

NO - Bestimmung in Gas.

In einer mit stickoxydfreiem Leitungswasser gefüllten 10 l Flasche werden 5 l der zu untersuchenden Gase aufgefangen. Die Flasche ist mit einem Gummistopfen verschlossen, der einen Tropftrichter, ein Zuleitungsrohr und ein tiefreichendes Ableitungsrohr trägt. Beide Rohre sind mit Glashähnen versehen. Vor Eintritt in die Flasche wird das Gas mit Kosray-Lösung intensiv gewaschen, um etwa vorhandenes NO_2 zu entfernen. Nach Einfüllen der Gasprobe werden die restlichen 5 l Wasser mittels einer Wasserstrahlpumpe durch das tiefreichende Rohr möglichst rasch bis auf 30 bis 50 cm abgesaugt. Die Probenahme des Gases kann auch so erfolgen, dass die zuvor evakuierte, trockene Flasche bis auf $\frac{1}{2}$ Atmosphäre mit dem Gas gefüllt wird. Durch den Tropftrichter gibt man 50 ccm n-Natronlauge zu und lässt dann bis zum Druckausgleich Sauerstoff einströmen. Unter häufigerem Umschütteln, namentlich in den ersten Stunden, bleibt die Flasche 3 Tage stehen. Darauf spült man den Flascheninhalt in einen 250 ccm Schüttelszylinder, füllt auf 250 ccm auf und gibt zur Gesamtmenge oder zu einem bestimmten Teil Essigsäure bis zur schwach sauren Reaktion hinzu. Die so vorbereitete Lösung wird mit 3 ccm Lunge-Kosray-Reagens versetzt; nach 20 Minuten ist die endgültige Rotfärbung erreicht. Bei höheren Stickoxydgehalten (über 5 p.M.) wird ein kleiner Teil der Lösung mit Wasser vor Zusatz von Essigsäure und Reagens verdünnt, um zu tiefe Farbtöne, die Farbunterschiede nicht mehr erkennen lassen, zu vermeiden. Als Ausgleichslösung werden in einen gleichartigen Schüttelszylinder gleichviel Wasser und Kosray-Reagens gefüllt und aus einer 10 ccm Bürette mit $\frac{1}{20}$ ccm Teilung so viel Nitritlösung zugegeben, dass nach 20 Minuten langer Einwirkung der gleiche Farbton wie in der Probe erreicht ist. Zur Herstellung der Kosray-Reagens werden 0,5 g Sulfanilsäure in 100 ccm Wasser und 25 ccm Eisessig gelöst. Ferner kocht man 0,2 g festes Naphthylamin mit 20 ccm Wasser auf, giesst die farblose Lösung von dem Dickstand ab, versetzt sie mit 150 ccm verdünnter Essigsäure und giesst dann beide Lösungen zusammen. Eine Entfärbung mit A-Kohle aus der Bereitung der Lösungen ist nicht notwendig. Das Reagens hält sich in dunklen Flaschen auch wenn sie unvollständig gefüllt sind, monatelang klar und farblos. Die Natriumlösung wird wie in der Vorschrift von Schuffert durch Auflösung von 0,03 g NaNO_2 in 1 dest. kohlenfreiem Wasser hergestellt. Sie ist sofort nach der Herstellung gebrauchsfertig. Der Verbrauch von 1 ccm dieser Lösung entspricht einem wahren Gehalt von 0,01 ccm NO im angew. Gasvolumen. Z.B. wurde bei Verwendung von 5 l Gas, die mit 5 l O_2 gemischt waren, vom Flascheninhalt nach Auffüllen auf 250 ccm, 50 ccm abgenommen, die nach Zusatz von 5 ccm Kosray-Reagens in einem Schüttelszylinder auf 125 ccm verdünnt wurden. Die entstehende Rotfärbung entsprach derjenigen in einem

Vergleichszylinder, der 0,3 ccm Nitritlösung enthielt. 0,3 ccm Nitritlösung enthielten 0,003 ccm NO, so dass diese NO-Menge in $\frac{1}{5}$ des Gasvolumens (1 l) enthalten war.

Es ergaben sich also 3 ccm NO je 1 cm³ Gas.