

Messverfahren zur Bestimmung von Nitrit in wassergemischten Kühlschmierstoffen

Die Methode eignet sich zur Bestimmung des Nitritgehaltes von wassergemischten und wasser-mischbaren Kühlschmierstoffen.

1 Geräte

- pH-Messgerät mit Einstabmeselektrode
- UV-VIS-Fotometer

2 Chemikalien und Lösungen

- Kaliumhexacyanoferrat(II)-Lösung (150 g $K_4[Fe(CN)_6]$ * 3 H₂O pro Liter in Wasser)
- Zinkacetat-Lösung (230 g $Zn(CH_3CO_2)_2$ * 2 H₂O pro Liter in Wasser)
- 1-Naphthylamin (α -Naphthylamin)
- 4-Aminobenzolsulfonsäure (Sulfanilsäure)
- Essigsäure, wasserfrei (Eisessig)
- Schwefelsäure 0,1 M (z. B. Titrisol)
- Diazotierungslösung (Grieß-Reagenz)
0,5 g α -Naphthylamin werden in 100 ml wasserfreier Essigsäure gelöst. 2 g Sulfanilsäure werden in 100 ml Wasser gelöst. Die beiden Lösungen werden vereinigt und mit Wasser auf 500 ml aufgefüllt. Die Lösung muss farblos sein.

3 Vorbereitung der Messung

Der pH-Wert der Kühlschmierstoffemulsion ist mit Schwefelsäure auf einen Wert im Bereich 6 bis 8 einzustellen. Die Einstellung des pH-Wertes kann in einem Arbeitsgang mit der Bestimmung des pH-Wertes erfolgen.

Ca. 10 g der pH-Wert-eingestellten Probe werden in einen 200-ml-Messkolben gegeben und mit ca. 10 ml Wasser verdünnt. Anschließend wird mit jeweils 2 ml Kaliumhexacyanoferrat-Lösung und Zinkacetat-Lösung versetzt, auf 200 ml aufgefüllt und kräftig geschüttelt. Nach einer Wartezeit von ca. 10 Minuten wird filtriert (Einmalfilterkartuschen). 10 ml des Filtrats werden in einen 25-ml-Messkolben gegeben und mit der Diazotierungslösung bis zur Messmarke aufgefüllt. Nach 30 Minuten kann die fotometrische Bestimmung erfolgen. Die Tabelle enthält die Verfahrenskenndaten für die analytische Bestimmung:

Tabelle: Verfahrenskenndaten für die analytische Bestimmung

Verfahrenskenndaten	
Messwellenlänge	546 nm
Bestimmungsgrenze	0,5 mg/kg (0,5 ppm)
Präzision	$v = 6,1 \%$ ($c = 25$ mg/kg)