

#### 4. Wasseruntersuchungen.

1. Normale Wasseruntersuchung
2. Bestimmung des Chlorgehaltes
- Bestimmung des  $P_2O_5$ -Gehaltes
4. Bestimmung des Schwefelgehaltes
5. Bestimmung des pH-Wertes
6. Bestimmung des Al- und Fe-Gehaltes
7. Bestimmung des Ölgehaltes.
8. Prüfung des destillierten Wassers auf Reinheit.

## Wasseruntersuchung.

Man unterscheidet bei der Wasseruntersuchung Summen- und Einzelbestimmungen. Bei den Summenbestimmungen handelt es sich um den Nachweis ganzer Stoffgruppen, z.B. der Ca-, Mg-, Sr- und Bariumverbindungen zur Bestimmung der Härte, die die Eigenschaften des Wassers in bestimmter Richtung angibt.

Es sind folgende Summenbestimmungen üblich:

### Die Schwebestoffe

werden durch Filtration und Trocknung bestimmt; das anschließende Glühen zerstört die organischen Substanzen.

### Der Abdampfrückstand

gibt ein Urteil über die überhaupt im Wasser gelösten Stoffmengen z.B. an Kochsalz usw., durch Glühen bestimmt man wiederum den Anteil organischer Stoffe.

### Der Kaliumpermanganatverbrauch

ist ein Maß für die reduzierenden Eigenschaften des Wassers.

### Die Alkalität bzw. Acidität

ist ein Maß für den sauren oder basischen Charakter des Wassers.

Die Alkalität wird durch Titration mit n/10 Salzsäure bestimmt. Durch aufeinanderfolgende Verwendung der Indikatoren Methylorange und Phenolphthalein wird gleichzeitig festgestellt, ob die Alkalität von Hydroxyden, Carbonaten oder Bikarbonaten herrührt.

Der Säuregehalt wird durch Titration mit n/10 Natronlauge unter Verwendung von Kongorot als Indikator bestimmt. Am bedeutungsvollsten für die Verwendung des Wassers ist seine Härte.

### Die Bestimmung der Härte des Wassers:

Unter Härte des Wassers versteht man den Gehalt an Verbindungen des Calciums, Magnesiums und, allerdings seltener vorkommend, des Strontiums und Bariums. Die Gesamthärte umfasst daneben noch sämtliche Verbindungen der Erdalkalien, die nicht an Kohlensäure gebunden sind. Unter 1° deutscher Härte versteht man den Gehalt von 10 mg CaO/l. Entsprechend 7,14 mg MgO = 10 mg CaO.

### Die Bestimmung der Karbonathärte:

Alkalisch reagierendes Wasser ist mit n/10 HCl unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator zu neutralisieren. 100 ccm werden hiervon unter Zusatz von Methylorange mit n/10 Salz-

säure titriert. 1 ccm n/10 HCl entspricht  $2,8^{\circ}$  d.H. Für je 1 mg gelöste Eisen- und Manganverbindungen sind  $0,1^{\circ}$  abzuziehen! Die Genauigkeit liegt bei  $0,3^{\circ}$  d.H.

Die Bestimmung der Gesamthärte:

Am gebräuchlichsten bei der Bestimmung der Gesamthärte ist die Seifenmethode, 40 ccm des zu untersuchenden Wassers werden in einer Schüttelflasche unter kräftigem Schütteln mit einer Seifenlösung nach Boutron-Boudet versetzt, bis ein bleibender Schaum entsteht. Die an der Bürette abgelesenen verbrauchten Anteile Seifenlösung geben die Gesamthärte in deutschen Härtegraden an. Ausser der Seifenmethode wird noch zur Härtebestimmung die Titration mit Kalium-Palmitat nach Blacher benutzt.

An Einzelbestimmungen werden vorzugsweise folgende ausgeführt:  
Chloridbestimmung durch Titration mit n/10 oder n/50 Silbernitratlösung unter Verwendung von Kaliumchromat als Indikator.

Sulfatbestimmung:

gewichtsanalytisch durch Ausfällen als  $\text{BaSO}_4$ .

Sulfitbestimmung:

durch Zugabe von überschüssiger n/10 Jodlösung und Rücktitration mit Natriumthiosulfat.

Nitratbestimmung:

kolorimetrisch nach Zusatz von Brucin und Schwefelsäure.

Nitritbestimmung:

Kolorimetrisch nach Zugabe von Sulfanilsäure, Naphtol und  $\text{NH}_3$ .

Phosphatbestimmung:

Kolorimetrisch.  $\text{PO}_4$  geben mit schwefelsaurer Molybdänlösung und Zinnfolie in Gegenwart von NaCl eine Blaufärbung.

Eisenbestimmung:

Fe... - kolorimetrisch mit Iso-Nitroso-aceto-phenon

Fe... - " als Eisenrhodanid.

Gesamt-gravimetrisch oder ebenfalls nach Oxydation kolorimetrisch.

Manganbestimmung:

kolorimetrisch durch Oxydation zum Permanganat.

Calciumbestimmung:

Ca wird als Oxalat gefällt, Niederschlag wieder gelöst und mit

$\text{KMnO}_4$  titriert.

Magnesiumbestimmung:

wird als Magnesiumammoniumphosphat gefällt, in einer bestimmten Menge n/10 HCl gelöst und mit Natronlauge zurücktitriert.

Ammoniakbestimmung:

kolorimetrisch mit Nessler's Reagenz.

Bleibestimmung:

Blei wird als Chromat gefällt, dann massanalytisch bestimmt mittels Salzsäure/Natriumthiosulfat.

Gelöste Kohlensäure

wird mit n/50 Sodalösung titriert (Methylorange); Färbung muss drei Minuten bleiben.

Gelöster Sauerstoff

wird von einer Menganchlorürlösung aufgenommen, KJ zugesetzt und das freigewordene Jod titriert.

Schwefelwasserstoff

wird als Cadmiumsulfid gefällt, Jod zugegeben und mit Thiosulfat zurücktitriert.

Wasserstoffperoxyd

kolorimetrisch mittels Titanlösung.

Ozon

macht aus einer Kaliumjodidlösung Jod frei, welches mit n/100 Thiosulfat titriert wird.

Die Natronzahl

ergibt sich aus der Summe von

$$\text{Ätznatron mg/Ltr.} + \frac{\text{Soda mg/Ltr.}}{4,5}$$

wobei 4,5 ein genormter Faktor ist).

Die Bestimmung der Dichte

erfolgt meist mit einer Bauméspindel (Aräometer) nach Ammer.

Bestimmung des pH-Wertes siehe "Allgemeines und Verschiedenes"

Ein Teil der wichtigen Reagenzien ist in einem Apparat nach Dr. Ammer zusammengestellt., der sich für Betriebsuntersuchungen sehr gut eignet.

## Wasser-Untersuchungsanweisungen.

### 1. Bestimmung der Härte nach B. u. B.

In das Schüttelglas mit den vier Marken füllt man 40 ccm Rohwasser, fügt aus dem bis zur obersten Marke  $\frac{0}{1000}$  gefüllten Härteprüfer etwa 6 Tropfen Seifenlösung nach B. u. B. hinzu, verschließt das Schüttelglas mit dem Finger und schüttelt nun kräftig einige Sekunden. Entsteht hierbei kein bleibender Schaum, dann wiederholt man den Zusatz der Seifenlösung und zwar so oft, bis nach dem Schütteln ein weisser, feinblasiger, etwa 3 Minuten haltbarer Schaum auf der Oberfläche der Flüssigkeit bleibt.

Darauf bringt man den Härteprüfer in genau senkrechte Lage, saugt einen etwa in der engen Auslaufspitze verbleibenden Tropfen der Seifenlösung vorsichtig zurück und liest, nachdem die Flüssigkeit völlig zusammengelaufen ist, die Härte des Wassers in deutschen Graden am Härteprüfer ab.

Enthält das Wasser mehr als  $10 - 12^{\circ}$  der H., so muss die Bestimmung wiederholt werden, indem man nur 20 ccm des Rohwassers und 20 ccm destilliertes Wasser mischt und dann die Härte wie oben bestimmt. Die hierbei gefundene Härte muss dann mit 2 multipliziert werden. Enthält das Wasser  $20 - 25^{\circ}$ , dann mischt man 10 ccm des Wassers mit 30 ccm destilliertem Wasser, bestimmt die Härte wie oben und multipliziert das Resultat mit 4; bei noch grösserer Härte wendet man entsprechend stärkere Verdünnung an. Die Prüfung des im Permutitverfahren enthärteten Wassers geschieht ebenfalls nach vorstehender Anweisung. Es genügt jedoch die Feststellung der Tropfenzahl, die zur Schaumbildung notwendig ist.

### 2. Bestimmung der Alkalinität.

Zur Bestimmung der Alkalinität bezw. der Bikarbonate füllt man 100 ccm Wasser in einen Erlenmeyerkolben, setzt 2 Tropfen Methylorange hinzu und fügt aus der Burette unter dauerndem Umschütteln tropfenweise  $n/10$  Salzsäure zu, bis die ursprüngliche intensive Gelbfärbung beginnt, in orange überzugehen. Die Anzahl der verbrauchten ccm  $n/10$  Salzsäure mit 2,8 multipliziert ergibt den Gehalt an Bikarbonaten, d.h. die Alkalinität in deutschen Graden.

### 3. Prüfung auf Alkalität.

10 ccm Wasser werden im Probierglas mit 3 Tropfen Phenolphthaleinlösung 1:100 versetzt. Eine mehr oder weniger starke Rotfärbung zeigt freie Alkalität (Soda- oder Ätzalkalität an).

### 4. Prüfung auf freie Mineralsäure.

Zur Prüfung auf freie Mineralsäure werden 100 ccm Wasser in einen Erlenmeyerkolben gefüllt und 2 Tropfen Methylorange zugefügt. Färbt sich hierbei die Probe rot, so enthält das Wasser freie Mineralsäure.

### 5. Bestimmung der freien Kohlensäure.

Zur Bestimmung der freien Kohlensäure werden 100 ccm Wasser in den Kolben für Kohlensäurebestimmung gefüllt, wobei darauf zu achten ist, dass das Wasser möglichst auf dem Boden des Kolbens ausfließt, weil sonst Verluste an Kohlensäure eintreten. Man fügt dann 0,1 ccm oder 1 Tropfen der alkoholischen Phenolphthaleinlösung hinzu. Durch mehrmaliges langsames Umdrehen des mit dem Gummistopfen verschlossenen Kolbens wird die Flüssigkeit mit dem zugesetzten Phenolphthalein gemischt. Hierauf wird n/10 Kalilauge tropfenweise bis zur beginnenden und mindestens 2-3 Minuten bestehen bleibenden, ganz schwachen Rosafärbung zugesetzt, wobei man nach jedemmaligem Zusatz der Lauge die mit dem Gummistopfen verschlossene Flasche mehrmals umdreht zur vollständigen Mischung.

Sobald die Rosafärbung bestehen bleibt, liest man den Verbrauch an Lauge ab und multipliziert die verbrauchte Lauge-  
menge, in ccm ausgedrückt, mit 44, wodurch man die freie Kohlensäure in mg/l erhält.

### 6. Bestimmung des ph-Wertes mit dem Merck'schen Universal-Indikator.

8 ccm des zu untersuchenden Wassers werden in die kleine weiße Porzellanschale gefüllt und 2 Tropfen Indikatorlösung zugegeben. Der ph-Wert des Wassers ergibt sich dann beim Vergleich der entstehenden Färbung mit der gelieferten Farbenvergleichstafel. Für genaue Bestimmungen, die nur in Spezialfällen notwendig sind, kommen besondere Einrichtungen in Betracht, für die besondere Gebrauchsanweisung vorliegt.

### 7. Kolorimetrische Eisenbestimmung.

Zur Herstellung der gebräuchlichen Vergleichslösung löst man 0,0863 g Eisenammoniakalaun  $(\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4 \cdot 24 \text{H}_2\text{O})$  in Wasser, fügt einige ccm eisenfreie Schwefelsäure hinzu und füllt mit Wasser auf 1 Ltr. auf. Demnach entspricht ein ccm der Lösung 0,011 mg Fe.

#### Ausführung der kolorimetrischen Bestimmung:

Das Untersuchungswasser versetzt man zur Oxydation des Eisens mit einigen Tropfen Salpetersäure, kocht auf und läßt erkalten. 1.) In einen graduierten Zylinder mit Glasstöpsel gibt man zuerst 5 ccm 10%ige KCNS-Lösung, dann 5 ccm Äther, 1 Tropfen  $\text{HNO}_3$  und schüttelt um. Hiernach fügt man 10 ccm des Untersuchungswassers hinzu und schüttelt nochmals. Sofort tritt eine mehr oder minder starke Rosafärbung der Ätherschicht ein.

2.) In einen zweiten graduierten Zylinder mit Glasstöpsel gibt man 10 ccm destilliertes Wasser, 1 Tropfen  $\text{HNO}_3$ , 5 ccm KCNS-Lösung, schüttelt um und fügt hierauf aus einer Burette von der Vergleichslösung nach und nach 0,5, 1,0, 1,5 usw. hinzu, bis der Äther im auffallenden Licht die gleiche Rosafärbung von Zylinder 1 anzeigt.

#### Berechnung:

Beispielsweise seien von der Vergleichslösung 1,2 ccm verbraucht worden, d.h. zur Erreichung gleicher Farbtöne benötigten 10 ccm Untersuchungswasser 1,2 ccm der Vergleichslösung.

1 ccm Vergleichslösung entsprechen	0,011 mg Fe
1,2 " " "	0,0132 mg Fe <u>oder</u>
10 ccm Untersuchungswasser enthalten	0,0132 mg Fe
1000 " " "	1,32 mg Fe

### 8. Prüfung auf Mangan.

100 ccm des Wassers versetzt man in einem Erlenmeyerkelben mit 1 ccm konzentrierter Salpetersäure und soviel Silbernitratlösung, bis die eintretende Trübung nicht mehr stärker wird. Man kocht bis zum Zusammenballen des ausgeschiedenen Chlorsilbers, fügt hierauf mit einem kleinen Hornlöffel ca. 0,5-1 g Kaliumpersulfat zu und kocht weiter, bis die Flüssigkeit klar geworden ist. Ein etwaiger Mangan Gehalt der Wasserprobe gibt sich durch violette Färbung zu erkennen.

### 9. Bestimmung der Dichte des Kesselwassers.

Zur Bestimmung der Dichte des Kesselwassers verwendet man einen Bauméspindel und einen Glaszylinder, füllt in den Glaszylinder bis etwa 2 cm vom Rand des Zylinders erkaltetes Kesselwasser von  $15^{\circ}\text{C}$  und hängt die Spindel so hinein, dass sie die Wandung des Gefäßes nicht berührt. Man liest die Dichte des Kesselwassers in Höhe des Wasserspiegels an der Skala der Spindel ab.

### 10. Bestimmung der Natronzahl.

100 ccm Kesselwasser werden in einem Erlenmeyerkolben mit 2 Tropfen Phenolphthalein:100 versetzt, wodurch eine intensive ins bräunliche gehende Rotfärbung eintritt. Hierauf gibt man aus der Bürette soviel  $n/10$  Salzsäure tropfenweise hinzu, bis die Rötung eben verschwindet. Die Anzahl der verbrauchten ccm Salzsäure stellen den Phenolphthaleinwert  $p$  dar. Zur gleichen Wasserprobe werden nun 1-2 Tropfen Methylorange (1:1000) zugegeben, wodurch die Flüssigkeit eine gelbe Farbe annimmt. Nun wird erneut solange tropfenweise  $n/10$  Salzsäure hinzugesetzt, bis die Gelbfärbung in Orange umschlägt. Die erneut verbrauchten ccm  $n/10$  Salzsäure vermehrt um die mit Phenolphthalein verbrauchten, also die insgesamt verbrauchten ccm stellen den Methylorangewert dar

Man kann bei stark eingedickten Kesselwässern anstelle von 100 ccm auch nur 10 ccm verwenden, muss dann aber die verbrauchten Salzsäuremengen jeweils mit 10 multiplizieren, um die  $p$ - und  $m$ -Werte zu erhalten.

Will man aus den  $p$ - und  $m$ -Werten den Ätznatron- und Sodagehalt ermitteln, so verwendet man folgende Formeln:

1.)  $2 p$  grösser als  $m$

$$\text{Ätznatron mg/l} = (2 p - m) \cdot 40$$

$$\text{Soda " "} = (m - p) \cdot 106$$

2.)  $2 p$  gleich  $m$

$$\text{Ätznatron mg/l} = 0$$

$$\text{Soda " "} = p \cdot 106$$

3.)  $2 p$  kleiner als  $m$

$$\text{Ätznatron mg/l} = 0$$

$$\text{Soda} = 106 p$$

$$\text{Natriumbikarbonat mg/l} = (m - 2 p) \cdot 84$$

Die Natronzahl ergibt sich aus der Summe von:

$$\text{Ätznatron mg/l} + \frac{\text{Soda}}{4,5} \text{ mg/l}$$

Beispiel: Es wurden gefunden:

$$p = 10,5 \quad m = 11,8$$

dann ist der Ätznatrongehalt  $(2 \cdot 10,5 - 11,8) \cdot 40 = 368 \text{ mg/l}$   
 der Sodagehalt  $(11,8 - 10,5) \cdot 105 = 137,8 \text{ "}$

$$\text{die Natronzahl} \quad 368 + \frac{137,8}{4,5} \quad 398,6 \text{ "}$$

### 11. Bestimmung des gelösten Sauerstoffes.

Probeentnahme: Die Probeentnahmen und die Einleitung der Untersuchung haben mit der grössten Vorsicht zu geschehen, da z.B. schon jede in Glase zurückgebliebene Luftblase die quantitative Bestimmung beeinträchtigt. Um aus Leitungen Wasser für die Sauerstoffbestimmung zu entnehmen, muss daher die nachstehend gegebene Vorschrift genau beachtet werden. Zur Entnahme sind vollkommen reine, mit dem zu untersuchenden Wasser wiederholt (mindestens dreimal) vorgespülte Glasflaschen von Winkler zu verwenden. Man lässt zunächst mindestens 10 Minuten lang das Wasser ablaufen. Hierauf füllt man die Flasche durch Einführung des Schlauches bis auf den Boden derselben und lässt nunmehr noch solange weiterlaufen, bis der Inhalt der Flasche durch Überlaufen sich mindestens dreimal erneuert hat. Sodann ist bei dauerndem Zulauf des Wassers der Schlauch vorsichtig aus der Flasche zu nehmen derart, dass der austretende Wasserstrahl keine Luftblasen in die Probe mitreisst.

### Ausführung der Sauerstoffbestimmung:

In die nach Vorschrift eingefüllten Wasserproben werden gleich nach der Entnahme mithilfe einer der Sauerstoffpipetten zunächst 3 ccm jodkalium-haltige Natronlauge gebracht, Man lässt die Lauge aus der Pipette möglichst tief, also in der Nähe des Bodens vom Glasgefäss auslaufen. In derselben Weise lässt man darauf sofort 3 ccm Manganchlorürlösung zufließen, ungeachtet des Überlaufens von Wasser aus dem Gefäss. Jetzt verschliesst man behutsam mit dem Glasstopfen die Flasche unter Vermeidung des Eintritts von Luftblasen, da sonst die Bestimmung falsche Werte ergibt. Durch das Aufsetzen des Stopfens tritt abermals

seitlich aus dem Halse der Flasche Flüssigkeit aus. Nun sichert man den Stopfen durch Aufsetzen des Metallbügels und mischt durch häufiges Umschwenken. Man lässt den Niederschlag vor Licht geschützt absitzen und fügt darauf 10 ccm konzentrierte Salzsäure hinzu, indem man die Pipette in die Flasche einführt und in etwa halber Flaschenhöhe ausfließen lässt. Hierauf setzt man vorsichtig den Glasstopfen auf, sodass wieder seitlich Wasser austreten kann, sichert ihn mit dem Bügel und mischt wiederum durch häufiges Umschwenken. Der Niederschlag löst sich meist leicht, evtl. muss sonst noch etwas Salzsäure hinzugefügt werden. Je nach der Menge ausgeschiedenen freien Jods färbt sich die Flüssigkeit gelb bis goldbraun. Nach erfolgter Auflösung des Niederschlages bringt man den Inhalt des Gefäßes in einen Erlenmeyerkolben und fügt aus einer Bürette  $n/100$  Natriumthiosulfatlösung über einer weissen Unterlage zu, nachdem man 3 ccm Stärkelösung der Probe als Indikator zugefügt hat, Die bis zur Entfärbung der Probe verbrauchten ccm Natriumthiosulfatlösung werden notiert.

Der Sauerstoffgehalt ergibt sich aus der Formel:

$$\text{mg/l Sauerstoff} = \frac{n \cdot 80}{v}$$

Hierbei ist  $n$  = verbrauchte ccm  $n/100$  Thiosulfat,  $v$  = Inhalt der Untersuchungsflasche minus 6 ccm.

### Beispiel:

Inhalt der Untersuchungsflasche: 124,1 ccm

Verbrauch an  $n/100$  Natriumthiosulfat: 2,2 ccm

Dann ist:

$$v = 124,1 - 6 = 118,1 \text{ ccm}$$

$$\text{und Sauerstoffgehalt des Wassers} = \frac{2,2 \cdot 80}{118,1} = 1,5 \text{ mg/l}$$

### 12. Prüfung von Kalkwasser auf Sättigung.

10 ccm Wasser werden in ein Probierringlas mit drei Tropfen Phenolphthaleinlösung 1:100 versetzt. Es wird dann tropfenweise aus der Bürette  $n/10$  Salzsäure unter dauerndem Umschütteln bis zur Entfärbung zugesetzt. Die verbrauchten ccm  $n/10$  Salzsäure mit 280 multipliziert ergeben den Gehalt des Kalkwassers an Kalziumoxyd in mg/l. Gesättigtes Kalkwasser verbraucht im Mittel 4,5  $n/10$  Salzsäure bis zur Entfärbung.

### Bestimmung des Chloridgehaltes

Wie bereits bei den Wasseruntersuchungsvorschriften erwähnt, werden zur Chloridbestimmung 100 ccm Wasser mit einigen Tropfen Kaliumchromatlösung (10 %ig) als Indikator versetzt. Alsdann fügt man unter Umschwenken des Kolbens aus der Meßröhre tropfenweise Silbernitratlösung n/10 bis zum eintreten Farbumschlag in rotbraun hinzu. Die an der Meßburette abgelesenen ccm werden nach der unten angegebenen Formel auf Chlorgehalt mg/Ltr. umgerechnet.

Bei Kesselwasser mit einem hohen Chloridgehalt wendet man entsprechend weniger Wasser, meist 10 ccm, an.

Saures Wasser neutralisiert man mit verdünnter Schwefelsäure ebenfalls unter Verwendung von Phenolphthalein.

#### Beispiel:

angewandt: 100 ccm Wasser  
 Verbrauch: 3,7 ccm n/10 Silbernitratlösung  
 Chloridgehalt:  $\frac{35,46 \times 3,7 \times 1000}{10 \times 100} = 131 \text{ mg Cl/Liter}$

### Kolorimetrische Phosphatbestimmung (Splittgerber-Mohr).

Bei dieser Prüfung benutzt man das Kolorimeter nach Dr. Ammer, das Vergleichsfarblösungen entsprechend 1, 2, 3, 4, und 5 mg  $P_2O_5$ /Ltr. und vier Probierröhrchen enthält, die zum Farbvergleich verwendet werden

Ausführung: Man füllt ein Probierröhrchen mit der klaren, neutralen Wasserprobe bis zur 10 cm Marke auf und versetzt mit 4 Tropfen einer Sulfomolybdänlösung. Hierauf wird ein Zinnfolienstreifen, zugegeben, kräftig geschüttelt und 10 Minuten lang stehen lassen. Nach dieser Zeit wird der Zinnfolienstreifen wieder herausgenommen und die entstandene Blaufärbung mit den Vergleichsfarblösungen verglichen. Bei Anwesenheit von mehr Phosphat als der kräftigsten Farblösung entspricht, kann man einerseits einen Teil der Untersuchungslüssigkeit mit destilliertem Wasser verdünnen und zum Farbvergleich benutzen bei Angabe des  $P_2O_5$ -Gehaltes ist dieser Verdünnungsfaktor zu berücksichtigen oder man muss eine massanalytische Bestimmung durchführen.

### Massanalytische Phosphatbestimmung.

- 1.) Nach Ammer-Schmitz: ---
2. Man dampfteine grössere Menge des zu untersuchenden Wassers auf ein kleines Restvolumen ein, versetzt mit 2 ccm Salpetersäure und 30 ccm Ammoniumnitratlösung (34%ig). Hierauf erhitzt man die Lösung auf  $75^\circ$  und versetzt mit 30 ccm  $35^\circ$  warmer Ammoniummolybdatlösung. Die Fällung wird gut geschüttelt und nach 12 Stunden der Phosphorammoniummolybdatniederschlag abfiltriert und 2-3 mal mit einer 0,1%igen Kaliumnitratlösung gewaschen. Der Niederschlag wird hierauf in 20 ccm Ammoniak gelöst und nach dem Ansäuern mit Salpetersäure auf gleiche Art abermals gefällt. Der neutralgewaschene Niederschlag wird nun in  $n/10$ -Natronlauge gelöst und mit  $n/10$  Schwefelsäure die unverbrauchte Natronlauge zurücktitriert.

### Bestimmung des Schwefelgehaltes in Abwässer.

Der Schwefel in Abwässer rührt meist von gelöstem Schwefelwasserstoff oder gebundenem Schwefel her. Dementsprechend unterscheidet man zwischen einer Bestimmung des als Schwefelwasserstoff vorliegenden Schwefels und einer Bestimmung des Gesamtschwefels.

Die Bestimmung des Schwefelwasserstoffes erfolgt nicht jodometrisch, da sich durch die Anwesenheit leicht oxydierbarer Stoffe leicht falsche Werte ergeben, sondern durch Austreiben des Schwefelwasserstoffs und Bindung an Cadmiumacetat. Zu diesem Zweck kocht man eine genau abgemessene Menge des zu untersuchenden salzsauren Wassers unter gleichzeitigem Durchleiten eines indifferenten Gases. Die Abgase leitet man durch ein nachgeschaltetes Zehnkugelrohr, welches mit essigsaurer Cadmiumacetatlösung gefüllt ist und ermittelt nach beendigtem Austreiben in bekannter Weise den Schwefelgehalt. Die Bestimmung kann in einem Reduktionswertkolben erfolgen. Bei der Probenahme schwefelwasserstoffhaltiger Abwässer muss grösste Vorsicht walten. Sie wird zweckmässigerweise unter sofortiger Kühlung durchgeführt, da sonst leicht Verluste eintreten können.

### Bestimmung des Gesamtschwefels:

Eine genau gemessene Menge des zu untersuchenden Wassers, die sich nach dessen Schwefelgehalt richtet, wird mit Perhydrol versetzt, Natronlauge zugegeben und einige Zeit gekocht. Ist der gesamte Schwefel in  $\text{SO}_4$ -Ionen überführt, so wird mit Salzsäure angesäuert und der Schwefel mit Bariumchlorid als Bariumsulfat gefällt.

Die Auswaage  $\text{BaSO}_4$  wird mit 0,1373 multipliziert und in bekannter Weise umgerechnet.

Die Angabe des Schwefelwasserstoff- sowie Gesamtschwefelgehaltes erfolgt in

mg S / Ltr.

=====

Bestimmung des pH-Wertes.

Die Bestimmung der Wasserstoffionenkonzentration erfolgt für grobe Messungen mit dem Folienkolorimeter nach Wulff-Kordatzki und für ganz genaue Messungen mit dem Potentiometer.

Bestimmung des Eisen- und Aluminiumgehaltes.

Zur Bestimmung des Aluminium- und Eisengehaltes werden 1000 ccm des zu untersuchenden Wassers nach Zugabe einiger Tropfen Salpetersäure mit Ammoniak gefällt. Der entstandene Aluminium- und Eisenhydroxydniederschlag wird abfiltriert, gut gewaschen und wieder mittels Salzsäure in Lösung gebracht. Hierauf wird die salzsaure Lösung mit soviel starker Alkallilauge versetzt, dass nach einigem Kochen nur noch Eisenhydroxyd als Niederschlag übrigbleibt, während Aluminium als Aluminat in Lösung gegangen ist. Die Aluminatlösung wird nun nach Abfiltrieren des Eisenrückstandes mit Salpetersäure angesäuert und das Aluminium mit Ammoniak gefällt. Der Eisenrückstand wird mit Salzsäure gelöst und das Eisen mit Ammoniak ausgefällt. Die Niederschläge werden filtriert, gut ausgewaschen, geglüht und gewogen. Bei der Wärmung ist zu beachten, dass der Aluminiumoxydniederschlag hygroskopisch ist, also entspr. Vorkehrungen getroffen werden.

Die Angabe erfolgt in mg/Ltr.

### Bestimmung des Ölgehaltes in Abwasser.

Zur Bestimmung des Ölgehaltes werden bei positivem Verlauf der qualitativen Prüfung hauptsächlich die unten beschriebenen 2 Methoden angewandt.

#### Qualitative Prüfung auf Anwesenheit von Öl:

Man wirft ein Stückchen Kampfer auf das zu untersuchende Wasser. Bei Anwesenheit selbst der geringsten Spuren von Öl bleibt das Stückchen Kampfer auf dem Wasser liegen. Ist das Wasser dagegen ölfrei, so gerät das Stückchen Kampfer in lebhaft kreisende Bewegungen.

#### 1.) Bestimmung des Ölgehaltes durch Extraktion mit Äther:

1000 ccm des zu untersuchenden Wassers werden mit ölfreiem Äther entweder einfach im Scheidetrichter 3 - 4 mal ausgeäthert oder in Spezialextraktionsapparaten mit Äther extrahiert. Der ölhaltige Äther wird nach der Extraktion mit  $\text{CaCl}_2$  getrocknet, aus einem gewogenen Kölbchen der Äther abdestilliert und nach mehrstündigem Trocknen im Trockenschrank (bei  $50^\circ$ ) gewogen.

#### 2.) Bestimmung des Ölgehaltes durch $\text{FeCl}_3$ -Fällung:

Selbst geringe Spuren Öl werden noch durch folgende Methode erfasst:

Man versetzt 5 Liter des zu untersuchenden Wassers mit etwa 5 ccm einer rund 5%igen Ferrichloridlösung, fällt das Eisen mittels Ammoniak aus, wobei die Ölpartikelchen eingeschlossen werden, filtriert und wäscht einige Male. Nach dem Trocknen des Rückstandes bei  $50 - 70^\circ$  im Trockenschrank extrahiert man den Eisenhydroxydniederschlag mit Äther und bestimmt in der eben beschriebenen Weise den Ölgehalt des Ätherextraktes durch Verdampfen des Äthers.

Die Angabe des Ölgehaltes erfolgt in mg/Ltr.

Prüfung des destillierten Wassers auf Reinheit.

Prüfung des Eindampfrückstandes:

3 Liter des destillierten Wassers werden in einem Erlenmeyerkolben bis auf ein kleines Restvolumen (50 ccm) und in einer Platinschale der Rest des Wassers bis zur Trockene eingedampft. Nach erfolgter Trocknung im Trockenschrank wird gewogen und hiernach durch kurzes Glühen der Glühverlust ermittelt.

Rückstand: mg/Ltr.

Glühverlust mg/Ltr. (organ. Substanz)

Auf Sulfat-, Chlorid- und Nitratgehalt usw. wird zunächst qualitativ geprüft und nur bei positivem Befund quantitativ bestimmt. (siehe diese).