,0316	0,0318	0,0320	0,0325	
VT 810	0,0328	0,0318	0,0316	0,0319	0,0326	0,0310	0,0330	0,0326	
Fehlergrenze (Größe und kleinste Abweichung vom theoretischen Wert in %)	-3,1 +3,7	-3,7 +0	-3,1 +1,2	-5,2 +0,6	-5,1 +1,2	-5,5 -1,2	-5,7 +1,2	-0,3 +0,6	

Zahlentafel 2 Bleiwerte nach verschiedenen Verfahren in Vol.-% bei einem theoretischen Gehalt von 0,0653 Vol.-% Bleitetraäthyl.

Theoretischer Bleitetraäthyl-Gehalt 0,0653 Vol.-%	Gewichtsanalytische Verfahren					Massanalytische Verfahren				
	Chromat-Verfahren n. Kagar u. Collingaert	HCl-Verfahren n. Collingaert u. Garbrill	Sublimations-Verfahren n. Ulrich	FPS-Chromat-Verfahren	Chromat-Filtrier-Verfahren	DVL-Dithizon-Verfahren	FPS-Chromat-Filtrier-Verfahren	FPS-Jod-Verfahren		
Paraffin-Benzin	0,0651	0,0613	0,0653	0,0646	0,0642	0,0659	0,0648	0,0653		
Leuna-Benzin	0,0646	0,0636	0,0642	0,0648	0,0642	0,0620	0,0638	0,0658		
Bismarck-Benzin	0,0638	0,0642	0,0634	0,0628	0,0638	(0,0641)	0,0636	0,0662		
Rudow-Benzin	(0,0628)	(0,0630)	(0,0614)	(0,0613)	(0,0624)	(0,0639)	(0,0618)	-		
VT 702	0,0656	0,0642	0,0638	0,0658	0,0648	0,0640	0,0654	0,0653		
VT 707	0,0653	0,0638	0,0648	0,0644	0,0652	0,0634	0,0652	0,0669		
VT 310	0,0646	0,0636	0,0638	0,0644	0,0652	0,0638	0,0648	0,0663		
Fehlergrenze (Grösste und kleinste Abweichung vom theoretischen Wert in %)	- 2,3 + 0,5	- 5,4 - 1,7	- 2,9 + 0	- 2,9 + 0,8	- 1,7 - 0,2	- 5,1 + 0,9	- 2,6 - 0,2	+ 0 + 2,5		

Zahlentafel 4 Bleiwerte nach verschiedenen Verfahren in Vol-% bei einem theoretischen Gehalt von 0,1306 Vol.-% Bleitetraäthyl .

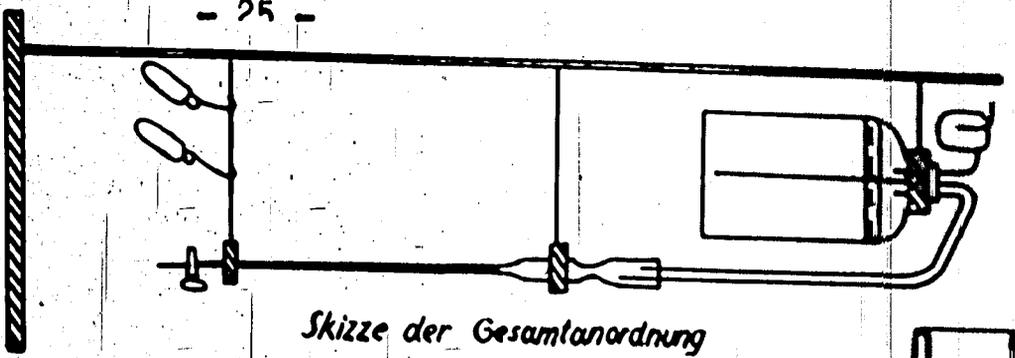
Theoretischer Bleitetraäthyl-Gehalt 0,1306 Vol.-%	Gewichtsanalytische Verfahren					Massanalytische Verfahren				
	Chromat-Verfahren n. G. G. G. u. G. G. G.	HCl-Verfahren n. Calingaert u. Gambill	Sulfat-Verfahren nach Ulrich	FKFS - Chromat-Verfahren	FKFS - Chromat-Titrerverfahren	DVL - Dithizon-Verfahren	FKFS - Chromat-Titrerverfahren	FKFS - Jod-Verfahren		
Paraffin-Benzin	0,1308	0,1292	0,1306	0,1280	0,1299	0,1313	0,1288	0,1306		
Leuna-Benzin	0,1286	0,1304	0,1302	0,1298	0,1302	0,1320	0,1299	0,1298		
Rheinpreussen-Benzin	0,1278	0,1290	0,1288	0,1294	(0,1284)	(0,0418)	0,1294	0,1312		
Rumän. Benzin	(0,1302)	(0,1268)	(0,1250)	(0,1246)	(0,1256)	(0,1387)	(0,1238)	-		
VT 702	0,1304	0,1279	0,1303	0,1288	0,1318	0,130	0,1302	0,1302		
VT 707	0,1304	0,1294	0,1312	0,1298	0,1297	0,1298	0,1309	0,1290		
VT 610	0,1288	0,1300	0,1296	0,1298	0,1301	0,1261	0,1298	0,1298		
Feülgrenze (Grösste und kleinste Abweichung von theoretisch. Wert in %)	- 2,1 + 0,2	- 2,9 - 0,2	- 1,4 + 0	- 2,0 - 0,6	- 1,7 + 0,9	- 3,4 + 1,1	- 1,4 + 0,2	- 1,2 + 0,5		

Zahlentafel 5 Bleiwerte in Vol.-% für verschiedene Flugmotoren-Kraftstoffe

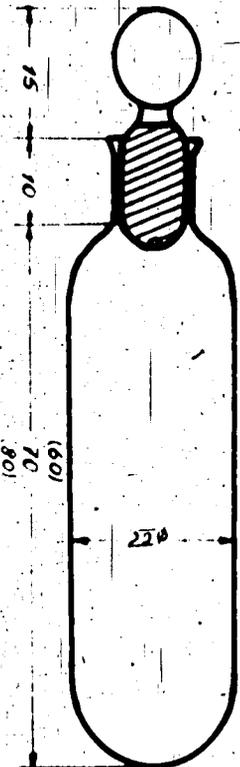
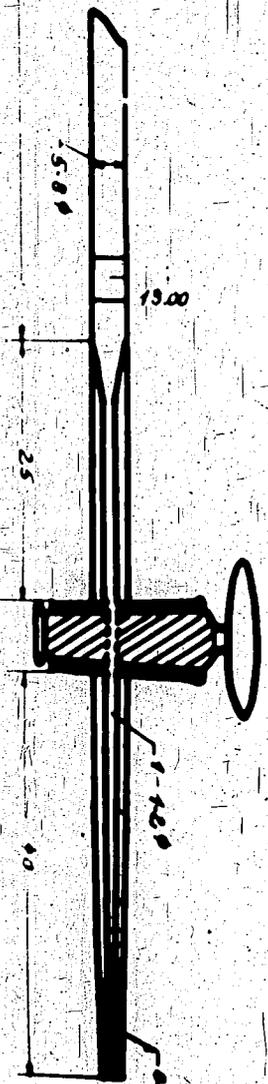
	Gewichtsanalytische Verfahren					Massanalytische Verfahren			
	Chromat- Verfahren n. Edgar Callingwert	HCl-Ver- fahren n. Callingwert u. Gambrell	Sulfat- Verfahren nach Ulrich	FKFS- Chromat- Verfahren	Chromat- Titrir- Verfahren	DVL- Dithizon- Verfahren	FKFS- Chromat- Titrir- Verfahren	FKFS- Jod- Verfahren	
A 3 -Flugkraftstoff	0,0541	0,0540	0,0528	0,0540	0,0556	0,0543	0,0550	0,0554	
B 4 -Flugkraftstoff	0,1175	0,1150	0,1178	0,1180	0,1179	0,1213	0,1182	0,1192	
C 3 -Flugkraftstoff	0,1181	0,1182	0,1184	0,1179	0,1178	0,1219	0,1180	0,1198	

Zahlentafel 6 Die nach den untersuchten Bleiverfahren auftretenden Fehlergrenzen und die für eine Bleibestimmung benötigte Zeit.

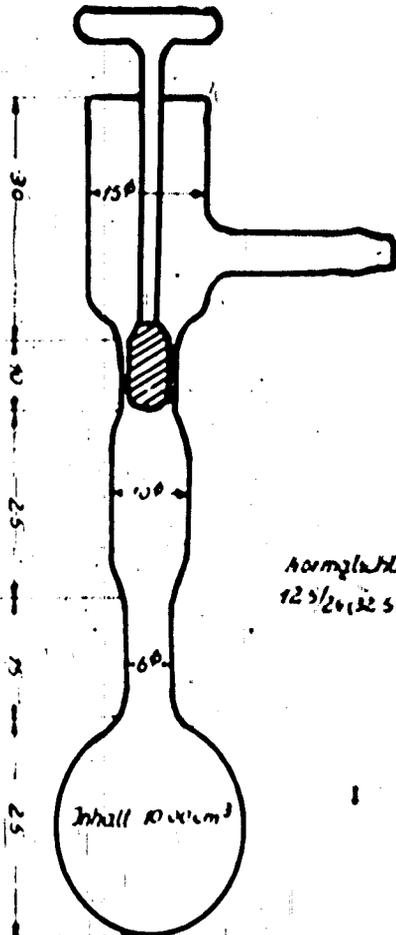
	Fehlergrenze in % Grösste und kleinste Abweichung vom theor. Wert aus dem Mittel aller verbl. Kraftstoffe	Zeitdauer für eine Bleibestimmung
Chromat-Verfahren nach Edgar und Calingaert	- 2,5 bis + 0,5	4 h
HCl-Verfahren nach Calingaert und Gambrell	- 4,0 bis - 1,0	3 1/2 h
Sulfat-Verfahren nach Ulrich	- 2,5 bis + 0,4	7 h
FKFS-Chromat- Verfahren	- 3,7 bis + 0,3	1 h
Chromat-Titrier- Verfahren	- 3,2 bis + 0,6	1 h
DVL-Dithizon - Titrier-Verfahren	- 4,7 bis + 0,3	35 bis 40 min
FKFS-Chromat-Titrier- Verfahren	- 2,6 bis + 0,1	30 min
FKFS-Jod-Verfahren	- 0,5 bis + 1,2	10 min



Bürette: Geteilt in 0.05 cm^3

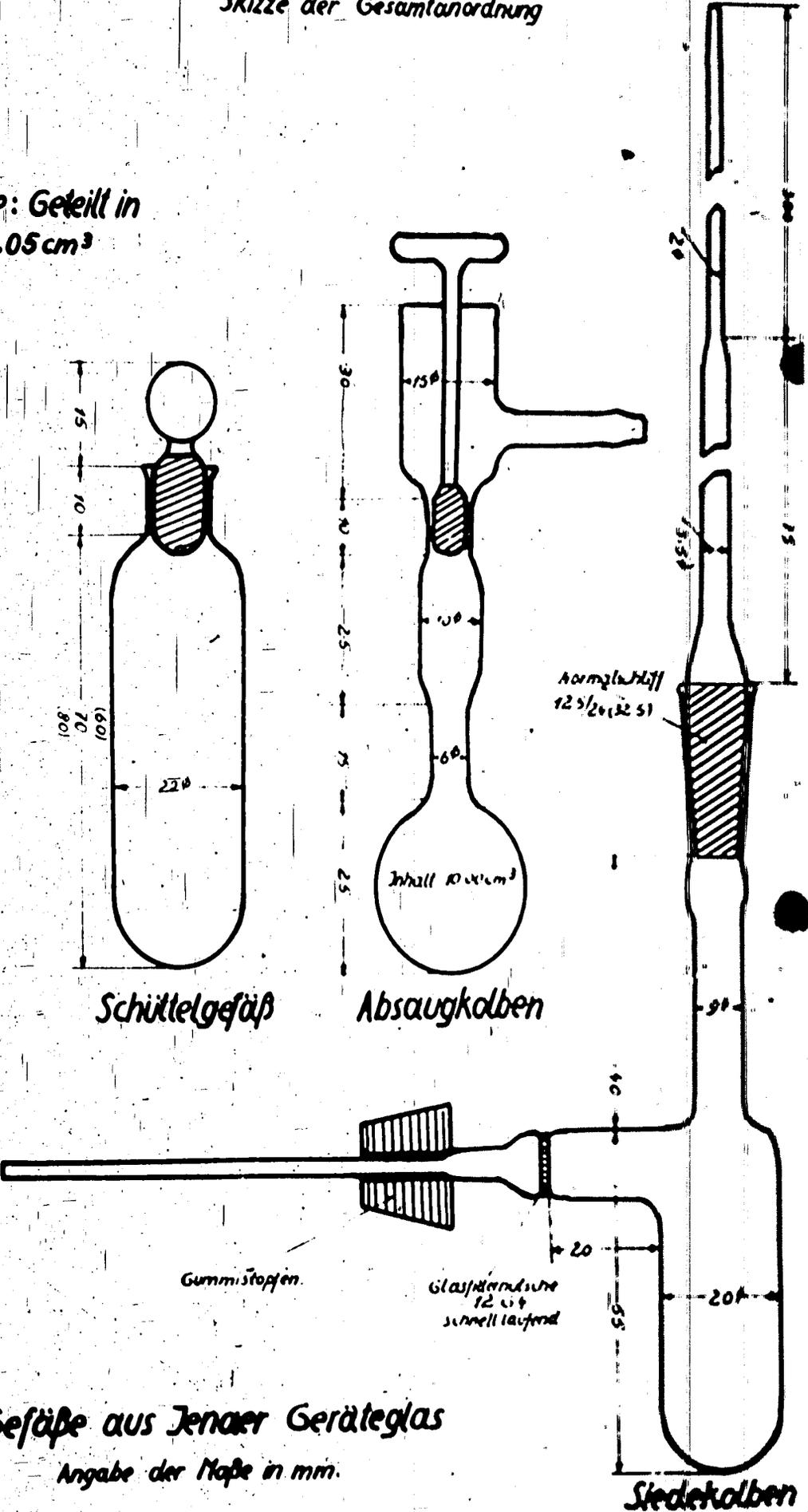


Schüttelgefäß



Absaugkolben

Normalkolben
12 5/20 (32 51)



Siedekolben

Gummistopfen.

Glassternscheibe
12 1/4
schnell laufend

Gefäße aus Jenaer Geräteglas
Angabe der Maße in mm.

Bild 1 Geräte zum DVL-Bleistimmungs-Verfahren

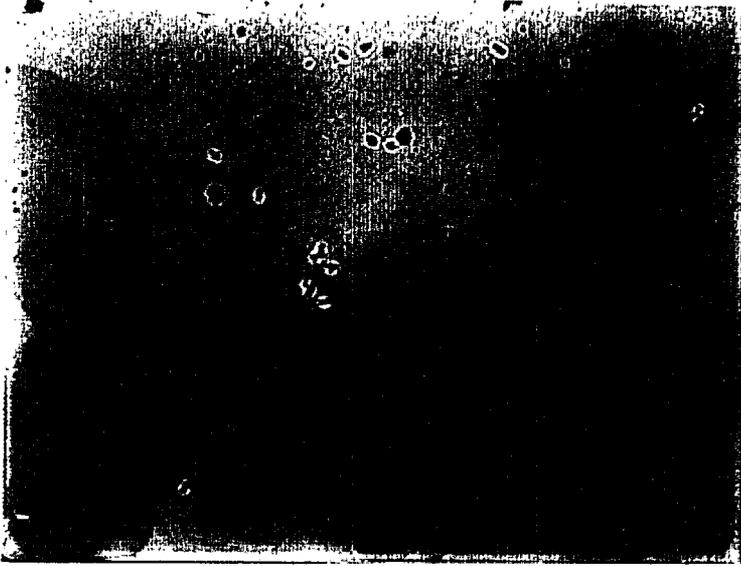


Bild 2 Dichloräthylbleikristalle von mit
0,0326 Vol.-% verbleitem Leuna-Benzin



Bild 3 Dichloräthylbleikristalle von mit
0,0326 Vol.-% verbleitem Rheinpreussen-
Benzin (enthält Spuren von Wasser)

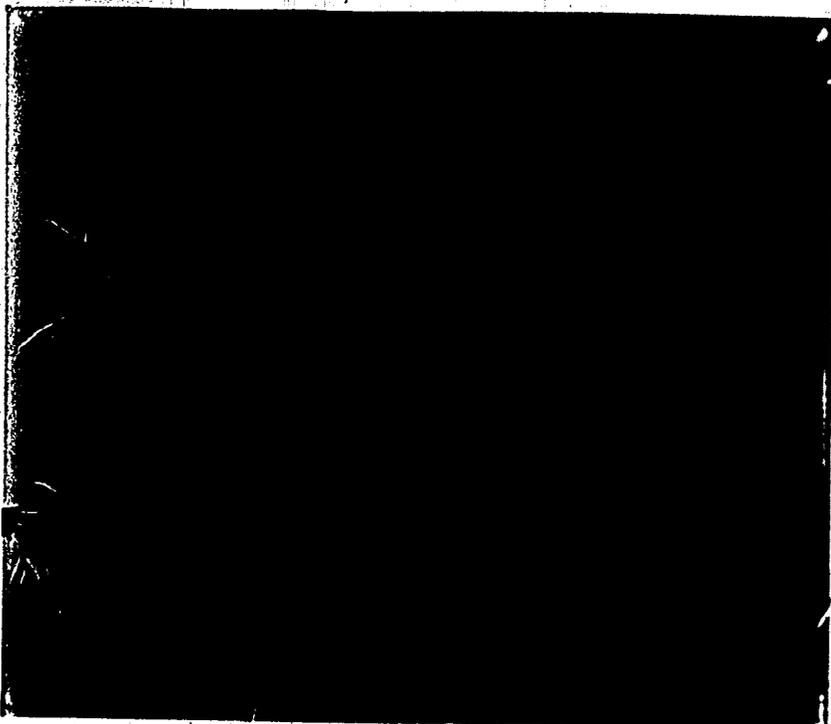


Bild 4 Dichloräthylbleikristalle von mit
C, 1306 Vol.-% verbleitem VT 707-Kraftstoff



Bild 5 Dichloräthylbleikristalle von
C 3-Kraftstoff



Bild 6 Dichloräthylbleikristalle von mit
0,1306 Vol.-% verbleitem Paraffin-Benzin

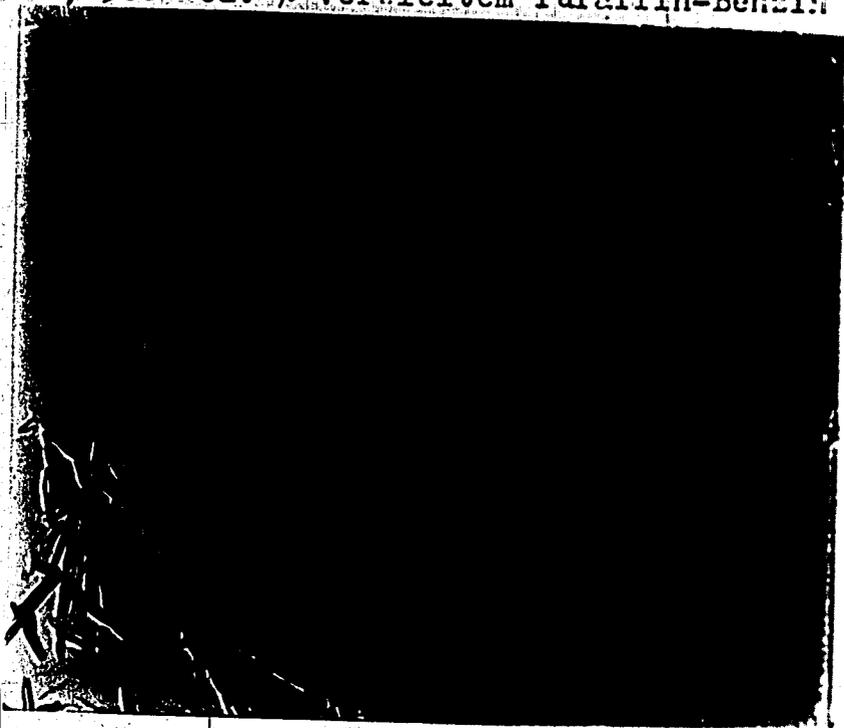


Bild 7 Dichloräthylbleikristalle von
B 4-Kraftstoff