

PROEFSTATION VOOR DE GROENTEN- EN FRUITTEELT ONDER GLAS,  
TE NAALDWIJK.

cb

Bibliotheek  
Proefstation  
Naaldwijk

$\frac{A}{3}$   
B  
50

De bepaling van  $SO_2$  en  $NO_2$  in lucht.

door:

S.S.de Bes,

P.A.v.Dijk.

A  
3  
B  
50

333

*Stambuch no. 4437*

De bepaling van SO<sub>2</sub> en NO<sub>2</sub> in lucht.

Inhoud:	pag.
Inleiding	1
Principe	1
Onderzoek	
NO <sub>2</sub> -bepaling	1
SO <sub>2</sub> -bepaling	2
Literatuur	2
Bijlagen (1 en 2)	

Grondlab  
maart 1971  
S.S. de Bes  
P.A. van Dijk.

## De bepaling van NO<sub>2</sub> en SO<sub>2</sub> in lucht.

### Inleiding:

Op verzoek van Ir. N. v. Berkel werd getracht kwantitatieve analyses van NO<sub>2</sub> en SO<sub>2</sub> in lucht uit te voeren. Om een indruk te krijgen omtrent de verhoudingen tussen de NO<sub>2</sub> en SO<sub>2</sub> concentraties in de kaslucht (omgeving van de planten) en de afgassen uit het rookkanaal. Deze gassen ontstaan in de afgassen als verbrandingsprodukten van olie en kunnen vooral tezamen een schadelijk effect op de planten hebben.

### Principe:

De monsternamen kan het best geschieden m.b.v. een wasflesje (waarin absorbens voor het te bepalen gas) welke verbonden is met gasmeter en zuigpomp. Vervolgens wordt in het absorbens de NO<sub>2</sub> en SO<sub>2</sub> concentraties spektrofotometrisch bepaald.

### Onderzoek:

#### NO<sub>2</sub> - bepaling.

Hiervoor werd de te onderzoeken lucht geleid in 0.01 N NaOH. Hierin kan dan bij aanwezigheid van NO<sub>2</sub> zowel nitraat als nitriet gevormd worden. Deze beide componenten zijn dan volgens de bestaande NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-en NO<sub>2</sub><sup>-</sup>- voorschriften direkt te bepalen. Het bleek echter dat zich alleen nitriet gevormd had tijdens de bovenstaande bemonsteringsmethode. Daar echter de ervaringen tot nu toe zeer gering zijn, is het aan te bevelen om voorlopig zowel nitriet als ook nitraat te blijven bepalen. Echter de thans bestaande NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-bepaling in water is niet gevoelig genoeg (standaardreeks 0-1000 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>/liter). Daarom zal getracht moeten worden om een gevoeliger methode te ontwikkelen, waarbij speciaal gedacht wordt aan de methode m.b.v. de specifieke elektrode welke reeds is aangeschaft en volgens de bijbehorende beschrijving is deze bruikbaar in gebied van 1 tot 10<sup>-6</sup> molair. NO<sub>3</sub><sup>-</sup> ofwel ± 60.000 - 0.06 ppm NO<sub>3</sub><sup>-</sup>, daar dit onderzoek nog aangevangen moet worden is deze methode voorlopig nog slechts theorie. Een voorlopig voorschrift is opgesteld aan de hand van een reeds bestaand Duits voorschrift voor SO<sub>2</sub>-bepaling in de lucht (lit.1).

## SO<sub>2</sub> - bepaling.

Voor het bepalen van SO<sub>2</sub> was een uitgewerkt voorschrift aanwezig, zodat direkt gemeten kon worden. De monstername geschiedt d.m.v. lucht doorleiden door een wasflesje met een natrium-tetrachloormercuraatoplossing als absorbens, waarin SO<sub>2</sub> wordt omgezet van disulfietmercuraat (II) - tot dichloorsulfietmercuraat-komplex. Door toevoeging van formaldehyde en pararosaniline ontstaat een roodvioletten sulfonzuur, waarvan de kleurintensiteit bepaald wordt m.b.v. spektrofotometer.

De in dit Duitse voorschrift beschreven ijklijn bleek ook voor hogere concentraties nog te gelden (n.l. tot 3.84 ppm SO<sub>2</sub>).

Er kan echter volstaan worden met een verhoging van de concentratie van 1.60 tot 2.24 ppm SO<sub>2</sub>.

Storing kan optreden door NO<sub>2</sub> om deze te vermijden wordt amidozwavelzuur toegevoegd.

De in dit voorschrift gegeven standaardafwijking bedraagt bij een te bepalen concentratie van ca. 0.5 mg SO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup>, ± 0.03 mg SO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup>.

De bepalingsgrens is 0.2 mg SO<sub>2</sub>.

Vervolgens werd het voorschrift enigzins omgewerkt en aangepast voor semi-routineonderzoek. Dit voorschrift is opgenomen als bijlage 2.

Opm: Dit verslag beschrijft niet een enig juiste methode maar slechts een methode welke wat betreft de NO<sub>2</sub>-bepaling experimenteel genoemd moet worden. Beide methoden zijn wellicht voor verbetering vatbaar doch de beschreven en gevolgde methoden werden geacht aan het gestelde doel te beantwoorden.

### Literatuur:

- 1) Messung gasförmiger Immissionen Messung der Schwefeldioxid - Konzentration.

VDI - Richtlinien VDI 2451 Blatt 3.

Grondlab

Maart 1971.

S.S. de Bes.

NO<sub>2</sub> - BEPALING IN LUCHT. (voorlopig)

Breng in een schoon en droog wasflesje 20.0 ml NaOH 0.01 N. Zuig hierdoor ca. 1 m<sup>3</sup> lucht bevattende ca. 0.1 mg NO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup>. De zuigsnelheid moet ongeveer 2-3 liter per minuut bedragen. Eventueel bij grotere concentraties minder lucht doorzuigen of meer NaOH 0.01 N afpipetteren.

Vervolgens NO<sub>2</sub><sup>-</sup> en NO<sub>3</sub><sup>-</sup> bepalen volgens onderstaande voorschriften.

NO<sub>2</sub><sup>-</sup>-bepaling.Reagentia:oplossing I:

3.3 gram sulfanylzuur oplossen in 750 ml ged.water en 250 ml ijsazijn 99 % p.a.

oplossing II:

0.5 gram α-naphtylamine gedurende 5 minuten koken in 100 ml ged.water. Na afkoelen 250 ml ijsazijn 99 % p.a. toevoegen en aanvullen tot 1 liter met ged.water.

hoofdstandaardoplossing: 0.1 mg NO<sub>2</sub><sup>-</sup> per ml.

150 mg natriumnitriet, NaNO<sub>2</sub> p.a. oplossen tot 1.0 liter met ged.water.

Deze oplossing oxydimetrisch stellen.

standaardreeks; 0-8 ppm NO<sub>2</sub><sup>-</sup>

1 ppm NO<sub>2</sub><sup>-</sup> ; 5.0 ml hoofdstandaardopl. aanvullen tot 500.0 ml met ged.water.

2 ppm NO<sub>2</sub><sup>-</sup> ; 5.0 ml hoofdstandaardopl. aanvullen tot 250.0 ml met ged.water.

4 ppm NO<sub>2</sub><sup>-</sup> ; 10.0 ml idem

6 ppm NO<sub>2</sub><sup>-</sup> ; 15.0 ml idem

8 ppm NO<sub>2</sub><sup>-</sup> ; 20.0 ml idem

Uitvoering van de analyse:

Pipetteer van standaarden en monsters 2 ml in maatkolfje van 50 ml. Voeg toe 1 ml oplossing I; mengen; voeg toe 1 ml oplossing II en aanvullen met ged.water.

Na 30 minuten de absorptie meten m.b.v. spektrofotometer Zeiss PMQ II in 5 cm cuvet bij 530 nm.

Berekening:

Aflezings van de ijkcurve geeft direkt mg NO<sub>2</sub> per liter absorbans.  
dus: aflezing x  $\frac{V_a}{V_l}$  = mg NO<sub>2</sub> per m<sup>3</sup> doorgezogen lucht eventueel kan worden gecorrigeerd voor druk en temperatuur zodat vergelijkbare cijfers verkregen kunnen worden hiervoor zou de factor worden:

$$\text{aflezing} \times \frac{V_a}{V_l} \times \frac{760}{(B-P_o)} \times \frac{(273+t)}{273} = \text{mg NO}_2 \text{ per m}^3 \text{ lucht}$$

0°C en 760 mm Hg.

waarin: V<sub>a</sub> = volume absorbans in wasflesje (ml)

V<sub>l</sub> = volume doorgezogen lucht (liter)

B = barometerstand in mm Hg

P<sub>o</sub> = onderdruk in mm Hg

t = temperatuur in °C.

NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-bepaling.

De reeds bestaande NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-bepalingen zijn niet gevoelig genoeg daar concentraties van ca. 0.6 - 3 ppm NO<sub>3</sub><sup>-</sup> geanalyseerd moeten worden. Hiervoor zal mogelijk de bepaling m.b.v. specifieke NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-elektrode uitkomst kunnen bieden.

SO<sub>2</sub> - BEPALING IN LUCHT.

Breng in een schoon en droog wasflesje 50.0 ml absorptieoplossing. Zuig hierdoor ca. 700 liter lucht bevattende ca. 0.1 mg SO<sub>2</sub>/m<sup>3</sup>. De zuigsnelheid moet ongeveer 2-3 liter per minuut bedragen. Eventueel bij grotere concentraties minder lucht doorzuigen of meer absorptieoplossing afpipetteren. Vervolgens na lucht doorzuigen SO<sub>2</sub> bepalen volgens het onderstaande voorschrift.

Reagentia:

absorptieoplossing:

27.2 gram kwik(II)chloride HgCl<sub>2</sub> p.a. en 11.7 gram natriumchloride NaCl p.a. oplossen in 1 liter ged.water.

amidozwavelzuuroplossing:

1.2 gram amidozwavelzuur oplossen in 100 ml ged.water.

formaldehydeoplossing:

5 ml van een 35 % formaldehyde-oplossing p.a. verdunnen tot 1 liter met ged.water (beperkt houdbaar).

pararosanilineoplossing:

40.0 mg pararosanilinehydrochloride oplossen in 6 ml gec. HCl p.a. en aanvullen tot 100 ml met ged.water.

hoofdstandaardoplossing: 640 ppm SO<sub>2</sub>.

0.9505 gram natriumdisulfiet, Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> p.a., oplossen tot 1.0 liter met ged.water.

tussenstandaardoplossing: 6.4 ppm SO<sub>2</sub>.

5.0 ml hoofdstandaardoplossing aanvullen tot 500.0 ml met absorptieoplossing.

standaardreeks: 0 - 2.24 ppm SO<sub>2</sub>.

0 ppm SO<sub>2</sub> - 0 ml tussenstandaardoplossing aanvullen tot 100.0 ml met absorptieoplossing.

0.32 ppm SO <sub>2</sub>	-	5.0 ml	idem
0.64 ppm SO <sub>2</sub>	-	10.0 ml	idem
0.96 ppm SO <sub>2</sub>	-	15.0 ml	idem
1.28 ppm SO <sub>2</sub>	-	20.0 ml	idem
1.60 ppm SO <sub>2</sub>	-	25.0 ml	idem
2.24 ppm SO <sub>2</sub>	-	35.0 ml	idem

Uitvoering van de analyse:

Pipetteer van de standaarden en monsters 10 ml in een pillen-  
flesje van ca. 30 ml. Voeg toe;

0.5 ml amidozwavelzuuropl. 1.2 %

1 ml pararosanilineopl.

1 ml formaldehydeoplossing.

N.B. Na elke toevoeging omzwenken!

Na 30 minuten de absorptie meten m.b.v. spektrofotometer Zeiss  
PMQ II bij 550 nm in 1 cm cuvet of m.b.v. Vitatron colorimeter  
voorzien van digilog (omvormer) en schrijver eveneens in een 1 cm  
cuvet bij filter 531.

Berekening:

aflezing van de ijkcurve geeft direkt mg SO<sub>2</sub> per liter absorbens.

dus: aflezing x  $\frac{V_a}{V_l}$  = mg SO<sub>2</sub> per m<sup>3</sup> doorgezogen lucht

eventueel kan worden gecorrigeerd voor druk en temperatuur  
zodat vergelijkbare cijfers verkregen kunnen worden, hiervoor  
zou de factor worden:

$$\text{aflezing} \times \frac{V_a}{V_l} \times \frac{760 (273+t)}{(B-P_o) 273} = \text{mg SO}_2 \text{ per m}^3 \text{ lucht } 0^\circ\text{C}$$

en 760 mm Hg

waarin: V<sub>a</sub> = volume absorbens in wasflesje (ml)  
V<sub>l</sub> = volume doorgezogen lucht (liter)  
B = barometerstand in mm Hg  
P<sub>o</sub> = onderdruk in mm Hg  
t = temperatuur in °C.