

WYDZIAŁY POLITECHNICZNE KRAKÓW

BIBLIOTEKA GŁÓWNA

1

L. inw.

723

germann

Taschenbuch
für die
chemische Untersuchung
von Wasser und Abwasser

72. 28227



Jena,
Verlag von Gustav Fischer

555
93

Beiträge zur Typhusforschung. Mit 2 Plänen, 4 Kurven, 5 Abbildungen und einer Tabelle im Text. (Aus dem Klin. Jahrbuch). 1905. Preis: 3 Mark.

Die Sammelmolkereien als Typhusverbreiter. Von Medizinalrat Dr. Rob. Behla. Mit 5 Textabbildungen. 1902. Preis: 1 Mark 60 Pf.

Über die Quellen der Ansteckung mit Typhus, nach Berliner Beobachtungen. Von Dr. W. Dönitz. 1903. Preis: 80 Pf.

Zur Epidemiologie des Paratyphus. Von Dr. Bernhard Fischer. Mit einem Plan. 1903. Preis: 1 Mark.

Typhusepidemien und Trinkwasser. Von Prof. Dr. R. Pfeiffer. Mit einem Plan, einer Kurve und 2 Abbildungen im Text. Preis: 2 Mark.

Die Typhusepidemien im Regierungsbezirk Arnsherg und ihre Beziehung zu Stromverseuchungen und Wasserversorgungsanlagen. Von Dr. Springfeld, Regierungs- und Medizinalrat in Arnsherg. Mit 4 Textabbildungen, 12 lithogr. Kurven und 2 Karten. Preis: 7 Mark 50 Pf.

Die gesetzlichen Grundlagen der Seuchenbekämpfung im Deutschen Reiche unter besonderer Berücksichtigung Preußens. Von Prof. Dr. Martin Kirchner, Geh. Ober-Med.-Rat und vortragender Rat im Ministerium der geistlichen, Unterrichts- und Medizinalangelegenheiten. Preis: 5 Mark, geb. 6 Mark.

Die Cholera des Jahres 1905 in Preußen. (Aus den Akten d. Königl. preuß. Kultusministeriums.) Mit 4 Tafeln, 1 Skizze, 8 Karten, 8 Diagrammen und 15 Abbildungen im Text. 1906. Preis: 17 Mark.

Praktikum der Bakteriologie. Von Dr. Karl Kießkalnischen Institut der Universität zu Köln. Privatdozent der schaftlicher Hilfsarbeitenkrankheiten in Berlin. im Text. 1907. Preis

Biblioteka Politechniki Krakowskiej



100000296217

Taschenbuch
für die
chemische Untersuchung
VON
Wasser und Abwasser.

Von

Dr. Karl Dost und **Dr. Robert Hilgermann**

Chemiker an der
Kgl. Versuchs- u. Prüfungs-
anstalt für Wasserversorgung
und Abwasserbeseitigung

Kreisarzt und Vorsteher
des Medizinal-Untersuchungsamtes der
Kgl. Regierung zu Coblenz.

Mit 17 Abbildungen im Text.

F. No. 28227



Verlag von Gustav Fischer in Jena,
1908.

X
1761
13

Alle Rechte vorbehalten.

I 723



Akc. Nr. 4532/50

Vorwort.

Trotz des Vorhandenseins einer großen Zahl ausgezeichnete Bücher, welche die chemische Untersuchung des Wassers und Abwassers behandeln, treten wir mit diesem neuen Büchlein hervor. Unsere Tätigkeit an der Königlichen Versuchs- und Prüfungsanstalt für Wasserversorgung und Abwasserbeseitigung hat uns gezeigt, daß eine übersichtliche Darstellung der Bestimmungen physikalischer Beschaffenheit und chemischer Zusammensetzung der Wässer in Form eines kurzen Kochbuchs für die Praxis von großem Nutzen ist, da dadurch die Untersuchung und Beurteilung der Wässer erleichtert und somit ihre Beschaffung resp. zweckmäßige Beseitigung ermöglicht wird (vgl. Schmidtman und Günther, „Über die Zwecke und Ziele der Königlichen Versuchs- und Prüfungsanstalt für Wasserversorgung und Abwasserbeseitigung“¹⁾).

Von diesem Gesichtspunkte aus haben wir von den zahlreichen Methoden, die für die Bestimmung wohl aller beim Wasser in Frage kommenden Komponenten vorhanden sind, fast stets nur eine einzige ausgewählt. Bei dieser Auswahl war neben größtmöglicher Genauigkeit die leichte Ausführbarkeit der Methode maßgebend. Denn das Büchlein soll nicht nur ein Nachschlagewerk für die engeren Fachgenossen sein, sondern auch vor allem ein praktischer Ratgeber für diejenigen, die

1) Mitteilungen aus der Königlichen Prüfungsanstalt für Wasserversorgung und Abwasserbeseitigung, Heft 1.

sich nur zeitweise mit der chemischen Untersuchung von Wasserproben zu beschäftigen haben. Aus diesem Grunde sind nicht nur die einzelnen Methoden bis in die kleinsten Einzelheiten eingehend beschrieben und die Art der Berechnung des Resultats stets durch Beispiele veranschaulicht worden, sondern in der Einleitung wird auch der mit chemischen Laboratoriumsarbeiten weniger Vertraute mit den für die chemische Analyse wichtigsten Vorrichtungen bekannt gemacht.

Die historische Entwicklung zeigt, daß die Methoden für die Untersuchung des Wassers beim Auftreten der Abwasserfrage zunächst kritiklos auch bei der Untersuchung des Abwassers angewendet wurden. Wenn im Laufe der Zeit nun auch erkannt worden ist, daß die Bestimmung vieler Stoffe im Wasser von größter Bedeutung sein kann, während die Bestimmung derselben Stoffe im Abwasser für die Praxis keinen Wert besitzt, so decken sich doch auch heut noch bei den im Wasser sowohl als auch im Abwasser auszuführenden Bestimmungen in den meisten Fällen die angewendeten Methoden. Aus diesem Grunde und wegen der damit zusammenhängenden Übersichtlichkeit haben wir die Methoden gemeinsam für Wasser und Abwasser angeführt. Ist eine abweichende Behandlung des Abwassers notwendig, so wird in einer Anmerkung darauf hingewiesen.

Herrn Geh. Ober-Medizinalrat Prof. Dr. Schmidtman und Herrn Geh. Medizinalrat Prof. Dr. Günther erlauben wir uns an dieser Stelle unsern tiefgefühlten Dank auszusprechen für die gütige Erlaubnis zur Benutzung des in der Prüfungsanstalt gesammelten Materials. Herrn Prof. Dr. Thumm sagen wir ergebenen Dank für die liebenswürdige Unterstützung bei der Herausgabe dieses Buches.

Den Herren Fachgenossen sei das Buch mit der Bitte empfohlen, uns auf verbesserungsbedürftige Punkte und erforderliche Ergänzungen gütigst aufmerksam machen zu wollen.

Berlin }
Coblenz } im August 1908.

Die Verfasser.

Inhaltsverzeichnis.

	Seite
I. Atomgewichtstabelle	1—2
II. Einleitung	3—15
Beschreibung der wichtigsten Verrichtungen beim Arbeiten im chemischen Laboratorium.	
Das Abmessen von Flüssigkeiten	5
Das Wägen	5
Das Abdampfen	6
Das Trocknen	7
Das Glühen	7
Das Lösen	7
Das Fälln	7
Das Dekantieren und Filtrieren	8
Das Auswaschen	9
Das Absaugen	10
Das Destillieren	10
Die kolorimetrische Bestimmung	12
Titrierflüssigkeiten	13
a) Normallösungen	13
b) Empirische Lösungen	14
Indikatoren	15
Die gasvolumetrische Bestimmung	15

VIII

	Seite
III. Die Probeentnahme	16—17
IV. Der Umfang der Untersuchung	18—30
Beispiele dazu	19
V. Die Aufbewahrung der Proben	31
VI. Untersuchungen am Ort der Entnahme	31—44
1. Physikalische Untersuchungen	32
Temperatur	32
Klarheit	32
Durchsichtigkeit	32
Ungelöste Bestandteile	33
Farbe	33
Geruch	34
Geschmack	34
2. Chemische Untersuchungen	34
Wie die im Wasser gefundenen Sub-	
stanzen angegeben werden	34
Reaktion	35
Salpetersäure (N_2O_5) qualitativ	35
Salpetrige Säure (N_2O_3) qualitativ	36
Ammoniak (NH_3) qualitativ	37
Gelöste Gase	37—43
a) freie Kohlensäure (CO_2) qualitativ	38
freie Kohlensäure quantitativ	38—40
b) Gelöster Sauerstoff	40
Sauerstoffzehrung	42
c) Schwefelwasserstoff (H_2S) qualitativ	43
d) Schweflige Säure (SO_2) qualitativ	43
Ferroverbindungen	43
Ferrverbindungen	44
VII. Quantitative Bestimmungen, die möglichst bald	
nach der Entnahme erfolgen müssen	44—64
Kaliumpermanganatverbrauch (Sauerstoff-	
verbrauch)	44
Die organische Substanz	49
a) Organischer Kohlenstoff	50
b) Organischer Stickstoff	51
Ammoniakstickstoff	51
Ammoniak und organischer Stickstoff	54
Gesamtstickstoff	56

	Seite
Stickstoff in Form von Nitraten und Nitriten	57
Stickstoff in Form von Nitriten	58
Schwefelwasserstoff quantitativ	59
Schweflige Säure quantitativ	60
Ungelöste Bestandteile	61
a) Gesamtmenge	61
b) Glühverlust	61
c) Glührückstand	62
Das Volumen der ungelösten Bestandteile	62

VIII. Quantitative Bestimmungen, bei denen eine Veränderung in der Zusammensetzung nicht oder nur in sehr geringem Maße zu befürchten ist	64—91
Abdampfrückstand	64
a) Gesamtabdampfrückstand	64
b) Glühverlust	64
c) Glührückstand	64
Kieselsäure (SiO_2)	65
Eisen, Kalk und Magnesia	65
Eisen (Fe_2O_3)	66
Kalk (CaO)	67
Magnesia (MgO)	68
Die Gesamthärte	69
a) aus den Zahlen für Kalk und Magnesia zu berechnen	70
b) durch Titration mit Seifenlösung	70
Die Temporäre Härte	71
Die Permanente Härte	72
Die Alkalität oder das Säurebindungsvermögen	73
Die Azidität	73
Die Gebundene Kohlensäure	73
Die freie und halbgebundene Kohlensäure (Beendigung der am Entnahmeort eingeleiteten Untersuchung)	74
Der gelöste Sauerstoff (Beendigung der am Entnahmeort eingeleiteten Untersuchung)	76
Sauerstoffdefizit	79

	Seite
Sauerstoffzehrung, Beendigung der am Entnahmeort eingeleiteten Untersuchung .	80
Chlor (Cl)	81
Schwefelsäure (SO_3)	82
Phosphorsäure (P_2O_5)	83
Blei (Pb)	84
a) qualitativ	84
b) quantitativ	85
Mangan (Mn)	87
a) qualitativ	87
b) quantitativ	87
Kalium (K_2O)	89
Natrium (Na_2O)	89
IX. Fäulnisfähigkeit	92
X. Erforderliche Reagenzien, alphabetisch geordnet	93

Tabelle der wichtigsten Atomgewichte
verbunden mit einer
Tabelle zur Berechnung der Analysen.
o = 16,00.

Element bzw. Verbindung	Formel	Atom- gewicht	Ge- sucht	Faktor
Aluminium	Al	27,1	—	—
Aluminiumoxyd	Al ₂ O ₃	—	Al	0,53033
Arsen	As	75,0	—	—
Baryum	Ba	137,4	—	—
Baryumsulfat	BaSO ₄	—	SO ₃	0,34293
Blei	Pb	206,9	—	—
Bor	B	11	—	—
Brom	Br	79,96	—	—
Calcium	Ca	40	—	—
Calciumoxyd	CaO	—	Ca	0,71429
Chlor	Cl	35,45	—	—
Chlorsilber	AgCl	—	Cl	0,24725
Chrom	Cr	52,1	—	—
Eisen	Fe	56,0	FeO	1,28571
			Fe ₂ O ₃	1,42857
Fluor	F	19	—	—
Gold	Au	197,2	—	—
Jod	J	126,85	—	—
Kalium	K	39,15	—	—
Platin	Pt	—	K ₂ O	0,4841
Kobalt	Co	59,0	—	—
Kohlenstoff	C	12,00	—	—
Kohlensäure	CO ₂	—	C	0,27273
Kupfer	Cu	63,6	—	—
Magnesium	Mg	24,36	—	—

Element bzw. Verbindung	Formel	Atom- gewicht	Ge- sucht	Faktor
Magnesiumpyrophosphat .	$Mg_2P_2O_7$		MgO	0,36243
Mangan	Mn	55,0	—	—
Molybdän	Mo	96,0	—	—
Natrium	Na	23,05	—	—
Nickel	Ni	58,7	—	—
Phosphor	P	31,0	—	—
Magnesiumpyrophosphat .	$Mg_2P_2O_7$	—	P_2O_5	0,63757
Platin	Pt	194,8	—	—
Quecksilber	Hg	200,3	—	—
Sauerstoff	O	16,00	—	—
Schwefel	S	32,06	—	—
Baryumsulfat	$BaSO_4$	—	S	0,13733
			SO_2	0,27414
			SO_3	0,34293
Silber	Ag	107,93	—	—
Silicium	Si	28,4	—	—
Stickstoff	N	14,04	NH_3	1,2158
			N_2O_3	2,7094
			N_2O_5	3,8490
Uran	U	239,5	—	—
Wasserstoff	H	1,01	—	—
Wasser	H_2O	—	H	0,1121
Wismuth	Bi	208,5	—	—
Zink	Zn	65,4	—	—
Zinn	Sn	118,5	—	—

Einleitung.

Die quantitative chemische Analyse bedient sich bei ihren Feststellungen der folgenden Untersuchungsmethoden:

1. der gewichtsanalytischen,
2. der kolorimetrischen,
3. der titrimetrischen,
4. der gasvolumetrischen.

1. Die gewichtsanalytische Methode beruht darauf, daß die zu bestimmende Verbindung oder eine zu ihr in naher Beziehung stehende aus einer Lösung in unlöslicher Form abgeschieden, filtriert und gewogen wird. Aus dem Resultat der Wägung berechnet man die vorhandene Menge der gesuchten Substanz.

2. Die kolorimetrische Methode wird zur Ergänzung der gewichtsanalytischen herangezogen, da beim Vorhandensein minimaler Mengen einer Substanz die gewichtsanalytische Bestimmung ungenaue Resultate liefert. Man verwendet dann die eventuell vorhandene Eigenschaft der zu ermittelnden Verbindung, mit einer anderen Verbindung charakteristisch gefärbte Lösungen zu erzeugen und vergleicht diese Färbungen mit den auf gleiche Weise in anderen Lösungen erzeugten, die eine bekannte Menge der zu ermittelnden Substanz enthalten.

3. Um die in der Praxis unbequemen gewichtsanalytischen Bestimmungen zu vermeiden, bedient man sich

häufig der sogenannten titrimetrischen Methode: Zu der in Lösung befindlichen (resp. zu lösenden) Verbindung,

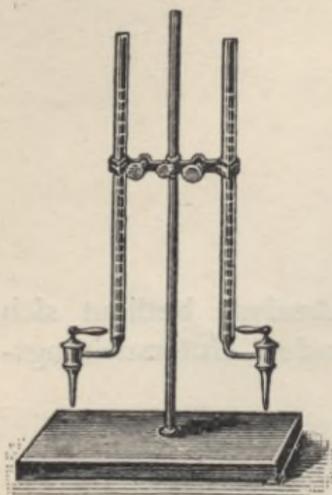


Fig. 1.

deren Menge bestimmt werden soll, fügt man nach Zugabe eines Indikators nach und nach aus einer Bürette die Titrierflüssigkeit ¹⁾. Sobald die zu analysierende Substanz vollständig von der Titrierflüssigkeit verändert worden ist, wirkt jeder weiter zufließende Tropfen auf den Indikator. Die dadurch eintretende Farbenänderung zeigt die Beendigung der Titration an. Aus dem zur Titration verbrauchten Volumen der Titrierflüssigkeit berechnet man

die vorhandene Menge der gesuchten Substanz.

4. Mit Hilfe der nur selten angewendeten gasvolumetrischen Methode ermittelt man das Volumen eines Gases. Unter Berücksichtigung von Temperatur und Barometerstand kann von dem gefundenen Volumen auf das Gewicht der gesuchten Substanz geschlossen werden.

Bei der Ausführung der soeben angeführten chemischen Untersuchungsmethoden kehrt nun eine Reihe von Manipulationen ständig wieder. Diese sind daher zur chemischen Analyse unbedingt notwendig. Die dazu erforderliche Handfertigkeit ist selbstverständlich

1) In manchen Fällen erübrigt sich der Zusatz eines Indikators dadurch, daß die Titrierflüssigkeit oder auch die zu titrierende Lösung selbst charakteristisch gefärbt ist.

nur durch praktische Vorführung und darauf folgende eigene Übung zu erlernen. Jedoch soll durch eine kurze Beschreibung der betreffenden Verrichtungen das Begehen gröberer, häufig wiederkehrender Fehler vermieden werden.

Das Abmessen von Flüssigkeiten.

Das Abmessen von Flüssigkeiten erfolgt am zweckmäßigsten mit Hilfe von Pipetten oder von Kölbchen, auf denen ihr Volumen genau angegeben ist. Die Pipetten sind in den meisten Fällen so geacht, daß die aufgezeichneten Volumina aus der bis zur Marke gefüllten Pipette ohne weiteres Hinzutun ausfließen, wenn der Finger an der oberen Öffnung gelüftet wird.

Beim Abmessen mit Hilfe der geachteten Kölbchen ist ein zwei- bis dreimaliges Nachspülen mit destill. Wasser erforderlich. Diese Art der Abmessung verbietet sich daher von selbst in solchen Fällen, wo ein derartiges Nachspülen nicht zugänglich ist.

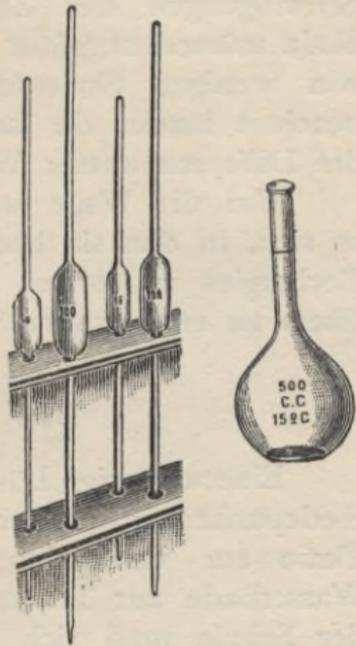


Fig. 2.

Das Wägen.

Leere Schalen und Tiegel sind vor der Wägung ordentlich zu säubern und ungefähr 10 Minuten auszuglühen. Jede Wägung darf erst vorgenommen werden, wenn die Gefäße in einem mit konz. Schwefelsäure

oder ähnlichen hygroskopischen Substanzen beschickten Exsikkator vollständig erkaltet sind. Dies Erkalten erfordert bei Gefäßen aus Porzellan ungefähr eine halbe Stunde, bei solchen aus Platin etwa 10 Minuten.

Vor der eigentlichen Wägung ist stets eine Kontrolle der Wage vorzunehmen. Man läßt bei unbelasteten Schalen den Zeiger um ein geringes ausschlagen. Die Schwingungen des Zeigers um den Nullpunkt der Skala müssen ungefähr gleich groß sein. Eine Differenz von wenigen Skalenteilchen kann man jedoch unbeachtet lassen, da fast alle Gewichtsfeststellungen als die Differenz zweier Wägungen erhalten werden.

Um die Wage stets trocken zu halten, empfiehlt es sich, in den sie bedeckenden Glaskasten ein kleines Becherglas zu stellen, das zu einem Drittel mit konz. öfters zu erneuernder Schwefelsäure gefüllt ist¹⁾.

Das Abdampfen.

Eine wässrige Lösung oder solche von niedrigerem Siedepunkt wird in einer Schale aus Porzellan oder Platin zur Vermeidung jeglichen Verlustes auf dem Wasserbade zur Trockne gedampft. Der obere Rand der Schale muß sich hierbei mindestens 1 cm über dem Wasserbade befinden. Beim Eindampfen ist ferner zu beachten, daß die Schale nicht mehr als bis zur reichlichen Hälfte gefüllt werden darf, da viele Flüssigkeiten die unangenehme Eigenschaft des Kriechens besitzen, d. h. sie klettern beim Erhitzen über den Rand der Schale hinweg.

1) Besonders auch bei der Abwägung hygroskopischer Substanzen zweckmäßig.

Das Trocknen.

Die vollständige Trocknung eines Körpers wird in Trockenschränken erzielt, von denen der gebräuchlichste der Wassertrockenschrank ist. In ihm erfolgt die Trocknung bei etwa 100°.

Das Glühen.

Das Glühen wird bei den verschiedensten Temperaturen ausgeführt. Allgemeine Bestimmungen hierüber lassen sich nicht aufstellen. Soll das auf einem Filter Zurückgehaltene geglüht werden, so wird das noch feuchte Filter vorsichtig zusammengefaltet und in einem ausgeglühten und gewogenen Platintiegel mit aufgelegtem Deckel bei kleiner Flamme getrocknet, verascht und dann geglüht. Je nach der zu bestimmenden Substanz erfolgt das Glühen in der gewöhnlichen Bunsenflamme oder im Gebläse.

Beim Glühen von Platingefäßen darf nur die nicht leuchtende Bunsenflamme benutzt werden.

Das Lösen.

Das Lösen einer Substanz erfolgt durch Erwärmen mit dem für jeden Fall besonders vorgeschriebenen Lösungsmittel. Ist ein Teil der Substanz unlöslich, so ist die Lösung von dem Unlöslichen zu trennen (siehe unten: Dekantieren und Filtrieren).

Das Fällern.

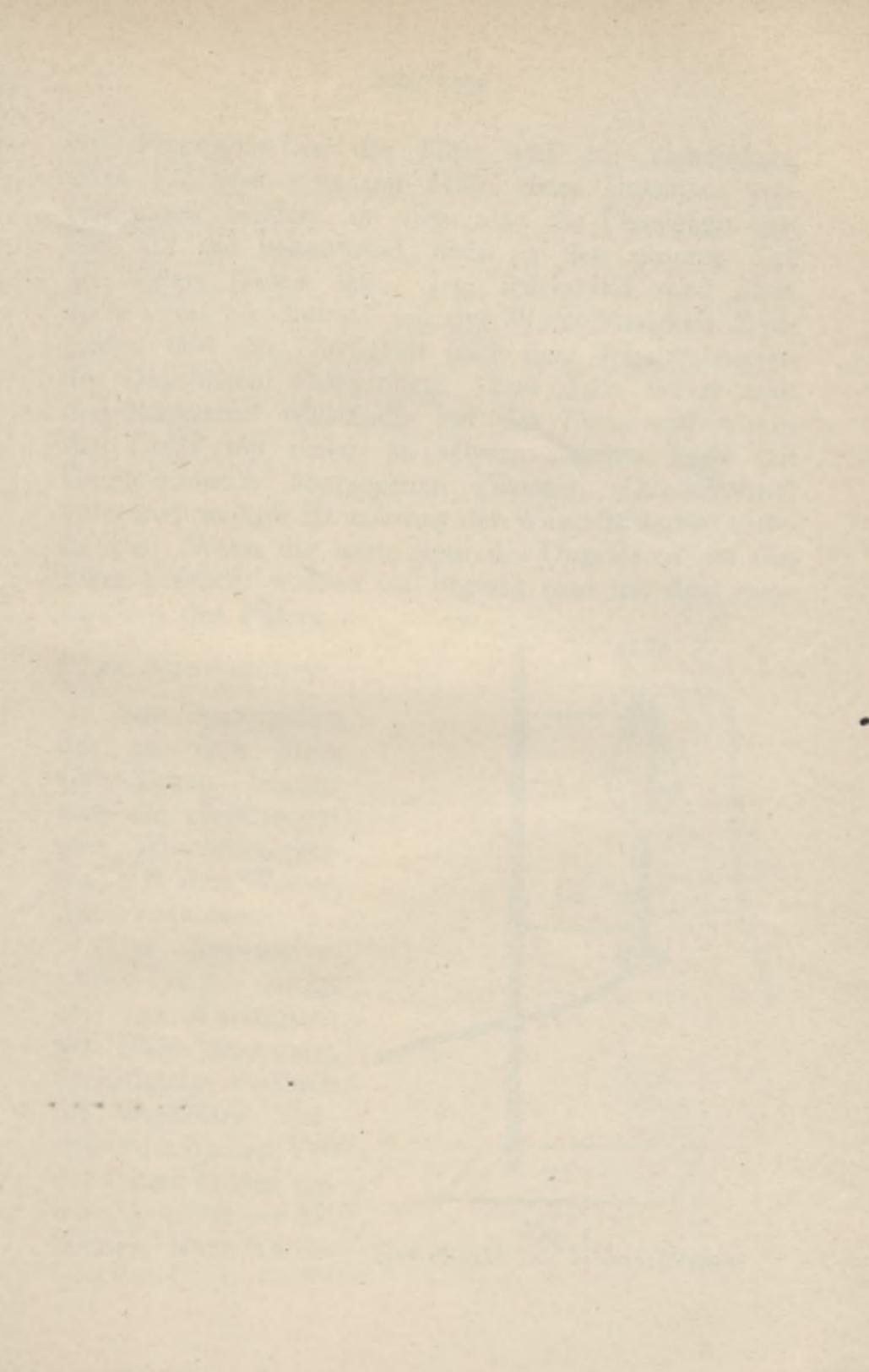
Die Trennung verschiedener Substanzen derselben Lösung wird häufig erzielt durch Zugabe eines Reagenzes, das den einen der Körper in eine unlösliche Ver-

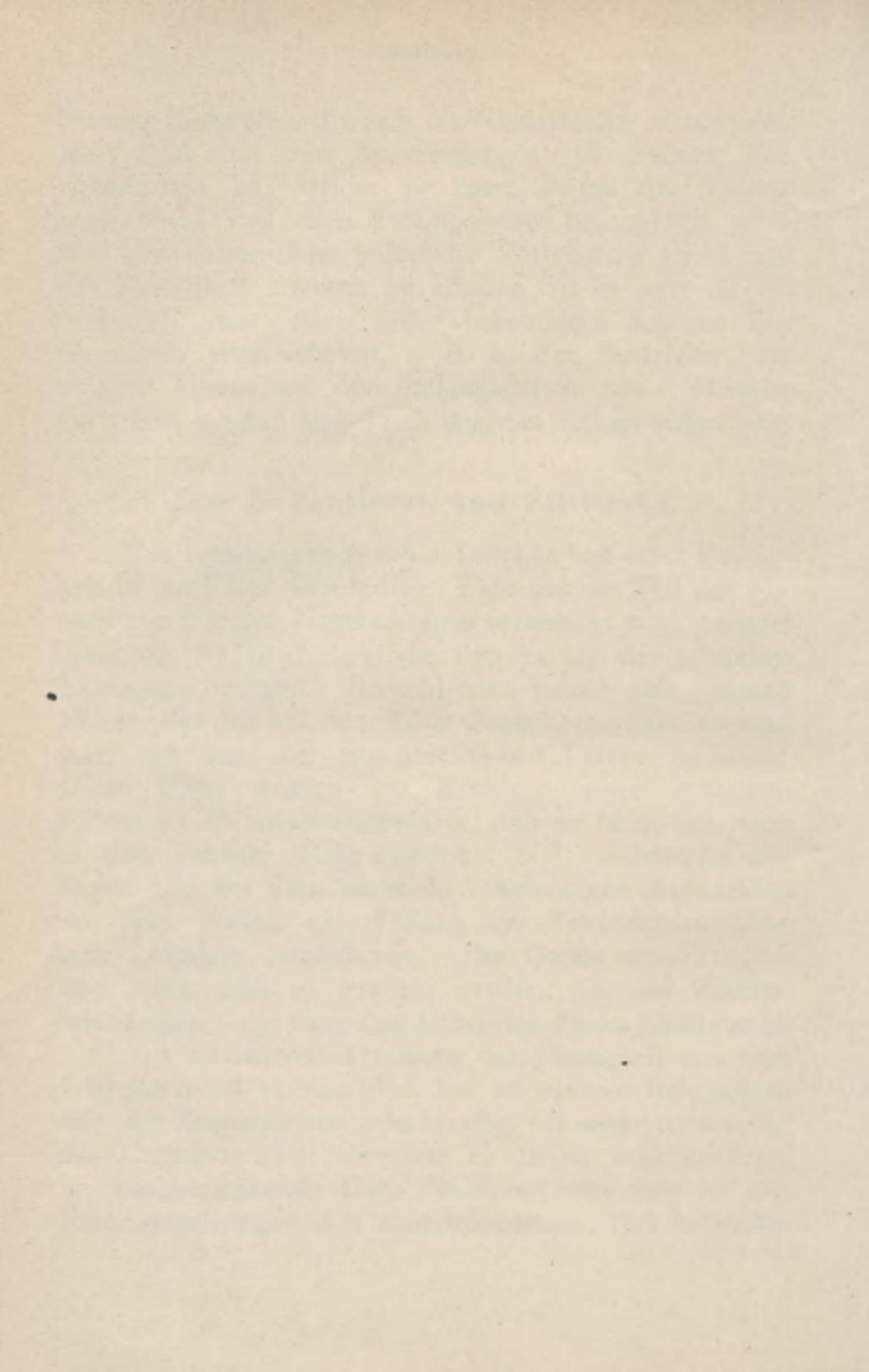
bindung überführt, die sich als Niederschlag abscheidet. Man muß sich stets überzeugen, ob die Fällung eine vollständige ist, indem zu einer Probe des Filtrats noch etwas von dem Fällungsmittel hinzugefügt wird. Um die entstandene unlösliche Verbindung leicht von der Flüssigkeit trennen zu können, ist es sehr oft erforderlich, das Fällung unter besonderen äußeren Bedingungen vorzunehmen, z. B. in der Siedehitze, bei starkem Überschuß des Fällungsmittels usw. Manche Fällungen werden erst durch längeres Stehen vollständig.

Das Dekantieren und Filtrieren.

Zur Trennung unlöslicher Teilchen von einer Flüssigkeit ist ein Filter erforderlich. Falls nur ein Teil des Filtrats zur weiteren Untersuchung verwendet wird, benutzt man sog. Faltenfilter, die den Vorteil des schnellen Filtrierens besitzen. Braucht man jedoch das gesamte Filtrat oder das auf dem Filter Zurückgehaltene, so muß man sich der sog. quantitativen Filter bedienen. Diese Filter werden zur Erzielung eines schnellen Filtrierens so zusammengefaltet, daß sie beim Einsetzen in den Trichter (Neigungswinkel 60^0) vollständig anliegen und bei dem nunmehr notwendigen Anfeuchten mit dest. Wasser eine Füllung des Trichterrohrs ohne jede Luftblase ermöglichen. Die Größe von Trichter und Filter muß so gewählt werden, daß der Trichter mindestens 1 cm über den Rand des Filters hinüberraagt.

Zur schnelleren Trennung der Flüssigkeit von dem Ungelösten ist es besonders bei schleimiger Beschaffenheit der Suspensionen zweckmäßig, oft sogar notwendig, das Ungelöste sich absetzen zu lassen und zunächst die darüberstehende klare Flüssigkeit vorsichtig auf das Filter aufzubringen, d. h. abzudekantieren. Das Aufgießen





von Flüssigkeit auf das Filter muß zur Vermeidung eines Verlustes stets mit Hilfe eines Glasstabes vorgenommen werden, an dem man die Flüssigkeit entlang auf die Seitenwand, nicht in den unteren Teil des Filters fließen läßt. Der Rückstand wird dann noch zwei- bis dreimal mit der Waschflüssigkeit übergossen und die Flüssigkeit nach dem Wiederabsetzen des Ungelösten abdekantiert. Erst dann bringt man den Rückstand vollständig auf das Filter und wischt das Gefäß mit einem an seinem unteren Ende mit Gummischlauch überzogenen Glasstab (Gummifahne) unter mehrmaliger Erneuerung der Waschflüssigkeit tüchtig aus. Wenn die letzte Spur des Ungelösten auf das Filter gebracht worden ist, beginnt man mit dem Auswaschen des Filters.

Das Auswaschen.

Zum Auswaschen des auf dem Filter Befindlichen benutzt man die verschiedensten Waschflüssigkeiten; z. B. dest. Wasser, Ammoniak usw.

Das Auswaschen eines Filters erfolgt am zweckmäßigsten mit Hilfe einer sog. Spritzflasche, wodurch die ungelösten Teilchen vom oberen Teil des Filters in den unteren gespritzt werden können. Neue Wasch-

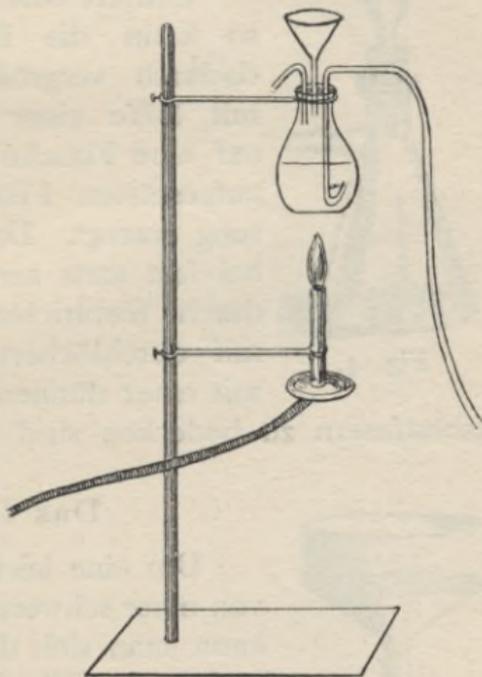


Fig. 3.
Spritzflasche mit heißem Wasser.

flüssigkeit darf erst nachgefüllt werden, wenn die zuvor zugegossene vollständig durchfiltriert ist. Das Auswaschen muß solange fortgesetzt werden, bis die Waschflüssigkeit nichts mehr aus dem auf dem Filter Befindlichen herauswäscht. Das Filtrat darf dann beim Verdampfen auf dem Platinblech keinen Rückstand hinterlassen, beim Zusatz bestimmter, für jeden Fall verschiedener Reagenzien keine Reaktion geben.

Bei geringen Mengen des Unge lösten genügt in den meisten Fällen ein dreimaliges Auswaschen.

Das Absaugen.

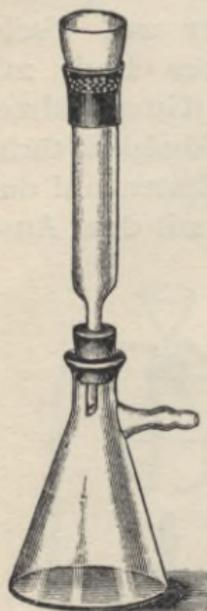


Fig. 4.

Filtriert eine Flüssigkeit sehr schwer, so kann die Filtrationsgeschwindigkeit dadurch vergrößert werden, daß man mit Hilfe einer Saugpumpe unter dem auf eine Flasche mit doppelter Öffnung aufgesetzten Filter eine Druckverringering erzeugt. Da jedoch die Filter hierbei fast stets zerreißen, so hat man sie durch Siebtrichter oder Porzellantiegel mit durchlöchertem Boden ersetzt, die mit einer dünnen Schicht ausgewaschener Asbestfasern zu bedecken sind (Gooch Tiegel).

Das Destillieren.



Fig. 5.

Um eine leicht flüchtige Verbindung von einer schwerer flüchtigen zu trennen, kann man sich der Destillationsmethode bedienen. Wir benutzen sie vor allem, um ein gelöstes Gas von seinem Lösungsmittel zu trennen, z. B. Ammoniak

von dem Wasser, in dem es gelöst ist. Ist die überzudestillierende Verbindung eine Base, so muß die Flüssigkeit mit einer stärkeren nicht flüchtigen Base alkalisch gemacht werden; ist sie dagegen eine Säure, so muß die Lösung mit einer stärkeren nicht flüchtigen Säure angesäuert werden. Das Destillieren erfolgt in einem mit einem Kühler verbundenen Glaskolben. Das andere Ende des vom Kolben ausgehenden, gekühlten Glasrohrs taucht in eine Vorlage. Die Füllung der Vorlage richtet sich nach der überzudestillierenden Verbindung.

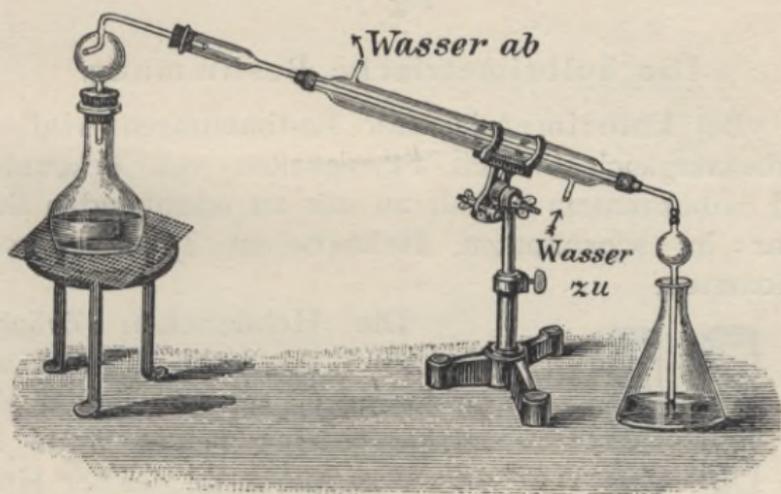


Fig. 6.

Um schwerer flüchtige Verbindungen (z. B. Essigsäure) überzudestillieren, ist es erforderlich, durch die im Kolben zum Sieden erhitzte Flüssigkeit heiße Wasserdämpfe hindurchzuleiten. Dies geschieht mit Hilfe eines zweiten Kolbens wie aus nachfolgender Figur ersichtlich. (Figur siehe nächste Seite oben.)

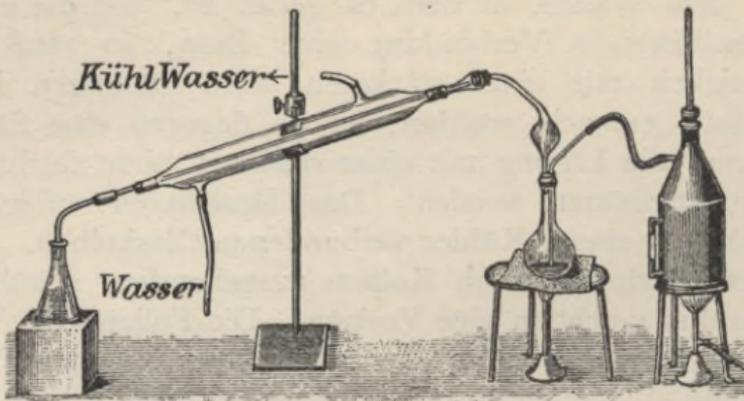


Fig. 7.

Die kolorimetrische Bestimmung.

Bei kolorimetrischen Bestimmungen wird der Farbenvergleich in den Flüssigkeiten von bekanntem und unbekanntem Gehalt an der zu ermittelnden Substanz in sogenannten Hehnerschen Zylindern vorgenommen.

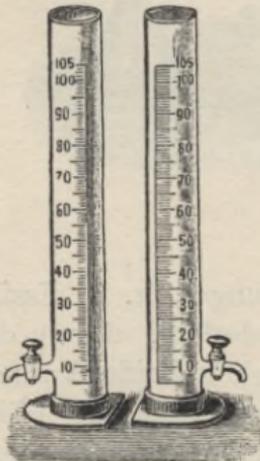
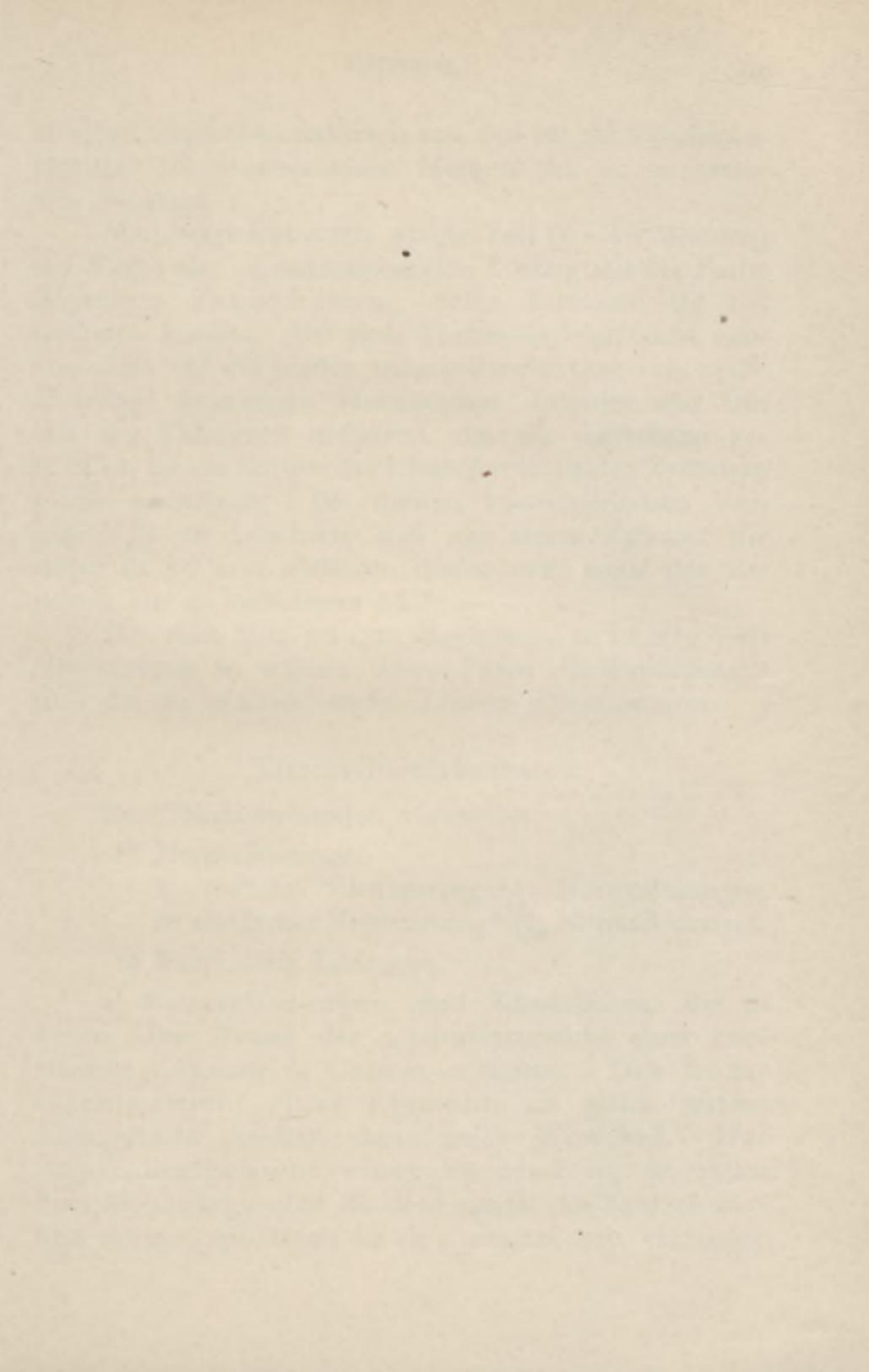


Fig. 8.

Die Hehnerschen Zylinder sind zwei 100 ccm Zylinder aus farblosem Glase, bei denen sich infolge gleicher lichter Weite die 100 ccm Marke in gleicher Höhe über dem Boden befindet. Dicht über dem Boden ist je eine durch Glashahn verschließbare Ausflußöffnung.

Die Herstellung der zu untersuchenden Lösung und der sogenannten Vergleichslösungen ist eine für jeden Fall naturgemäß verschiedene. Jedoch müssen stets zu diesen Lösungen alle Zusätze in gleichen Mengen



erfolgen, abgesehen natürlich von den für die Vergleichslösungen zu verwendenden Mengen der zu ermittelnden Substanz.

Man vergleicht nach einiger Zeit (5—10 Minuten) die Farbe der zu untersuchenden Lösung mit der Farbe derjenigen Vergleichslösung, deren Intensität ihr am nächsten kommt. Bei dem Farbenvergleich sieht man von oben auf die beiden nebeneinander über eine weiße Unterlage gehaltenen Hehnerschen Zylinder und läßt von der Flüssigkeit abfließen, die am dunkelsten gefärbt ist, bis die Farben der Lösungen in beiden Zylindern gleich erscheinen. Bei diesem kolorimetrischen Vergleich ist zu beachten, daß aus einem Zylinder nie mehr als 50 ccm abfließen dürfen, weil sonst das Ergebnis ein zu unsicheres ist.

Hat man über 50 ccm abgelassen, so ist die Vergleichslösung zu wählen, deren Farbe der Farbenintensität der zu untersuchenden Lösung näher kommt.

Titrierflüssigkeiten.

Zur Titration werden verwendet:

a) Normallösungen

in 10facher Verdünnung $\frac{1}{10}$ Normallösungen,

in 100facher Verdünnung $\frac{1}{100}$ Normallösungen.

b) Empirische Lösungen.

a) Normallösungen sind Flüssigkeiten, die in einem Liter Wasser das Äquivalentgewicht einer chemischen Substanz in Gramm enthalten. Das Äquivalentgewicht eines Elements ist gleich seinem Atomgewicht dividiert durch seine Wertigkeit. Das Äquivalentgewicht einer Verbindung ist gleich dem Molekulargewicht dividiert durch die Zahl einwertiger Atome, mit denen sie sich umsetzt resp. verbindet.

Der Nutzen der Verwendung von Normallösungen besteht darin, daß aus der bei der Titration verbrauchten Anzahl Kubikzentimeter Normallösung durch Multiplikation mit dem Äquivalentgewicht des gesuchten Körpers direkt die vorhandene Menge des letzteren in Milligramm gefunden wird. (Bei $\frac{1}{10}$ Normallösungen multiplizieren mit $\frac{1}{10}$ des Äquivalentgewichts.)

b) Empirische Lösungen: Zur Vermeidung der Multiplikation der verbrauchten Anzahl Kubikzentimeter

Normallösung mit dem meist durch eine gebrochene Zahl dargestellten Äquivalentgewicht benutzt man häufig die sogenannten empirischen Lösungen. Die bei der Titration verbrauchte Anzahl Kubikzentimeter einer empirischen Lösung gibt direkt (oder seltener mit einer kleinen ganzen Zahl multipliziert) die vorhandene Menge des gesuchten Körpers in Milligramm an.

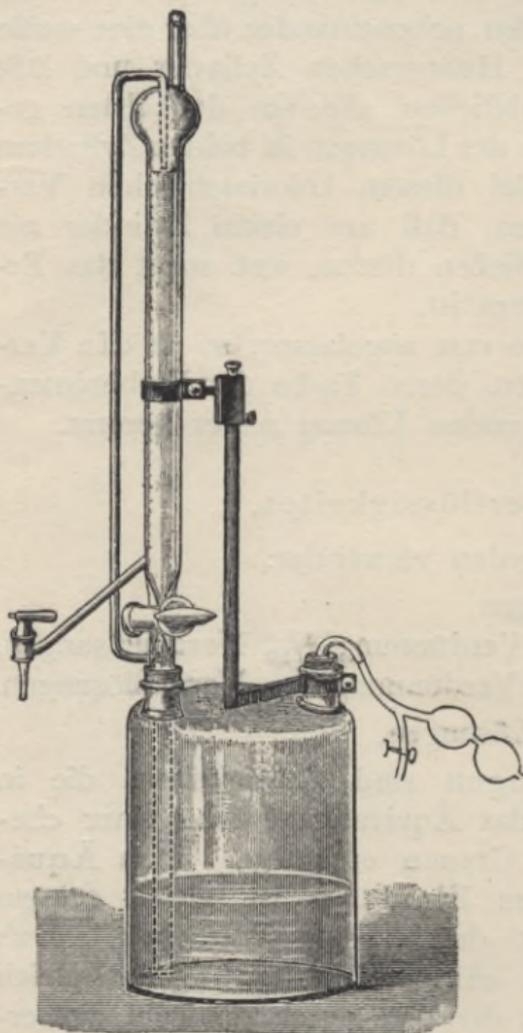
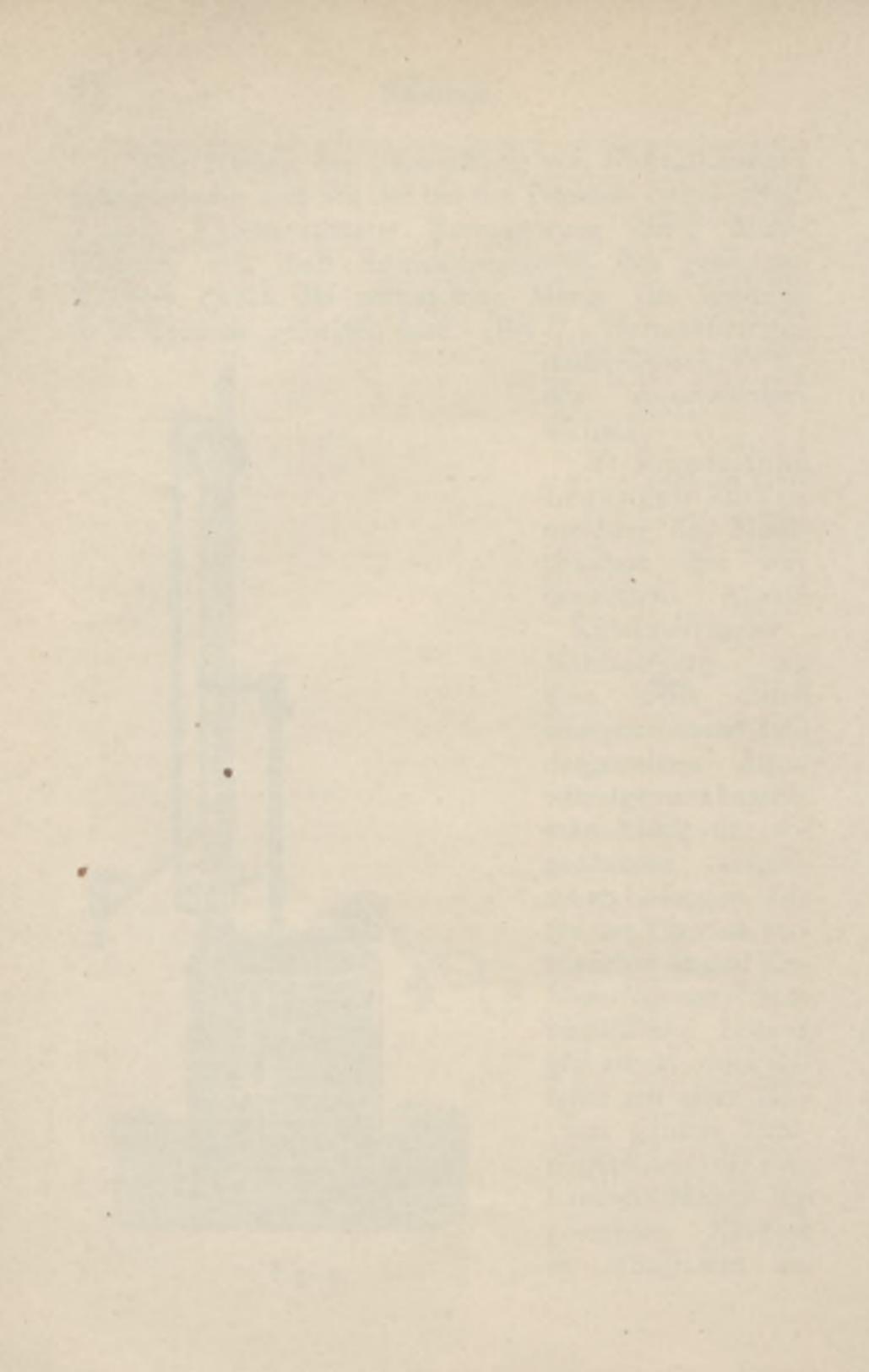


Fig. 9.

The first part of the book is devoted to a general history of the...
The second part is devoted to a detailed description of the...
The third part is devoted to a detailed description of the...
The fourth part is devoted to a detailed description of the...
The fifth part is devoted to a detailed description of the...

The sixth part is devoted to a detailed description of the...
The seventh part is devoted to a detailed description of the...
The eighth part is devoted to a detailed description of the...
The ninth part is devoted to a detailed description of the...
The tenth part is devoted to a detailed description of the...

The eleventh part is devoted to a detailed description of the...
The twelfth part is devoted to a detailed description of the...
The thirteenth part is devoted to a detailed description of the...
The fourteenth part is devoted to a detailed description of the...
The fifteenth part is devoted to a detailed description of the...
The sixteenth part is devoted to a detailed description of the...
The seventeenth part is devoted to a detailed description of the...
The eighteenth part is devoted to a detailed description of the...
The nineteenth part is devoted to a detailed description of the...
The twentieth part is devoted to a detailed description of the...



Z. B. entspricht 1 ccm einer bestimmten empirischen Silbernitratlösung 1 mg Chlor (Cl).

Ist man genötigt zahlreiche Titrationen auszuführen, so ist es sehr vorteilhaft, Büretten zu benutzen, bei denen die Flüssigkeit sich von selbst auf Null einstellt. Von den vielen Konstruktionen, die diesem Zwecke dienen sollen, sei nur die in nebenstehender Zeichnung wiedergegebene Bürette angeführt (Zahnsche Bürette).

Indikatoren.

Indikatoren dienen dazu, die Beendigung der Einwirkung der Titrierflüssigkeit auf die gesuchte Verbindung anzuzeigen, und zwar dadurch, daß die Titrierflüssigkeit mit ihrer Hilfe charakteristische, gut wahrnehmbare Änderungen, in den meisten Fällen einen Farbumschlag, erzeugt. Viel verwendete Indikatoren sind: Kongorot, Methylorange u. a. m.

Die gasvolumetrische Bestimmung.

Bei Ausführung gasvolumetrischer Methoden wird das zu bestimmende Gas in einer kalibrierten oben geschlossenen Röhre aufgefangen, welche die Öffnung nach unten mit einer Sperrflüssigkeit gefüllt und unten durch diese Flüssigkeit abgeschlossen ist. Das unten in die Röhre eingeleitete Gas drängt die Sperrflüssigkeit z. T. aus der Röhre und tritt an ihre Stelle.

Nachdem das Gas die Temperatur seiner Umgebung angenommen hat (ca. 1 Stunde), liest man sein Volumen ab. Unter Berücksichtigung von Temperatur und Barometerstand ist man imstande mit Hilfe einer Tabelle aus dem Gasvolumen das Gewicht der zu bestimmenden Substanz zu berechnen.

Die Untersuchung des Wassers.

Die Probeentnahme.

Das zur chemischen Untersuchung zu verwendende Wasser wird in vollkommen reinen Flaschen aus farblosem Glase entnommen, die mit dem zu untersuchenden Wasser vorher dreimal ausgespült werden müssen. Für die chemische Analyse sind ca. 2 l erforderlich, für eingehendere Untersuchungen entsprechend mehr. Vor der Probeentnahme aus einer Wasserleitung oder einem Pumpbrunnen muß man das Wasser mindestens 20 Minuten lang ununterbrochen abfließen lassen, um das schon längere Zeit in den Röhren resp. den Brunnen stagnierende Wasser zu entfernen. Bei Schöpfbrunnen ist durch mehrmaliges Ausspülen des Schöpfheimers für dessen vollkommene Reinheit Sorge zu tragen. Quellwasser läßt man eventuell mit Hilfe eines Trichters direkt in die Flaschen einlaufen. Ist für die Entnahme von Oberflächenwasser kein besonderer Apparat vorhanden, so kann die Flasche gefüllt werden, indem man sie ihre Öffnung nach unten in das Wasser senkt und ca. 30 cm unterhalb der Oberfläche umkehrt. Auf diese Weise werden die häufig auf der Wasseroberfläche schwimmenden Verunreinigungen vermieden.

Bei der Entnahme von Wasserproben zur quantitativen Bestimmung gelöster Gase (Sauerstoff, Kohlensäure usw.) ist besondere Vorsicht geboten. Da das

Wasser nicht mit der Luft in Berührung kommen darf, müssen die Flaschen bei der Entnahme mit dem zu untersuchenden Wasser mehrmals durchgespült werden. Am einfachsten und billigsten ist dies mit folgendem Apparat zu erreichen¹⁾: Auf einer schweren runden Eisenplatte ruhen abnehmbar zwei etwa 250 ccm fassende Sauerstoffflaschen und eine 2-Literflasche. Mit Hilfe eines senkrecht auf der Mitte der Eisenplatte festgeschraubten, 1 m langen, mit Handgriff versehenen Eisenstabes, der zur Ablesung der Entnahmetiefe von Dezimeter zu Dezimeter mit einem weißen Strich versehen ist, kann man den Apparat in das Wasser einsenken. Die Sauerstoffflaschen sind mit doppelt, die 2-Literflasche mit dreifach durchbohrten Gummistopfen verschlossen. Mittels zweier zweifach gebogener, bis auf den Boden der Sauerstoff-

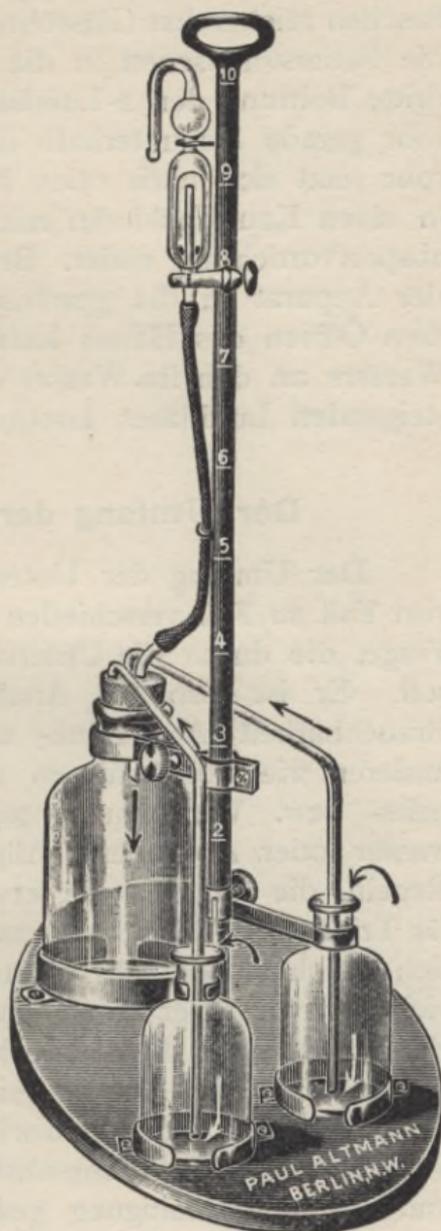


Fig. 10.

1) Konstruiert von Dr. Behre u. Dr. Thimme, Chemnitz.

flaschen reichenden Glasröhren dringt das Wasser durch die Sauerstoffflaschen in die 2-Literflasche. Durch die dritte Bohrung der 2-Literflasche ragt ein kurzes Glasrohr gerade bis unterhalb des Stopfens. Dieses Glasrohr setzt sich nach oben in einen Schlauch fort, der in einen Kautschukhahn mit darüber befindlicher Luftabsperrvorrichtung endet. Bei geschlossenem Hahn wird der Apparat in die gewünschte Tiefe gesenkt. Nach dem Öffnen des Hahns kann man das Einströmen des Wassers an den im Wasser der Absperrvorrichtung aufsteigenden Luftblasen kontrollieren.

Der Umfang der Untersuchung.

Der Umfang der Untersuchung eines Wassers ist von Fall zu Fall verschieden und richtet sich nach der Frage, die durch die Untersuchung beantwortet werden soll. Er ist also bei Analysen zur Feststellung der Brauchbarkeit von Trink- und Wirtschaftswässern ein anderer wie bei Analysen zur Ermittlung des Reinheits- bzw. Verschmutzungsgrades von Oberflächenwasser oder Abwasser. Allgemeingültige Regeln oder Regeln, die für eine der erwähnten Wasserarten, z. B. für Trink- und Wirtschaftswasser allgemein gelten, lassen sich gleichfalls deshalb nicht aufstellen. Man muß sich vielmehr vor jeder einzelnen Wasseruntersuchung nach Berücksichtigung ihres Zwecks entscheiden, auf welche Bestandteile die Analyse sich erstrecken soll. Auf Grund der in der chemischen Abteilung der Königl. Versuchs- und Prüfungsanstalt für Wasserversorgung und Abwasserbeseitigung gesammelten Erfahrungen ist eine Zusammenstellung von Beispielen erfolgt, welche für die Ausdehnung der Untersuchung der verschiedenen Wasserarten gewisse Anhaltspunkte gewähren

sollen. Die Veröffentlichung dieser Beispiele wurde uns gern gestattet; sie seien deshalb hier im Einzelnen angeführt. Bemerket sei aber nochmals, daß auch diese Beispiele nur Anhaltspunkte für den Umfang einer Untersuchung bieten sollen, daß eine Verallgemeinerung eines Beispiels, wie oben schon genügend dargelegt wurde, nicht zulässig ist.

So sei z. B. gleich hier erwähnt, daß die Beispiele 1 und 5 sich ändern, wenn die Untersuchung am Ort der Entnahme selbst eingeleitet wird, da alsdann zu den aufgeführten Bestimmungen noch die Ermittlung der freien Kohlensäure hinzutreten muß.

Übersicht über die angeführten Beispiele.

- I. Beispiele für Trink- und Brauchwasser.
 1. Für Einzelbrunnen S. 20.
 2. Für kleinere Wasserversorgungen S. 21.
 3. Für größere Zentralwasserversorgungen S. 22.
 4. Für ausführliche Wasseruntersuchungen S. 23.
 5. Für Kesselspeisewasser S. 24.
- II. Beispiele für Oberflächenwasser.
 6. Für kleine Untersuchungen S. 25.
 7. Für etwas ausführlichere Untersuchungen S. 26.
 8. Für umfangreichere Untersuchungen S. 27.
- III. Beispiele für Abwasser.
 9. Für überwiegend häusliches Abwasser S. 28.
 10. Für ausführliche Untersuchungen S. 29 und 30.

I. Trink- und Brauchwasser.*Beispiel 1.***Einzelbrunnen für Trink- und Wirtschaftswässer.**

Die Bestimmungen werden im unfiltrierten Wasser ausgeführt.

Klarheit.

Farbe.

Geruch.

Reaktion.

Suspendierte Stoffe, qualitativ.

Mikroskopisch-biologischer Befund.

Salpetersäure, qualitativ.

Salpetrige Säure, qualitativ.

Ammoniak, qualitativ.

Chlor, quantitativ.

Eisen, quantitativ.

Kaliumpermanganatverbrauch, quantitativ.

Gesamthärte, quantitativ (deutsche Grade),
Seifenlösung.

Beispiel 2.

Bei kleineren Wasserversorgungen für Gemeinden.

Die Bestimmungen werden im unfiltrierten Wasser ausgeführt.

Klarheit.

Farbe.

Geruch.

Reaktion.

Suspendierte Stoffe, qualitativ.

Mikroskopisch-biologischer Befund.

Salpetersäure, bei sehr viel quantitativ.

Salpetrige Säure, qualitativ.

Ammoniak, qualitativ; bei sehr viel quantitativ.

Chlor, quantitativ.

Eisen, quantitativ.

Kaliumpermanganatverbrauch, quantitativ.

Gesamthärte, quantitativ (deutsche Grade),
Seifenlösung.

Temporäre Härte, quantitativ.

Bleibende Härte (deutsche Grade), berechnet.

Freie Kohlensäure, qualitativ mit Rosolsäure.

Schwefelwasserstoff, qualitativ.

Mangan, qualitativ.

Beispiel 3.

Bei größeren Zentralwasserversorgungen.

Klarheit.

Farbe.

Geruch.

Reaktion.

Suspendierte Stoffe, qualitativ.

Mikroskopisch-biologischer Befund.

Salpetersäure, event. quantitativ.

Salpetrige Säure, qualitativ.

Ammoniak, event. quantitativ.

Chlor, quantitativ.

Eisen, quantitativ.

Kaliumpermanganatverbrauch, quantitativ.

Kalk, quantitativ.

Magnesia, quantitativ.

Temporäre Härte, quantitativ.

Gesamthärte (deutsche Grade), berechnet.

Bleibende Härte (deutsche Grade), berechnet.

Freie Kohlensäure, qualitativ mit Rosolsäure.

Schwefelwasserstoff, qualitativ.

Mangan, event. quantitativ.

Beispiel 4.

Für ausführliche Wasseruntersuchungen.

Die Bestimmungen werden im unfiltrierten Wasser ausgeführt.

Klarheit.

Farbe.

Geruch.

Reaktion.

Alkalität.

Suspendierte Stoffe, event. quantitativ.

Mikroskopisch-biologischer Befund.

Salpetersäure, event. quantitativ.

Salpetrige Säure, qualitativ.

Ammoniak, event. quantitativ.

Chlor, quantitativ.

Eisen, quantitativ.

Schwefelsäure, quantitativ.

Kaliumpermanganatverbrauch, quantitativ.

Kalk, quantitativ.

Magnesia, quantitativ.

Temporäre Härte, quantitativ.

Gesamthärte (deutsche Grade), berechnet.

Bleibende Härte (deutsche Grade), berechnet.

Abdampfrückstand.

Glühverlust.

Freie Kohlensäure, qualitativ mit Rosolsäure.

Schwefelwasserstoff, qualitativ.

Mangan, event. quantitativ.

Beispiel 5.

Für Kesselspeisewässer.

Die Bestimmungen werden im unfiltrierten Wasser ausgeführt.

Klarheit.

Farbe.

Geruch.

Reaktion.

Suspendierte Stoffe, qualitativ.

Mikroskopisch-biologischer Befund.

Salpetersäure, qualitativ.

Salpetrige Säure, qualitativ.

Ammoniak, qualitativ.

Chlor, quantitativ.

Eisen, quantitativ.

Kaliumpermanganatverbrauch, quantitativ.

Kalk, quantitativ.

Magnesia, quantitativ.

Temporäre Härte, quantitativ.

Gesamthärte (deutsche Grade), berechnet.

Bleibende Härte (deutsche Grade), berechnet.

Abdampfrückstand.

II. Oberflächenwasser.

(Feststellung des Reinheitsgrades von Flüssen usw.)

Beispiel 6.

Die Bestimmungen werden im unfiltrierten Wasser ausgeführt.

Klarheit.

Farbe.

Geruch.

Reaktion.

Suspendierte Stoffe, qualitativ.

Mikroskopisch-biologischer Befund.

Salpetersäure, qualitativ.

Salpetrige Säure, qualitativ.

Ammoniak, quantitativ.

Chlor, quantitativ.

Kaliumpermanganatverbrauch, quantitativ.

Schwefelwasserstoff, qualitativ.

Beispiel 7.

Für etwas ausführlichere, aber immer noch kleine Untersuchungen.

Die Bestimmungen werden im unfiltrierten Wasser ausgeführt.

Klarheit.

Farbe.

Geruch.

Reaktion.

Suspendierte Stoffe, event. quantitativ (Gesamtmenge, Glühverlust, Glührückstand).

Mikroskopisch-biologischer Befund.

Salpetersäure, qualitativ.

Salpetrige Säure, qualitativ.

Ammoniak, quantitativ.

Chlor, quantitativ.

Kaliumpermanganatverbrauch, quantitativ.

Gelöster Sauerstoff, quantitativ.

Schwefelwasserstoff, qualitativ.

Beispiel 8.

Für umfangreichere Untersuchungen.

Die Bestimmungen werden im unfiltrierten Wasser ausgeführt.

Klarheit.

Farbe.

Geruch.

Reaktion.

Suspendierte Stoffe, quantitativ (Gesamtmenge, Glühverlust, Glührückstand).

Mikroskopisch-biologischer Befund.

Salpetersäure, qualitativ.

Salpetrige Säure, qualitativ.

Ammoniak, quantitativ.

Chlor, quantitativ.

Kaliumpermanganatverbrauch, quantitativ.

Kalk, quantitativ.

Magnesia, quantitativ.

Abdampfrückstand, quantitativ (Gesamtmenge, Glühverlust, Glührückstand).

Schwefelsäure, quantitativ.

Säurebindungsvermögen, quantitativ.

Gelöster Sauerstoff.

Sauerstoffzehrung.

Schwefelwasserstoff, qualitativ.

III. Abwasser.*Beispiel 9.*

Für überwiegend häusliches Abwasser. Kontrolle von
Reinigungsanlagen usw.

a) im unfiltrierten Zustand wird bestimmt:

Klarheit.
Durchsichtigkeit.
Farbe.
Geruch.
Reaktion.

Suspendierte Stoffe, quantitativ (Gesamtmenge,
Glühverlust, Glührückstand).
Mikroskopisch-biologischer Befund, nach Bedarf.
Schwefelwasserstoff, qualitativ.

b) im filtrierten Wasser wird bestimmt:

Gesamt-
Organischer } Stickstoff, quantitativ.
Ammoniak- }

Nitrat- } Stickstoff, qualitativ.
Nitrit- }

Chlor, quantitativ.

Kaliumpermanganatverbrauch, quantitativ.

Die Bestimmung der äußeren Beschaffenheit (Klarheit, Farbe, Geruch) sowie des Bodensatzes, der eventuellen Schwimmschicht und des Schwefelwasserstoffs ist an einem Teile der bei 22° aufbewahrten Probe am 5. und 10. Tage zu wiederholen.

Beispiel 10.

Für ausführliche Untersuchungen von Abwasser bzw. gereinigtem Abwasser.

a) im unfiltrierten Zustande wird bestimmt:

Klarheit.

Durchsichtigkeit.

Farbe.

Geruch.

Reaktion.

Eventuell Alkalität } quantitativ.
Azidität }

Suspendierte Stoffe (Gesamtmenge, Glühverlust, Glührückstand).

Mikroskopisch-biologischer Befund, nach Bedarf.

Abdampfrückstand (Gesamtmenge, Glühverlust, Glührückstand).

Schwefelwasserstoff, qualitativ.

Gesamt- }
Organischer } Stickstoff, quantitativ.
Ammoniak- }

Kaliumpermanganatverbrauch, quantitativ.

b) im filtrierten Zustande wird bestimmt:

Gesamt- }
Organischer } Stickstoff, quantitativ.
Ammoniak- }

Nitrat- }
Nitrit- } Stickstoff, quantitativ.

Chlor, quantitativ.

Kaliumpermanganatverbrauch, quantitativ.

Die Bestimmung der äußeren Beschaffenheit (Klarheit, Farbe, Geruch) sowie des Bodensatzes, der eventuellen Schwimmschicht und des Schwefelwasserstoffs ist an einem Teile der bei 22° aufbewahrten Probe am 5. und 10. Tage zu wiederholen. Ebenso ist eine Probe des filtrierten Abwassers bei 22° aufzubewahren und am 5. und 10. Tage auf seine äußere Beschaffenheit, sowie eventuell gebildeten Bodensatz, Schwimmschicht und Schwefelwasserstoff zu prüfen. Die abfiltrierten suspendierten Stoffe sind mit etwas destilliertem Wasser anzusetzen und, bei 22° aufbewahrt, am 5. und 10. Tage auf ihre Farbe, Geruch usw. zu untersuchen.

A. Untersuchungen am Ort der Entnahme.

Das Wasser erfährt bei längerem Stehen häufig Änderungen in seiner Zusammensetzung, indem die vorhandene organische Substanz durch vermittelnde Bakterientätigkeit zersetzt oder durch physikalisch-chemische Vorgänge eine Ausscheidung früher gelöster Stoffe herbeigeführt wird. Deshalb ist es, falls das Laboratorium, in dem die Untersuchung vorgenommen werden soll, nicht in unmittelbarer Nähe liegt, unbedingt notwendig, einige Untersuchungen sofort am Ort der Entnahme vorzunehmen. Diese Untersuchungen am Entnahmeorte können sich jedoch nur auf einige qualitative Prüfungen und die allernotwendigsten quantitativen Bestimmungen erstrecken. Da aber auch noch andere Verbindungen, deren Bestimmung sofort bei der Entnahme äußerst unbequem auszuführen wäre, leicht eine Änderung ihrer Zusammensetzung erleiden, so muß man auch diese Ermittlungen möglichst bald nach der Entnahme vornehmen und die Proben bis dahin kühl möglichst auf Eis aufbewahren¹⁾.

1) Da Zersetzungen in stark verschmutzten Wässern (Abwasser) besonders schnell vor sich gehen, so sucht man diese Proben durch Zusätze zu konservieren. Solche Konservierungsmittel sind: verdünnte Schwefelsäure, Chloroform usw. Das Konservierungsmittel muß natürlich so gewählt werden, daß bei der nachfolgenden Bestimmung dadurch nicht falsche Resultate erzielt werden.

I. Physikalische Untersuchungen.

Temperatur.

Zur Bestimmung der Temperatur ist das möglichst Zehntelgrade anzeigende Thermometer bis zum konstanten Stand im Wasser zu belassen.

Klarheit.

Bei der Bestimmung der Klarheit hält man die in einer Flasche aus farblosem Glase befindliche Probe gegen das Licht und beobachtet ihr Aussehen. Ein eventuell vorhandener Bodensatz darf hierbei nicht aufgeschüttelt werden.

Als zweckmäßige Bezeichnungen für die Klarheit des Wassers sind zu wählen: klar, opaleszierend oder trübe; doch kann die Intensität jedes dieser Grade noch näher angegeben werden, z. B. schwach trübe, trübe, stark trübe.

Durchsichtigkeit.

Nach gutem Durchschütteln wird das Wasser in einen mit Zentimereinteilung versehenen Zylinder aus farblosem Glase gegossen, der dicht über dem Boden ein verschließbares Abflußrohr besitzt. Zur Feststellung des Durchsichtigkeitsgrades hält man den Zylinder etwa 10 cm über die folgende Snellensche Schriftprobe Nr. I:

1.0

Der Jüngling, wenn Natur und Kunst ihn anziehen, glaubt mit einem lebhaften Streben bald in das innerste Heiligthum zu dringen. Der Mann

5 4 1 7 8 3 0 9

und läßt durch das Abflußrohr so lange Wasser abfließen, bis man die Schrift im reflektierten Licht deutlich erkennen kann. Die in Zentimetern angegebene Höhe des Wassers im Zylinder bezeichnet man als die sogenannte Durchsichtigkeit des Wassers.

Um ein Absetzen der ungelösten Stoffe zu vermeiden, muß das Wasser möglichst schnell nach dem Eingießen in den Zylinder abgelassen werden.

Die ungelösten Bestandteile.

Die ungelösten Bestandteile, die sich bei ruhigem Stehen des Wassers zum größten Teil als Bodensatz abscheiden, werden nach ihrer Menge (Spuren, gering, mäßig, viel), ihrer Farbe (grau, rotbraun usw.) und ihrer Form (Flocken, Klümpchen, Sandkörnchen usw.) bestimmt, soweit dies mit bloßem Auge möglich ist.

Farbe.

Um die Farbe des Wassers zu bestimmen, hält man die mit der Probe gefüllte Flasche, deren Wandungen und Boden vollkommen farblos und glatt sein müssen, über eine Unterlage von weißem Papier und sieht von oben herab durch das Wasser.

Ist die Färbung sehr gering, so füllt man das Wasser in einen 30 cm langen Glaszylinder von etwa 2 cm Durchmesser, dessen Wandungen zur Fernhaltung der seitlich einfallenden störenden Lichtstrahlen geschwärzt sind, und beobachtet die Farbe wie oben angegeben.

Geruch.

Der Geruch des Wassers wird am besten wahrgenommen nach tüchtigem Umschütteln und Öffnen der nicht vollständig gefüllten Flasche. Kann auf diese Weise kein Geruch festgestellt werden, so erhitzt man etwa 200 ccm auf ca. 40° (eine mit der Hand gerade noch zu ertragende Temperatur) und ermittelt einen nun ev. auftretenden Geruch.

Bei Wässern, die nach Schwefelwasserstoff riechen, muß dieses Gas erst durch Zusatz von Kupfersulfatlösung gebunden werden, um Nebengerüche wahrnehmen zu können.

Als Bezeichnung der häufiger auftretenden Gerüche des Wassers ist zu nennen dumpfig, erdig, modrig, kohllartig, faulig usw. mit ev. Angabe der Intensität.

Geschmack.

Zu kaltes Wasser muß vor der Geschmacksprobe auf $15-20^{\circ}$ erwärmt werden.

Ein kohlen säurearmes Wasser schmeckt stets fade.

II. Chemische Untersuchungen.

Vor Beginn der chemischen Untersuchungen ist zu bemerken, daß bei fast allen quantitativen Bestimmungen die Menge der im Wasser gefundenen Substanzen in Milligramm pro Liter angegeben zu werden pflegt. Ausnahmen hiervon bilden:

1. Der gelöste Sauerstoff wird angeführt in Kubikzentimeter Sauerstoff von 0° und 760 mm Barometerstand pro Liter.

2. Die Alkalität und Azidität in Kubikzentimeter verbrauchter $\frac{1}{10}$ Normalsäure resp. $\frac{1}{10}$ Normalauge pro Liter.

Reaktion.

In ein nur wenige Kubikzentimeter fassendes Porzellanschälchen, das etwa zur Hälfte mit dem zu untersuchenden Wasser gefüllt wird, legt man einen blauen und einen roten Lackmuspapierstreifen so hinein, daß sie sich nicht berühren. Ist nach etwa 5 Minuten der rote Lackmuspapierstreifen gebläut, so zeigt das Wasser alkalische Reaktion, ist das blaue Papier gerötet, so reagiert das Wasser sauer. Je nach der Schnelligkeit, mit welcher die Farbenänderung auftritt, wird die Reaktion als schwache, mittlere oder starke bezeichnet.

Findet keine Farbenänderung der Lackmuspapierstreifen statt, so besitzt das Wasser eine neutrale, wird das blaue Lackmuspapier gerötet und das rote gebläut eine amphotere Reaktion.

Salpetersäure, N_2O_5 .

In einem flachen nur wenige Kubikzentimeter fassenden Porzellanschälchen werden 1—2 ccm des Wassers mit einigen Körnchen Diphenylamin¹⁾ und so-

1) Bei Verwendung von Brucin an Stelle des Diphenylamins wird die Salpetersäure durch auftretende Rotfärbung angezeigt. Brucin ist ein empfindlicheres Reagens als Diphenylamin. Es zeigt bereits eine Reaktion bei 1 mg N_2O_5 im Liter, während Diphenylamin erst bei 7 mg N_2O_5 im Liter reagiert. Überdies zeigt Brucin bei starkem Überschuß von Schwefelsäure nur Salpetersäure an, Diphenylamin dagegen auch salpetrige Säure.

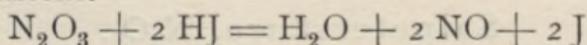
Trotz dieser Vorteile des Brucins steht seine überaus große Giftigkeit weiterer Verwendung hindernd im Wege.

viel konz. Schwefelsäure versetzt, bis der organische Körper schmilzt. Das Auftreten einer Blaufärbung zeigt das Vorhandensein von Salpetersäure an. Die Schnelligkeit, mit der die Blaufärbung stattfindet, und ihre Intensität lassen bei dieser qualitativen Prüfung einen Schluß auf die vorhandene Menge zu (schwache Reaktion, mittlere Reaktion, starke Reaktion). Bei Vorhandensein von Spuren Salpetersäure tritt mit Diphenylamin keine Reaktion ein.

Salpetrige Säure, N_2O_3 .

1. Nachweis: Ein Reagenzglas wird zur Hälfte mit dem zu untersuchenden Wasser gefüllt und mit einigen Kubikzentimetern Jodzinkstärkelösung und verdünnter Schwefelsäure versetzt. Eine in 5 Minuten auftretende Blaufärbung zeigt salpetrige Säure an.

Die Bläuung der Stärke wird durch Jod herbeigeführt, das aus der durch Schwefelsäure freigemachten Jodwasserstoffsäure unter Einwirkung der salpetrigen Säure entsteht:



Die Bläuung der Stärke wird aber auch häufig bei Abwesenheit von salpetriger Säure bewirkt. Schon unter der Einwirkung des direkten Sonnenlichtes findet eine Jodabscheidung statt. Wird die Prüfung auf salpetrige Säure längere Zeit nach der Entnahme des Wassers vorgenommen, so kann die Blaufärbung auch durch oxydierte Eisenverbindungen erfolgen. Es ist dann erst ein Ausfällen des Eisens mit Natronlauge (200 ccm Wasser + 2 ccm Natronlauge) erforderlich.

Da auch das neuerdings zur Wasserreinigung verwendete Ozon Jodzinkstärkelösung bläut, so sei noch folgende Prüfung angegeben:

2. Nachweis: In einem Reagenzglas wird das zu untersuchende Wasser mit 1 — 2 ccm verdünnter Schwefelsäure und ca. 1 ccm einer farblosen Lösung von schwefelsaurem Metaphenyldiamin versetzt. Das Eintreten einer gelben oder gelbbraunen Färbung (Bildung von Bismarckbraun) zeigt salpetrige Säure an. Bei etwas gefärbten Wässern ist es zweckmäßig, das behandelte Wasser mit unbehandeltem in einem zweiten Reagenzglas zu vergleichen.

Ammoniak, NH_3 .

In ein etwa zur Hälfte mit dem zu untersuchenden Wasser gefülltes Reagenzglas werden 3—5 Tropfen Neßlers Reagens gegeben. Eine Gelbfärbung, bei großen Mengen Ammoniak eine gelbrote Fällung, zeigen die Gegenwart von Ammoniak an.

Eine bei dieser Nachweise eventuell auftretende, durch hohe Härte bedingte weißliche Trübung ist ohne Belang. Hindert jedoch eine zu starke Fällung oder eine durch Eisen bedingte gelbliche Färbung das Erkennen der Ammoniakreaktion, so müssen die störenden Salze des Eisens, Kalks und der Magnesia vorher unschädlich gemacht werden. Dies geschieht am bequemsten durch Zufügung von etwa 10 Tropfen Seignettesalzlösung vor dem Zusatze des Neßlerschen Reagenzes.

Eine zweite Möglichkeit, den störenden Einfluß gewisser Salze zu beseitigen, ist die Ausfällung der Metalle durch Zugabe von 2 ccm durch Kochen von Ammoniak befreiter Sodanatronlauge zu etwa 100 ccm des Wassers. Nach dem Absetzen des Niederschlages prüft man die überstehende klare Flüssigkeit in der angegebenen Weise mit Neßlers Reagens.

Gelöste Gase.

Im Wasser gelöste Gase, wie Kohlensäure und Sauerstoff, die für die hygienische

Beurteilung vieler Wässer von größter Bedeutung sind, müssen, falls ihre Bestimmung erforderlich ist, sofort am Ort der Entnahme quantitativ bestimmt, bzw. die Untersuchung eingeleitet werden, da bei einer längeren Aufbewahrung und Schüttlung (Transport) die Gase mindestens zu einem Teil entweichen.

Freie Kohlensäure.

Qualitative Prüfung: Zu ca. 100 ccm des Wassers werden einige Tropfen Rosolsäurelösung zugesetzt. Tritt ein Farbumschlag der schön rotvioletten Farbe in gelb ein, so ist freie Kohlensäure vorhanden.

Quantitative Bestimmung: Falls die Vorprobe das Vorhandensein freier Kohlensäure angezeigt hat, werden 100 ccm des mit einigen Tropfen Phenolphthalein als Indikator versetzten Wassers aus einer kleinen (zum Transport geeigneten und deshalb mit zerlegbarem Gestell versehenen) Bürette solange mit

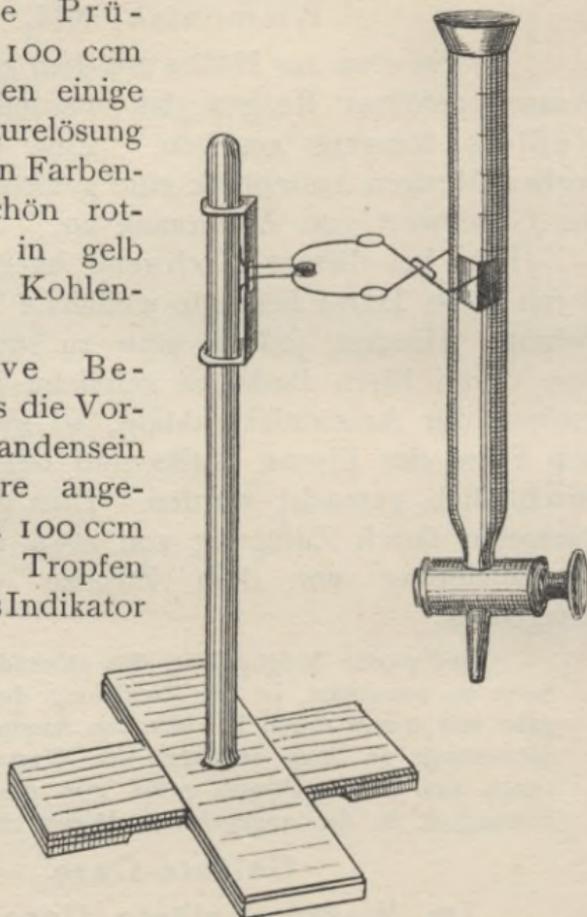
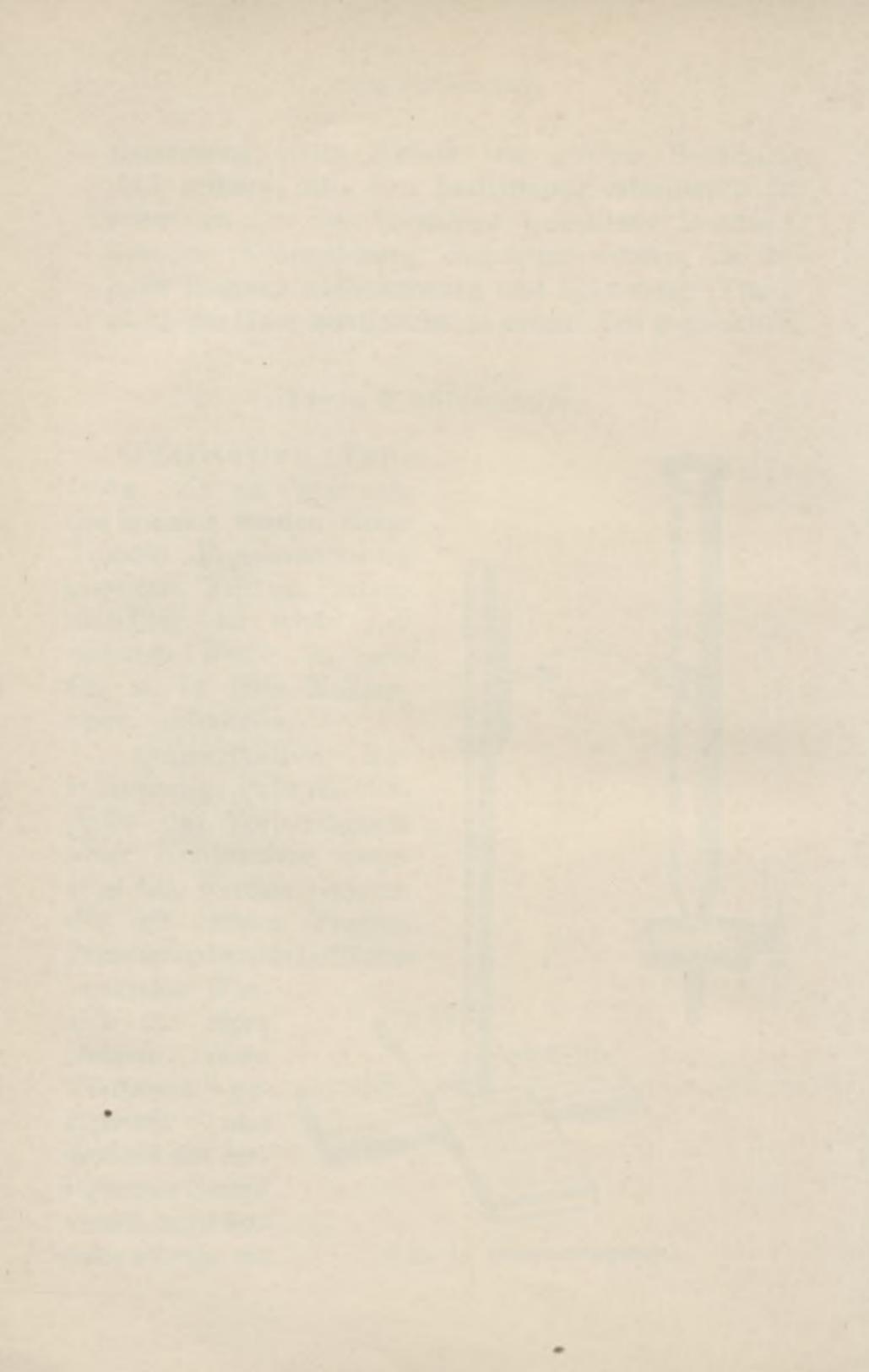


Fig. 11 (zusammengelegt).





einer empirischen Natronlauge titriert, bis eine Rotfärbung bestehen bleibt. Am zweckmäßigsten verwendet man eine Natronlauge, von der jeder verbrauchte Kubikzentimeter 1 mg Kohlensäure (CO_2) anzeigt.

Da beim Umschütteln stets etwas Kohlensäure entweicht, so wiederholt man die Titration, indem

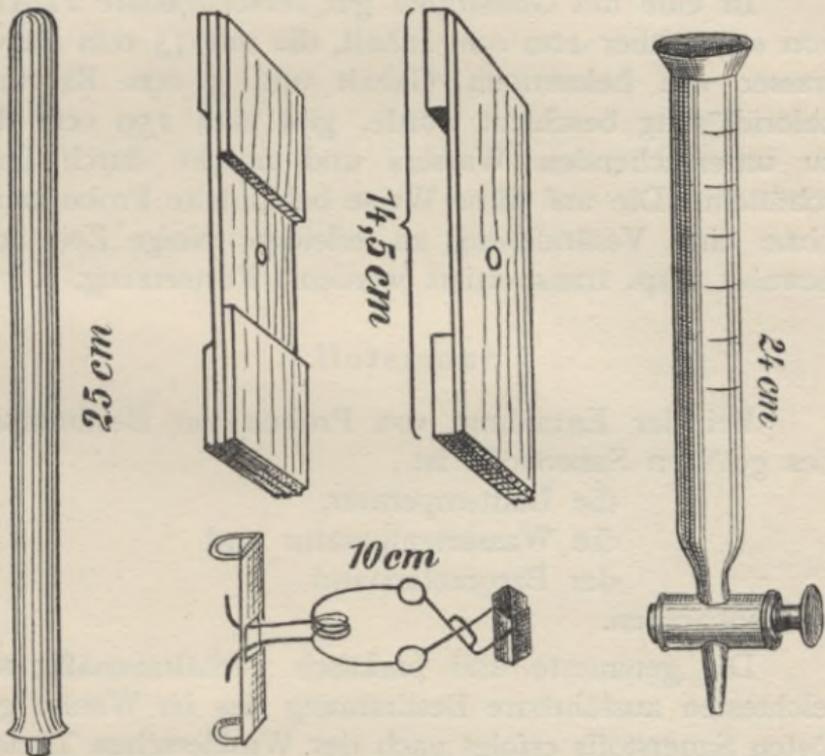


Fig. 11 (auseinandergenommen).

man die das erste Mal gebrauchte Menge Natronlauge auf einmal zugibt und dann weiter titriert, bis die Rotfärbung bestehen bleibt.

Diese Methode für die quantitative Bestimmung der im Wasser gelösten freien Kohlensäure gibt keine vollständig genauen Werte, doch genügen sie für die meisten Fälle der Praxis.

Genauere Werte werden nach einer im Prinzip von Pettenkofer angegebenen Methode erhalten, die am Entnahmeort die folgende Einleitung der Bestimmung der freien und halbgebundenen Kohlensäure erfordert:

Freie und halbgebundene Kohlensäure.

In eine mit Glasstöpsel gut verschließbare Flasche von etwas über 200 ccm Inhalt, die mit 45 ccm Barytwasser von bekanntem Gehalt und 5 ccm Baryumchloridlösung beschickt wurde, gibt man 150 ccm des zu untersuchenden Wassers und mischt durch Umschütteln. Die auf diese Weise behandelte Probe kann, ohne eine Veränderung zu erleiden, einige Zeit aufbewahrt resp. transportiert werden. Fortsetzung. S. 74.

Sauerstoff.

Bei der Entnahme von Proben zur Bestimmung des gelösten Sauerstoffs ist

die Lufttemperatur,
die Wassertemperatur und
der Barometerstand

zu beobachten.

Die genaueste und praktisch verhältnismäßig am leichtesten ausführbare Bestimmung des im Wasser gelösten Sauerstoffs erfolgt nach der Winklerschen Titrimethode. Bei Gegenwart von salpetriger Säure im Wasser liefert sie jedoch zu hohe Zahlen. Man zerstört deshalb die salpetrige Säure vor der Sauerstoffbestimmung, indem man die mit dem Wasser gefüllte Flasche mit 1 ccm einer 10prozentigen Harnstofflösung und 1 ccm 25prozentiger Schwefelsäure versetzt und verstöpselt nach Umschütteln 3 Stunden stehen läßt. Die Nitrite sind dann in Stickstoff verwandelt.

Die Sauerstoffbestimmung: In die mit Glasstößel gut verschließbare, ca. 250 ccm fassende Glasflasche, deren Inhalt genau angegeben sein muß, und die mit dem zu untersuchenden Wasser vollständig gefüllt ist (siehe S. 16 u. 17), werden mit Hilfe von sogenannten Sauerstoffpipetten¹⁾ 3 ccm jodkaliumhaltige Natronlauge und 3 ccm Manganchlorürlösung in den unteren Teil der Flasche eingeführt, so daß dadurch 6 ccm des überstehenden Wassers, aber keine zugesetzten Reagenzien aus der Flasche fließen. Der Glasstopfen wird dann so aufgesetzt, daß keine Luftblase in der Flasche bleibt. Nach tüchtigem Umschütteln und vollständigem Absetzen des gebildeten Niederschlages läßt man mit Hilfe einer Sauerstoffpipette ca. 5 ccm konzentrierte Salzsäure in derselben Weise wie vorher in den unteren Teil der Flasche fließen. Nach dem Verschließen, wobei wieder keine Luftblase im Flaschenhalse bleiben darf, löst sich der Bodensatz durch Umschütteln auf. Ist die Probe bis zu diesem Punkt behandelt worden, so kann sie, wenn man die Untersuchung nicht am Entnahmeort beenden will, ohne eine Veränderung zu erleiden, nach dem Untersuchungslaboratorium verschickt werden (Fortsetzung S. 76).

Bei stark verschmutzten Wässern (Abwässern) ist eine Korrektur notwendig, da ein Teil des wirksamen Chlors des gebildeten Manganchlorids von den Verunreinigungen des Wassers aufgenommen, infolgedessen also zu wenig Sauerstoff gefunden wird. Um diesen Verlust festzustellen, mischt man 100 ccm destilliertes Wasser und 100 ccm des zu untersuchenden Wassers je mit 100 ccm einer frisch bereiteten Manganchlorid-

1) 3 ccm fassende Pipetten, die sich nach unten verzüngen, so daß die untere Öffnung bis dicht auf den Boden der Sauerstoffflasche gesenkt werden kann.

lösung¹⁾. Nach 3 Minuten setzt man zu beiden Proben 1 g Jodkalium hinzu und bestimmt das ausgeschiedene Jod durch Titration mit $\frac{1}{100}$ Normalnatriumthiosulfatlösung. Die Differenz der beiden Titrationsen (auf 1000 ccm berechnet) muß zu dem Thiosulfatverbrauch pro Liter bei der Sauerstoffbestimmung hinzugezählt werden (siehe S. 77).

Sauerstoffzehrung.

Unter der Sauerstoffzehrung versteht man die Differenz zwischen dem Sauerstoffgehalt zur Zeit der Entnahme und dem Sauerstoffgehalt nach längerem (24, 48 oder mehrstündigem) Aufbewahren des Wassers bei 22°.

Zur Bestimmung der Sauerstoffzehrung entnimmt man gleichzeitig mit der Probe, in welcher man den Gehalt an gelöstem Sauerstoff bestimmt, auf dieselbe Weise (siehe S. 16 u. 17) eine zweite. Zu dieser zweiten Probe setzt man jedoch vorläufig keine Reagenzien, sondern verwahrt sie mit Glasstopfen gut verschlossen, vollständig gefüllt bei 22°. Je nachdem man die Sauerstoffzehrung innerhalb von 24, 48 oder mehr Stunden bestimmen will, setzt man die Reagenzien, 3 ccm jodkaliumhaltige Natronlauge und 3 ccm Manganchlorürlösung, nach 24, 48 oder mehrstündiger Aufbewahrung hinzu. Die weitere Behandlung ist dann dieselbe wie bei der Bestimmung des Sauerstoffgehalts.

1) Die Manganchloridlösung bereitet man sich, indem man 1 ccm Manganchlorürlösung und 1 ccm Natronlauge mit ca. 10 ccm dest. Wasser in einem Kolben einige Zeit schüttelt. Nach dem Hinzufügen von 10 ccm rauchender Salzsäure verdünnt man auf ungefähr 500 ccm mit destilliertem Wasser.

Schwefelwasserstoff.

Schwefelwasserstoff macht sich meist schon durch seinen äußerst unangenehmen Geruch bemerkbar. Die Nase ist das empfindlichste Reagens darauf. Wird jedoch der Geruch nach Schwefelwasserstoff durch andere Gerüche verdeckt, so zeigt ein über das Wasser gehaltener, schwach angefeuchteter Streifen von Bleipapier durch seine Braun- bzw. Schwarzfärbung Schwefelwasserstoff an.

Schweflige Säure.

Die schweflige Säure ist meist schon an ihrem Geruch (nach verbrennendem Schwefel) erkennbar. Ein frisch bereiteter Streifen von Kaliumjodatstärkepapier¹⁾ wird über dem erwärmten Wasser durch sie gebläut.

Eisen.

Bei der Entnahme von Wasser ist das darin enthaltene Eisen fast stets als Ferroverbindung (Eisenoxydulsalz) vorhanden. Erst bei längerem Stehen an der Luft werden die Ferro- zu Ferriverbindungen oxydiert, die sich in den meisten Fällen als Eisenhydroxyd abscheiden.

Ferroverbindungen: Das alkalisch gemachte Wasser wird in einem Reagenzglas mit einer wässrigen Lösung von Protocatechusäure versetzt. Eine rote Färbung zeigt Eisenoxydulverbindungen an.

Als zweites Reagens auf Ferroverbindungen kann bei Abwesenheit anderer Schwermetalle eine 10prozentige Natriumsulfidlösung benutzt werden. Die dadurch hervorgerufene gelbgrünliche Färbung ist jedoch bei geringen Mengen Eisen nicht sehr charakteristisch.

1) Ein Streifen Fließpapier wird in eine Lösung von Kaliumjodat und dann von Stärke getaucht.

Ferriverbindungen: Der empfindlichste und charakteristischste Nachweis des Eisens ist jedoch die nach der natürlichen oder künstlichen Oxydation (Glühen, Erwärmen mit chlorsaurem Kalium und Salzsäure usw.) zur Ferriverbindung durch Kaliumrhodanat in saurer Lösung hervorgerufene Rotfärbung.

B. Bestimmungen, die möglichst bald nach der Entnahme erfolgen müssen.

Die folgenden quantitativen Bestimmungen müssen bei eingehendster Untersuchung im filtrierten und unfiltrierten Wasser ausgeführt werden. Um diese zeitraubende Umständlichkeit zu vermeiden, kann man sich bei dem Wasser, das nur geringe Mengen ungelöster Bestandteile enthält (Grund- und Oberflächenwasser), auf die Bestimmungen im unfiltrierten Wasser beschränken, während man Abwasser filtriert untersucht¹⁾. Zur Gewinnung von Anhaltspunkten vergleiche man die Beispiele S. 20—29.

Kaliumpermanganatverbrauch oder Sauerstoffverbrauch.

All den vielen Methoden, die zur Bestimmung des Kaliumpermanganatverbrauchs angewendet werden, ist gemein, daß eine bestimmte Menge Kaliumpermanganat in saurer oder alkalischer Lösung auf das zu untersuchende Wasser einwirkt, und nach einiger Zeit

1) Diese Regel kann jedoch nicht allgemein angewendet werden. Es muß vielmehr stets von Fall zu Fall entschieden werden, ob eine Untersuchung im filtrierten oder unfiltrierten Wasser auszuführen ist.



das nicht verbrauchte Kaliumpermanganat ermittelt wird. Die verschiedenen Methoden unterscheiden sich nur durch die äußeren Bedingungen, unter denen die Einwirkung stattfindet, und die Dauer dieser Einwirkung.

Die nach den verschiedenen Methoden erhaltenen Zahlen sind nicht mit einander vergleichbar. Hier sei nur die folgende, bei uns in Deutschland am meisten verbreitete Methode angeführt:

100 ccm des Wassers, bei stark verschmutztem Wasser entsprechend weniger, die jedoch mit destilliertem Wasser auf 100 ccm aufzufüllen sind, werden in einem vorher mit Kaliumpermanganat ausgekochten Erlmeyerkolben mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure und einer Messerspitze ausgeglühten Bimsteinpulvers zum Sieden erhitzt. Nach Beginn des Siedens

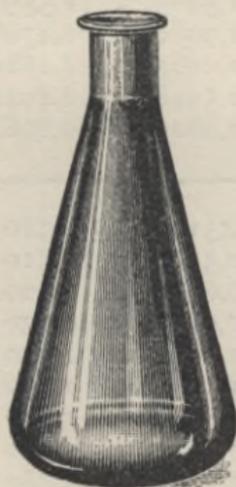


Fig. 12.

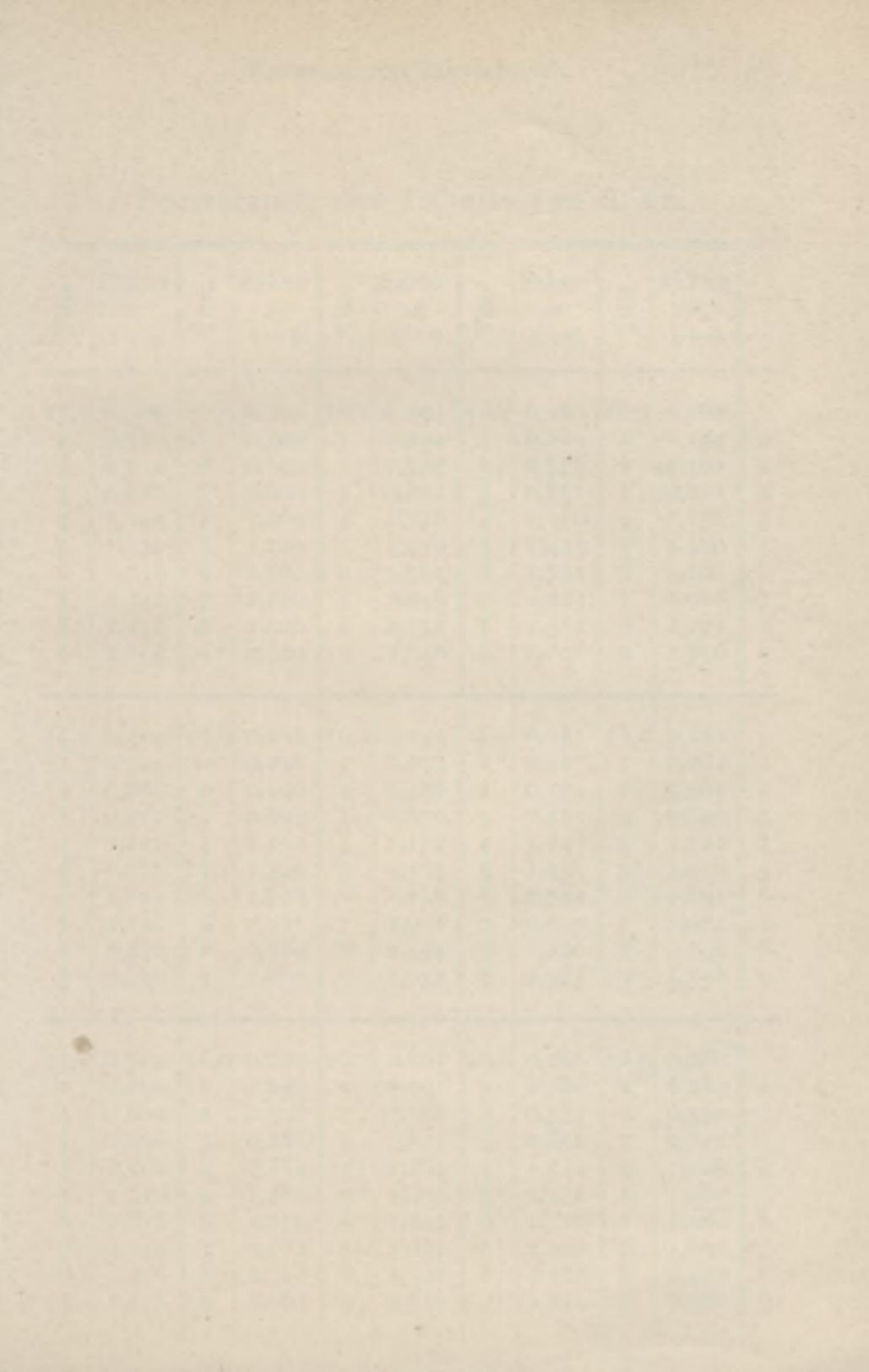
setzt man 15 ccm $\frac{1}{100}$ Normalkaliumpermanganatlösung hinzu und kocht, vom Beginn des erneuten Siedens gerechnet, 10 Minuten, wobei die Flüssigkeit nicht entfärbt werden darf. Tritt eine Entfärbung ein, so dürfen nicht 100 ccm der Probe verwendet werden, sondern weniger, z. B. 50 ccm, die aber dann mit 50 ccm destilliertem

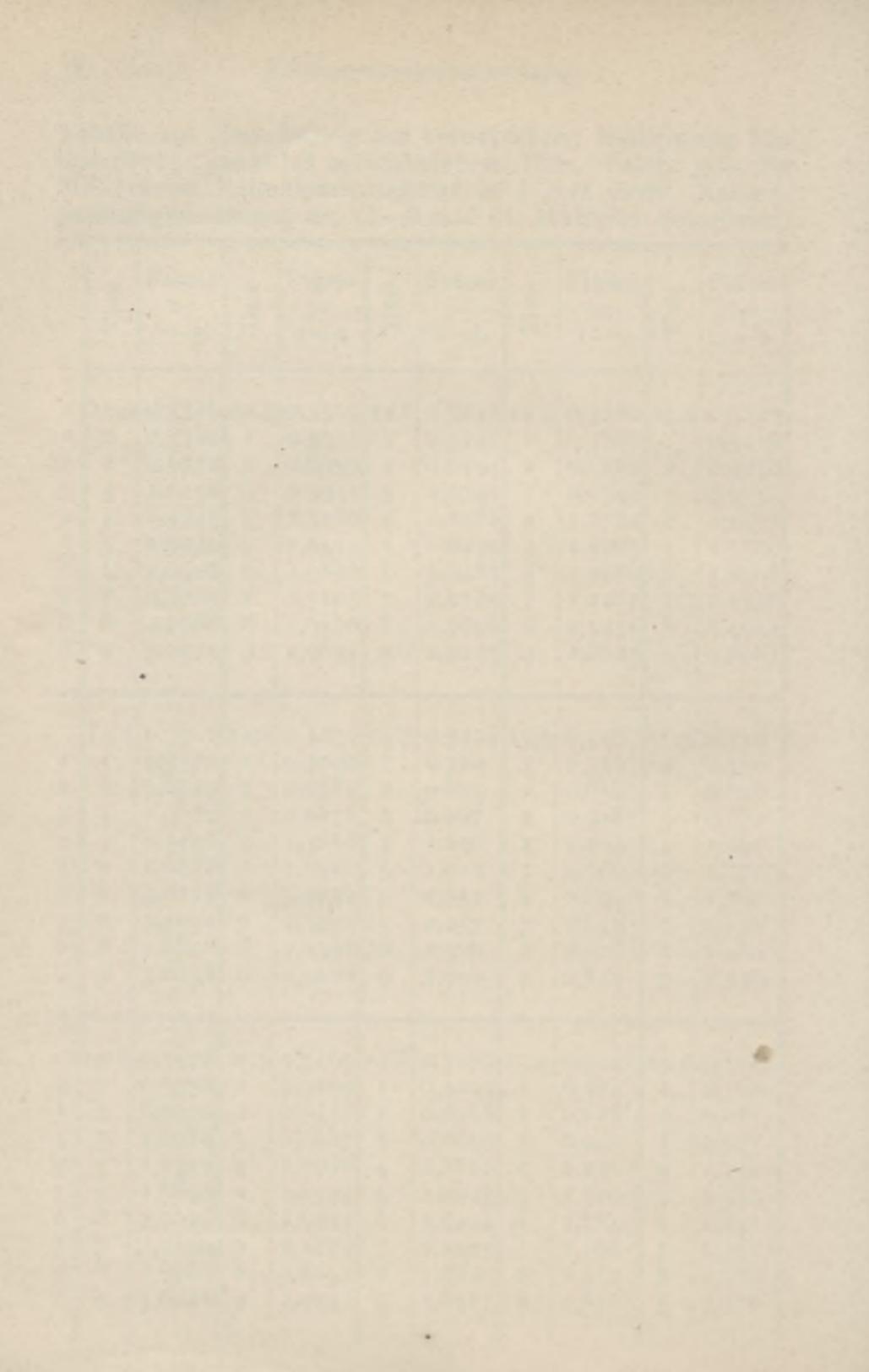
Wasser zu verdünnen sind. Zu der 10 Minuten gekochten Flüssigkeit werden 15 ccm $\frac{1}{100}$ Normaloxalsäure zugesetzt, wodurch die rote Farbe verschwindet. Nun titriert man diese entfärbte, noch heiße Flüssigkeit mit $\frac{1}{100}$ Normalkaliumpermanganatlösung, bis wieder eine schwachrote Farbe bestehen bleibt.

Die hierzu verbrauchte Anzahl Kubikzentimeter Kaliumpermanganatlösung sei α . Im Ganzen wurden

Tabelle zur Berechnung der verbrauchten Milligramm Kaliumpermanganat bei verschiedenem Titer. Faktor gibt die Milligramm Kaliumpermanganat in 1 ccm verbr. Kaliumpermanganatlösung an. (1—9 sind die Multiplen desselben.)

	Titer	Faktor × 1—9								
	14,0	0,3386	14,3	0,3315	14,6	0,3247	14,9	0,3181	15,2	0,3118
1	1	0,3386	1	0,3315	1	0,3247	1	0,3181	1	0,3118
2	2	0,6772	2	0,6630	2	0,6494	2	0,6362	2	0,6236
3	3	1,0158	3	0,9945	3	0,9741	3	0,9543	3	0,9354
4	4	1,3544	4	1,3260	4	1,2988	4	1,2724	4	1,2472
5	5	1,6930	5	1,6575	5	1,6235	5	1,5905	5	1,5590
6	6	2,0316	6	1,9890	6	1,9482	6	1,9086	6	1,8708
7	7	2,3702	7	2,3205	7	2,2729	7	2,2267	7	2,1826
8	8	2,7088	8	2,6520	8	2,5976	8	2,5448	8	2,4944
9	9	3,0474	9	2,9835	9	2,9223	9	2,8629	9	2,8062
	14,1	0,3362	14,4	0,3292	14,7	0,3224	15,0	0,316	15,3	0,310
1	1	0,3362	1	0,3292	1	0,322	1	0,316	1	0,310
2	2	0,6724	2	0,6584	2	0,645	2	0,632	2	0,620
3	3	1,0086	3	0,9876	3	0,967	3	0,948	3	0,930
4	4	1,3448	4	1,3168	4	1,290	4	1,264	4	1,240
5	5	1,6810	5	1,6460	5	1,612	5	1,580	5	1,550
6	6	2,0172	6	1,9752	6	1,934	6	1,896	6	1,860
7	7	2,3534	7	2,3044	7	2,257	7	2,212	7	2,170
8	8	2,6896	8	2,6336	8	2,579	8	2,528	8	2,480
9	9	3,0258	9	2,9628	9	2,902	9	2,844	9	2,790
	14,2	0,3338	14,5	0,3269	14,8	0,3203	15,1	0,314	15,4	0,308
1	1	0,3338	1	0,3269	1	0,3203	1	0,314	1	0,308
2	2	0,6676	2	0,6538	2	0,6406	2	0,628	2	0,616
3	3	1,0014	3	0,9807	3	0,9609	3	0,942	3	0,923
4	4	1,3352	4	1,3076	4	1,2812	4	1,256	4	1,231
5	5	1,6690	5	1,6345	5	1,6015	5	1,570	5	1,539
6	6	2,0028	6	1,9614	6	1,9218	6	1,884	6	1,847
7	7	2,3366	7	2,2883	7	2,2421	7	2,198	7	2,155
8	8	2,6704	8	2,6152	8	2,5624	8	2,512	8	2,462
9	9	3,0042	9	2,9421	9	2,8827	9	2,826	9	2,770





Fortsetzung der Tabelle von S. 46.

Titer	Faktor × 1—9									
15,5	0,306	15,8	0,300	16,1	0,294	16,4	0,289	16,7	0,284	
1	0,306	1	0,300	1	0,294	1	0,289	1	0,284	1
2	0,612	2	0,600	2	0,588	2	0,578	2	0,568	2
3	0,918	3	0,900	3	0,882	3	0,867	3	0,852	3
4	1,224	4	1,200	4	1,176	4	1,156	4	1,136	4
5	1,530	5	1,500	5	1,470	5	1,445	5	1,420	5
6	1,836	6	1,800	6	1,764	6	1,734	6	1,704	6
7	2,142	7	2,100	7	2,058	7	2,023	7	1,988	7
8	2,448	8	2,400	8	2,352	8	2,312	8	2,272	8
9	2,754	9	2,700	9	2,646	9	2,601	9	2,556	9
15,6	0,304	15,9	0,298	16,2	0,293	16,5	0,287	16,8	0,282	
1	0,304	1	0,298	1	0,293	1	0,287	1	0,282	1
2	0,608	2	0,596	2	0,586	2	0,574	2	0,564	2
3	0,912	3	0,894	3	0,879	3	0,861	3	0,846	3
4	1,216	4	1,192	4	1,172	4	1,148	4	1,128	4
5	1,520	5	1,490	5	1,465	5	1,435	5	1,410	5
6	1,824	6	1,788	6	1,758	6	1,722	6	1,692	6
7	2,128	7	2,086	7	2,051	7	2,009	7	1,974	7
8	2,432	8	2,384	8	2,344	8	2,296	8	2,256	8
9	2,736	9	2,682	9	2,637	9	2,583	9	2,538	9
15,7	0,302	16,0	0,296	16,3	0,291	16,6	0,286	16,9	0,280	
1	0,302	1	0,296	1	0,291	1	0,286	1	0,280	1
2	0,604	2	0,592	2	0,582	2	0,572	2	0,560	2
3	0,906	3	0,888	3	0,873	3	0,858	3	0,840	3
4	1,208	4	1,184	4	1,164	4	1,144	4	1,120	4
5	1,510	5	1,480	5	1,455	5	1,430	5	1,400	5
6	1,812	6	1,776	6	1,746	6	1,716	6	1,680	6
7	2,114	7	2,072	7	2,037	7	2,002	7	1,960	7
8	2,416	8	2,368	8	2,328	8	2,288	8	2,240	8
9	2,718	9	2,664	9	2,619	9	2,574	9	2,520	9

zu den 100 ccm Wasser also $(15 + a)$ ccm Kaliumpermanganatlösung zugesetzt.

Titerbestimmung der Kaliumpermanganatlösung: Da die Kaliumpermanganatlösung sich bei längerem Stehen ändert, muß des öfteren ihr Titer bestimmt werden. Dies geschieht, indem man zu der zuletzt erhaltenen heißen, schwachrot gefärbten Flüssigkeit 15 ccm $\frac{1}{100}$ Normaloxalsäure zufügt und mit der annähernd $\frac{1}{100}$ normalen Kaliumpermanganatlösung solange titriert bis die Flüssigkeit rotgefärbt bleibt. Die jetzt verbrauchte Anzahl Kubikzentimeter Permanganatlösung bezeichnet man als den Titer der Kaliumpermanganatlösung.

Beispiel für die Berechnung.

Der Titer der Permanganatlösung sei 15,3,
 a sei 2,7.

Dann wurden dem Wasser zugefügt

$$15 + 2,7 = 17,7 \text{ ccm } \frac{n}{100} \text{ Permanganatl.}$$

Die zugegebenen 15 ccm $\frac{1}{100}$ Normaloxalsäure entsprechen

$$15,3 \text{ ccm } \frac{n}{100} \text{ Permanganatl.}$$

Folglich wurden vom Wasser tatsächlich verbraucht

$$17,7 - 15,3 = 2,4 \text{ ccm } \frac{1}{100} \text{ Normalpermang.}$$

Mit Hilfe der vorstehenden Tabelle (S. 46/47) rechnet man die verbrauchten Kubikzentimeter Kaliumpermanganatlösung in Milligramm Permanganat um.

Bei Titer 15,3 findet man dort:

$$2,0 \text{ ccm} = 0,620 \text{ mg KMnO}_4$$

$$0,4 \text{ „} = 0,124 \text{ „ „}$$

$$2,4 \text{ ccm} = 0,744 \text{ mg KMnO}_4$$

100 ccm des Wassers verbrauchen demnach	0,7 mg
1000 „ „ „ „ „ „	7 mg Kaliumpermanganat.

Die organische Substanz.

Der Verbrauch eines Wassers an Kaliumpermanganat gibt¹⁾ einen Anhalt für die im Wasser vorhandene Menge organischer Substanz, jedoch nur einen ungefähren Anhalt, da auch viele anorganische Stoffe durch Kaliumpermanganat oxydiert werden, d. h. Kaliumpermanganat verbrauchen. Weil nun ferner nur der Kohlenstoff der organischen Stoffe durch Permanganat oxydiert wird, aber nicht der Stickstoff, und da das Mengenverhältnis zwischen organischem Stickstoff und organischem Kohlenstoff in jedem Wasser ein anderes ist, so hat man sich bei eingehenderen Wasseruntersuchungen bemüht, die einzelnen Bestandteile der im Wasser vorhandenen organischen Stoffe, den Kohlenstoff sowohl als auch den Stickstoff, jeden für sich zu bestimmen.

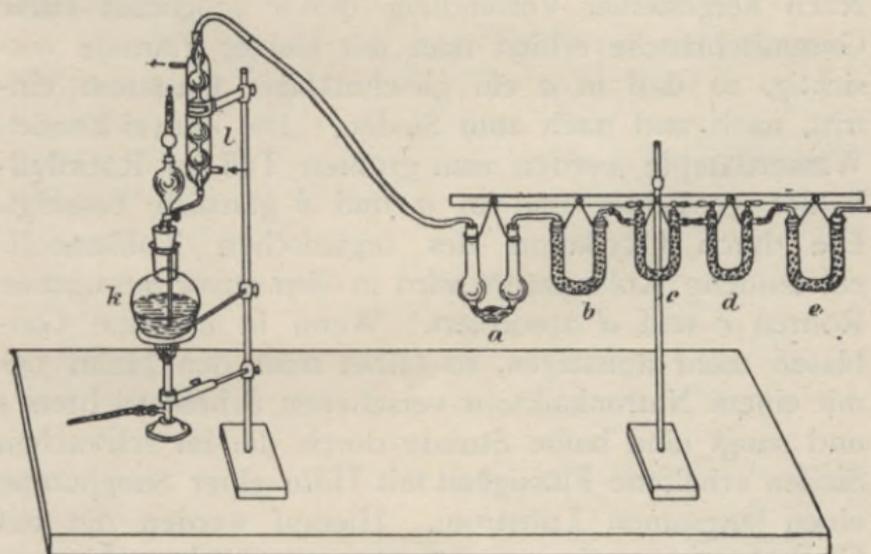


Fig. 13.

1) Ebenso wie der Glühverlust des Abdampfrückstandes.

Organischer Kohlenstoff.

1000 ccm des zu prüfenden Wassers werden in einer Porzellanschale nach dem Zusatze von 10 ccm verdünnter Schwefelsäure bis auf etwa 100 ccm eingedampft, wodurch die im Wasser vorhandene Kohlen- säure verjagt wird. Nachdem man die Flüssigkeit in einen 500 ccm Kolben *k* (siehe Figur 13) gespült hat, versetzt man sie nach dem Erkalten und dem Wägen der Röhren *c* und *d* mit 2–3 g Kaliumpermanganat und 10 ccm 20 prozentiger Merkurisulfatlösung. Hierauf wird der Rückflußkühler *l* aufgesetzt. Dieser ist mit einer Peligotschen Röhre *a* in Verbindung, die in der angedeuteten Höhe mit konz. Schwefelsäure gefüllt ist (siehe Figur 13). Die Röhre *b* enthält Chlorkalzium, *c* und *d* Natronkalk und *e* halb Natronkalk halb Chlorkalzium. Nach hergestellter Verbindung durch möglichst kurze Gummischläuche erhitzt man mit kleiner Flamme vor- sichtig, so daß in *a* ein gleichmäßiger Gasstrom ein- tritt, nach und nach zum Sieden. Die entweichenden Wasserdämpfe werden zum größten Teil im Rückfluß- kühler verdichtet und in *a* und *b* gänzlich beseitigt. Die durch Oxydation des organischen Kohlenstoffs entstandene Kohlensäure wird in den zuvor gewogenen Röhren *c* und *d* absorbiert. Wenn in *a* keine Gas- blasen mehr aufsteigen, so öffnet man den Hahn des mit einem Natronkalkrohr versehenen Scheidetrichters *t* und saugt eine halbe Stunde durch die im schwachen Sieden erhaltene Flüssigkeit mit Hilfe einer Saugpumpe einen langsamen Luftstrom. Hierauf werden die mit Glashähnen versehenen Röhren *c* und *d* geschlossen. Ihre Gewichtszunahme gibt die aus dem organischen Kohlenstoff gebildete Kohlensäure an.

Berechnung: Da in 44 Gewichtsteilen Kohlensäure 12 Gewichtsteile Kohlenstoff enthalten sind, so ist die

gefundene Menge Kohlensäure in Milligramm mit $\frac{12}{44} = \frac{3}{11}$ zu multiplizieren, um den vorhandenn organischen Kohlenstoff zu erhalten.

Organischer Stickstoff.

Unter organischem Stickstoff versteht man den in organischen Verbindungen enthaltenen Stickstoff. Zu der Ermittlung des organischen Stickstoffs müssen die Bestimmungen des

Ammoniakstickstoffs und des

Ammoniak- und organischen Stickstoffs

ausgeführt werden.

Man findet dann den organischen Stickstoff als die Differenz Ammoniak- und organischer Stickstoff vermindert um den Ammoniakstickstoff.

Ammoniakstickstoff.

Hat die qualitative Prüfung mit Neßlers Reagens das Vorhandensein einer größeren Menge Ammoniak angezeigt, so ist bei eingehenderen Untersuchungen eine quantitative Bestimmung vorzunehmen. Diese Bestimmung wird nach zwei Methoden ausgeführt, der kolorimetrischen und der Destilliermethode. Die erstere ist vor allem bei dem Vorhandensein geringerer Mengen Ammoniak zu empfehlen. Da sie jedoch bedeutend schneller auszuführen ist als die Destilliermethode, so wird sie auch bei Gegenwart größerer Mengen Ammoniak gern angewendet.

I. Kolorimetrische Methode: Zur Entfernung störender Salze werden ca. 200 ccm des Wassers mit 2 ccm Sodanatronlauge versetzt¹⁾. Nachdem der entstandene

1) Diese Ausfällung störender Salze erübrigt sich, wenn nachher in alle 100 ccm Zylinder, auch in diejenigen, welche die Vergleichslösungen enthalten, je 1 ccm Seignettesalzlösung gegeben wird.

Niederschlag sich zu Boden gesetzt hat, wird die überstehende klare Flüssigkeit abdekantiert oder abgehebert. Nach der Intensität der Gelbfärbung bei der qualitativen Vorprüfung durch Neßlers Reagens richtet sich die Menge des zur Untersuchung zu verwendenden abdekantierten Wassers (etwa 10 ccm oder mehr), ferner auch die Wahl der zu den Vergleichslösungen zu gebrauchenden verschiedenen Mengen der Ammoniumchloridlösung, von der 1 ccm = 0,05 mg Stickstoff (N) enthält. Wir nehmen z. B. 3, 4, 5 und 7 ccm.

Das durch Sodanatronlauge von störenden Salzen befreite Wasser sowohl als auch die vier Vergleichslösungen werden in graduierten 100 ccm Zylindern gleichzeitig mit 1 ccm Neßlers Reagens versetzt und mit destilliertem Wasser auf 100 ccm aufgefüllt. Nach dem Umschütteln wird nach etwa 5 Minuten die Intensität der Gelbfärbung des zu prüfenden Wassers mit der der Vergleichslösungen mit Hilfe der Hehnerschen Zylinder verglichen. Nähere Ausführung des Vergleichs siehe Einleitung S. 13.

Beispiel für die Berechnung.

I. Von der zu untersuchenden Lösung wurde beim Farbenvergleich abgelassen.

Die Farbe von 60 ccm der zu untersuchenden Lösung sei gleich der von 100 ccm der Vergleichslösung mit 4 ccm Ammoniumchloridlösung, d. h. 0,2 mg Stickstoff (N) gewesen.

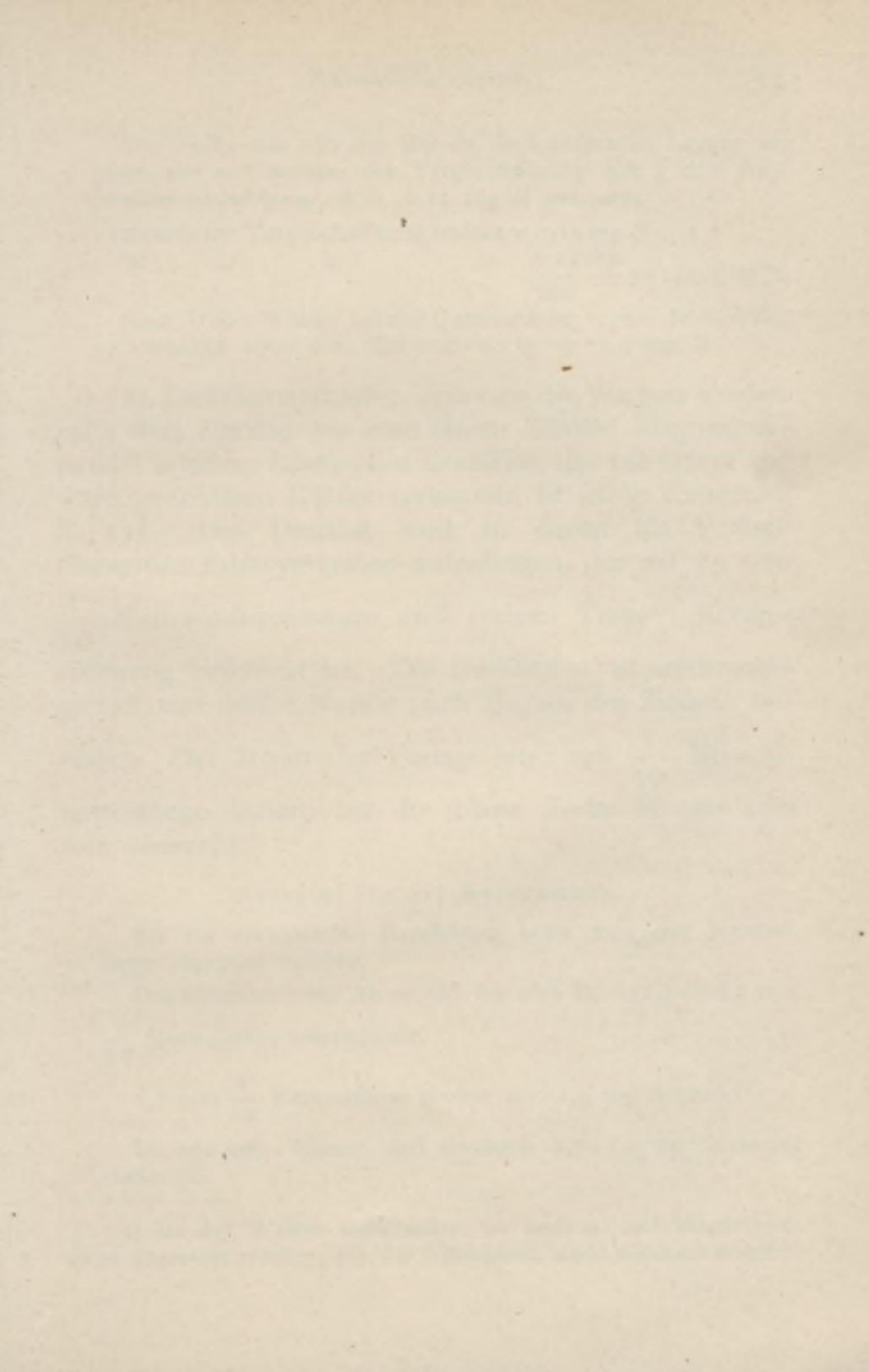
60 ccm der zu untersuchenden Lösung enthalten dann also
0,2 mg Stickstoff,

100 ccm der zu untersuchenden Lösung enthalten dann also

$$\frac{0,2 \cdot 100}{60} \text{ mg} = 0,33 \dots \text{ mg Stickstoff.}$$

Sind 10 ccm Wasser bei der Untersuchung verwendet worden, so enthalten 1000 ccm also $100 \cdot 0,333 \dots$ mg Stickstoff, d. h. 33,3 mg Stickstoff.

II. Von der Vergleichslösung wurde beim Farbenvergleich abgelassen.



Die Farbe von 100 ccm der zu untersuchenden Lösung sei gleich der von 90 ccm der Vergleichslösung mit 3 ccm Ammoniumchloridlösung, d. h. 0,15 mg N gewesen.

100 ccm der Vergleichslösung enthalten 0,15 mg N

$$90 \text{ „ „ „ „ } \frac{0,15 \cdot 90}{100} = 0,135 \text{ mg N}$$

Sind 10 ccm Wasser bei der Untersuchung verwendet worden, so enthalten 1000 ccm also $100 \cdot 0,135 = 13,5 \text{ mg N}$.

II. Destilliermethode: 200 ccm des Wassers werden nach dem Zusatze von etwa einem Eßlöffel Magnesiumoxyd¹⁾ in einem Literkolben destilliert, der mit einem abwärts gerichteten Kühler verbunden ist (siehe Einleitung S. 11). Das Destillat wird in einem als Vorlage dienenden Erlmeyerkolben aufgefangen, der mit 25 ccm $\frac{1}{10}$ Normalschwefelsäure und einigen Tropfen Kongo-rotlösung beschickt ist. Die Destillation ist erfahrungsgemäß eine halbe Stunde nach Beginn des Siedens beendet. Der Inhalt der Vorlage wird mit $\frac{1}{10}$ Normalnatronlauge titriert, bis die blaue Farbe in eine rein rote übergeht.

Beispiel für die Berechnung.

Bis zur eintretenden Rotfärbung seien 22,3 ccm Normal-lauge zugesetzt worden.

Das überdestillierte Ammoniak hat also $25 - 22,3 = 2,7 \text{ ccm}$ $\frac{1}{10}$ Normalsäure neutralisiert.

2,7 ccm $\frac{1}{10}$ Normalsäure binden $2,7 \cdot 1,4 \text{ mg}$ Stickstoff.

In 200 ccm Wasser sind demnach $2,7 \cdot 1,4 \text{ mg}$ Stickstoff enthalten.

1) Ist das Wasser stark sauer, so muß so viel Magnesiumoxyd zugesetzt werden, bis die Flüssigkeit stark alkalisch reagiert.

In 1000 ccm Wasser sind demnach $2,7 \cdot 7$ mg Stickstoff enthalten, d. h. **18,9 mg N.**

Da es nur schwer möglich ist, alle Reagenzien frei von Spuren Ammoniak zu halten, so ist zur Erzielung einer größeren Genauigkeit gleichzeitig mit der vorigen eine sogenannte Kontrollbestimmung auszuführen. Bei dieser werden 200 ccm destilliertes Wasser auf dieselbe Weise mit Magnesiumoxyd destilliert wie vorher das zu untersuchende Wasser. Die mit Kongorot ver-

setzten 25 ccm $\frac{1}{10}$ Normalschwefelsäure der Vorlage

werden wieder mit $\frac{1}{10}$ Normalnatronlauge titriert.

Beispiel für die Berechnung der Kontrollbestimmung.

Sind zur Rotfärbung nicht 25 ccm der Lauge erforderlich, sondern weniger, z. B. 24,3, so ist $25 - 24,3 = 0,7$ von dem vorher gefundenen Resultate abzuziehen. Bei dem angeführten Beispiel also $2,7 - 0,7 = 2,0$ ccm $\frac{1}{10}$ Normal-säure, d. h. nach obiger Rechnung, sind im Liter $2,0 \cdot 7 = 14,0$ mg N.

Ammoniak- und organischer Stickstoff.

Nach Kjeldhal.

Der bei dieser Bestimmung einzuschlagende Weg richtet sich zunächst danach, ob die qualitative Untersuchung das Vorhandensein von Nitraten oder Nitriten angezeigt hat oder nicht.

I. Nitrate oder Nitrite sind nicht oder nur in Spuren vorhanden, d. h. der Gesamtstickstoff besteht nur aus Ammoniak- und organischem Stickstoff.

200 ccm des Wassers werden in einem Literkolben aus Jenenser Glas mit 20 ccm konz. Schwefelsäure und einem Tropfen Quecksilber unter dem Ab-

zuge (schräg gestellt, siehe nebenstehende Figur) solange gekocht, bis aller organischer Stickstoff in Ammoniak

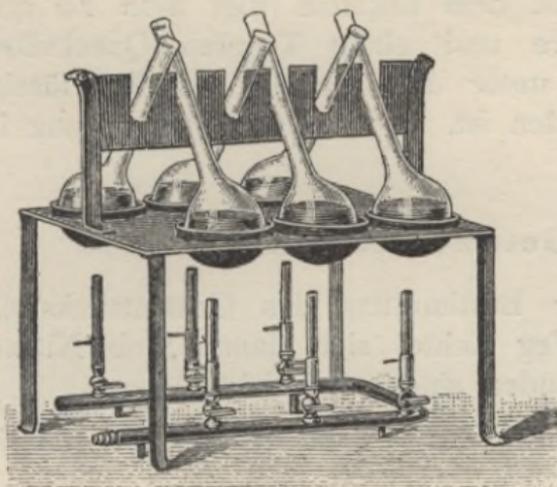


Fig. 14.

übergeführt worden ist, wobei die Flüssigkeit vollständig klar und farblos bzw. schwach gelblich werden muß. Dauer etwa zwei Stunden. Die hierbei bis auf etwa 10-20 ccm eingedampfte Flüssigkeit wird nach dem Erkalten mit

200 ccm destilliertem Wasser verdünnt. Nach dem Zusatze von einigen Körnchen granuliertem Zink, 25 ccm Kaliumsulfidlösung und 75 ccm 33 proz. Natronlauge (die Flüssigkeit muß nun alkalisch reagieren) wird das entbundene Ammoniak überdestilliert und in derselben Weise aufgefangen und titriert, wie bei der Bestimmung des Ammoniakstickstoffs nach der Destillationsmethode beschrieben ist. Die Berechnung ist dieselbe wie dort (siehe S. 53).

II. Nitrate oder Nitrite sind vorhanden.

In diesem Falle müssen zur Bestimmung des Ammoniak- und organischen Stickstoffs die Nitrate und Nitrite erst aus der Flüssigkeit verjagt werden. Dies geschieht auf folgende Weise:

200 ccm des Wassers werden in einem Literkolben aus Jenenser Glas mit 10 ccm verdünnter

Schwefelsäure, einer Messerspitze Natriumbisulfit und einigen Tropfen Eisenchloridlösung bis auf etwa 15 ccm eingedampft. Nach dem Erkalten fügt man 20 ccm konz. Schwefelsäure und einen Tropfen Quecksilber hinzu und kocht unter dem Abzuge, bis die Flüssigkeit farblos geworden ist. Die weitere Behandlung ist nun wie bei I.

Gesamtstickstoff.

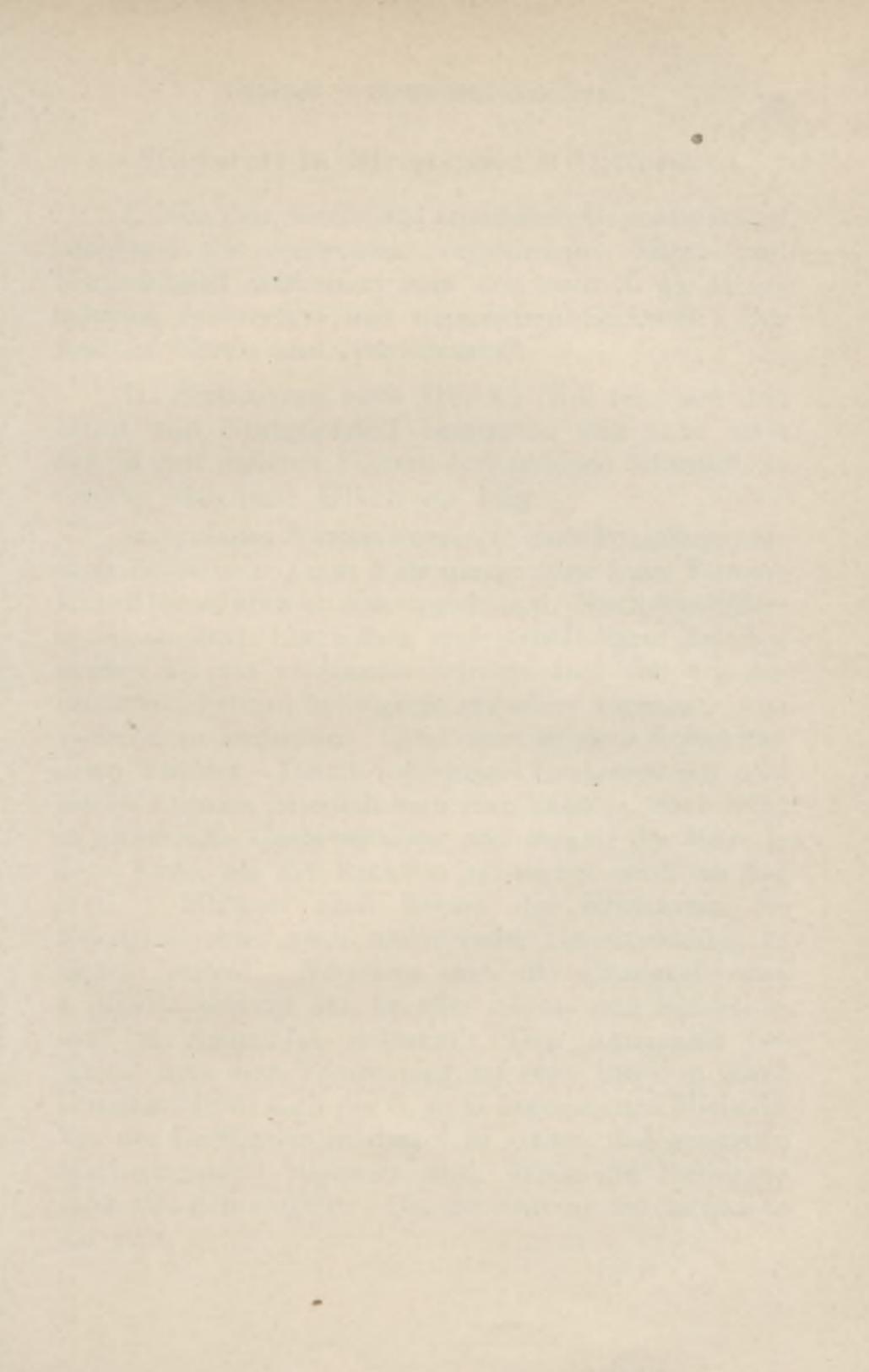
Der bei der Bestimmung des Gesamtstickstoffs einzuschlagende Weg richtet sich danach, ob Nitrate oder Nitrite vorhanden sind oder nicht.

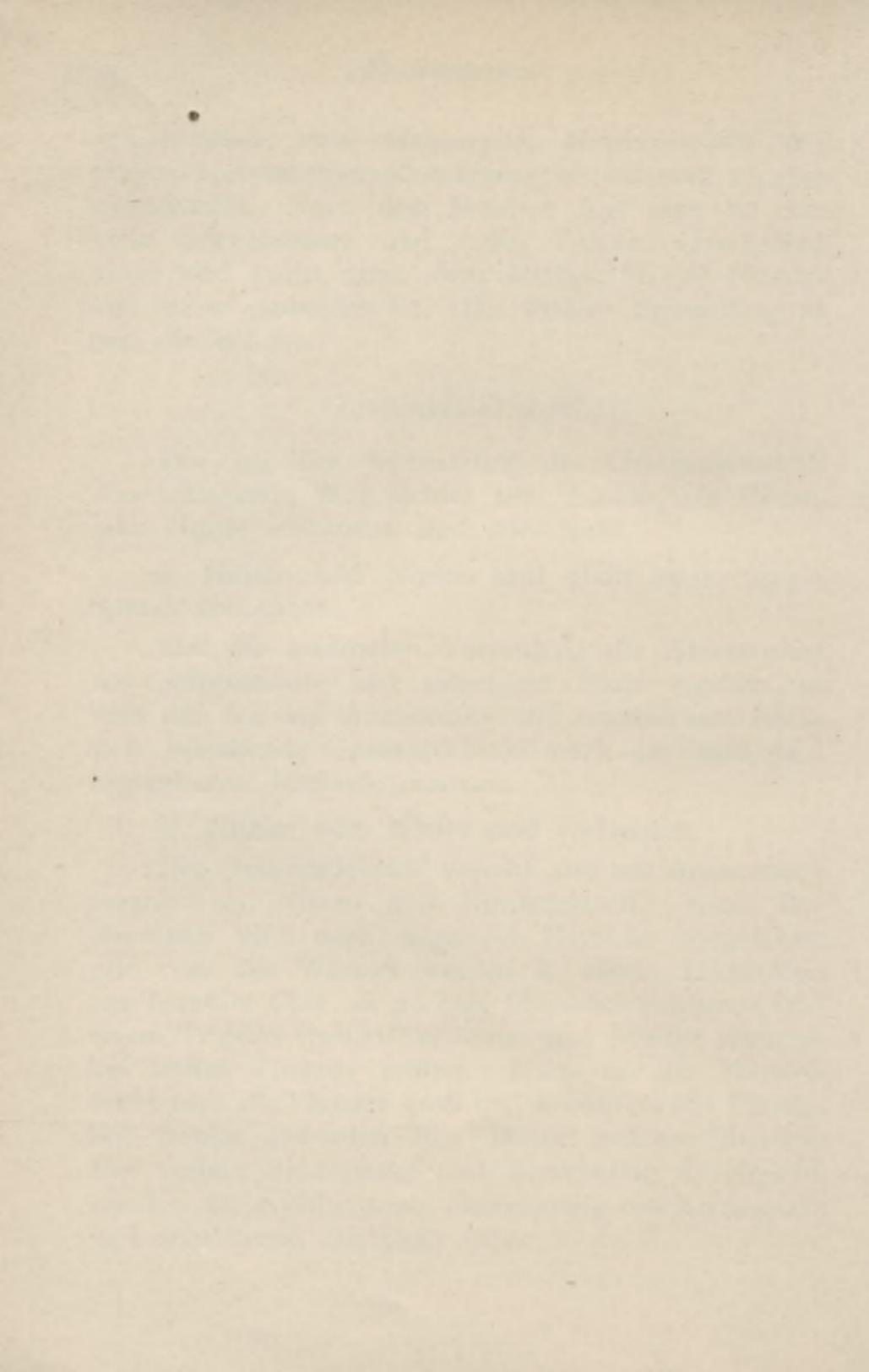
I. Nitrate und Nitrite sind nicht oder nur in Spuren vorhanden.

Hat die qualitative Vorprüfung die Abwesenheit von Salpetersäure und salpetriger Säure ergeben, so wird der nur aus Ammoniak- und organischem Stickstoff bestehende Gesamtstickstoff nach der Seite 54 I angegebenen Methode ermittelt.

II. Nitrate oder Nitrite sind vorhanden.

Der Gesamtstickstoff besteht also aus Ammoniak-, organischem, Nitrat- und Nitritstickstoff. Seine Bestimmung wird nach folgender Methode ausgeführt: 200 ccm des Wassers werden in einem Literkolben aus Jenenser Glas mit 20 ccm Phenolschwefelsäure und einem Tropfen Quecksilber unter dem Abzuge zunächst bei kleiner Flamme erhitzt. Nach ca. 10 Minuten dreht man die Flamme groß und kocht, bis die Flüssigkeit farblos geworden ist. Dauer mehrere Stunden. Die weitere Behandlung und Berechnung ist dieselbe wie bei der Kjeldhalschen Bestimmung des Ammoniak- und organischen Stickstoffs (siehe S. 54 I).





Stickstoff in Nitrat- und Nitritform.

I. Von dem vorstehend ermittelten Gesamtstickstoff bestehend aus Ammoniak-, organischem, Nitrat- und Nitritstickstoff subtrahiert man den nach S. 55 II erhaltenen Ammoniak- und organischen Stickstoff. Der Rest ist Nitrat- und Nitritstickstoff.

II. Bestimmung nach Ulsch: Will man nur den Nitrat und Nitritstickstoff bestimmen und nicht auch den in den anderen Formen vorhandenen Stickstoff, so verfährt man nach Ulsch wie folgt:

500 ccm des Wassers werden in einer Porzellanschale nach Zusatz von 1 ccm Natronlauge über freier Flamme schnell bis auf etwa 50 ccm eingedampft. Nach dem Überspülen in einen Literkolben und vollständigem Erkalten werden 15 ccm verdünnter Schwefelsäure und 5 g des käuflichen Ferrum hydrogenio reductum zugesetzt. Um Verluste zu vermeiden, hängt man in den Kolbenhals einen Trichter. Durch vorsichtiges Erwärmen mit sehr kleiner Flamme unterhält man eine lebhafte, doch nicht zu stürmische Gasentwicklung und steigert die Hitze in dem Maße, als die Reaktion schwächer wird, so daß etwa 5 Minuten nach Beginn des Erwärmens die Flüssigkeit unter noch andauernder Gasentwicklung zu sieden beginnt. Nachdem man die Flüssigkeit etwa 1 Minute gekocht hat, ist aller Nitrat- und Nitritstickstoff zu Ammoniak reduziert. Den Ammoniak bestimmt man nach Verdünnung auf etwa 300 ccm durch Überdestillieren nach der S. 53 II angegebenen Methode. Vor der Destillation ist darauf zu achten, daß genügend Magnesiumoxyd zugesetzt wird, damit die Flüssigkeit stark alkalisch reagiert. Die Berechnung ist die gleiche wie dort.

Salpetrige Säure.

Durch die soeben behandelten Methoden wird der Nitrat- und Nitritstickstoff freilich nur zusammen gefunden. Da die angegebenen Methoden jedoch in der Praxis leicht auszuführen sind und überdies die vorhandene Nitritmenge eines Wassers stets äußerst gering ist, so begnügt man sich häufig mit den durch sie ermittelten Zahlen. Für eingehende Wasseruntersuchungen sei hier noch auf eine Bestimmung hingewiesen, die die salpetrige Säure für sich allein ergibt.

Quantitative Bestimmung: Hat die qualitative Vorprüfung das Vorhandensein von salpetriger Säure ergeben, so werden 100 ccm des zu prüfenden Wassers in einem 100 ccm Glaszylinder mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure und 1 ccm Metaphenylendiaminlösung versetzt¹⁾. Erscheint bei dem Umrühren mit einem Glasstab sofort eine rote Färbung, so ist der Versuch mit 50, 20 oder 10 ccm des Wassers, welche man zuvor mit dest. Wasser auf 100 ccm verdünnt hat, zu wiederholen. Die Verdünnung ist genügend, wenn erst nach ein bis zwei Minuten eine deutliche Reaktion eintritt. Möglichst gleichzeitig mit dieser Lösung stellt man sich die Vergleichslösungen dar. Je 0,1, 0,2, 0,4 und 0,7 ccm der Nitritlösung, von der 1 ccm 0,01 mg N enthält, werden in vier 100 ccm Glaszylindern mit destilliertem Wasser bis zur Marke aufgefüllt und mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure sowie 1 ccm Metaphenylendiaminlösung versetzt.

1) Gefärbte Wässer müssen vorher entfärbt werden. Es geschieht dies durch Zusatz einiger Tropfen Alaunlösung und darauffolgend 3 ccm Sodanatronlauge zu etwa 200 ccm Wasser. Nach dem Absetzen des gebildeten Niederschlages verwendet man die überstehende klare Flüssigkeit.

und während des Erwärmens durchgeleitet wird¹⁾. Der langsame Gasstrom wird durch einen mit 50 ccm $\frac{1}{10}$ Normaljodlösung²⁾ beschickten Erlmeyerkolben als Vorlage geleitet, wo das Schwefelwasserstoffgas durch Jod oxydiert wird. Nach halbstündigem Kochen ist das Austreiben des Schwefelwasserstoffs beendet. Die Menge des verbrauchten Jods wird durch Titration mit $\frac{1}{10}$ Normalnatriumthiosulfatlösung bestimmt.

Beispiel für die Berechnung.

Nach dem Einleiten des Schwefelwasserstoffs in 50 ccm $\frac{1}{10}$ Normaljodlösung wurden zur Rücktitration 35,5 ccm $\frac{1}{10}$ Natriumthiosulfatlösung verbraucht.

Die $50 - 35,5 = 14,5$ ccm verbrauchter Jodlösung haben $14,5 \cdot 1,7 = 24,7$ mg Schwefelwasserstoff (H_2S) gebunden, da das Äquivalentgewicht des Schwefelwasserstoffs 17 ist.

In 1000 ccm Wasser sind also $24,7 \cdot 5 = 123,5$ mg H_2S .

Schweflige Säure.

Hat die qualitative Vorprüfung das Vorhandensein von schwefliger Säure angezeigt, so werden bei Abwesenheit von Schwefelwasserstoff 200 ccm des Wassers genau unter denselben Bedingungen destilliert

1) Soll auch der gebundene Schwefelwasserstoff bestimmt werden, so ist das Wasser mit verdünnter Salzsäure vor der Destillation anzusäuern.

2) Wird die Flüssigkeit der Vorlage beim Hindurchleiten des Gases entfärbt, so muß eine größere Anzahl Kubikzentimeter $\frac{1}{10}$ Normaljodlösung verwendet werden.

wie vorher beim Schwefelwasserstoff angegeben ist¹⁾. Die in der Vorlage befindliche Jodlösung wird nach der Absorption der schwefligen Säure in ein Becherglas gespült und solange erhitzt bis fast alles Jod sich verflüchtigt hat. Die schweflige Säure ist dann zu Schwefelsäure oxydiert, die nach der S. 82 angegebenen Methode bestimmt wird.

Berechnung: Aus dem gefundenen Bariumsulfat wird die vorhandene schweflige Säure berechnet durch Multiplikation mit 0,27414.

Ungelöste Bestandteile.

a) Gesamtmenge: Die Menge der ungelösten Stoffe eines Wassers wird dadurch bestimmt, daß 200 ccm des Wassers, in einem 200 ccm Kölbchen abgemessen, durch einen mit ausgewaschenem Asbest beschickten, geglühten und gewogenen Porzellan-Goochtiiegel (siehe Einleitung S. 10) mit Hilfe einer Saugpumpe filtriert werden. Vor jedem Neuauffüllen des Goochtiiegels muß das Wasser mit dem Bodensatz tüchtig umgeschüttelt werden, weil ein Nachspülen des Kölbchens mit destilliertem Wasser zu vermeiden ist. Nach einstündigem Trocknen im Trockenschrank bei 100⁰ wird der Tiegel gewogen. Die Gewichtszunahme gibt die Gesamtmenge der ungelösten Bestandteile in 200 ccm Wasser an.

b) Glühverlust: Durch 10 Minuten langes Glühen des Goochtiiegels mit den Gesamtschwebstoffen bis zur schwachen Rotglut und nachheriges Wägen erhält man

1) Soll auch die gebundene schweflige Säure bestimmt werden, so ist das Wasser vor der Destillation mit verdünnter Salzsäure anzusäuern.

die flüchtigen, zum größten Teil organischen Schwebestoffe als den Gewichtsverlust, den der Goochtiiegel beim Glühen erleidet.

c) Glührückstand: Der Glührückstand ist die Differenz zwischen der Gesamtmenge der Schwebestoffe und ihrem Glühverlust.

Beispiel für die Berechnung.

a) Goochtiiegel + ungelöste Bestandteile . . .	= 38,2754 g
Goochtiiegel	= 38,2673 „
<hr/>	
Gesamtmenge der ungel. Bestandteile in 200 ccm	= 0,0081 g
In 1000 ccm des Wassers also	41 mg.
b) Goochtiiegel + ungelöste Bestandteile . .	= 38,2754 g
Nach dem Glühen	= 38,2728 „
<hr/>	
Glühverlust der ungel. Bestandteile in 200 ccm	
Wasser	= 0,0026 g
In 1000 ccm Wasser also	13 mg.
c) Gesamtmenge der ungelösten Bestandteile . . .	41 mg
Glühverlust „ „ „ „ . . .	13 „
<hr/>	
Glührückstand der ungelösten Bestandteile	28 mg

Das Volumen der ungelösten Bestandteile.

Da das Volumen der ungelösten Bestandteile in der Abwasserpraxis von größerem Wert ist als das Gewicht der bei 100° getrockneten Schwebestoffe, so wendet man in neuerer Zeit der Volumenbestimmung erhöhte Aufmerksamkeit zu.

In einem Zentrifugenröhrchen, dessen Konstruktion aus umstehender Figur 15 ersichtlich ist, werden 50 ccm des Abwassers 3 Minuten zentrifugiert. Das Volumen der ausgeschleuderten Stoffe liest man hierauf an der Teilung des Röhrchens ab. Falls es zu klein für seine genaue Bestimmung ist, kann man, ohne einen Verlust an ungelösten Abwasserbestandteilen befürchten zu

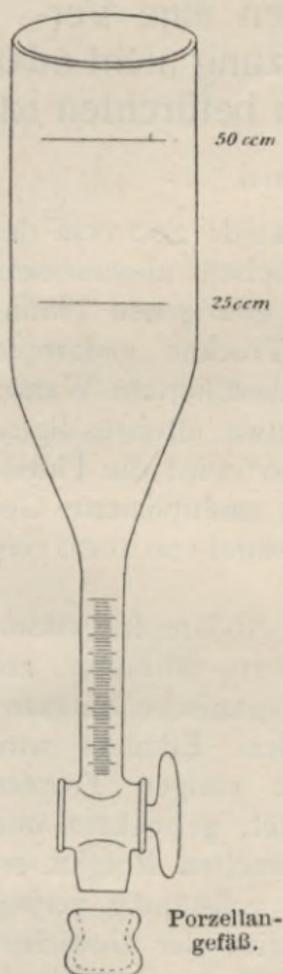


Fig. 15.

müssen, das überstehende klare Wasser abgießen, von neuem 50 ccm Abwasser auffüllen und wiederum zentrifugieren, bis die erhaltene Schlammmenge groß genug erscheint.

Zur Bestimmung des Wassergehalts der ausgeschleuderten Stoffe (und auch ihres Gewichts mit Wasser und bei 100° getrocknet) wird nach dem Abhebern des Wassers das gewogene kleine Porzellangefäß für die Aufnahme der Schlammstoffe angesetzt, der Glashahn geöffnet und Röhrchen mit Ansatz kurz zentrifugiert, bis sich alle Schlammstoffe im Ansatzgefäß befinden. Durch Wägen des Gefäßes mit Inhalt, Trocknen bei 100° und nochmaliges Wägen erhält man den Gehalt des Schlammes an Wasser und festen Bestandteilen. Durch Glühen des Ansatzgefäßes mit den ausgeschleuderten Stoffen können auch noch die flüchtigen Bestandteile bestimmt werden.

C. Bestimmungen, bei denen eine Veränderung in der Zusammensetzung nicht oder nur in sehr geringem Maße zu befürchten ist.

Abdampfrückstand.

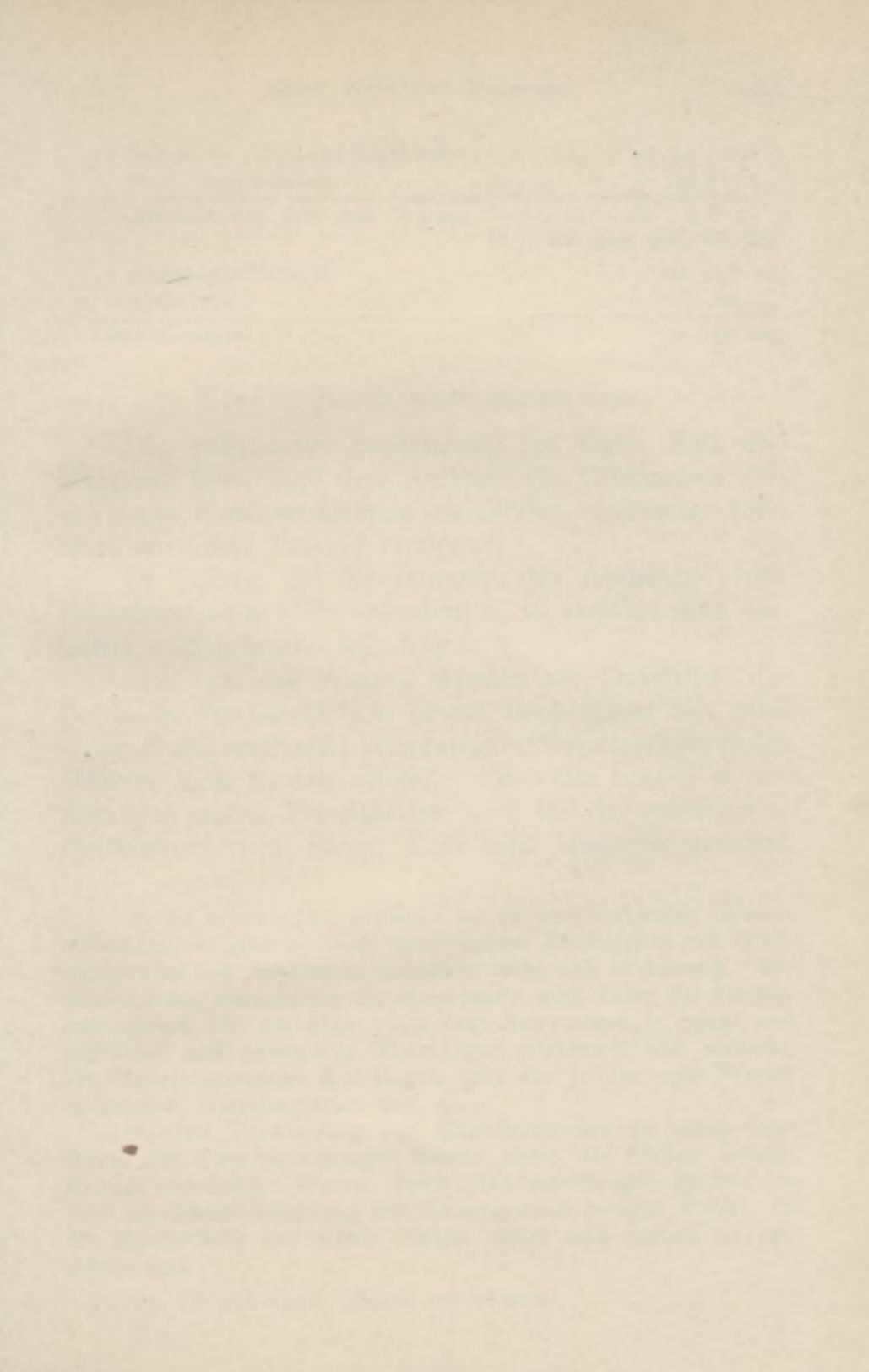
a) Gesamtabdampfrückstand: 200 ccm des Wassers, in einem 200 ccm Kölbchen abgemessen, werden in einer ausgeglühten und gewogenen Platinschale auf dem Wasserbade zur Trockne gedampft, wobei das Kölbchen 2—3 mal mit destilliertem Wasser nachgespült werden muß. Nach etwa dreistündigem Trocknen im Trockenschrank bei 100° wird die Platinschale wieder gewogen. Ihre mit 5 multiplizierte Gewichtszunahme gibt den Abdampfrückstand von 1000 ccm des Wassers an.

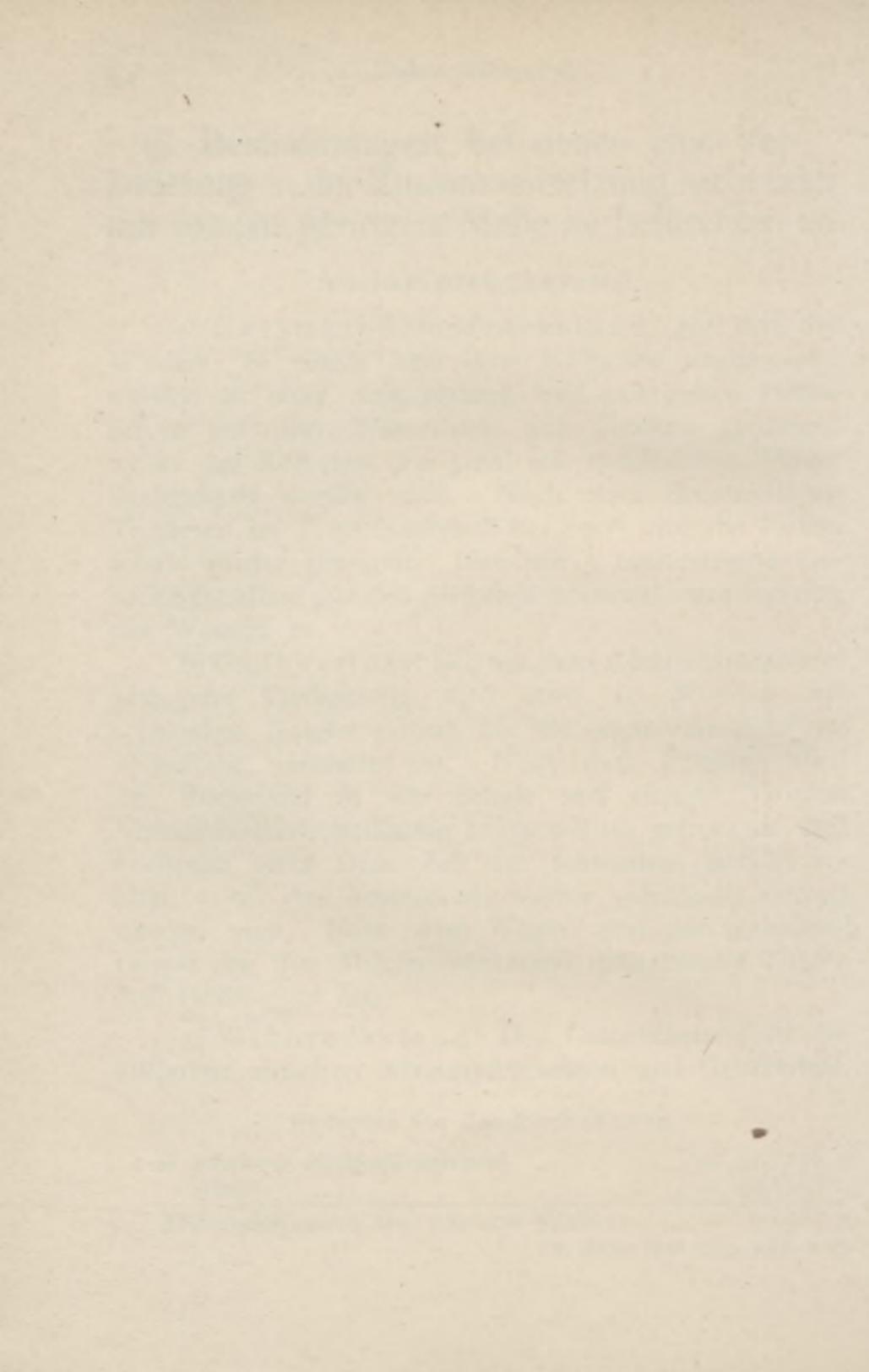
b) Glühverlust: Die mit dem Abdampfrückstand gewogene Platinschale wird etwa 10 Minuten zur schwachen Rotglut erhitzt, bis die organische Substanz vollständig verbrannt ist. Nach dem Erkalten wird der Rückstand in der Schale mit einigen Tropfen Ammoniumkarbonatlösung angefeuchtet, getrocknet und nochmals ganz kurze Zeit zur schwachen Rotglut erhitzt, wobei das Ammonsalz wieder vollständig verjagt werden muß. Nach dem Wägen gibt der Gewichtsverlust der den Abdampfrückstand enthaltenden Schale den Glühverlust an.

c) Glührückstand: Der Glührückstand ist die Differenz zwischen Abdampfrückstand und Glühverlust.

Beispiel für die Berechnung.

a) Schale + Abdampfrückstand	=	42,7238 g
Schale	=	42,6723 „
<hr/>		
Abdampfrückstand von 200 ccm Wasser	=	0,0515 g
In 1000 ccm also	=	258 mg.





b) Schale + Abdampfrückstand	= 42,7238 g
Nach dem Glühen	= 42,7102 „
<hr/>	
Glühverlust von 200 ccm Wasser	= 0,0136 g
	In 1000 ccm also 68 mg.
c) Abdampfrückstand	= 258 mg
Glühverlust	= 68 „
<hr/>	
Glührückstand	= 190 mg.

Eisen, Kalk und Magnesia.

Die quantitative Bestimmung von Eisen, Kalk und Magnesia kann nach dem Auflösen des Glührückstandes in einigen Kubikzentimetern eisenfreier, verdünnter Salzsäure in dieser Lösung erfolgen¹⁾.

Ist jedoch die Bestimmung des Abdampf- bzw. Glührückstandes nicht erforderlich, so verfährt man einfacher und schneller wie folgt:

200 ccm des Wassers werden zur Oxydation der Ferro- zu Ferrisalzen²⁾ in einem Becherglase mit etwa einem Kubikzentimeter konzentrierter Salpetersäure einige Minuten zum Sieden erhitzt. Eine der beiden so erhaltenen sauren Flüssigkeiten wird für die quantitative Bestimmung von Eisen, Kalk und Magnesia benutzt.

1) Ist Kieselsäure (SiO_2) im zu untersuchenden Wasser vorhanden, so geht sie nach wiederholtem Eindampfen des Glührückstandes mit verdünnter Salzsäure nicht in Lösung. Zur quantitativen Bestimmung der Kieselsäure wird daher die Flüssigkeit filtriert und das Filter nach dem Auswaschen in einem ausgeglühten und gewogenen Platintiegel getrocknet und verascht. Die Gewichtszunahme des Tiegels gibt die in 200 ccm Wasser vorhandene Kieselsäure als SiO_2 an.

2) Bei Verwendung des Glührückstandes ist diese Oxydation der Ferroverbindungen bereits durch das Glühen erfolgt. Ist das eisenhaltige Wasser durch Huminstoffe gelb gefärbt, so muß zur Eisenbestimmung der Glührückstand benutzt werden, da die Huminstoffe nur durch Glühen sicher und schnell zu zerstören sind.

Eisen.

Zu der zum Sieden erhitzten sauren Lösung setzt man Ammoniak hinzu, bis ein hineingeworfenes Stückchen Lackmuspapier die alkalische Reaktion der Flüssigkeit anzeigt. Man erhitzt, bis nur noch ein schwacher Geruch nach Ammoniak wahrnehmbar ist. Der entstehende, oft kaum wahrnehmbare, rotbraunflockige Niederschlag von Eisenhydroxyd¹⁾ wird auf ein Filter gebracht und mit heißem Wasser ausgewaschen. (Das Filtrat nebst Waschwasser wird zur weiteren Kalk- und Magnesiabestimmung benutzt.) Die Bestimmung des Eisens geschieht nach kolorimetrischer Methode. Der auf dem Filter befindliche, noch feuchte Niederschlag muß nach dem Aufsetzen des Trichters auf einen 100 ccm-Zylinder mit 2 ccm verdünnter Salzsäure angefeuchtet, das Filter darauf mit heißem Wasser ausgewaschen werden. Nach dem Erkalten des im Zylinder befindlichen Filtrats werden in fünf weiteren 100 ccm-Zylindern die Vergleichslösungen hergestellt, indem man darin 0,5, 1, 2, 4 und 7 ccm Eisensalzlösung (1 ccm = 0,1 mg Fe_2O_3) mit je 2 ccm verdünnter Salzsäure versetzt. Nachdem in jeden der sechs Zylinder noch 1 ccm Kaliumrhodanatlösung gegeben worden ist, werden sie mit destilliertem Wasser auf 100 ccm aufgefüllt und umgeschüttelt. Nach etwa 5 Minuten wird in der üblichen Weise der Farbenvergleich mit Hilfe zweier Héhnerscher Zylinder vorgenommen (siehe Einleitung S. 13).

Beispiel für die Berechnung.

I. Von der zu untersuchenden Lösung wurde beim Farbenvergleich abgelassen.

1) Weiße gallertartige Flocken zeigen die Anwesenheit von Aluminiumverbindungen an.

Rückstand noch 5 Minuten über dem Gebläse, um das gebildete Kalziumkarbonat in Kalziumoxyd, Kalk (CaO), zu verwandeln. Nach dem Erkalten wird der Tiegel gewogen.

Beispiel für die Berechnung.

Platintiegel + Kalk	= 25,2973 g
Platintiegel	= 25,2761 „
<hr/>	
Kalk (CaO) in 200 ccm Wasser	= 0,0212 g
In 1000 ccm also	106 mg CaO.

Magnesia.

Das Filtrat vom Kalziumoxalat (siehe vorige Seite) wird in einem Becherglase bis auf etwa 50 ccm eingedampft. Nach vollständigem Erkalten werden ungefähr 20 ccm konzentrierte Ammoniaklösung und dann 10 ccm Natriumphosphatlösung zugegeben. Der gebildete Niederschlag von Ammoniummagnesiumphosphat wird nach 12 stündigem Stehen bei Zimmertemperatur abfiltriert und mit 2 prozentiger Ammoniaklösung dreimal ausgewaschen. Da die Kristalle von Ammoniummagnesiumphosphat sich fest an die Wandungen des Becherglases ansetzen, muß mit einer Gummifahne (Einleitung S. 9) tüchtig ausgewischt werden. Das noch feuchte Filter wird zusammengefaltet und in einem ausgeglühten und gewogenen bedeckten Porzellantiegel zunächst über ganz klein gestellter Flamme getrocknet und verkohlt. Erst dann wird das Filter über großer Bunsenflamme verascht und solange geglüht, bis der Rückstand von Magnesiumpyrophosphat, $Mg_2P_2O_7$, vollständig weiß geworden ist. Nach dem Erkalten wird der Porzellantiegel gewogen.

Beispiel für die Berechnung.

Porzellantiegel + $Mg_2P_2O_7$	= 37,2751 g
Porzellantiegel	= 37,2630 „
<hr/>	
	$Mg_2P_2O_7 = 0,0121 g$

Diese Zahl mit 0,36243 multipliziert, ergibt den Gehalt an Magnesiumoxyd, MgO: $\text{MgO} = 0,0044 \text{ g}$
 In 1000 ccm also: 22 mg MgO.

Die Härte.

Die Härte des Wassers wird bedingt durch seinen Gehalt an Kalk- und Magnesiumsalzen. Nach der gewichtsanalytischen Bestimmung des Kalks und der Magnesia ist man daher im Stande, die Härte zu berechnen. Sie wird angegeben in Härtegraden. In Deutschland entspricht ein Härtegrad 10 mg CaO. Bei der Umrechnung der gefundenen Milligramme Magnesiumoxyd in Härtegrade müssen daher die Milligramme MgO erst mit 1,4 multipliziert werden, denn 56 Gewichtsteile CaO sind 40 Gewichtsteilen MgO äquivalent. $\frac{56}{40} = 1,4$.

Beispiel für die Berechnung.

Das Wasser enthält 106 mg CaO und 22 mg MgO.
 $106 \text{ mg CaO} = 10,6 \text{ Härtegr.}$
 $22 \text{ mg MgO entsprechen } 22 \cdot 1,4 = 30,8 \text{ ,, CaO} = \frac{3,08}{13,68} \text{ Härtegr.}$

Die Härte des Wassers beträgt also 13,7 Härtegrade, 13,7°.

Die Berechnung der Härte aus den bei der gewichtsanalytischen Bestimmung des Kalks und der Magnesia gefundenen Zahlen ergibt die genauesten Werte und sollte daher bei Wässern, die zu enthärten sind, stets ausgeführt werden¹⁾.

1) Die Enthärtung kann durch Zusätze zum Wasser bewirkt werden. Bei Verwendung von Kalk und Soda als Enthärtungsmittel berechnen sich die Zusätze nach Pfeiffer, Zeitschrift für angewandte Chemie 1902, Heft 9, in Gramm pro Kubikmeter Wasser wie folgt:

Kalk (CaO): $10 \cdot H_t + 1,4 \cdot \text{MgO}$ und
 wasserfreie Soda (Na_2CO_3): $18,9 \cdot H_p$.

H_t bedeutet temporäre Härte, H_p permanente Härte und MgO Milligramm Magnesiumoxyd in 1 Liter des Wassers.

Da jedoch die gewichtsanalytische Bestimmung des Kalks und der Magnesia in der Praxis zu zeitraubend ist, hat man andere Methoden gesucht, die mit größerer Schnelligkeit ausführbar sind, wenn sie auch nicht die gleiche Genauigkeit der Resultate garantieren.

Die einfachste und trotzdem verlässliche Resultate erzielende Methode ist die Clarksche Bestimmung der Härte mit Seifenlösung¹⁾:

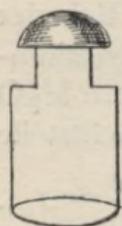


Fig. 16.

Zu 100 ccm des Wassers wird in einem mit eingeschliffenem Glasstöpsel verschließbaren Glase von etwa 200 ccm Inhalt solange Seifenlösung aus einer Bürette gegeben, bis nach kräftigem Schütteln ein dichter, zarter Schaum entsteht, welcher sich, ohne wieder zusammensinken, mindestens 5 Minuten wesentlich unverändert auf der Oberfläche der

Flüssigkeit hält.

Anfangs läßt man die Seifenlösung zwischen jedesmaligem Schütteln reichlicher auf einmal zufließen, gegen Ende jedesmal nur 1 ccm, bis ein geringer Überschuß derselben sich durch einen Schaum von oben angegebener Beschaffenheit zu erkennen gibt.

Das Schütteln muß immer auf dieselbe Weise geschehen; es ist am besten von oben nach unten zu schütteln, wobei der Stöpsel und Hals der Flasche mit der Hand gefaßt wird.

Müssen von der Seifenlösung mehr als 45 ccm, die 12 Härtegraden entsprechen, zugesetzt werden, so sind statt 100 ccm des Wassers nur 50 ccm zu nehmen, die jedoch mit destilliertem Wasser auf 100 ccm aufzufüllen sind. Gebraucht auch diese Verdünnung noch mehr als 45 ccm Seifenlösung; so dürfen nur 25,10

1) Bei Gegenwart größerer Mengen Magnesia ist die Clarksche Härtebestimmung häufig unzuverlässig.

oder noch weniger Kubikzentimeter angewendet und auf 100 ccm aufgefüllt werden.

Die den verbrauchten Kubikzentimetern Seifenlösung entsprechenden Härtegrade ersieht man aus der Tabelle S. 72.

Hat man weniger Wasser als 100 ccm angewendet, z. B. 25 ccm, so sind die aus der Tabelle abzulesenden Härtegrade mit 4 zu multiplizieren.

Beispiel für die Berechnung.

50 ccm des Wassers haben 28,5 ccm Seifenlösung verbraucht.

28,5 ccm Seifenlösung entsprechen nach der Tabelle S. 72: 7,13°.

Da 50 ccm des Wassers 7,13° Härte besitzen, so besitzen 100 ccm 14,26° oder abgekürzt 14,3°.

Die temporäre Härte.

Die temporäre Härte oder Karbonathärte, die beim Kochen, d. h. Verjagen der Kohlensäure, zum größten Teil durch Ausfällen der fast unlöslichen Karbonate verschwindet, wird wie folgt ermittelt:

100 ccm des Wassers werden nach Zusatz von drei Tropfen Methylorangelösung als Indikator mit $\frac{1}{10}$ Normalsalzsäure titriert, bis die rein gelbe Farbe anfängt in orange überzugehen. Die verbrauchte Anzahl Kubikzentimeter $\frac{1}{10}$ Normalsäure mit 2,8 multipliziert, ergibt die temporäre Härte des Wassers in deutschen Härtegraden.

Beispiel für die Berechnung.

Sind zur Titration von 100 ccm des Wassers 1,3 ccm $\frac{1}{10}$ Normalsalzsäure verbraucht worden, so ist die temporäre Härte $1,3 \cdot 2,8 = 3,6^\circ$.

Tabelle zur Umrechnung der verbrauchten Kubikzentimeter Seifenlösung in Härtegrade.

Kubik- zentimeter Seifen- lösung	Härte- grade	Diffe- renz	Kubik- zentimeter Seifen- lösung	Härte- grade	Diffe- renz
1,4	0	—	24	5,87	0,27
2	0,15	0,15	25	6,15	0,28
3	0,40	0,25	26	6,43	0,28
4	0,65	0,25	27	6,71	0,28
5	0,90	0,25	28	6,99	0,28
6	1,15	0,25	29	7,27	0,28
7	1,40	0,25	30	7,55	0,28
8	1,65	0,25	31	7,83	0,28
9	1,90	0,26	32	8,12	0,29
10	2,16	0,26	33	8,41	0,29
11	2,42	0,26	34	8,70	0,29
12	2,68	0,26	35	8,99	0,29
13	2,94	0,26	36	9,28	0,29
14	3,20	0,26	37	9,57	0,29
15	3,46	0,26	38	9,87	0,30
16	3,72	0,26	39	10,17	0,30
17	3,98	0,27	40	10,47	0,30
18	4,25	0,27	41	10,77	0,30
19	4,52	0,27	42	11,07	0,30
20	4,79	0,27	43	11,38	0,31
21	5,06	0,27	44	11,69	0,31
22	5,33	0,27	45	12,00	0,31
23	5,60	0,27			

Die permanente Härte.

Die permanente Härte ist bedingt durch die Sulfate, Chloride und Nitrate des Kalks und der Magnesia. Man berechnet sie als die Differenz zwischen der Gesamthärte und der temporären Härte.

Die Geschichte der Stadt...

Die Stadt...

Die Geschichte der Stadt...

Die Geschichte der Stadt...

Die Geschichte der Stadt...

Gebäude...

Die Geschichte der Stadt...

Die Alkalität oder das Säurebindungsvermögen.

Durch die bei der Bestimmung der temporären Härte ausgeführte Titration ermittelt man gleichzeitig die Alkalität und die gebundene Kohlensäure.

Die Alkalität wird angegeben in Kubikzentimeter pro Liter verbrauchter $\frac{1}{10}$ Normalsäure.

Beispiel.

Ist z. B. bei der Titration von 100 ccm des Wassers 1,3 ccm $\frac{1}{10}$ Normalsäure verbraucht worden, so beträgt die Alkalität 13,0 ccm $\frac{1}{10}$ Normalsäure.

Die Azidität.

Reagiert das zu untersuchende Wasser nicht alkalisch, sondern sauer, so ist keine Alkalität und keine temporäre Härte vorhanden.

Man bestimmt dann die Azidität durch Titration mit $\frac{1}{10}$ Normalnatronlauge und Methylorange als Indikator.

Die Azidität wird angegeben in Kubikzentimeter pro Liter verbrauchter $\frac{1}{10}$ Normallauge.

Gebundene Kohlensäure.

Die gebundene Kohlensäure findet man durch Multiplikation der pro Liter Wasser verbrauchten Anzahl Kubikzentimeter $\frac{1}{10}$ Normalsäure (siehe temporäre Härte) mit 2,2.

Bei dem für die Alkalität angegebenen Beispiel enthält das Wasser also $13,0 \cdot 2,2 = 28,6$ mg gebundene Kohlensäure.

Freie und halbgebundene Kohlensäure.

In der zur Ermittlung der freien und halbgebundenen Kohlensäure am Ort der Entnahme mit Barytwasser und Baryumchloridlösung versetzten Probe (siehe S. 40) läßt man den entstandenen Niederschlag sich absetzen und hebert von der überstehenden klaren Flüssigkeit mit Hilfe einer Pipette 50 ccm ab und titriert nach Zusatz von 5 Tropfen Methylorangelösung mit $\frac{1}{10}$ Normalschwefelsäure, bis die gelbe Farbe in orange umschlägt.

Zur Berechnung muß der Titer der ursprünglichen Barytlösung bestimmt werden:

45 ccm Barytwasser und 5 ccm Baryumchloridlösung werden nach Zusatz von 5 Tropfen Methylorangelösung mit $\frac{1}{10}$ Normalschwefelsäure titriert, bis die gelbe Farbe anfängt in orange überzugehen.

Die bei der Titerbestimmung verbrauchte Anzahl Kubikzentimeter $\frac{1}{10}$ Normalsäure vermindert um die vierfache¹⁾ Anzahl der bei der Titration von 50 ccm der zu untersuchenden Probe verbrauchten Kubikzentimeter $\frac{1}{10}$ Normalsäure gibt die durch die freie und halbgebundene Kohlensäure gefällte Barytmenge an.

1) Die vierfache Menge ist zu nehmen, da nur 50 ccm von den in der Flasche vorhandenen 200 ccm, 150 ccm Wasser, 45 ccm Barytwasser und 5 ccm Baryumchloridlösung, zur Titration verwendet wurden.

First main paragraph of text, containing several lines of faintly legible words.

Second main paragraph of text, continuing the faintly legible content.

Third main paragraph of text, appearing as a block of faintly legible characters.

Fourth main paragraph of text, consisting of several lines of faintly legible text.

Fifth main paragraph of text, continuing the faintly legible content.

Sixth main paragraph of text, appearing as a block of faintly legible characters.

Beispiel für die Berechnung.

Titer des ursprünglichen Barytwassers:

$$48,0 \text{ ccm } \frac{1}{10} \text{ Normalsäure}$$

Zur Titration von 50 ccm abgeheberten Wassers wurden
 verbraucht: $9,0 \text{ ccm } \frac{1}{10} \text{ Normalsäure}$

 Folglich hat die freie und halbgebundene Kohlensäure

$$48,0 - 4 \cdot 9,0 = 12,0 \text{ ccm } \frac{1}{10} \text{ Normalbarytlösung gefällt.}$$

Da 1 ccm $\frac{1}{10}$ Normallösung 2,2 mg Kohlensäure (CO_2) entspricht, so sind in den angewendeten 150 ccm des Wassers also

$$12,0 \cdot 2,2 = 26,4 \text{ mg } \text{CO}_2.$$

$$\text{In 1000 ccm demnach } \frac{26,4 \cdot 1000}{150} = 176,0 \text{ mg } \text{CO}_2.$$

Da aber auch die Magnesia durch Barytwasser gefällt wird, muß die dem Gehalt an gefundener Magnesia äquivalente Menge Kohlensäure von der ermittelten Kohlensäure noch abgezogen werden, d. h. für jedes Milligramm Magnesia (MgO) 1,1 mg Kohlensäure (CO_2).

Sind also im Liter 22 mg MgO (Beispiel S. 68/69) vorhanden, so müssen $22 \cdot 1,1 = 24,2$ mg CO_2 von dem vorher ermittelten Kohlensäurewert abgezogen werden:

$$\begin{array}{r} 176,0 \text{ mg} \\ - 24,2 \text{ ,,} \\ \hline 151,8 \text{ mg.} \end{array}$$

In einem Liter des Wassers sind also 151,8 mg freie und halbgebundene Kohlensäure vorhanden.

Aus den ermittelten Zahlen für:

 $a = \text{freie} + \text{halbgebundene Kohlensäure}$
 $b = \text{gebundene Kohlensäure}$

kann die freie und die halbgebundene Kohlensäure jede für sich berechnet werden. Bei dieser Berechnung sind drei Möglichkeiten vorhanden:

1. Gebundene Kohlensäure ist nicht vorhanden:
(d. h. $b = 0$).

Dann fehlt auch die halbgebundene, und a gibt die freie Kohlensäure allein an.

2. Gebundene Kohlensäure ist in größerer oder ebenso großer Menge vorhanden als freie und halbgebundene Kohlensäure:

$$(d. h. b \geq a).$$

Dann fehlt die freie Kohlensäure, und a besteht nur aus halbgebundener Kohlensäure.

3. Gebundene Kohlensäure ist in geringerer Menge vorhanden als freie und halbgebundene Kohlensäure:

$$(d. h. b < a).$$

Dann ist die Menge der halbgebundenen Kohlensäure gleich der der gebundenen, und man erhält die freie Kohlensäure als die Differenz $a - b$.

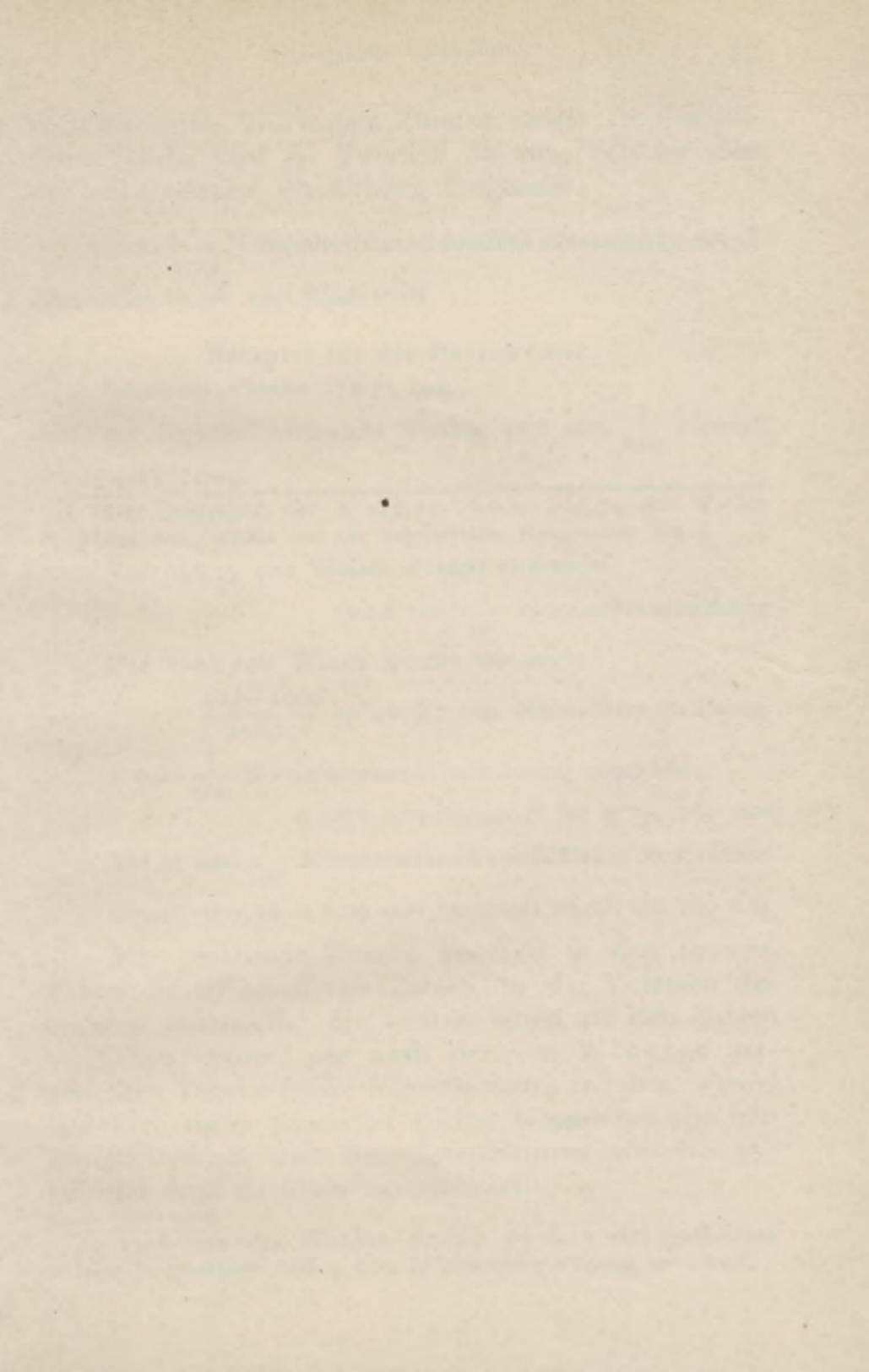
Beispiel zu 3. (Beispiel von S. 74 u. 75):

Gebundene Kohlensäure	28,6 mg
Freie und halbgebundene Kohlensäure	151,8 „
<hr/>	
Gebundene Kohlensäure	28,6 mg
Halbgebundene Kohlensäure	28,6 „
Freie Kohlensäure	$151,8 - 28,6 = 123,2$ mg

Der gelöste Sauerstoff.

Die am Entnahmeort mit den Reagenzien versetzte, für die Ermittlung des Sauerstoffgehalts bestimmte Probe (siehe S. 41) wird in einen großen Erlmeyerkolben gegossen und Flasche nebst Stopfen dreimal mit destilliertem Wasser abgespült. Diese salzsaure Flüssigkeit wird mit frisch bereiteter $\frac{1}{100}$ Normalnatriumthio-

sulfatlösung titriert, bis sie nur noch schwach gelb ge-



färbt erscheint. Nach dem Zusatze einiger Tropfen löslicher Stärke wird die Titration bis zum Verschwinden der entstandenen Blaufärbung fortgesetzt.

1 ccm $\frac{1}{100}$ Normalnatriumthiosulfat entspricht 0,0558 ccm oder 0,08 mg Sauerstoff.

Beispiel für die Berechnung.

Inhalt der Flasche 272,75 ccm.

Zur Titration verbraucht wurden 42,8 ccm $\frac{1}{100}$ Normalthiosulfatlösung.

Der Sauerstoff, der in $272,75 - 6,0 = 266,75$ ccm Wasser gelöst war, wirkte auf die zugesetzten Reagenzien ein¹⁾.

Von 266,75 ccm Wasser wurden verbraucht

42,8 ccm $\frac{1}{100}$ Normalthiosulfatlösung

Von 1000 ccm Wasser wurden verbraucht

$$\frac{42,8 \cdot 1000}{266,75} = 160,45 \text{ ccm Normalthiosulfatlösung.}$$

1 ccm $\frac{1}{100}$ Normalnatriumthiosulfatlösung entspricht

0,0558 ccm Sauerstoff bei 0° u. 760 mm

160,45 ccm $\frac{1}{100}$ Normalnatriumthiosulfatlösung entsprechen

$160,45 \cdot 0,0558 = 8,96$ ccm Sauerstoff bei 0° und 760 mm.

Für praktische Zwecke genügen in den meisten Fällen die so erhaltenen Zahlen für das Volumen des gelösten Sauerstoffs. Sie können direkt mit den Zahlen verglichen werden, die nach der von Winkler aufgestellten Tabelle (siehe folgende Seite) angeben, wieviel Kubikzentimeter Sauerstoff 1 Liter Wasser bei 760 mm Barometerdruck und den Temperaturen von 0—30° aus der Luft zu lösen imstande ist.

1) 6 ccm des Wassers wurden durch 3 ccm jodkaliumhaltige Natronlauge und 3 ccm Manganchlorurlösung verdrängt.

Tabelle der Volumina Sauerstoff, welche 1 l Wasser nach L. W. Winkler an der Luft bei 760 mm Barometerdruck und den folgenden Temperaturen zu lösen vermag.

Temperatur	Kubikzentim. Sauerstoff	Milligramm Sauerstoff	Temperatur	Kubikzentim. Sauerstoff	Milligramm Sauerstoff
0	10,19	14,56	16	6,89	9,85
1	9,91	14,16	17	6,75	9,65
2	9,64	13,78	18	6,61	9,45
3	9,39	13,42	19	6,48	9,26
4	9,14	13,06	20	6,36	9,09
5	8,91	12,73	21	6,23	8,90
6	8,68	12,41	22	6,11	8,73
7	8,47	12,11	23	6,00	8,58
8	8,26	11,81	24	5,89	8,42
9	8,06	11,52	25	5,78	8,26
10	7,87	11,25	26	5,67	8,11
11	7,69	10,99	27	5,56	7,96
12	7,52	10,75	28	5,46	7,82
13	7,35	10,50	29	5,36	7,68
14	7,19	10,28	30	5,25	7,54
15	7,04	10,06			

Für exaktere Sauerstoffbestimmungen müssen diese Zahlen (z. B. 8,96) noch einer Korrektur unterzogen werden, indem man das gefundene Volumen des gelösten Sauerstoffs auf Normaldruck umrechnet.

Dies geschieht nach folgender Gleichung:

$$V_{760} = V_B \frac{760 - f}{B - f}, \text{ wo}$$

V_{760} das Volumen des Sauerstoffs bei 760 mm
Druck,

V_B das Volumen des Sauerstoffs bei dem bei
der Entnahme beobachteten Barometer-
druck,

B den reduzierten Barometerstand zur Zeit der Entnahme,

f die Spannung des Wasserdampfes bei der zur Zeit der Entnahme beobachteten Lufttemperatur

bedeutet.

Beispiel für die Berechnung.

Bei der Entnahme der Wasserprobe sei
der Barometerstand: 750 mm,
die Lufttemperatur: 10°.

Der ermittelte Sauerstoffgehalt sei 8,96 ccm (Beispiel von S. 77).

Dann ist

$$B = 750 - 0,000181 \cdot 750 \cdot 10$$

$$B = 748,6.$$

Da bei der Lufttemperatur von 10° die Spannung des Wasserdampfes f nach der umstehenden Tabelle 9,1 mm beträgt, so ist

$$\begin{aligned} V_{760} &= 8,96 \frac{750,9}{739,5} \\ &= 8,96 \cdot 1,0154 \\ &= 9,10. \end{aligned}$$

Bei 760 mm Barometerdruck und der Lufttemperatur von 10° enthält das Wasser also 9,10 ccm Sauerstoff von 0° und 760 mm Barometerstand gelöst.

Sauerstoffdefizit.

Als Sauerstoffdefizit bezeichnet man die Differenz zwischen der Sauerstoffmenge, die sich nach der Winklerschen Tabelle (s. vorige Seite) bei der beobachteten Wassertemperatur lösen kann, und der im Wasser wirklich vorhandenen, durch die Analyse ermittelten Sauerstoffmenge.

Beispiel: War die Wassertemperatur bei der Entnahme z. B. 4°, so beträgt in unserem Falle (siehe oben) das Sauerstoffdefizit $9,14 - 9,10 = 0,04$ ccm¹).

1) Häufig kommt es auch vor, daß kein Sauerstoffdefizit, sondern ein Überschuß an Sauerstoff vorhanden ist.

Spannkraft des Wasserdampfes in Millimeter Quecksilber.

Temperatur	mm	Temperatur	mm
— 10	2,11	+ 11	9,76
9	2,28	12	10,42
8	2,47	13	11,13
7	2,67	14	11,88
6	2,89	15	12,68
5	3,11	16	13,52
4	3,36	17	14,41
3	3,62	18	15,35
2	3,90	19	16,35
1	4,21	20	17,40
0	4,53	21	18,51
+ 1	4,87	22	19,68
2	5,23	23	20,91
3	5,62	24	22,21
4	6,03	25	23,58
5	6,47	26	25,03
6	6,94	27	26,55
7	7,44	28	28,15
8	7,96	29	29,83
9	8,53	30	31,60
10	9,13		

Sauerstoffzehrung.

Zu der bei der Entnahme für die Sauerstoffzehrung bestimmten Probe (siehe S. 42) setzt man nach 24 Stunden (zuweilen auch nach 48 oder nach 72 Stunden) die Reagenzien, 3 ccm jodkaliumhaltige Natronlauge und 3 ccm Manganchlorürlösung, und bestimmt den nunmehrigen Sauerstoffgehalt nach der oben angegebenen Methode von Winkler.

Die Differenz zwischen dem Sauerstoffgehalt des Wassers bei der Entnahme und dem nach längerer

Aufbewahrung vorhandenen nennt man die Sauerstoffzehrung.

Beispiel: Sind nach 24 Stunden 7,12 ccm Sauerstoff gefunden worden, so beträgt bei Verwendung obigen Beispiels (S. 77) die Sauerstoffzehrung bei 22° in 24 Stunden $8,96 - 7,12 = 1,84$ ccm.

Eine Umrechnung der beiden Sauerstoffvolumina auf Normaldruck ist hierbei überflüssig, da die Fehler bei den beiden Volumina sich gegenseitig aufheben.

Chlor.

100 ccm des zu untersuchenden Wassers werden in einer Porzellanschale mit drei Tropfen einer neutralen Kaliumchromatlösung versetzt¹⁾ und unter stetem Umrühren mit einer empirischen Silbernitratlösung, von der 1 ccm 1 mg Chlor (Cl) entspricht, titriert, bis die ursprünglich schwachgelbe Färbung in eine leicht braunrötliche umschlägt.

Die verbrauchte Anzahl Kubikzentimeter der Silbernitratlösung gibt zugleich die Milligramme Chlor (Cl) an, die in 100 ccm Wasser enthalten sind; sie ist also nur mit 10 zu multiplizieren, um den Chlorgehalt eines Liters Wasser zu erhalten.

Bei einem zu geringen Chlorgehalt ist der Farbumschlag undeutlich zu erkennen. In diesem Falle muß man deshalb zur Titration eine größere Menge des Wassers, vielleicht 500 ccm, nach dem Zusatze eines Kubikzentimeters Sodalösung zur Verhinderung der Zersetzung von Magnesiumchlorid bis auf etwa 100 ccm eindampfen und dann erst wie oben angegeben titrieren.

1) Reagiert das Wasser deutlich sauer oder alkalisch, so muß es in der Porzellanschale nach dem Zusatze von drei Tropfen Phenolphthaleinlösung mit $\frac{1}{10}$ Normalnatronlauge bzw. $\frac{1}{10}$ Normal-schwefelsäure neutralisiert werden, so daß das Wasser eine ganz schwach rötliche Farbe zeigt.

In verschmutzten Wässern: Bei stark gefärbten oder verschmutzten Wässern (besonders Abwasser) müssen die störenden Verunreinigungen vor der Titration mit Silbernitratlösung zunächst vernichtet werden. Dies kann auf folgende Weise geschehen:

100 ccm des Wassers werden in einem 200 ccm-Kölbchen mit einem Körnchen Kaliumpermanganat einige Minuten gekocht, wobei eine schwachrote Färbung der Flüssigkeit bestehen bleiben muß. Eventuell ist noch ein Körnchen Kaliumpermanganat hinzuzugeben. Zur Entfernung des überschüssigen Kaliumpermanganats wird die Flüssigkeit nach ziemlich vollständigem Erkalten mit einigen Kubikzentimetern Alkohol versetzt und wieder einige Minuten gekocht, bis kein Aldehydgeruch mehr wahrnehmbar ist. Nach dem Erkalten wird die nunmehr vollständig klare und farblose Flüssigkeit mit destilliertem Wasser bis zur Marke aufgefüllt, durch Umschütteln gemischt und durch ein trockenes Faltenfilter filtriert.

Von dem Filtrat werden 100 ccm, die aber nur 50 ccm des ursprünglichen Wassers enthalten, nach Zugabe von drei Tropfen Kaliumchromatlösung mit Silbernitratlösung in der oben angegebenen Weise titriert.

Die mit 20 multiplizierte Anzahl der verbrauchten Kubikzentimeter Silbernitratlösung ergibt die Milligramme Chlor (Cl) pro Liter Wasser.

Schwefelsäure.

200 ccm des zu untersuchenden ev. filtrierten¹⁾ Wassers werden mit verdünnter Salzsäure schwach angesäuert, bis zum Kochen erhitzt und sodann mit ca. 10 ccm siedender Baryumchloridlösung tropfenweise

1) Ist anzunehmen, daß Sulfate im Bodensatz vorhanden sind, so ist nach starkem Ansäuern mit Salzsäure und Erhitzen zu filtrieren.

versetzt. Nunmehr wird bei kleiner Flamme die Flüssigkeit stundenlang erhitzt (je länger desto besser), um den fein krystallinischen Niederschlag von Baryumsulfat, der beim nachherigen Filtrieren leicht durch das Filter hindurch geht, in eine gröber krystallinische Form überzuführen. Sollte hierbei zuviel Wasser verdampfen, so muß es durch dest. Wasser ergänzt werden. Das gebildete Baryumsulfat wird vorsichtig abfiltriert, auf ein quantitatives Filter gebracht und mit heißem dest. Wasser ausgewaschen. Das noch feuchte Filter wird zusammengefaltet, in einem ausgeglühten und gewogenen, mit Deckel versehenen Platintiegel getrocknet und verascht. Nach dem Erkalten wird der Rückstand mit einem Tropfen konz. Schwefelsäure befeuchtet (um das zu BaS reduzierte BaSO_4 zurückzubilden), und bei kleiner Flamme und bedecktem Tiegel die überschüssige Schwefelsäure verjagt (im Abzug). Hierauf wird der Tiegel ca. 5 Minuten stark geglüht. Nach dem Erkalten wird der nun nur BaSO_4 enthaltende Tiegel gewogen.

Die auf diese Weise gefundene Menge Baryumsulfat mit 0,3433 multipliziert, gibt die in 200 ccm Wasser vorhandene Menge Schwefelsäure (SO_3) an.

$$\begin{array}{r} \text{Beispiel: Tiegel} + \text{BaSO}_4 = 25,7269 \text{ g} \\ \text{Tiegel} = \underline{25,6827 \text{ „}} \\ \hline \phantom{\text{Tiegel}} = 0,0442 \cdot 0,3433 \end{array}$$

In 200 ccm: 0,0152 g SO_3

In einem Liter also 76 mg SO_3

Phosphorsäure.

1000—2000 ccm des zu prüfenden Wassers werden mit konzentrierter Salpetersäure stark angesäuert und in einer Porzellanschale auf dem Wasserbade zur Trockne verdampft. Den Rückstand nimmt man zur völligen

Verjagung der Chloride und Zerstörung der vorhandenen organischen Stoffe zweimal in etwa 50 ccm konzentrierter Salpetersäure auf, dampft jedesmal bis nahezu zur Trockne ein und löst schließlich den Rückstand in ca. 10 ccm verdünnter Salpetersäure. Zu der klaren, ev. durch Filtrieren geklärten Flüssigkeit bringt man in einem Becherglase etwa 50 ccm Ammoniummolybdatlösung und zur Verhinderung des störenden Einflusses vorhandener Sulfate und Nitrate 12,5 g kristallisiertes Ammoniumnitrat, erwärmt etwa 3 Stunden auf dem Wasserbade auf $60-70^{\circ}$ und läßt die Flüssigkeit 12 Stunden stehen.

Bei Vorhandensein von Phosphorsäure bildet sich ein gelber kristallinischer Niederschlag. Der Niederschlag wird abfiltriert, auf dem Filter mit einer salpetersauren Lösung von Ammoniummolybdat ausgewaschen¹⁾ und in ungefähr 100 ccm $2\frac{1}{2}$ prozentigem Ammoniak in der Kälte gelöst. Zu dieser Lösung setzt man 15 ccm Magnesiamixtur. Nach zwölfstündigem Stehen filtriert man den entstandenen Niederschlag von Ammoniummagnesiumphosphat ab und behandelt ihn wie bei der Magnesiabestimmung S. 68 angegeben ist.

Aus dem gefundenen Magnesiumpyrophosphat, $Mg_2P_2O_7$, erhält man durch Multiplikation mit 0,63757 die vorhandene Phosphorsäure als P_2O_5 .

Blei.

Qualitative Prüfung:

Man versetzt einen Liter Wasser mit verdünnter Salzsäure bis zur deutlich sauren Reaktion und dampft in einer Porzellanschale bis auf etwa 100 ccm ein.

1) Das Auswaschen kann auch mit einer salpetersauren Ammoniumnitratlösung erfolgen. Siehe Reagenzien.

Durch diese Flüssigkeit wird Schwefelwasserstoffgas bis zur Sättigung geleitet¹⁾.

Ein dabei entstehender schwarzer Niederschlag bezw. schwärzliche Trübung deutet auf Blei oder Kupfer. Er wird nach dem Abfiltrieren in einer Porzellanschale durch Erwärmen mit möglichst wenig konzentrierter Salpetersäure gelöst, die Lösung filtriert.

Beim Übersättigen des klaren, möglichst eingengten Filtrats mit Ammoniak tritt bei Anwesenheit von Kupfer eine intensive Blaufärbung auf.

Ist Kupfer nicht vorhanden, so kann der durch Schwefelwasserstoff erzeugte schwarze Niederschlag nur die Gegenwart von Blei anzeigen.

Zum sichereren Nachweis des Bleis wird die salpetersaure Lösung des Schwefelwasserstoffniederschlags (siehe oben) in einem Porzellanschälchen mit 1 ccm konzentrierter Schwefelsäure auf offener Flamme vorsichtig erhitzt, bis weiße Schwefelsäuredämpfe entweichen. Nach dem Erkalten wird mit wenig destilliertem Wasser verdünnt und dann wenig absoluter Alkohol zugesetzt.

Eine weiße kristallinische Fällung zeigt Bleisulfat an. Sie muß durch Übergießen mit Schwefelammon in schwarzes unlösliches Schwefelblei zurückverwandelt werden.

Quantitative Bestimmung:

a) Kolorimetrisch²⁾: 1 l des zu untersuchenden Wassers wird bis auf ungefähr 50 ccm eingedampft und nach dem Erkalten in einem 100 ccm Zylinder mit 3 ccm verdünnter Essigsäure und 10 ccm voll-

1) Will man das lästige Einleiten von Schwefelwasserstoff vermeiden, so kann statt dessen mit einer 10prozentigen Natriumsulfidlösung versetzt und mit Salzsäure stark angesäuert werden.

2) Bei Abwesenheit von Kupfer.

ständig klaren Schwefelwasserstoffwassers versetzt. Möglichst gleichzeitig müssen diese Reagenzien in die 100 ccm Zylinder gegeben werden, in welchen man die Vergleichslösungen dadurch herstellt, daß man je 1, 3, 5, und 7 ccm einer Bleiazetatlösung hinzufügt, von der 1 ccm 0,1 mg Blei (Pb) enthält.

Nach dem Zusatze der Reagenzien werden sämtliche Zylinder mit destilliertem Wasser bis zur 100 ccm-Marke aufgefüllt und umgeschüttelt.

Der Vergleich der durch das ausgeschiedene Schwefelblei erzeugten gelbbraunen Färbungen wird mit Hilfe zweier Hühnerscher Zylinder ausgeführt, wie in der Einleitung S. 13 näher beschrieben ist.

Ist ein höherer Bleigehalt im Wasser, so muß zu den Vergleichslösungen eine größere Anzahl Kubikzentimeter der Bleiazetatlösung genommen werden.

Beispiel für die Berechnung.

Um den gleichen Farbenton zu erhalten, seien 20 ccm von der 5 ccm Bleiacetatlösung enthaltenden Vergleichslösung abgelassen worden.

In 100 ccm der angewendeten Vergleichslösung sind 0,5 mg Pb

$$\begin{array}{ccccccc} \text{,,} & 80 & \text{,,} & \text{,,} & \text{,,} & \text{,,} & \text{,,} \\ & & & & & & \frac{0,5 \cdot 80}{100} = 0,4 \text{ mg Pb.} \end{array}$$

Ist von dem zu untersuchenden Wasser 1 Liter zur Bleibestimmung eingedampft worden, so sind in 1 Liter demnach 0,4 mg Blei (Pb) enthalten.

b) Jodometrisch nach W. Diehl: 4—5 Liter des zu untersuchenden Wassers werden mit einer frisch bereiteten Lösung von 25 ccm Essigsäure und 500 ccm chemisch reiner Natriumsulfidlösung (16 g in 1000 ccm) gemischt. Um das kolloidal sich anscheidende Schwefelblei (PbS) besser abfiltrieren zu können, wird die Zusammenballung des Niederschlages durch Zusatz von 100 g Natriumnitrat befördert und darauf das Wasser mit 2 g gereinigtem, kurzfasrigem Asbest gehörig geschüttelt, wobei sich

die feinen Suspensionen quantitativ auf dem Asbest niederschlagen. Der Asbest mit Bleisulfid wird hierauf durch einen ebenfalls mit Asbestfasern beschickten Goochtiegel unter Anwendung der Saugpumpe abfiltriert. Das im Goochtiegel am Asbest haftende Schwefelblei wird durch 3prozentige Wasserstoff-superoxydlösung, der man etwas Salpetersäure zusetzt, in Bleisulfat (PbSO_4) übergeführt und in heißer 33prozentiger Natriumazetatlösung gelöst. Das gelöste Bleisulfat wird alsdann durch Bromwasser als Bleisuperoxyd gefällt. Das ausgewaschene Bleisuperoxyd wird zur Abscheidung einer äquivalenten Menge Jod mit einer mit Essigsäure angesäuerten Lösung von Jodkalium und Natriumazetat übergossen.

Das freiwerdende Jod wird mit einer frisch bereiteten $\frac{1}{100}$ Normalnatriumthiosulfatlösung titriert, bis die Flüssigkeit nur noch schwach gelb gefärbt ist. Nach Zusatz einiger Kubikzentimeter gelöster Stärke wird weiter titriert, bis die Blaufärbung verschwindet.

Berechnung: 1 ccm $\frac{1}{100}$ Normalnatriumthiosulfatlösung entspricht 1,0345 mg Blei (Pb).

M a n g a n.

a) Qualitative Prüfung:

Ungefähr 50 ccm des zu prüfenden Wassers werden mit einigen Kubikzentimetern konzentrierter Salpetersäure in einem kleinen Erlmeyerkölbchen etwa 5 Minuten gekocht. Nach Zusatz einer tüchtigen Messerspitze Bleisuperoxyd wird noch 10 Minuten gekocht. Hierauf zeigt nach dem Absetzen der suspendierten Teilchen eine Rotfärbung der überstehenden Flüssigkeit das Vorhandensein von Mangan an. Bildung von Kaliumpermanganat.

b) Quantitative Bestimmung:

100 ccm des zu prüfenden Wassers werden bis auf etwa 20 ccm eingedampft und in der bei der qualitativen Prüfung angegebenen Weise mit 5 ccm

konzentrierter Salpetersäure und einer Messerspitze Bleisuperoxyd einige Zeit gekocht. Dann filtriert man die Flüssigkeit durch einen mit ausgeglühten Asbestfasern beschickten Siebtrichter ¹⁾ in einen 100 ccm-Zylinder, wäscht mit heißem Wasser aus und füllt nach dem Erkalten bis zur 100 ccm-Marke mit destilliertem Wasser auf.

Zum kolorimetrischen Vergleich bereitet man sich fünf Vergleichslösungen, indem man in fünf 100 ccm-Zylindern 0,3, 0,5, 1,0, 2,0 und 5,0 ccm $\frac{1}{100}$ Normalkaliumpermanganatlösung mit je 5 ccm konzentrierter Salpetersäure versetzt und auf 100 ccm mit destilliertem Wasser auffüllt. Nach dem Umschütteln wird der Vergleich der Farbe des zu prüfenden Wassers mit der Farbe der Vergleichslösungen in der üblichen Weise mit Hilfe der Hehnerschen Zylinder vorgenommen. (S. Einleitung S. 13.)

1 ccm $\frac{1}{100}$ Normalkaliumpermanganatlösung enthält 0,11 mg Mangan (Mn).

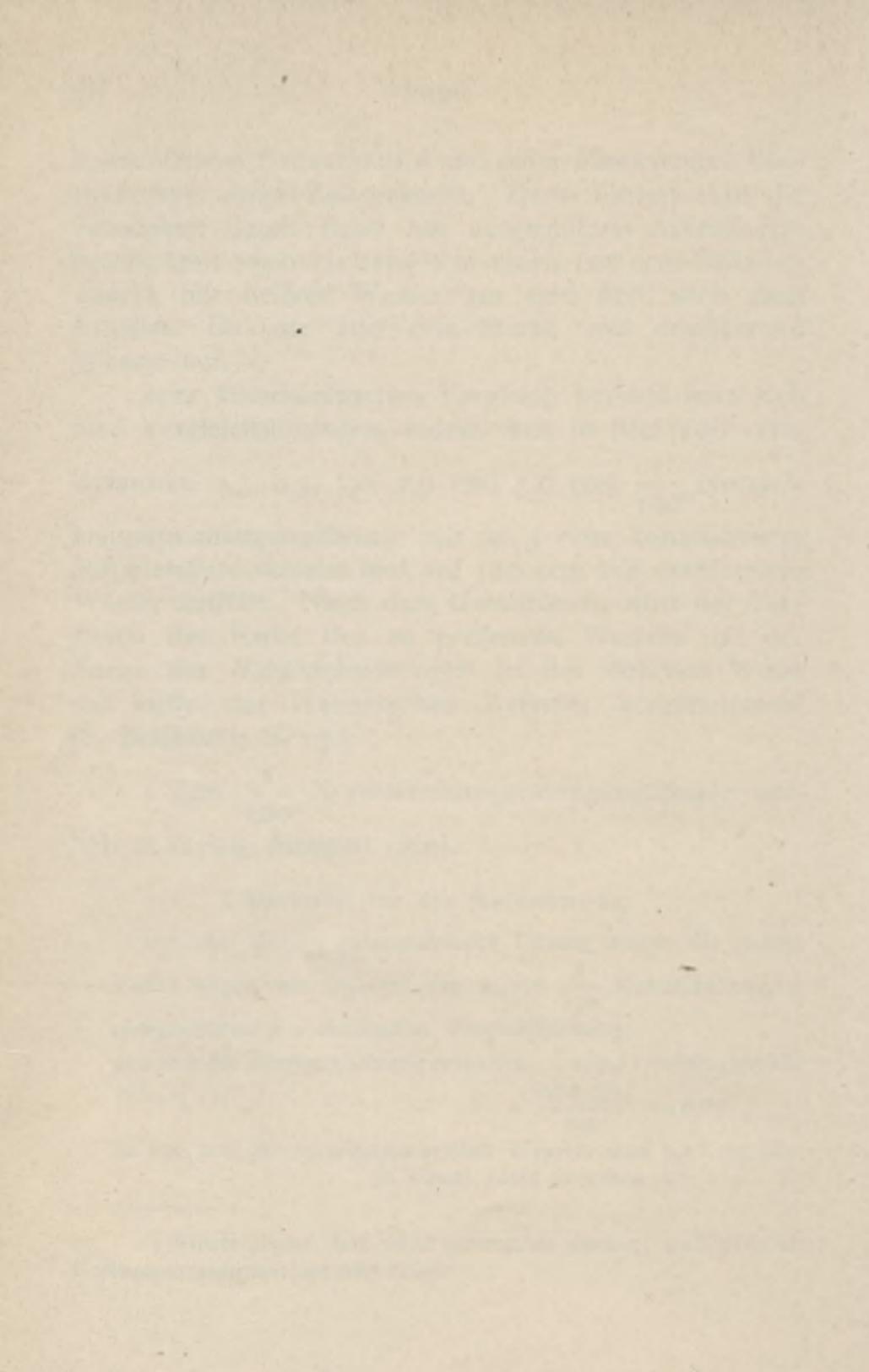
Beispiel für die Berechnung.

100 ccm der zu untersuchenden Lösung mögen die gleiche Farbe zeigen wie 75 ccm der 2 ccm $\frac{1}{100}$ Normalkaliumpermanganatlösung enthaltenden Vergleichslösung.

100 ccm der Vergleichslösung enthalten $2 \cdot 0,11 = 0,22$ mg Mn
 75 „ „ „ „ „ $\frac{0,22 \cdot 75}{100} = 0,17$ „ „

In 100 ccm des zu untersuchenden Wassers sind 0,17 mg Mn,
 in einem Liter demnach 1,7 „ „

¹⁾ Filtrierpapier darf nicht verwendet werden, weil dadurch Kaliumpermanganat zerstört wird.



Kalium [und Natrium].

Bei nicht verschmutzten Wässern werden 1000 ccm in einer Platinschale bis auf etwa 10 ccm eingedampft und kalt mit 10 ccm sog. Schaffgotscher Lösung versetzt¹⁾. Nach zwölfstündigem Stehen filtriert man durch ein kleines Filter in eine Platinschale und wäscht Niederschlag und Filter mit 10 ccm Schaffgotscher Lösung aus.

Das Filtrat wird in mit Uhrglas bedeckter Platinschale unter Berücksichtigung seines Kohlensäuregehalts auf singendem Wasserbade vorsichtig eingedampft. Hat das Spritzen aufgehört, entfernt man das Uhrglas und bringt das Wasserbad zum vollen Sieden.

Aus dem Abdampfrückstand werden die Ammonsalze durch Glühen bis zur schwachen Rotglut vertrieben, wobei alle Stellen der Platinschale schwachrotglühend gewesen sein müssen. Der Rückstand wird mit kaltem Wasser aufgenommen und durch ein kleines Filter in eine kleine, gutglasierte Porzellanschale filtriert.

Zur Natriumbestimmung wird das Filtrat in einer gewogenen Platinschale verdampft, der Rückstand mit einigen Tropfen konzentrierter Schwefelsäure abgeraucht und zur schwachen Rotglut erhitzt. Die jetzt nur Kalium- und Natriumsulfat enthaltende Platinschale wird gewogen. Zur weiteren Kaliumbestimmung wird der Rückstand in heißem Wasser aufgenommen.

1) Bei verschmutzten Wässern werden 1000 ccm in einem Literkolben aus Jenenserglas mit 10 ccm konzentrierter Schwefelsäure und einem Tropfen Quecksilber unter dem Abzuge bis auf etwa 10 ccm eingedampft. Die Flüssigkeit muß hierbei vollständig farblos werden. Nach dem Erkalten wird die konzentrierte Säure mit wenig destilliertem Wasser verdünnt und in eine Platinschale gespült. Nach der Neutralisation der freien Säure mit Ammoniak werden zu der kalten Flüssigkeit 10 ccm Schaffgotscher Lösung gegeben.

Das Filtrat wird nach dem Zusetze von einigen Tropfen Salzsäure und etwa 1 ccm Platinchloridlösung

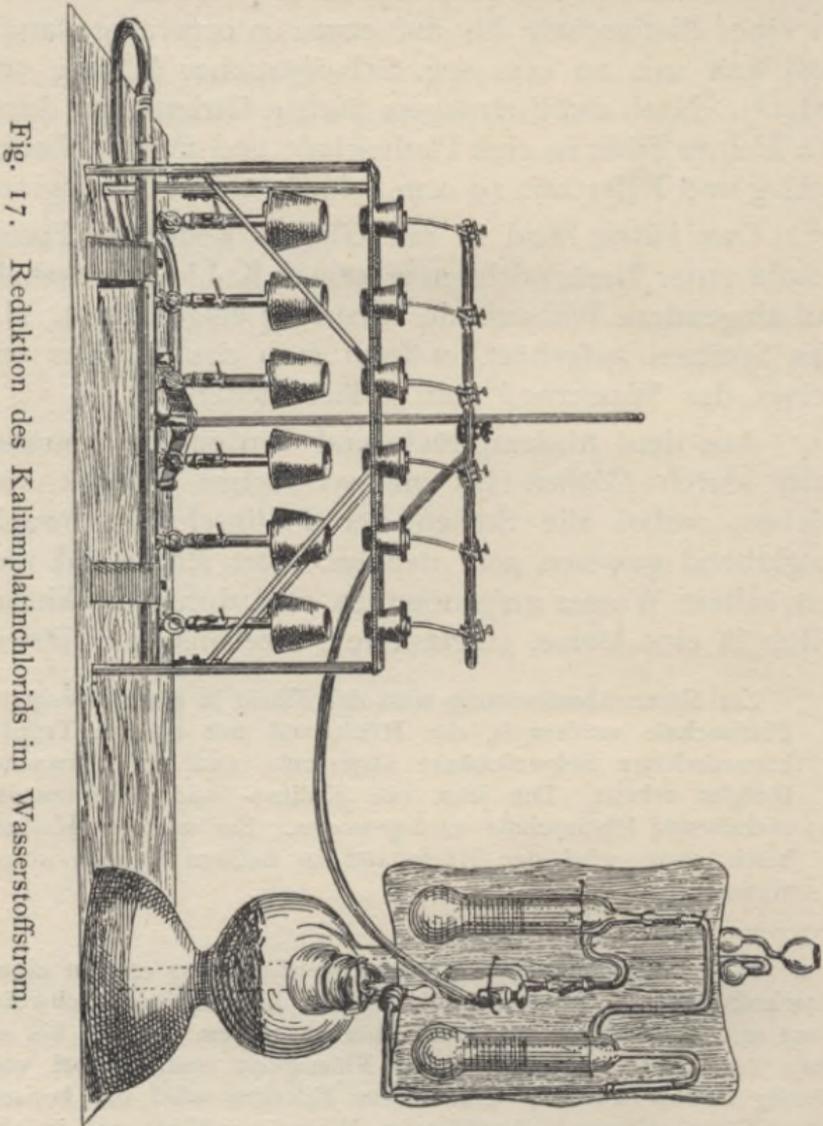


Fig. 17. Reduktion des Kaliumplatinchlorids im Wasserstoffstrom.

auf dem Wasserbade so weit eingedampft, daß die zähflüssige Masse beim Erkalten erstarrt und nicht mehr nach Salzsäure riecht.

Nach dem völligem Erkalten wird der Abdampfrückstand mit 20—25 ccm eines Gemisches aus 2 Teilen absoluten Alkohols und 1 Teil Äther übergossen und seine Kristalle mit Hilfe eines kleinen Achatpistills fein verrieben. Nach 10 Minuten langem Stehen mit Äther-Alkohol saugt man den Niederschlag durch einen mit tadellosem Asbestfilter versehenen Siebtiegel aus gut glasiertem Porzellan und wäscht ihn mit Äther-Alkohol aus.

Nach dem Auswaschen wird der Tiegel 5—10 Minuten in den Wassertrockenschrank gestellt, um die letzten Reste Äther-Alkohol aus dem Niederschlag zu vertreiben, welcher neben Kaliumplatinchlorid noch schwefelsaures Natrium enthält. Das Kaliumplatinchlorid wird im langsamen Wasserstoffstrom (Ausführung nach Figur S. 90) über 1 cm hoher Flamme reduziert, was in der Regel in 10 Minuten zu erreichen ist. Nach dem Erkalten wird das nun im Tiegel befindliche Platin auf der Absaugflasche durch Auswaschen mit heißem Wasser von den Salzen befreit. Das Platin wird im Siebtiegel geglüht und gewogen.

Die mit 0,4841 multiplizierte Menge des Platins in Milligramm ergibt das vorhandene Kalium als K_2O .

Zur Bestimmung des Natriums ist die Menge des Kalium- + Natriumsulfats = S gewogen worden (s. S. 89). Aus der gefundenen Menge K_2O wird durch Multiplikation mit 1,8478 das vorhandene Kaliumsulfat (K_2SO_4) berechnet. Wenn man dies von S abzieht, so bleibt das vorhandene Natriumsulfat (Na_2SO_4) übrig. Durch Multiplikation mit 0,43725 findet man die entsprechende Menge Na_2O .

Beispiel für die Berechnung.

Es sei $S = 0,9876$ g

$K_2O = 0,2112$ „

Dann ist $0,2112 \cdot 1,8478 = 0,3903$ g K_2SO_4

und $S - 0,3903 = 0,6173$ g Na_2SO_4 vorhanden.

Die vorhandene Menge Na_2O ist also:

$0,6173 \cdot 0,43725 = 0,2699$ g, d. h. 270 mg Na_2O .

Fäulnisfähigkeit.

Bei verschmutzten Wässern dienen die Bestimmungen der einzelnen Bestandteile in den meisten Fällen nur dazu, den Grad der Verschmutzung festzustellen. Da dies allein mit Hilfe der durch die Analyse ermittelten Zahlen oft sehr schwierig ist, und wenn überhaupt möglich, lange Zeit erfordert, so hat man nach einfacheren Methoden gesucht, um den Verschmutzungsgrad eines Wassers ermitteln zu können.

Faulprobe:

Eine 200 ccm-Flasche wird mit dem zu untersuchenden Wasser vollständig gefüllt und verschlossen bei 22° aufbewahrt. Zehn Tage hindurch prüft man von Zeit zu Zeit mit Hilfe des Geruchs oder durch Hineinhängen eines Streifen Bleipapiers, ob das Wasser Schwefelwasserstoff entwickelt.

Ist dies der Fall, so sagt man, das Wasser fault, d. h. es ist stark verunreinigt.

Ferner beobachtet man auch, ob das Wasser in seiner äußeren Beschaffenheit Änderungen erleidet und welcher Art diese sind.

Den Mangel der vorstehend angegebenen Methode, erst nach erheblicher Zeit ein Resultat zu geben, sucht die folgende Prüfung zu beheben.

Methylenblauprobe:

0,3 ccm einer 0,05 prozentigen Methylenblaulösung werden auf den Boden einer 50 ccm fassenden Glasflasche mit eingeschliffenem Stopfen gebracht. Hierauf füllt man die Flasche mit dem zu untersuchenden Wasser vollständig und verwahrt sie fest verschlossen bei 37° drei Stunden auf. Alle Wässer, die bei der Faulprobe Schwefelwasserstoff entwickeln, sind nach dieser Zeit vollkommen entfärbt, d. h. sie faulen.

Alphabetisch geordnetes Verzeichnis der erforderlichen Reagenzien.

Die bei den Untersuchungen zu verwendenden Reagenzien sind fast alle in chemischen Fabriken (z. B. Kahlbaum, Berlin) in reinem Zustande käuflich.

Bei der Selbstherstellung ist zu beachten, daß bei allen Lösungen stets destilliertes Wasser benutzt werden muß.

Aus den Normallösungen gewinnt man bekannter Weise die $\frac{1}{10}$ bzw. $\frac{1}{100}$ Normallösungen, indem man 100 bzw. 10 ccm mit destilliertem Wasser zu 1 l verdünnt.

Absoluter Alkohol:

Äther: Über Natrium destilliert.

Ammoniak (NH₃):

1. Man verwendet eine reine 10prozentige Lösung.
2. Zum Auswaschen eine 2 $\frac{1}{2}$ prozentige. Wird erhalten aus 1 Teil 10prozentiger + 3 Teile destill. Wasser.

Ammoniumkarbonatlösung:

1. 1 Teil käufliches reines Ammoniumkarbonat wird in 4 Teilen Wasser unter Zusatz von 1 Teil Ammoniakflüssigkeit (10 $\frac{0}{0}$) gelöst.
2. Siehe Schaffgotsche Lösung.

Ammoniumchloridlösung:

1. 10 Teile reines Chlorammonium, 80 Teile Wasser.
2. 1 ccm der Lösung enthält 0,05 mg Stickstoff (N): 3,8236 g bei 100 $^{\circ}$ getrocknetes Ammoniumchlorid (NH₄Cl) werden in 1 l Wasser gelöst. Von dieser Lösung werden 50 ccm zu 1 l verdünnt.

Ammoniummolybdatlösung:

1. 150 g reines Ammoniummolybdat werden mit Wasser zu 1 l Flüssigkeit gelöst und in 1 l Salpetersäure (spez. Gew. 1,2) gegossen. Nach 24stündigem Stehen bei etwa 35 $^{\circ}$ wird von dem ev. entstandenen Niederschlag abfiltriert.

2. Zum Auswaschen verdünnt man die vorstehende Lösung mit Wasser (1 : 3).

Ammoniumnitrat: Kristallisiert.

Ammoniumnitratlösung: Zum Auswaschen: 150 g Ammoniumnitrat werden mit 10 ccm Salpetersäure zu 1 l Flüssigkeit gelöst.

Ammoniumoxalatlösung: 10 Teile reines kristallisiertes Ammoniumoxalat in 250 Teilen Wasser.

Ammoniumsulfidlösung: Die käufliche farblose Lösung färbt sich an der Luft durch Bildung von Polysulfiden gelb.

Baryumchloridlösung: 10 Teile Baryumchlorid in 100 Teilen Wasser.

Baryumhydratlösung: 35 g Baryumhydrat werden mit 1 l Wasser längere Zeit digeriert und unter möglichst vollständigem Luftabschluß filtriert. Das stets schwach trübe Filtrat klärt sich beim Stehen. Die klare Lauge muß vor kohlenstoffhaltiger Luft geschützt aufbewahrt werden. Verschließen durch ein mit Natronkalk beschicktes Glasrohr.

Bimsteinpulver: Ausgeglüht.

Bleiazetatlösung: 10 Teile Bleiazetat in 100 Teilen Wasser.

Bleinitratlösung: 1 ccm = 0,1 mg Pb. Man löst 0,16 g zu Pulver zerriebenes, getrocknetes Bleinitrat zu 1 Liter mit destilliertem Wasser.

Bleipapier: Streifen Filtrierpapier, die in Bleiazetatlösung getränkt und getrocknet sind.

Bleisuperoxyd: Pulverisiert.

Bromwasser: Durch Schütteln von Brom mit der 20fachen Menge Wasser.

Brucin: Kristallisiert.

Diphenylamin: Kristallisiert.

Eisenchloridlösung: 1 Teil krist. Eisenchlorid ($\text{FeCl}_3 + 6 \text{H}_2\text{O}$) in 5 Teile Wasser.

Eisensalzlösung: 1 ccm = 0,1 mg Fe_2O_3 . Man löst 0,6286 g zwischen Filtrierpapier von hygroskopischem Wasser befreiten hellviolettten Eisenalaun ($\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 + \text{K}_2\text{SO}_4 + 24 \text{H}_2\text{O}$) in 1 l Wasser.

Essigsäure: 30 g Eisessig in 100 ccm Lösung.

Harnstofflösung: 10 g in 100 ccm Wasser.

Jodkalium: Kristallisiert.

Jodkaliumhaltige Natronlauge: Siehe Natronlauge.

Jodlösung: Normal. 127 g durch Sublimation gereinigtes Jod in 50 ccm 50prozentiger Jodkaliumlösung auf 1 l auffüllen.

Jodzinkstärkelösung: Man zerreibt 4 g Stärkemehl in einem Porzellanmörser mit wenig Wasser und fügt die dadurch ent-

stehende milchige Flüssigkeit unter Umrühren nach und nach zu einer im Sieden befindlichen Lösung von 20 g Zinkchlorid in 100 ccm Wasser. Man setzt das Erhitzen unter Ergänzung des verdampfenden Wassers fort, bis die Stärke möglichst gelöst und die Flüssigkeit fast klar geworden ist. Alsdann verdünnt man mit Wasser, setzt 2 g trocknes Zinkjodid hinzu, füllt zum Liter auf und filtriert. Die klare Flüssigkeit wird in gut verschlossener Flasche aufbewahrt. Sie darf sich mit dem 50fachen Volumen Wasser verdünnt beim Ansäuern mit verdünnter Schwefelsäure nicht blau färben.

Kaliumchlorat: Kristallisiert.

Kaliumchromatlösung: 10 g der gelben Kristalle des neutralen Kaliumchromats in 100 ccm Wasser.

Kaliumjodatstärkepapier: Ist vor dem Gebrauch stets frisch zu bereiten. Ein Streifen Filtrierpapier wird mit Kaliumjodatlösung, dann mit gelöster Stärke betupft.

Kaliumjodid: Siehe Jodkalium.

Kaliumnitritlösung: Siehe Nitritlösung.

Kaliumpermanganat: Kristallisiert.

Kaliumpermanganatlösung: Normal: 31,65 g Kaliumpermanganat werden mit Wasser zu 1 l gelöst.

Die $\frac{1}{100}$ Normallösung verändert sich beim Stehen. Sie

muß daher mit $\frac{1}{100}$ Normaloxalsäure des öfteren kontrolliert werden (siehe S. 48).

Kaliumrhodanatlösung: 10 Teile in 100 Teile Wasser.

Kaliumsulfidlösung: 40 g in 1 l Wasser.

Kongorotlösung: 1 g Kongorot in 500 ccm absolutem Alkohol, mit Wasser zu 1 l auffüllen.

Lackmuspapier: Rotes und blaues: Durch schwache Säuren gerötet oder durch schwache Alkalien gebläutes mit Lackmustinktur getränktes Fließpapier.

Magnesiainxur: 60 g Chlormagnesium und 15 g Chlorammonium in etwa 400 ccm Wasser. Dazu 250 ccm Ammoniak (10 Proz.). Dann auf 1 l verdünnt.

Tritt nach einiger Zeit eine Trübung ein, so wird filtriert.

Magnesiumoxyd: Pulverisiert.

Manganchlorürlösung: 80 g reines kristallisiertes Manganchlorür ($\text{MnCl}_2 + 4 \text{H}_2\text{O}$) in 100 ccm Wasser.

Metaphenylendiaminlösung: 5 g Metaphenylendiamin (Schmelzpunkt 63°) werden in Wasser gelöst und mit verdünnter Schwefelsäure bis zur deutlich sauren Reaktion versetzt. Dann wird mit Wasser zu 1 l aufgefüllt.

Eine eventuell vorhandene Färbung der Lösung ist durch Aufkochen mit ausgeglühter Tierkohle zu beseitigen.

Mercurisulfatlösung: 20 g Mercurisulfat werden in Wasser gelöst. Tritt keine vollständige Lösung ein, so ist mit verdünnter Schwefelsäure anzusäuern. Die Flüssigkeit wird auf 100 ccm mit Wasser aufgefüllt.

Methylorangellösung: 1 g in 1000 ccm Wasser.

Natriumacetatlösung: 10 g in 100 ccm Wasser.

Natriumbisulfid (NaHSO_3): Pulverisiert.

Natriumkarbonat: Siehe Soda.

Natriumnitrat: Kristallisiert.

Natriumphosphatlösung: 10 g in 100 ccm Wasser.

Natriumsulfid (Na_2S): 10 g in 100 ccm Wasser.

Natriumthiosulfatlösung:

1. Normal: 248 g ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + 5 \text{H}_2\text{O}$) mit Wasser zu 1 l.

2. Die $\frac{1}{100}$ Normallösung ist vor jedesmaligem Gebrauch frisch zu bereiten, da sie sich bei längerem Stehen zersetzt. Kontrolle: 50 ccm, mit Stärkelösung versetzt, müssen durch genau 50 ccm $\frac{1}{100}$ Normaljodlösung gebläut werden.

Natronlauge:

1. 33 prozentig. 1 Teil Natriumhydrat (NaOH) in 2 Teilen Wasser.

2. Normal: Käuflich.

3. $\frac{1}{10}$ Normal: Diese Natronlauge muß vor Kohlensäure geschützt aufbewahrt werden. Deshalb sind die Aufbewahrungsgefäße durch ein mit Natronkalk gefülltes Glasrohr zu verschließen.

4. 1 ccm entspricht 1 mg Kohlensäure (CO_2): 22,9 ccm Normalnatronlauge werden mit Wasser zu 1 l verdünnt.

5. Jodkaliumhaltige Natronlauge: 480 g Natriumhydrat (NaOH) und 15 g Jodkalium (KJ) werden mit Wasser zu 1 l gelöst.

Neflers Reagens: 10 g Mercurijodid werden mit Wasser in einem kleinen Porzellanmörser verrieben, in eine Flasche gespült und mit 5 g Jodkalium versetzt. Hierzu gibt man eine kalte Lösung von 20 g Natriumhydrat (NaOH) in wenig Wasser. Zu der ganzen Lösung dürfen nur 100 ccm Wasser gegeben werden. Die durch Absetzen geklärte Flüssigkeit wird im Dunkeln aufbewahrt. Zu den Untersuchungen darf nur die überstehende klare Flüssigkeit mit einer Pipette abgehebert werden.

Nitritlösung: 1 ccm enthält 0,01 mg Stickstoff (N): 2,3 g käufliches Kaliumnitrit werden in 1 l Wasser gelöst. Zur Bestimmung des Gehalts dieser Lösung an Nitritstickstoff werden in einem Erlmeyerkolben 20 ccm $\frac{1}{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung mit Wasser auf das fünffache Volumen verdünnt, mit einigen Kubikzentimetern verdünnter Schwefelsäure angesäuert und auf etwa 40° erwärmt. Hierzu läßt man aus einer Bürette von der Nitritlösung so viel zufließen, daß eben Entfärbung eintritt.

Da 1 ccm $\frac{1}{10}$ Normal-Kaliumpermanganatlösung 0,7 mg Nitritstickstoff oxydiert, so muß hiernach die Nitritlösung entsprechend verdünnt werden.

Beispiel: 20 ccm $\frac{1}{10}$ Normalpermanganatlösung seien von 11,6 ccm Nitritlösung entfärbt worden.

11,6 ccm Nitritlösung enthalten demnach $20 \cdot 0,7 = 14,0$ mg Nitritstickstoff.

0,01 mg Stickstoff sollen in 1 ccm Nitritlösung vorhanden sein,

14,0 mg Stickstoff sollen dann in $\frac{14}{0,01} = 1400$ ccm Nitritlösung vorhanden sein.

D. h. 11,6 ccm der Nitritlösung sind mit Wasser auf 1400 ccm zu verdünnen.

Oxalsäurelösung:

1. Normal: 63 g kristallisierte Oxalsäure zu 1 l Wasser gelöst.

2. $\frac{1}{100}$ Normal: Wird diese Lösung nur zur Bestimmung des Kaliumpermanganatverbrauchs benutzt, so ist es zwecks größerer Haltbarkeit gut vor dem Auffüllen zum Liter 10 ccm verdünnte Schwefelsäure zuzusetzen.

Phenolphthaleinlösung: 1 Teil Phenolphthalein in 30 Teilen 90 prozentigen Alkohol.

Phenolschwefelsäure: 40 g Phenol in 1 l konzentrierter Schwefelsäure.

Platinchloridlösung: 10 g in 100 ccm Wasser.

Protocatechusäurelösung: Vor dem Gebrauche frisch zu bereiten. Eine bei 18° gesättigte wässrige Lösung.

Quecksilber:

Rhodankaliumlösung: Siehe Kaliumrhodanatlösung.

Rosolsäurelösung: 1 Teil Rosolsäure in 500 Teilen 80 prozentigen Alkohols. Die Lösung wird durch tropfenweisen Zusatz von Barytwasser neutralisiert, bis deutliche Rotfärbung wahrnehmbar ist. Die Lösung ist in gut verschlossener Flasche aufzubewahren.

Salpetersäure:

1. Konzentrierte: Spez. Gew. 1,305.
2. Verdünnte: Spez. Gew. 1,2. Enthält etwa 32 % HNO_3 .

Salzsäure:

1. Konzentrierte: Spez. Gew. 1,19. Enthält etwa 35 % HCl .
2. Verdünnte: 1 Teil konzentrierte + 2 Teile Wasser. Etwa 10 prozentig.
3. Normal.

Schaffgotsche Lösung:

Schwefelammoniumlösung: Siehe Ammoniumsulfidlösung.

Schwefelsäure:

1. Konzentrierte.
2. Verdünnte: 3 Volumina Wasser werden allmählich unter Umrühren mit 1 Volumen konzentrierter Säure versetzt.
3. Normal.

Schwefelwasserstoff:

1. Das Schwefelwasserstoffgas wird erhalten beim Übergießen von Schwefeleisen mit verdünnter Schwefelsäure. Das sich bildende Gas wird zur Reinigung durch wenig destilliertes Wasser geleitet.
2. Schwefelwasserstoffwasser ist die Auflösung des Gases in Wasser.

Seifelösung: Nach Clark: Von der käuflichen Seifelösung müssen genau 45 ccm zur Sättigung einer Kalksalzlösung, die 12 mg CaO in 100 ccm Wasser, oder einer Barytsalzlösung, die 52,3 mg trocknes Baryumchlorid ($\text{BaCl}_2 + 2 \text{H}_2\text{O}$) in 100 ccm Wasser enthält, erforderlich sein, d. h. 12 Härtegrade anzeigen.

Seignettesalzlösung: 100 g in 200 ccm Wasser.

Silbernitratlösung: 1 ccm entspricht 1 mg Chlor (Cl): 4,7949 g Silbernitrat (AgNO_3) mit Wasser zu 1 l lösen.

Sodalösung: 100 g Soda (Na_2CO_3) in 1 l.

Sodanatronlauge: 25 g kristallisierte Soda und 25 g Natriumhydrat (NaOH) in 100 ccm Wasser.

Stärkelösung: Man verteilt die Stärke mit etwas kaltem Wasser und übergießt sie dann unter Umrühren mit dem 100fachen Gewicht kochenden Wassers. Den dünnen Kleister gibt man

in hohe Zylinder, läßt absitzen und benutzt das Abgegossene, wenn es einigermaßen klar ist, entweder direkt oder filtriert vorher.

Zur größeren Haltbarkeit dieser Lösung löst man in der frisch bereiteten Flüssigkeit Kochsalz bis zur Sättigung. Die möglichst klare Lösung bewahrt man in 100 ccm Flaschen kühl auf.

Da die Lösung sich leicht entmischt, muß man vor jedesmaligem Gebrauch tüchtig umschütteln.

Wasserstoffsperoxydlösung: Eine 3 prozentige wässrige Lösung ist käuflich.

Zink: Granuliert.



Benutzte Bücher.

- 1) Tiemann-Gärtner's Handbuch der Untersuchung und Beurteilung der Wässer.
 - 2) A. Classen: Ausgewählte Methoden der analytischen Chemie.
 - 3) J. König: Die Untersuchung landwirtschaftlich und gewerblich wichtiger Stoffe.
 - 4) Mitteilungen aus der Königlichen Prüfungsanstalt für Wasserversorgung und Abwasserbeseitigung. Herausgeber Dr. A. Schmidtman und Dr. C. Günther.
 - 5) Leitfaden für die chemische Untersuchung von Abwasser. Von Dr. Farnsteiner, Dr. Buttenberg und Dr. Korn.
 - 6) Bericht über die Tätigkeit der Versuchsstation der Deutschen Landwirtschaftsgesellschaft, Berlin. 1894/95.
-

2-28

S-96

Die städtische Abwässerbeseitigung in Deutsch-

land. Wörterbuchartig angeordnete Nachrichten und Beschreibungen städtischer Kanalisations- und Kläranlagen in deutschen Wohnplätzen. (Abwässer-Lexikon.) Von Dr. Hermann Salomon, Regierungs- und Geh. Medizinalrat, Koblenz.

Erster Band: **Das deutsche Mas-, Rhein- und Donaugebiet umfassend**, nebst einem Anhang: **Abwässerbeseitigungsanlagen in größeren Anstalten.** Mit 40 Tafeln, einer geographischen Karte und 9 Abbildungen im Text. Preis: 20 Mark.

Zweiter Band. Erste Lieferung: **Das Emsgebiet nebst vorgelagerten Inseln und das Wesergebiet.** Mit 11 Tafeln und 11 Textabbildungen. Preis: 5 Mark.

Zweiter Band. Zweite Lieferung: **Das Elbegebiet, einschließlich des Gebietes der zur Nordsee gehenden Küstenflüsse Schleswig-Holsteins und der vorgelagerten Inseln.** Mit 20 Tafeln und 23 Textabbildungen. Preis: 10 Mark 50 Pf.

Zweiter Band. Dritte Lieferung. **Das Odergebiet, einschließlich der zur Ostsee gehenden Küstenflüsse in Schleswig-Holstein, Mecklenburg und Pommern. Das Weichsel-, Pregel- und Memelgebiet.** Mit 23 Tafeln, 76 Textabbildungen und einer geographischen Karte. Preis: 16 Mark.

Der Herr Präsident des Kaiserlichen Gesundheitsamtes, welchem das abgeschlossene Werk überreicht worden ist, hat an den Verfasser den nachstehenden Erlaß gerichtet:

„. . . Euer pp. haben sich mit der Schaffung dieses Werkes ein großes Verdienst erworben, das alle diejenigen besonders dankbar anerkennen werden, welche häufig in die Lage kommen, sich über die Abwässerhältnisse in Orten des Deutschen Reiches schnell zu unterrichten. Ihre Arbeit hat und wird daher auch im Kaiserlichen Gesundheitsamte volle Würdigung erfahren“.

Die Quellen in ihren Beziehungen zum Grundwasser

und zum Typhus. Von Prof. Dr. A. Gärtner in Jena. Mit 22 Abbildungen und 12 lithogr. Karten. 1902. Preis: 10 Mark.

Deutsche med. Wochenschr. Nr. 33 vom 13. August 1902:

. . . Die Gärtnersche Schrift ist, wie schon diese kurze Inhaltsangabe erkennen läßt, eine ungemein bedeutsame Veröffentlichung, die jedem auf dem Gebiete der Wasserversorgung tätigen Fachmann, dem Hygieniker wie dem Hydrologen oder Techniker in gleicher Weise zu genauestem Studium empfohlen werden kann. Nicht unerwähnt bleibe dabei, daß die frische, originelle Art der Darstellung diese Aufgabe wesentlich erleichtert.

Biblioteka Politechniki Krakowskiej



100000296217