

Häufig gebrauchte Verbindungs- und Äquivalentgewichte

Verbindung (Formel)	Atom- bzw. Molekular- gewicht	1 mval (10^{-3} val) = mg
FeCO ₃	115,86	57,93
Fe(HCO ₃) ₂	177,89	88,95
FeS	87,92	43,96
Fe ₂ (SO ₄) ₃	399,90	66,65
FeCl ₂	126,76	63,38
FeCl ₃	162,22	54,07
FeSO ₄	151,92	75,96
H	1,01	1,01
H ₂ O	18,02	9,01
OH	17,01	17,01
HCl	36,47	36,47
HCO ₃	61,02	61,02
H ₂ CO ₃	62,03	31,02
H ₂ S	34,08	17,04
H ₂ SO ₃	82,08	41,04
H ₂ SO ₄	98,08	49,04
H ₂ SiO ₃	78,11	39,06
H ₃ PO ₄	98,00	32,67
HNO ₂	47,02	47,02
HNO ₃	63,02	63,02
H ₂ O ₂	34,02	17,01
D ₂ O	20,03	10,02
J	126,91	126,91
KOH	56,11	56,11

ARBEITSMETHODEN DER MODERNEN NATURWISSENSCHAFTEN

HERAUSGEGEBEN VON PROFESSOR DR. KURT FISCHBECK

WASSERANALYSE

Chemische, physiko-chemische und radiochemische
Untersuchungsverfahren wichtiger Inhaltsstoffe

von

Dipl.-Chem. Dr.-Ing.

ROLF K. FREIER

2. neubearbeitete und erweiterte Auflage

unter Mitarbeit von

Dipl.-Chem. Dr. Karl Heinz Neeb

Mit 19 Abbildungen



WALTER DE GRUYTER
BERLIN • NEW YORK 1974

©

Copyright 1974

by Walter de Gruyter & Co., vormals G. J. Göschen'sche Verlagshandlung, J. Guttentag,
Verlagsbuchhandlung Georg Reimer, Karl J. Trübner, Veit & Comp., Berlin 30.

Alle Rechte, insbesondere das Recht der Vervielfältigung und Verbreitung sowie der Übersetzung, vorbehalten. Kein Teil des Werkes darf in irgendeiner Form (durch Photokopie, Mikrofilm oder ein anderes Verfahren) ohne schriftliche Genehmigung des Verlages reproduziert oder unter Verwendung elektronischer Systeme verarbeitet, vervielfältigt oder verbreitet werden. Printed in Germany.

Satz und Druck: R. Oldenbourg, München. Bindearbeiten: Lüderitz & Bauer, Berlin.

ISBN 3 11 004875 2

VORWORT 2. AUFLAGE

Die sehr positive Aufnahme der 1. Auflage und weit verbreitete Benutzung haben Verlag und Autor dazu ermutigt, die WASSERANALYSE neu aufzulegen. Der Kritik von Leserschaft und Besprechung wurde weitgehend Rechnung getragen.

Neben der Beseitigung von Fehlern erfolgte eine neue Bearbeitung unter Aufnahme zahlreicher neuer Methoden, insbesondere solcher der Radiochemie.

Die Bestimmungsmethoden wichtiger Radioisotopen des Wassers konnten in einer geschlossenen Vorschriftensammlung durch das freundliche Entgegenkommen der Firmen SIEMENS AG und KRAFTWERK UNION AG erstmalig publiziert werden. Der Verfasser spricht hierfür den vorgenannten Firmen seinen verbindlichsten Dank aus. Herr Dr. KARL HEINZ NEEB, Erlangen, hat an der Gestaltung der 2. Auflage besondere Verdienste durch seine fachmännische Bearbeitung der RADIOCHEMISCHEN ANALYSEN; Herrn Dr. NEEB möchte ich hierfür meinen herzlichsten Dank sagen.

Herr Dipl.-Ing. RICHARD FRÖSCHEL, Hamburg, unterstützte mich bei der methodischen und redaktionellen Bearbeitung in hervorragender Weise. Herrn Professor Dr. K.-E. QUENTIN und Herrn Dr. L. WEIL, München, danke ich für ihre analytischen Hinweise bei einigen neuen Methoden und die Möglichkeit zur Publikation in der WASSERANALYSE.

Der Verfasser bittet alle Benutzer wiederum freundlichst um ihre Hinweise und Mitteilungen im Hinblick auf Verbesserung oder Komplettierungen und spricht seinen herzlichen Dank für alle wohlmeinenden Hinweise hiermit aus.

Die Vielfalt der heutigen verfügbaren Analysenmethoden macht eine Selektierung immer schwerer, zumal die weltweiten Fachverbände ihre Richtanalysen den Mitgliedern und Mitgliedswerken als fachspezifische Standards empfehlen. Die WASSERANALYSE kann hierzu nicht in Konkurrenz treten, da mit dieser Sammlung keine obligatorischen Richtwerte eines Grenzbereiches angesprochen sind. Vielmehr soll dem Praktiker im Wasserlabor ein Kompendium bewährter Analysenverfahren für die Identifizierung wichtiger Inhaltsstoffe des Wassers zur Hand sein, um ihm vielleicht so auch Möglichkeiten eines zuverlässigen analytischen Vergleichs zu bieten.

Hamburg, Frühjahr 1974

ROLF K. FREIER

VORWORT 1. AUFLAGE

Das Wasser spielt im Haushalt der Natur eine hervorragende Rolle. Mit zunehmender Bevölkerung und Industrialisierung werden die natürlichen Süßwasservorkommen rarer und gewinnen so Jahr um Jahr an Wert. Der sich bereits deutlich abzeichnende Mangel an salzarmen Oberflächen-, Brunnen- und Quellwässern führt daher in steigendem Maße zur Verwendung von salzbelasteten oder verschmutzten Rohwässern, wie z. B. Meerwasser, Flußwasser, die vor ihrer Verwendung mit erheblichem Kostenaufwand aufbereitet werden müssen.

Die Bedeutung der Wasseranalyse, d. h. die Prüfung des Wassers auf darin gelöste Stoffe, muß unter dem vorgenannten Aspekt eine zunehmende und beachtenswerte Tendenz erfahren. Die chemische Wasseranalyse ist uralte. Schon PLINIUS berichtet davon, wie die Römer harte und weiche Wässer zu unterscheiden wußten. Die Methoden der klassischen analytischen Chemie begründeten lange Zeit die ersten Impulse einer sich allmählich herauskristallisierenden speziellen Analytik des Wassers, die schließlich gegen Mitte des 20. Jahrhunderts zu einem eigenständigen Sach- und Fachgebiet wurde. Der Zeitaufwand und die oft nicht mehr genügende Genauigkeit klassischer Analysenmethoden führen mehr und mehr dazu, auf physiko-chemische Analysenverfahren mit stoffspezifischem Charakter überzugehen, möglichst nicht mehr einzudampfen und anzureichern, sondern die chemischen Bestandteile direkt im Wasser zu bestimmen. Die wissenschaftlichen und technischen Erfordernisse verlangen heute Spurenanalysen weit unter der Wägbarkeitsgrenze und den stoffspezifischen Nachweis in einer Konzentration bis zu 10^{-9} kg/l herab. Das bedeutet eine analytische Größenordnung von 10^{-3} mg eines Stoffes in einem Liter Wasser (= 10^{-3} ppm).

Wenn man bedenkt, daß es heute technische Prozesse gibt, die ein Wasser solcher Reinheit im großen Stil zu produzieren gestatten, so wird damit am ehesten verständlich, wie weit sich die heutige Wasseranalytik von der klassischen chemischen Analyse entfernt hat, um solche Wasserreinheit noch exakt nachzuweisen. Es wird ferner verständlich, daß zur Erreichung dieses Zieles neue Wege beschritten werden mußten und die physikalische Chemie hierbei einen maßgeblichen Anteil hat. Trotzdem wäre dieser analytische „Tiefgang“ in die Welt der kleinsten Dimensionen nicht möglich gewesen, wenn die optische Industrie nicht die zur photometrischen Bestimmung stoffspezifischer Farbindikatoren geeigneten Präzisionsinstrumente weiterentwickelt hätte. Erst dadurch erreichte die

Kolorimetrie höchste Präzision und die Wasseranalytik seit etwa einem Jahrzehnt ihre spezifische Qualifikation. Daneben bilden weitere physiko-chemische Analysenverfahren, wie z. B. die elektrische Leitfähigkeitsmessung oder die elektrische p_H -Messung ein unentbehrliches Rüstzeug für den Wasseranalytiker. Bereits heute zeichnen sich neue Wege in der Wasseranalytik, beispielsweise in der Verwendung von Ionenaustauschern, Membranfiltern sowie in der Flüssigkeitschromatographie, ab. Einige wenige klassische Untersuchungsmethoden sind in mehr oder weniger abgewandelter Form noch immer up to date; es handelt sich hierbei um titrimetrische Analysenverfahren, wie z. B. die „Komplexometrie“.

Der vorliegende Band „Wasseranalyse“ enthält eine Auswahl der wichtigsten chemischen und physiko-chemischen Untersuchungsverfahren unter dem Gesichtspunkt einer stoffspezifischen Klassifizierung. Aus der Fülle des Angebotes wurde für jeden Stoff nur ein in der Praxis bereits erprobtes Verfahren ausgewählt, so daß dem Benutzer sowohl für wissenschaftliche als auch technische Belange bewährte Analysenverfahren für die wichtigsten Inhaltsstoffe des Wassers zur Verfügung stehen. Spezielle Analysen, wie sie z. B. für die bakteriologische Prüfung oder die Abwasseruntersuchung benötigt werden, fanden keine Berücksichtigung. Ebenso hat die Bestimmung der Radioaktivität in dieser Auflage noch keine Erwähnung gefunden.

Herrn Professor Dr. K. FISCHBECK, Heidelberg, sowie Herrn Professor Dr. W. SCHENK, Berlin, dankt der Verfasser für ihr wohlwollendes Interesse und ihre anregenden Hinweise für das Entstehen dieser Schrift.

Die Herren Dr. H. E. HÖMIG, Essen, Dr. H. KIEKENBERG, Hamburg, und Dr. G. RESCH, Dortmund, haben wesentliche Teile der Analysenverfahren einer kritischen Durchsicht unterzogen und sich in sehr dankenswerter Weise um das Gelingen dieser Arbeit bemüht.

Der niedrige Anschaffungspreis trägt dem Bedürfnis Rechnung, auch dem Studierenden einen Leitfaden und eine Einführung in die neuzeitliche Wasseranalytik in die Hand zu geben.

Verfasser und Verlag richten die freundliche Bitte an alle Benutzer, durch Hinweise und Mitteilungen zur weiteren Verbesserung und Komplettierung dieser *speziell für den Arbeitsplatz im Labor* gedachten „Wasseranalyse“ beizutragen. Allen, die das Bemühen des Herausgebers und des Verfassers um die Publikation *moderner Arbeitsmethoden der Wasseranalytik* im Interesse der fortschrittlichen Erkenntnis und Information wohlmeinend unterstützen wollen, sei hier bereits sehr herzlich gedankt.

Castrop-Rauxel, Frühjahr 1964

ROLF K. FREIER

**CHEMISCHE UND PHYSIKO-CHEMISCHE
ANALYSENVERFAHREN**

		Seite
1	Aluminium (Al)	15
2	Ammoniak (NH ₃)	19
3	Blei (Pb)	21
4	Bor < 100 µg/l (B)	23
5	Bor > 1,75 mg/l (B)	25
6	Calcium (Ca)	27
	Magnesium (Mg)	
7	Carbonat (CO ₃ ²⁻)	31
	Hydrogencarbonat (HCO ₃ ⁻)	
8	Chlor, freies (Cl ₂)	39
9	Chlorid, titrimetrisch (Cl ⁻)	41
10	Chlorid, photometrisch (Cl ⁻)	45
11	Chrom (Cr)	47
12	Eindampfrückstand – Glühverlust	49
13	Eisen (Fe ²⁺ , Fe ³⁺)	51
14	Gesamt-Eisen, mit Phenanthrolin (Fe)	53
15	Gesamt-Eisen, mit Thioglycols. (Fe)	55
16	Fluorid (F ⁻)	57
17	Gesamtkohlensäure (CO ₂ + HCO ₃ ⁻ + CO ₃ ²⁻)	60
18	Härte (mval/l)	63
19	Hydrazin (N ₂ H ₄)	67
20	Kieselsäure (SiO ₂)	69
21	Kohlendioxid (CO ₂)	72
22	Kupfer, Extraktionsmethode (Cu)	78
23	Kupfer (I) (Cu ⁺)	80
24	Kupfer, Direktmethode (Cu ⁺ , Cu ²⁺)	82

		Seite
25	Leitfähigkeit, elektrische ($\Omega^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$)	84
26	Mangan (Mn)	97
27	Kalium- (K)	99
	Lithium- (Li)	
	Natrium (Na)	
28	Nickel (Ni)	103
29	Nitrat (NO_3^-)	103
30	Nitrit (NO_2^-)	107
31	Öl im Wasser	109
32	Permanganat-Zahl (Huminsäure)	110
33	Phenol (Gesamt-)	112
34	Phosphat (P_2O_5)	114
35	p_{H} -Wert (H^+)	118
36	Redoxpotential (E_0)	123
37	Sauerstoff (O_2)	126
38	Sauerstoff < 0,2 mg/l (O_2)	130
39	Schwebstoffe	133
40	Schwefelwasserstoff (H_2S)	134
41	Selen (Se)	135
42	Sulfat (SO_4^{2-})	139
43	Sulfit (SO_3^{2-})	141
44	Tenside, anionenaktive	146
45	Tenside, kationenaktive	149
46	Titan (Ti)	151
47	Trübung ($\%D$)	154
48	Wasserstoffperoxid (H_2O_2)	155
49	Zink (Zn)	157
50	Grundlagen der Photometrie	160
51	Extinktionstabelle (Zusammenhang zwischen Durchlaßgrad D und Extinktion E)	163

RADIOCHEMISCHE ANALYSENVERFAHREN
FÜR WASSERGEKÜHLTE REAKTOREN

Bearbeiter: K. H. NEEB

	Seite
101 Spaltprodukt nuklide	167
102 Aktivierungsprodukte	170
103 Cäsium (134Cs, 136Cs, 137Cs)	173
104 Chrom-51 (51Cr)	175
105 Eisen-59 (59Fe)	177
106 Jod (131J, 132J, 133J, 134J, 135J)	179
107 Kobalt (58Co, 60Co)	181
108 Kupfer-64 (64Cu)	183
109 Mangan (54Mn, 56Mn)	185
110 Molybdän-99 (99Mo)	187
111 Neptunium-239 (239Np)	189
112 Plutonium (239Pu + 240Pu)	192
113 Strontium-90 (90Sr)	195
114 Tritium (3H)	198
115 Zirkon (95Zr, 97Zr)	200
116 γ -Spektren	202
117 Aktivität Abwasser	211

ANMERKUNG

Es dürfen nur Reagenzien des Reinheitsgrades z. A. (p. a.) Verwendung finden.

Unter der Bezeichnung Wasser (zum Ansetzen von Reagenzlösungen, als Verdünnungs- und Vergleichswasser) ist reines, vollentsalztes Wasser (Deionat) zu verstehen.

Alle in den Vorschriften angeführten Eichfaktoren bzw. maßanalytischen Äquivalente beziehen sich auf das in den Vorschriften enthaltene Ausgangswasservolumen, sofern nicht besondere Hinweise gegeben sind.

Die Angabe der Analysenergebnisse in mg/l gilt an sich unter der Voraussetzung, daß die Dichte der wäßrigen Flüssigkeit 1 ist und somit die im physikalisch-chemischen Sinne exakte Dimension mg/kg erfüllt wird. Die in der angelsächsischen Literatur verwandte Dimension ppm (= 1:10⁶ Teile) entspricht der Angabe mg/kg.

Liegt demnach eine Flüssigkeit mit einer anderen Dichte als 1 vor, so müßte man strenggenommen das Analysenergebnis durch die wahre Dichte teilen. In der Wasseranalytik erreicht man jedoch meistens ohne Dichtekorrektur die Analysengenauigkeit.

Für den „Satz“ der vorliegenden 2. Auflage wurden Teile des „Stehsatzes“ aus der 1. Auflage verwendet.

Deshalb wurde die heute ungebräuchliche Schreibweise für Normallösungen, wie z. B.

0,1-N-Salzsäure,
0,2-N-Perchlorsäure oder
0,01-N-Na-AeDTA

der Einheitlichkeit wegen auch für den „Neusatz“ beibehalten.

WICHTIGE FORMELZEICHEN

γ	Aktivitätskoeffizient
ε	(Dekadischer) Extinktionskoeffizient
f	Eichfaktor (cm · mg/l)
k	(Dekadischer) Extinktionsmodul
s	Schichtdicke (cm)
t	Temperatur (°C)
$^{\circ}\text{dH}$	Grad deutsche Härte (veraltete Maßeinheit für den Gehalt an Härtebildnern)
	$\frac{^{\circ}\text{dH}}{2,8} = \text{mval/l}$
Ω	Ohm
[]	Chemische Symbole in eckigen Klammern bedeuten molare Konzentrationen des betreffenden Stoffes
D	Durchlässigkeit (‰)
D_{18}	Dichte bei 18 °C
E	Extinktion
K	Konstante
L	Löslichkeitsprodukt
N	Normalität (val/l)
S	Siemens (Ω^{-1})
κ	elektr. Leitfähigkeit ($\Omega^{-1} \cdot \text{cm}^{-1}$)
c	Konzentration (mg/l)
x	Blindwert der Reagenzien
E_{α}	Alpha-Strahlenenergie (keV bzw. MeV)
E_{β}	Beta-Strahlenenergie (keV bzw. MeV)
E_{γ}	Gamma-Strahlenenergie (keV bzw. MeV)
$J\%$	Übergangswahrscheinlichkeit
T	Halbwertszeit
s	Sekunden
m	Minuten
h	Stunden
d	Tage
a	Jahre

ALUMINIUM (Al)

photometrisch mit **1,2-Dioxyanthrachinon-3-sulfo-saures-Natrium**
 als **Al-Chelat** des **Alizarins** (490 nm)

A. Ausführung

50 ml Probewasser versetzt man in der angegebenen Reihenfolge mit

- 5 ml 0,2-N-Perchlorsäure (1)
- 5 ml 1-N-Natronlauge (2)
- 10 ml Reagenzlösung (3)
- 10 ml Aceton (4)
- 5 ml 1-N-Essigsäure (5)

Nach 10 min photometriert man gegen Vergleichswasser (50 ml reines Wasser, welches mit den gleichen Chemikalien behandelt ist). An Hand der gemessenen Durchlässigkeit ermittelt man den Aluminiumgehalt aus der Tabelle 1 in mg Al/l.

Zur Eliminierung störender Begleitmetalle (siehe Erläuterung B) schüttelt man 100 ml Probewasser nach Zugabe von 10 ml 0,2-N-Perchlorsäure unter Zusatz von Chloroform, das mit Cupferon gesättigt ist, gut durch. Diese Manipulation ist zu wiederholen, bis die mit Cupferon gesättigte Chloroformlösung keine Gelbfärbung mehr zeigt. Anschließend schüttelt man nochmals mit reinem Chloroform. Die überstehende wäßrige Phase enthält vorhandenes Aluminium und kann nach Zugabe der Chemikalien (2) bis (5) wie beschrieben photometriert werden.

Tabelle 1. mg Al/l für 1 cm – Küvette 490 nm

D%	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
10	4,090	4,070	4,045	4,030	4,010	3,990	3,970	3,945	3,930	3,910
11	3,885	3,865	3,850	3,830	3,810	3,795	3,780	3,760	3,740	3,720
12	3,705	3,685	3,670	3,655	3,640	3,625	3,610	3,590	3,575	3,560
13	3,540	3,525	3,510	3,500	3,485	3,470	3,455	3,440	3,425	3,410
14	3,395	3,380	3,370	3,355	3,340	3,325	3,310	3,300	3,285	3,270
15	3,255	3,245	3,235	3,220	3,205	3,195	3,180	3,170	3,155	3,145
16	3,130	3,120	3,110	3,100	3,090	3,080	3,070	3,055	3,045	3,030
17	3,020	3,010	3,000	2,985	2,975	2,965	2,955	2,945	2,935	2,920
18	2,910	2,895	2,885	2,875	2,865	2,855	2,845	2,840	2,830	2,820
19	2,810	2,805	2,795	2,780	2,775	2,770	2,760	2,750	2,735	2,720

1 Aluminium

D%	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
20	2,715	2,710	2,700	2,690	2,680	2,675	2,670	2,660	2,650	2,640
21	2,630	2,620	2,615	2,610	2,600	2,595	2,590	2,580	2,570	2,560
22	2,550	2,545	2,540	2,530	2,520	2,515	2,505	2,500	2,490	2,480
23	2,470	2,460	2,455	2,450	2,440	2,430	2,420	2,415	2,410	2,400
24	2,390	2,380	2,375	2,365	2,355	2,350	2,345	2,335	2,330	2,325
25	2,320	2,310	2,300	2,290	2,280	2,270	2,265	2,260	2,255	2,250
26	2,245	2,235	2,230	2,220	2,215	2,210	2,200	2,190	2,185	2,180
27	2,175	2,165	2,160	2,155	2,145	2,140	2,138	2,135	2,125	2,115
28	2,110	2,105	2,100	2,095	2,090	2,080	2,075	2,065	2,063	2,060
29	2,055	2,045	2,040	2,035	2,030	2,020	2,015	2,010	2,005	2,000
30	1,995	1,985	1,980	1,975	1,970	1,965	1,960	1,955	1,945	1,940
31	1,938	1,935	1,930	1,925	1,920	1,915	1,905	1,900	1,895	1,885
32	1,883	1,880	1,875	1,870	1,865	1,860	1,855	1,850	1,845	1,840
33	1,835	1,830	1,825	1,820	1,810	1,808	1,805	1,800	1,795	1,790
34	1,785	1,780	1,775	1,770	1,765	1,760	1,755	1,750	1,745	1,740
35	1,738	1,735	1,730	1,725	1,720	1,715	1,710	1,705	1,700	1,695
36	1,690	1,685	1,680	1,678	1,675	1,670	1,665	1,660	1,658	1,655
37	1,650	1,645	1,640	1,635	1,630	1,625	1,620	1,615	1,610	1,608
38	1,605	1,603	1,600	1,595	1,590	1,585	1,580	1,575	1,570	1,565
39	1,560	1,558	1,555	1,550	1,545	1,540	1,538	1,535	1,530	1,525
40	1,520	1,515	1,510	1,508	1,505	1,500	1,495	1,490	1,488	1,485
41	1,480	1,475	1,470	1,468	1,465	1,460	1,455	1,453	1,450	1,445
42	1,443	1,440	1,435	1,430	1,428	1,425	1,420	1,415	1,410	1,405
43	1,403	1,400	1,398	1,395	1,390	1,385	1,383	1,380	1,375	1,370
44	1,365	1,360	1,358	1,355	1,350	1,345	1,340	1,335	1,333	1,330
45	1,325	1,320	1,318	1,315	1,310	1,308	1,305	1,300	1,295	1,290
46	1,288	1,285	1,283	1,280	1,278	1,275	1,270	1,265	1,260	1,258
47	1,255	1,253	1,250	1,245	1,240	1,238	1,235	1,233	1,230	1,225
48	1,220	1,215	1,213	1,210	1,205	1,203	1,200	1,195	1,190	1,185
49	1,183	1,180	1,178	1,175	1,170	1,165	1,163	1,160	1,158	1,155
50	1,153	1,150	1,148	1,145	1,143	1,140	1,135	1,130	1,125	1,120
51	1,115	1,113	1,110	1,108	1,105	1,100	1,095	1,093	1,090	1,088
52	1,085	1,083	1,080	1,075	1,070	1,065	1,063	1,060	1,058	1,056
53	1,055	1,053	1,050	1,048	1,045	1,040	1,035	1,030	1,028	1,025
54	1,023	1,020	1,018	1,015	1,012	1,010	1,008	1,005	1,000	0,995
55	0,990	0,985	0,983	0,981	0,980	0,978	0,975	0,973	0,970	0,965
56	0,963	0,960	0,958	0,955	0,953	0,950	0,945	0,940	0,938	0,935
57	0,933	0,930	0,928	0,925	0,923	0,920	0,918	0,915	0,913	0,910
58	0,908	0,905	0,900	0,895	0,890	0,888	0,885	0,883	0,880	0,878
59	0,876	0,875	0,873	0,870	0,868	0,865	0,863	0,860	0,855	0,853

Aluminium 1

D%	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
60	0,850	0,845	0,840	0,838	0,836	0,835	0,833	0,830	0,825	0,820
61	0,818	0,815	0,813	0,810	0,808	0,806	0,805	0,803	0,800	0,795
62	0,793	0,790	0,788	0,785	0,780	0,778	0,775	0,773	0,770	0,768
63	0,765	0,763	0,760	0,758	0,756	0,755	0,753	0,751	0,750	0,748
64	0,745	0,740	0,738	0,735	0,733	0,730	0,728	0,725	0,723	0,720
65	0,715	0,710	0,708	0,705	0,703	0,701	0,700	0,698	0,695	0,693
66	0,690	0,688	0,685	0,683	0,681	0,680	0,678	0,675	0,673	0,670
67	0,665	0,663	0,660	0,658	0,655	0,653	0,650	0,645	0,643	0,640
68	0,638	0,636	0,635	0,633	0,631	0,630	0,628	0,625	0,620	0,618
69	0,615	0,613	0,610	0,608	0,606	0,605	0,603	0,601	0,600	0,598
70	0,595	0,593	0,591	0,590	0,588	0,585	0,583	0,580	0,578	0,575
71	0,573	0,570	0,568	0,565	0,563	0,560	0,558	0,555	0,553	0,550
72	0,548	0,545	0,543	0,540	0,538	0,536	0,535	0,533	0,531	0,530
73	0,528	0,525	0,523	0,520	0,518	0,515	0,513	0,510	0,508	0,505
74	0,503	0,500	0,498	0,495	0,493	0,490	0,488	0,486	0,485	0,483
75	0,481	0,480	0,478	0,475	0,473	0,470	0,468	0,465	0,463	0,460
76	0,458	0,456	0,455	0,453	0,451	0,450	0,448	0,445	0,443	0,440
77	0,438	0,435	0,433	0,430	0,428	0,425	0,423	0,421	0,420	0,418
78	0,416	0,415	0,413	0,410	0,408	0,405	0,403	0,401	0,400	0,398
79	0,395	0,393	0,390	0,388	0,385	0,383	0,381	0,380	0,378	0,376
80	0,375	0,373	0,370	0,368	0,365	0,363	0,361	0,360	0,358	0,355
81	0,353	0,351	0,350	0,348	0,345	0,343	0,340	0,338	0,335	0,333
82	0,330	0,328	0,326	0,325	0,323	0,321	0,320	0,318	0,315	0,313
83	0,310	0,308	0,306	0,305	0,303	0,300	0,298	0,295	0,293	0,291
84	0,290	0,288	0,286	0,285	0,284	0,283	0,282	0,280	0,278	0,275
85	0,273	0,271	0,270	0,268	0,266	0,265	0,263	0,260	0,258	0,256
86	0,255	0,253	0,251	0,250	0,248	0,245	0,243	0,241	0,240	0,238
87	0,236	0,235	0,233	0,231	0,230	0,228	0,226	0,225	0,223	0,221
88	0,220	0,218	0,215	0,213	0,210	0,208	0,206	0,205	0,204	0,203
89	0,202	0,200	0,198	0,195	0,193	0,190	0,188	0,185	0,183	0,180
90	0,179	0,178	0,177	0,175	0,172	0,170	0,168	0,165	0,163	0,160
91	0,158	0,156	0,155	0,153	0,150	0,149	0,148	0,147	0,145	0,143
92	0,140	0,138	0,135	0,134	0,133	0,132	0,130	0,128	0,126	0,125
93	0,124	0,123	0,122	0,120	0,118	0,115	0,114	0,113	0,112	0,110
94	0,108	0,105	0,103	0,101	0,100	0,099	0,098	0,096	0,095	0,092
95	0,090	0,088	0,085	0,083	0,081	0,080	0,079	0,078	0,077	0,075
96	0,072	0,070	0,068	0,065	0,063	0,061	0,060	0,059	0,058	0,056
97	0,055	0,053	0,051	0,050	0,049	0,048	0,046	0,045	0,043	0,040
98	0,038	0,035	0,034	0,033	0,032	0,030	0,028	0,026	0,025	0,023
99	0,020	0,018	0,016	0,015	0,013	0,010	0,008	0,005	0,004	0,002

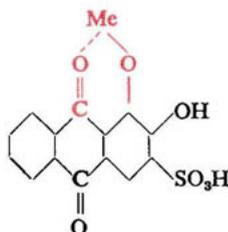
1 Aluminium

B. Grundlage

1. Reaktionsmechanismus

2. Störeinflüsse

Mit Alizarin (Dioxyanthrachinon) bildet Aluminium einen roten Farblack, dessen Farbintensität von der Aluminiumkonzentration des Probewassers abhängt. Die Fähigkeit des Alizarins, mit Metalloxiden wie Aluminium-, Eisen-, Chrom-, Kupfer-, Zirkon-, Vanadin-, Titan-Oxid u. a. charakteristisch gefärbte „Lacke“ zu bilden, wird der Nachbarstellung der einen CO-Gruppe zu einer Phenol-Gruppe und daraus resultierenden inneren Komplexbildung zugeschrieben.



Nachteile der Bestimmung liegen darin, daß einmal das BÆRSche Gesetz nicht gilt und zum anderen eine ganze Reihe von Metallen stört. Man kann den Eisengehalt des zu untersuchenden Wassers unberücksichtigt lassen, so lange er wesentlich geringer ist als der Aluminiumgehalt. Andernfalls sind die Störelemente durch Ausschütteln mit Cupferon vor der photometrischen Bestimmung zu beseitigen. Die einfache Analysenvorschrift gilt daher nur so lange, wie die Eisenionenkonzentration unter der Aluminiumionenkonzentration liegt.

C. Reagenzien

- (1) 0,2-N-Perchlorsäure.
- (2) 1-N-Natronlauge (Al frei!).
- (3) Alizarin-S-Lösung: 0,25 g 1,2-Dioxyanthrachinon-3-sulfo-säure und 7,5 ml Eisessig zu 1 l Wasser lösen.
- (4) Aceton.
- (5) 1-N-Essigsäure.
- (6) Cupferon (Nitroso-phenylhydroxylamin C₆H₅N(NO)OH).
- (7) Chloroform.

AMMONIAK (NH₃)

photometrisch

mit $K_2 [HgJ_4]$ (NESSLERS Reagenz)
als Amidoquecksilberjodid

$$a) f \cdot \frac{E}{s} - \frac{E_x}{s} = \text{mg NH}_3/l$$

$$b) f \cdot \left(\frac{E}{s} - \frac{E_x}{s} \right) - 2,2 \text{ (mg N}_2\text{H}_4/l) = \text{mg NH}_3/l,$$

wenn die Probe Hydrazin enthält.

$$f = 8,0 \pm 0,2 \text{ cm} \cdot \text{mg/l (Hg 436 nm)}$$

E_x = Extinktion der Reagenzien in ammoniakfreiem Wasser gegen reines Wasser.

A. Ausführung

50 ml des zu untersuchenden, eventuell verdünnten Probewassers versetzt man nacheinander mit 2,5 ml Seignettesalzlösung (1) und 1 ml NESSLERS Reagenz (2). 2 bis 3 min danach wird mit Hg-Lampe und Filter Hg 436 die Extinktion in 1 bis 5 cm Schicht gegen reines Wasser gemessen. Anschließend ermittelt man bei gleicher Schichtdicke die Extinktion der zugesetzten Reagenzien in einer mit ammoniakfreiem Wasser angesetzten Probe.

Das LAMBERT-BEERSche Gesetz gilt annähernd bis zu $k \approx 0,8$.

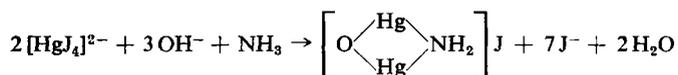
In 1 cm Schicht mißt man von 0,1 bis 7 mg NH₃/l,

in 5 cm Schicht mißt man von 0,02 bis 1,4 mg NH₃/l.

B. Grundlage**1. Reaktionsmechanismus****2. Störeinflüsse**

Versetzt man ammoniakhaltiges Wasser mit NESSLERS Reagenz, einer alkalischen Lösung von Kaliumquecksilber(II)-Jodid $K_2 [HgJ_4]$, so bildet sich schwer lösliches gelbbraunes Amidoquecksilberjodid:

2 Ammoniak



Bei Einhaltung der oben angegebenen Arbeitsvorschrift unterbleibt die Fällung, und die gelöste Quecksilber-Amido-Verbindung erteilt der Lösung eine dem NH_3 -Gehalt entsprechende Färbung, die photometrisch gemessen wird. Es stören Sulfid und Substanzen, die eine oder mehrere NH_2 -Gruppen enthalten. Hydrazinhaltige Lösungen z. B. wirken reduktiv auf die Reagenzlösung ein (Trübung der Lösung). In Gegenwart von Ammoniak verstärkt Hydrazin jedoch nur die vom Ammoniak herrührende Farbe. Dadurch ist es möglich, eine NH_3 -Bestimmung vorzunehmen, ohne daß die oxydative Zerstörung des vorhandenen Hydrazins vorangehen muß.

C. Reagenzien

- (1) Seignettesalzlösung. 100 g Kalium-Natriumtartrat werden in 200 ml destilliertem Wasser gelöst und der kalten Lösung 10 ml NESSLERS Reagenz zugesetzt. Nach 2 bis 3 Tagen ist die Flüssigkeit meist klar und farblos. Durch eine Glasfritte filtriert man ab.
- (2) NESSLERS Reagenz. Man verreibt 10 g Quecksilber(II)-Jodid mit 5 g Kaliumjodid in einem Porzellanmörser unter Zugabe von möglichst wenig Wasser bis zur Auflösung, spült in einen Kolben und gibt eine kalte Lösung von 20 g Natriumhydroxid in Wasser hinzu. Insgesamt verarbeitet man 100 ml Wasser. In der gut gemischten Flüssigkeit läßt man die Trübung absitzen, dekantiert oder saugt durch eine Fritte ab. Das Reagenz bewahrt man in einer dunklen, gut verschlossenen Flasche auf. Dort ist es längere Zeit haltbar.
- (3) Eichlösung, enthaltend 314,1 mg $\text{NH}_4\text{Cl}/l = 100 \text{ mg NH}_3/l$.
- (4) Eichlösung, enthaltend 41 mg $\text{N}_2\text{H}_6\text{SO}_4 = 10 \text{ mg N}_2\text{H}_4/l$.