



PROTOKOLL INSTRUMENTELLE ANALYTIK

Versuch 3.2 Gasprobennahme von Raumluft und Ermittlung der NO_2 -Konzentration

Teilnehmer:

Willy Messerschmidt
Roman-Luca Zank

Protokollführer:	Roman-Luca Zank
Datum der Versuchsdurchführung:	27.05.2021
Erstabgabe:	29.05.2021

Merseburg den 29.05.2021

1 Einleitung und Versuchsziel

Im folgenden Versuch wird die Konzentration an Stickstoffdioxid in der Raumluft des Labors Hg/E/2/17 bestimmt. Da Stickstoffdioxid normalerweise nur in geringen Mengen emittiert wird, trifft man in diesem Versuch eine theoretische Annahme. Diese umfasst, dass im Labor beispielsweise ein Druckgefäß geplatzt ist oder der Abzug nicht ordnungsgemäß arbeitet und deshalb die Konzentration an NO_2 in der Raumluft bestimmt werden muss.

Arbeitsmethodisch wird eine Langzeitbeprobung durchgeführt, um das NO_2 anzureichern. Infolgedessen wird mittels externen Standards und der UV-Vis-Spektroskopie die Konzentration an NO_2 bestimmt.

2 Physikalische Hintergründe

Lambert-Beer'sches Gesetz

Azokopplung mit Saltzmann-Reagenz

Seifenblasenzähler

3 Geräte und Chemikalien

Geräte:

- portable Pumpe:
AMETEK - Alpha 1 Airsampler
- Spektralphotometer:
ANALYTIK JENA - Spekol 1500
- Kunststoff-Pipetten
- 50 mm Küvetten
- Stoppuhr
- Schraubverschlüsse mit Dichtungen für Waschflaschen
- Kunststoffschläuche
- Messkolben verschiedener Volumina
- Mess- und Vollpipetten verschiedener Volumina
- 100 mL Waschflaschen mit Frittenensatz

Proben/Chemikalien:

- SALTZMANN-Reagenz
- destilliertes Wasser
- Vergleichslösung mit Natriumnitrit (1 mL enthält umgerechnet $1 \mu\text{g NO}_2$)

4 Versuchsdurchführung

Probenahme der Raumluft

Der Versuch begann mit der 90-minütigen Probenahme von NO_2 unter einem Abzug im Labor Hg/E/2/17. Ziel ist es mit Hilfe des Versuchsaufbaus (siehe Abb. 1) NO_2 aus der Raumluft in 25 mL SALTZMANN-Lösung zu absorbieren. Hierfür wurde nach Aufbau des Versuchsstandes die Pumpe eingeschaltet. Der Volumenstrom wurde am Ende der gesamten Versuchsdurchführung bestimmt.

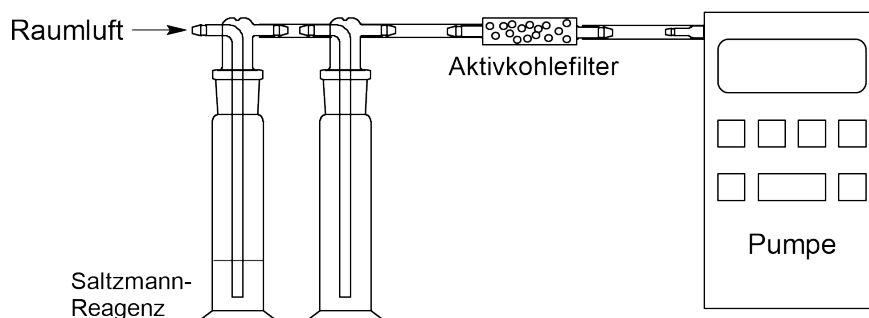


Abb. 1: Versuchsaufbau-Probenahme

Kalibrierung mit Natriumnitrit-Lösung

Während die Probenahme lief wurden in der Zeit die Kalibrierlösungen hergestellt. Hierfür wurde eine Vergleichslösung mit einer Massenkonzentration von $1,5 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$ Natriumnitrit zur Verfügung gestellt. Umgerechnet hatte die Lösung eine Massenkonzentration von $1 \frac{\text{mg}}{\text{L}}$ NO_2 . In Tabelle 1 sind die Verdünnungsreihen nach der Versuchsanleitung mit den benötigten Volumina dargestellt.

Tab. 1: Kalibrierlösungen

Kalibrierlösung	Zielkonzentration $\left[\frac{\text{mg}}{\text{L}}\right]$	Volumen Vergleichslösung [mL]	Volumen Saltzmann-Lösung [mL]
K1	0,01	0,5	49,5
K2	0,02	1,0	49,0
K3	0,03	1,5	48,5
K4	0,04	2,0	48,0
K5	0,06	3,0	47,0
K6	0,08	4,0	46,0

Je höher die Konzentration der Kalibrierlösung gewesen war, desto intensiver erschien die Farbe des Farbstoffes. Nach dem Herstellen der Lösungen und 15 minütigem Warten wurden mit den Kalibrierlösungen K2, K4 und K5 die Wellenlänge des Absorptionsmaximums λ_{max} bestimmt. Zunächst ist dafür eine Küvette mit destilliertem Wasser als Referenz im Spektralphotometer vermessen und hinterlegt worden. Danach erfolgte die Vermessung der genannten Kalibrierlösungen und deren Messwerte für λ_{max} wurden arithmetisch gemittelt. Die Ergebnisse dieser Messungen finden sich unter Abschnitt 5.

Nach der Bestimmung der Wellenlänge des Absorptionsmaximums λ_{max} konnten nun die Absorbanzen für alle Kalibrierlösungen bei dieser Wellenlänge bestimmt werden.

Mit Hilfe dieser Absorbanzen ist nun ein Aufstellen der Kalibriergerade zur Messung der Konzentration der Probe möglich. Mehr dazu unter Abschnitt 5.

Messung der Raumlufprobe:

Sobald die 90 Minuten vergangen waren wurde die Probenlösung nochmals für 15 Minuten stehen gelassen, sodass sich der Farbstoff vollständig ausbilden kann. Währenddessen wurde die Probenahmeapparatur abgebaut und die Pumpe an den Seifenblasenzähler angeschlossen. Die Messung der Absorbanz der Raumlufprobe erfolgte nach Ablauf der Wartezeit genauso wie die Messung der Kalibrierlösungen. Es wurden drei Messungen von Absorbanzen bei der ermittelten Wellenlänge λ_{max} für die Raumlufprobe durchgeführt.

Volumenstrom der Pumpe

Der Volumenstrom der Pumpe wurde mittels Seifenblasenzähler ermittelt. Eine Skizze des Versuchsaufbaus ist in Abbildung 2 zu sehen. Hierfür wurde die Pumpe mit der oberen Schlauchtülle des Seifenblasenzählers verbunden und eingeschaltet. Am unteren Ende des Seifenblasenzählers wurde die Seifenblasenlösung an die Öffnung gegeben, sodass diese von der Pumpe angesaugt wurde. Es bildeten sich flache Seifenblasen, welche sich entlang der Skalierung bis zum Doppelboden des Seifenblasenzählers bewegten. Nach dem es mehrere Blasen bis zum oberen Ende des Zählers geschafft hatten, wurde mit der eigentlichen Messung des Volumenstroms begonnen.

Hierfür wurde erneut eine Seifenblase durch ein Ansaugen der Pumpe im Seifenblasenzähler gebildet. Sobald diese die beginnende Skalierung für den 500 mL-Abschnitt des Zählers erreichte, wurde die Zeit gemessen die die Seifenblase brauchte, um die obere Marke von 500 mL zu erreichen. Insgesamt wurde diese Messung dreimal durchgeführt und eine mittlere Zeit berechnet, die Seifenblasen benötigten. Aus diesem Wert wird unter Abschnitt 5 der Volumenstrom der Pumpe bestimmt.

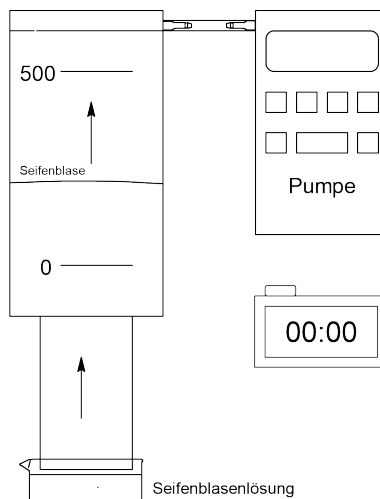


Abb. 2: Skizze Seifenblasenzähler

5 Ergebnisse

Kalibrierung

Die Ergebnisse der Kalibrierung sind in

6 Diskussion der Ergebnisse