

NO-Bestimmung in Koksgas.
Abgeänderte Methode nach Schuffen.

In einer mit destilliertem Wasser gefüllten sauberen 10-Literflasche werden 7 Liter des zu untersuchenden Gases aufgefangen. Bei höheren NO-Gehalten, z.B. in der Äthylenfraktion, empfiehlt es sich, kleinere Gasflaschen (etwa 5 Liter) zu verwenden. Die Zuleitung zur Gasflasche wird möglichst kurz gewählt und aus Kapillarrohr hergestellt. Die Zuleitung muß trocken gehalten werden. In Gegenwart von Schwefelwasserstoff liefert die Methode auch nach Entfernung desselben zu niedrige NO-Werte (z.B. Koksgas vor der Reinigung). Nach Einfüllen der Gasprobe werden die restlichen 3 Liter mittels einer Wasserstrahlpumpe möglichst rasch abgesaugt. Durch einen Tropftrichter gibt man 50 ccm n/l Natronlauge und läßt dann bis zum Druckausgleich Sauerstoff einströmen. Nach 20 Stunden Stehen und öfterem Schütteln spült man den Flascheninhalt in einen 250 ccm Schüttelsylinder, füllt auf 250 ccm auf, halbiert die Menge und gibt je 4 ccm Eisessig hinzu. Zu den so vorbereiteten Lösungen werden je 10 ccm m-Phenylendiaminlösung oder 10 ccm Naphtylaminlösung zugesetzt. Da beide Reagenzien sich an der Luft färben, verdrängt man vor Zugabe derselben die Luft aus dem Schüttelsylinder mit Stickstoff. Eine leichte Färbung ist trotzdem nicht zu vermeiden, die aber auch in der Vergleichslösung von Anfang an auftritt. Als Vergleichslösung gibt man 50 ccm n/l Natronlauge in einen 250 ccm Schüttelsylinder, füllt auf bis zur Marke, halbiert die Lösung und gibt dann möglichst unter Luftabschluß wie oben beschrieben je 4 ccm Eisessig und 10 ccm Naphtylaminlösung oder m-Phenylendiaminlösung hinzu.

Zu der Vergleichslösung läßt man aus einer 10 ccm Burette mit 1/20 ccm Teilung soviel Natriumnitrit zufließen, bis der gleiche Farbton wie in der Probe erreicht ist. Es ist wesentlich, die titrierte Vergleichslösung etwa 20 Minuten stehen zu lassen, da die Umsetzung der titrierten Nitritlösung zum endgültigen Farbton nur sehr langsam erfolgt.

Die Natriumnitritlösung wird durch Auflösen von 0,03 g NaNO_2 in Liter dest. Wasser hergestellt. Von dieser Lösung entspricht nach einträglichem Stehen 0,05 ccm gleich einem Tropfen ungefähr 0,001 mg NO_2 bzw. 0,0005 ccm NO_2 .

Zur Herstellung der Naphtylaminlösung werden 2 g Sulfanilsäure in 400 ccm Wasser und 100 ccm Eisessig unter Luftabschluß gelöst; dazu kommt eine Auflösung von 0,5 g α -Naphtylamin in 100 ccm Eisessig und ein Zusatz von 400 ccm Wasser.

Die mit m -Phenylendiaminlösung und mit α -Naphtylaminlösung bestimmten NO-Gehalte stimmen untereinander überein.

Handelt es sich um die NO-Bestimmung in der Äthylenfraktion, so werden nach der beschriebenen Arbeitsweise zu niedrige Werte gefunden. Richtig wird aber die Methode, wenn man die alkalische Lösung vor Zugabe von 4 ccm Eisessig längere Zeit auf 90° erwärmt.