

Dipl.-Chem. Jörg Lange, Hannover

**Bestimmung der Carbonyl-
verbindungen im Abgas
von schwerölbetriebenen
Dieselmotoren**

Reihe **15**: Umwelttechnik

Nr. **161**

Inhaltsverzeichnis

Formelzeichen, Abkürzungen, Indices	VIII
1 Einleitung	1
2 Problem- und Aufgabenstellung	2
3 Stand der Forschung	4
3.1 Physiologische Eigenschaften von Carbonylverbindungen	4
3.2 Umweltrelevante Eigenschaften von Carbonylverbindungen	5
3.2.1 Bildungsmechanismen des photochemischen Smogs	6
3.2.2 Ozonbildungspotentiale	8
3.3 Abgasgesetzgebung für organische Verbindungen	10
3.4 Entstehung der Carbonylverbindungen bei der motorischen Verbrennung .	11
3.5 Einfluß des Kraftstoffes auf die Emission von Kohlenwasserstoffen und Car-	
bonylverbindungen	13
4 Experimentelle Vorarbeiten	15
4.1 Verwendete Chemikalien	15
4.1.1 Reinheit der benutzten Lösungsmittel	15
4.1.2 Reinigung des 2,4-Dinitrophenylhydrazins und Herstellung einer	
DNPH-Stammlösung	17
4.2 Darstellung der benötigten Substanzen	17
4.2.1 Darstellung der Hydrazone	17
4.2.2 Reinheitsüberprüfung der Hydrazone	18
4.3 Ansetzen eines Hydrazon-Mixes	20
4.4 Belegung der Probenahmekartuschen mit DNPH	21
5 Voruntersuchungen zur Analyse der Hydrazone	22
5.1 Aufarbeitung der Kartuschen nach erfolgter Probenahme	22
5.1.1 Suche nach einem geeigneten Lösungsmittel	22
5.1.2 Aufarbeitung für die HPLC-Analyse	24
5.1.3 Aufarbeitung für die GC-Analyse	24
5.2 Stereoisomerie der DNPH-Derivate	25

6	Analyse mittels GC-FID	27
6.1	Geräte	27
6.2	Durchführung der Analyse	27
6.3	Probleme und Lösungsmöglichkeiten	28
7	Analyse mittels HPLC-UV	30
7.1	Geräte	30
7.2	Allgemeines zur Durchführung der Analyse	30
7.3	Detektion der Hydrazone	30
7.4	Auswahl einer geeigneten Trennsäule	31
7.4.1	Ergebnisse zu der Bakerbond-Säule	32
7.4.2	Ergebnisse zu der Nucleosil-Säule	34
7.4.3	Ergebnisse zu der Zorbax-Säule	35
7.4.4	Ergebnisse zu der Deltabond-Säule	36
7.4.5	Vergleich der Trennsäulen untereinander	38
7.5	Probleme und Lösungsmöglichkeiten	39
7.6	Überlegungen zum quantitativen Nachweis der Hydrazone`	39
7.6.1	Linearität des Detektors	40
7.6.2	Bestimmung der Konzentration der Hydrazone in einer Probe	40
7.6.3	Auswahl und Ansetzen eines Standards zur Ermittlung der Hydrazon-Konzentrationen	42
7.6.4	Bestimmung des Abschwächungsfaktors und Berechnung der Kon- zentration der Carbonylverbindungen	42
7.7	Nachweisgrenzen der HPLC	44
8	Probenahme	46
8.1	Entwicklung einer Probenahmeapparatur mit Verdünnungsstrecke	46
8.2	Direkte Entnahme ohne Verdünnung der Abgasproben	48
8.2.1	Ausarbeitung einer Entnahmeroutine	49
8.2.2	Probleme und Lösungsmöglichkeiten	51
8.3	Untersuchungen auf Querempfindlichkeiten	51
8.3.1	Störungen bei der HPLC-Auswertung und durch Konkurrenzreak- tionen	52

8.3.2	Störungen durch Zersetzung des DNPH	53
8.4	Anwendung der modifizierten Probenahme mit der DNPH-Waschflaschen-Methode	57
8.5	Einsatz eines Oxidantienfilters	59
8.5.1	Entnahme mit vorgeschaltetem Oxidantienfilter	59
8.5.2	Versuche zur Verbesserung der Kapazität des Oxidantienfilters	59
9	Versuchsprogramm	61
9.1	Beschreibung der Prüfstands	61
9.2	Eigenschaften der verwendeten Brennstoffe	63
9.2.1	Bestimmung der physikalisch-chemischen Kennwerte	63
9.2.2	Bestimmung der bereits in den Brennstoffen enthaltenen Carbonylverbindungen	65
9.3	Messung der emittierten Carbonylverbindungen	66
9.3.1	Variation der Brennstoffe	68
9.3.2	Variation der Ladelufttemperatur	73
9.3.3	Variation des Verdichtungsverhältnisses	75
9.3.4	Variation der Abgasrückführung	80
10	Kennwert für die Emission der Carbonylverbindungen	82
11	Zusammenfassung	84
	Literaturverzeichnis	88