

34. Bestimmung des Naphthalins im Koksgas.

1.) Literatur.

- a) Analytische Methoden für die Untersuchung von Kokereigas, Ruhr-gas A.G., Essen 1933, S.21.
- b) H. Seebaum & W.Oppelt, Gas-und Wasserfach 77,280 (1934).
- c) W.Zwiäg & F.Kossendey, Gas-und Wasserfach 78, 101 (1935).
- d) V.-Funk, Gas-und Wasserfach 78, 263 (1935).
- e) W. Del-meier, Chem.Zeitg. 60,449 (1936).
- f) H.Seebaum & E.Hartmann, Brennstoffchemie 18, 460 (1937).

2.) Allgemeines.

Naphthalin bildet mit Pikrinsäure eine Molekülverbindung von der Zusammensetzung $C_{10}H_8 \cdot C_6H_2(NO_2)_3 OH$ (F.149°C), die in wässriger Pikrinsäurelösung praktisch unlöslich ist. Leitet man daher ein naphthalinhaltiges Gas durch Pikrinsäurelösung, so scheidet sich die Molekülverbindung in Form eines gelben Niederschla-ges ab, der abfiltriert und mit heissem Wasser wieder zerlegt wird. Die dabei frei werdende Pikrinsäure kann dann mit $\frac{n}{10}$ NaOH & Phenolphthalein titriert werden.

3.) Reagentien.

Wässrige Pikrinsäurelösung, bei 0° gesättigt, etwa 0,7 %ig
 Verd.Schwefelsäure, etwa 2n.
 $\frac{n}{10}$ Natronlauge.

4.) Apparatur.

Die Apparatur besteht aus einer Schottischen Gaswaschflasche mit Fritteneinsatz (No. 101a, G.1.), die zur Absorption des Am-moniaks mit verd.Schwefelsäure gefüllt wird, und zwei einfachen Drechselschen Wasch-flaschen, die mit je 150 cm³ einer 0,7 %igen wässrigen Pikrinsäurelösung beschickt und mit Eis, bezw. Eiswasser auf einer Temperatur etwa zwischen 0 und + 4°C gehalten werden. Man stellt die beiden Waschflaschen mit Pikrinsäure entweder in Dewargefäße, die eine genügende Menge Eiswasser enthalten, oder in einen entsprechend grossen, ebenfalls mit Eiswasser gefüllten

Zinkblechkasten, der nach aussen gegen Temperaturverluste durch einen mit Filz oder Schlackenwolle ausgekleideten Mantel geschützt ist. Nach oben ist der Kasten durch einen Deckel mit entsprechenden Ausschnitten abgedeckt.

Auch die Dewargefässe stellt man zweckmässig in einen Holzkasten. Zum bequemen Transport werden die Kästen mit einem Traggurt versehen.

An die letzte Waschflasche ist eine Gasuhr angeschlossen.

5.) Besondere Hinweise.

Bei Gasen mit höherem Naphtalingehalt (über $10 \text{ g}/100 \text{ m}^3$) empfiehlt es sich, die erste Waschflasche nicht zu kühlen, um Naphtalinausscheidungen im Einleitungsrohr dieser Waschflasche zu verhüten, sondern nur die zweite Waschflasche zur Abscheidung der letzten Reste von Naphtalin aus dem Gas auf der niedrigen Temperatur zu halten.

Überhaupt ist, besonders bei Naphtalinbestimmungen, die im Freien angesetzt werden, darauf zu achten, dass sich das Gas auf dem Wege von der Entnahmestelle bis zur Apparatur nicht abkühlt, da sonst, zumal bei Gasen mit höherem Naphtalingehalt, leicht beträchtliche Fehler entstehen können. Aus diesem Grunde muss die Probeleitung so kurz wie möglich sein. Wenn dies nicht ohne weiteres möglich ist, dann wähle man als Probeleitung ein ziemlich weites Glasrohr (l.W. 10 mm), an dessen Ende man kurz nach der Abnahme des Gases für die eigentliche Untersuchung noch einen kräftigen Gasstrom abblasen lässt. Je nach den Temperaturverhältnissen muss diese Probeleitung noch mit Asbestschnur gut isoliert werden.

Ferner ist darauf zu achten, dass für die Probeleitung kein Schlauch verwendet werden darf (wegen einer gewissen Absorptionsfähigkeit des Schlauchmaterials für Naphtalin), sondern dass nur saubere Glasrohre in Frage kommen und bei den Schlauchverbindungen Glas an Glas stösst.

6. Ausführung.

Man leitet das Gas mit einer Geschwindigkeit von höchstens 40 l/h durch die Apparatur, bis sich in den Waschflaschen eine genügende Menge Ethylrat abgeschieden hat, und misst das Gas mit

einer nachgeschalteten Gasuhr.

Der Niederschlag wird auf einem Trichter mit Filterknopf (dünner Glasstab, der in den Trichterstiel passt und an einem Ende platt gedrückt ist) über etwas Filterschleim abgesaugt und durch Nachspülen mit dem Filtrat aus den Waschflaschen quantitativ entfernt. Zum Schluss wird der Niederschlag mit 0,7 %iger Pikrinsäure in der Spitze des Trichters zusammespült und 15 Minuten lang trocken gesaugt. Die jetzt noch anhaftenden geringen Mengen freier Pikrinsäure werden bei der Berechnung berücksichtigt. Darauf bringt man den Niederschlag in einen Erlenmeyerkolben, kocht mit etwa 200 cm³ dest. Wasser auf, bis er vollständig in Lösung gegangen ist, und titriert die frei gewordene Pikrinsäure nach dem Abkühlen mit $\frac{n}{10}$ Natronlauge und Phenolphthaléin als Indikator bis zum bleibenden Farbumschlag.

Zum Ausgleich für die im Filterpapier haften gebliebene Pikrinsäure werden von dem gefundenen Wert 0,1 cm³ $\frac{n}{10}$ NaOH abgezogen.

7. Berechnung.

$$1 \text{ cm}^3 \frac{n}{10} \text{ NaOH} = 0,0128 \text{ g C}_{10}\text{H}_8$$

$$\text{C}_{10}\text{H}_8 = \frac{\text{Verbr. cm}^3 \frac{n}{10} \text{ NaOH} \cdot 0,0128 \cdot 1000 \cdot 100}{\text{angew. Liter Gas}} \text{ g/100 m}^3$$

8. Beispiel.

Zeit der Probenahme: 9³⁰ - 15⁰⁰ (= 5 1/2 h)

Angewandt: 212 l (= 38,6 l/h)

Verbraucht: 3,25 cm³ $\frac{n}{10}$ NaOH

$$\text{C}_{10}\text{H}_8 = \frac{3,25 \cdot 0,0128 \cdot 1000 \cdot 100}{212} = 19,6 \text{ g/100 m}^3.$$

~~gez. Tramm~~ ~~gez. Henke-Stark.~~