

B-67

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESSELLSCHAFT LUDWIGSHAFEN/RHEIN

Technischer Prüfstand Apparat

Kurzbericht

Nr. 34

über

Nachweis von Tetrachlorkohlenstoff in Benzinen

Abgeschlossen am 11. September 1942 Gr.

Bearbeiter: Dipl. Chemiker Wilhelm

Die vorliegende Ausfertigung 1 enthält
5 Textblätter.

Verteiler:

- 1.) Obersting. Heidenreich, Wiesbaden
- 2.) " " "
- 3.) Fl. Oberstabsing. Frikell, RLM, Abt. P-t, Berlin
- 4.) Obering. Penzig
- 5.) Dipl. Chem. Glück
- 6.) Dr. Thiel
- 7.) Text. Chem. Wilhelm

27696

Nachweis von Tetrachlorkohlenstoff in Benzin

Übersicht: Es wird über schnellen Nachweis von Tetrachlorkohlenstoff in hiermit verunreinigten Benzin berichtet. Als schnellsten Nachweis wurde die Flammenfärbung beim Gebrauch des verunreinigten Benzins in einer Lötlampe oder beim Veraschen mit Kupferpulver und Ausglühen unter direkter Flamme gefunden.

Zusatz der Versuche: Bei einem Kraftstoffgrossverbraucher traten plötzliche Zerstörungen an einer grösseren Anzahl Kraftwagen auf, welche auf Angriff durch die Verbrennungsgase des Kraftstoffes zurückzuführen waren. Metallteile, welche in die Nähe der Auspuffgase kamen, wurden angegriffen. Eisen rostete, Messingteile wurden schwarz. Durch Elementaranalyse wurde im Kraftstoffrund 4% Chlor nachgewiesen, welches sich durch spez. Reaktionen auf Tetrachlorkohlenstoff zurückzuführen liess. Durch Nachforschung ergab sich, dass ein durch Fliegerangriff in Brand geratener Kraftstofftank mit Tetrachlorkohlenstoff gelöscht worden war und der Kraftstoff später weiter gebraucht worden war und zu den genannten Schäden führte. Diese schädigende Wirkung des Tetrachlorkohlenstoffes könnte militärisch benutzt werden, um Kraftstofflager, die bei Rückzügen dem Feinde in die Hände fallen, vorher unbrauchbar zu machen. Tetrachlorkohlenstoff ist bei den Tankzügen immer in grösseren Mengen in den Feuerlöschern vorhanden. Es ist also von Wichtigkeit, durch schnellen Nachweis Benzinbenzin hierauf untersuchen zu können.

Fazit: Tetrachlorkohlenstoff bietet dem Nachweis besondere Schwierigkeiten durch seine chemische Beständigkeit und hohe Zersetzungstemperatur. In der Literatur werden verschiedene Verfahren zum Nachweis angegeben, welche wir nacharbeiteten und auf ihre Brauchbarkeit bei Benzinbenzin prüften.

3.) Nach Folgeschmelze. Zeitschrift für anorg. Chemie 117, 281, wurde eine Probe mit Natriumazetat aus dem Wasserbad erhitzt und das durch Zersetzung des Tetraäthylblei-Kohlenstoffes entstehende Natrium-bleichsalz mit Silbernitrat nachgewiesen. Bei reinem Benzol war die Probe negativ, als Tetraäthylblei-Kohlenstoff verunreinigtes Benzol ergab einen geringen Niederschlag, verbleibtes Benzol gibt, durch das in verdünnter Salzsäure Acetylenbromid ebenfalls einen Niederschlag bildet. Nachweis ist also nur für verunreinigtes Benzol gegeben.

4.) Nachfolgend in Journal of American Chemical Society 41, 1131, 1919, wurde festgestellt, dass ein Milligramm der Probe verdünnt in einer Lösung von 0,5 gr. Kupferchlorid verbleibt und durch Luftzutritt gelblich wird. Durch Anwesenheit von Tetraäthylblei-Kohlenstoff soll eine Verfälschung auftreten, welche nach 2-3 Minuten in braunlichen Übergang übergeht. Dieser Nachweis war für reine Probe nicht anwendbar, da sich die Bildung einer Verfälschung zeigte, die nur bei reinem und verunreinigtem Benzol auftrat.

5.) Nachfolgend in Zentralblatt 1929, 11, 1930, erzählt ein Tropfen der Probe auf eine 5 mm große Brenzkatzenöl-Lösung, 0,5 von Benzol, Lösung und Kupferchlorid. Tetraäthylblei-Kohlenstoff soll sich nach 2-3 Minuten bilden, die Probe aber in der Lösung übergeht. Diese Probe ist nicht anwendbar.

Es wurde versucht, die Lösung von Tetraäthylblei-Kohlenstoff mit Natrium-bleichsalz. Bildung von Natriumbleichsalz als Nachweis, möglichst auch als Nachweis. Es wurde zu versenden. Nach einstündigem Kochen unter dem Vakuummeter von reinem und verunreinigtem Benzol mit Natriumbleichsalz zeigt sich kein Unterschied der beiden Proben.

Es wurde versucht, 10 von Benzol mit 5-6 Tropfen Wasser und einem probenreinen Stück Natriummetall. Nachdem sich unter gutem

Sobald das Natrium gelöst hatte, wurde mit Salpetersäure angesäuert und mit Silbernitrat versetzt. Reines Benzol blieb klar, verbleites Benzol ergab eine ganz schwache Trübung, mit 1/2% Tetrachlorkohlenstoff verunreinigtes Benzol einen deutlichen Niederschlag. - Zuletzt versuchten wir durch Flammenfärbung eine Verunreinigung des Benzols mit Tetrachlorkohlenstoff nachzuweisen. Schon die Verwendung von verunreinigtem Benzol in einer Lötlampe ergibt im Gegensatz zu reinem oder verbleitem Benzol eine ssegrübleuchtende Flamme. Einleiten von reinen Tetrachlorkohlenstoffdämpfen in eine Bunsenflamme ergeben beim Zinhalten eines Kupferstreifens in die Flamme die gleiche Erscheinung. Die Tetrachlorkohlenstoffmenge bei mit 4% verunreinigtem Benzol genügt jedoch nicht, um eine deutliche Erscheinung hervorzurufen. Wir vermischten dann in einem Porzellantiegel etwa 2 g Kupferpulver mit 1 ccm verunreinigtem Benzol, entzündeten und glühten es von oben mit einer nicht leuchtenden Bunsenflamme, worauf sich die grüne Flammenfärbung zeigte. Es konnten 0,25% Tetrachlorkohlenstoff noch deutlich nachgewiesen werden. Es muss jedoch eine Temperatur von 1000°C erreicht werden, da hier erst die Zersetzungstemperatur des Tetrachlorkohlenstoffs liegt.

Zusammenfassung: Als chemischer Nachweis von Tetrachlorkohlenstoff im unverbleitem Benzol eignet sich das Versetzen mit Wasser und Natriummetall. Als Nachweis metallisches gebildeten Natriumchlorid mit Silbernitrat. Quantitativ lässt sich Tetrachlorkohlenstoff nur in einer Verbrennungsapparatur, wie sie z.B. für die Schwefelbestimmung nach Groth-Kreker gebräuchlich ist, bestimmen.

Als schnellster Nachweis ergab sich die Flammenfärbung beim Vermischen und Ausglühen von Kupferpulver oder der Verwendung in einer Lötlampe. Da durch die verstärkten Luftangriffe in grösserem Masse mit der Verunreinigung von Kraftstoffen mit Tetrachlorkohlenstoff beim Löschen von Bränden zu rechnen ist, schlagen wir vor, bei der Prüfung von Kraftstoffen aus gelöschten Tanks und bei Beutenezinen folgende Probe mit auszuführen:

Prüfungsvorschrift:

In einem Porzellantiegel, Berliner Form Nr. 2, werden etwa 2 g Kupferpulver mit 1 cm Benzin vermischt. Dieses wird von oben mit einer nicht leuchtenden Bunsenflamme verbrannt und sofort ausgeglüht. Eine grüne Flammenfärbung zeigt eine Beimischung von Tetrachlorkohlenstoff an. Empfindlichkeit 0,25 Vol.-% Tetrachlorkohlenstoff. Die gleichen Mengen Bleifluor sind ohne Einfluss.