

Man muss also den bei der Titration von Traubenzucker erhaltenen Werth mit 0,9 multipliciren, um den entsprechenden Werth für Stärke zu erfahren.

V.

Die chemische Untersuchung des Trinkwassers.

Allgemeine Eigenschaften der natürlichen Wässer.

Die natürlichen Wässer, Quell- und Flusswässer, sind niemals chemisch rein, sondern enthalten stets in wechselnder Menge anorganische und organische feste Stoffe, sowie Gase gelöst; unter normalen Verhältnissen kann nur eine kleine Anzahl von löslichen Substanzen in die natürlichen Wässer gelangen. Es kommen darin besonders vor Sauerstoff, Stickstoff, Kohlensäure, Sulfate, Chloride, Nitrate, Nitrite, Phosphate der Alkalimetalle, des Calciums und Magnesiums, durch vorhandene Kohlensäure in Lösung gehaltene Carbonate von Calcium Magnesium und Eisen, ferner Kieselsäure, Thonerde und die löslichen Bestandtheile der Humusstoffe. Die Gesamtmenge der gelösten und aufgeschwemmten Bestandtheile des Wassers beträgt in der Mehrzahl der Fälle nur Hundertel- und selten Zehntelprocente. Hiervon machen aber die Mineralwässer und das Meerwasser eine Ausnahme. Die Menge des festen Rückstandes ist besonders von der Gebirgsformation, welcher das Wasser entstammt, abhängig. Die Anforderungen, welche man an die Güte des Wassers richtet, sind demnach abhängig von lokalen, besonders den geognostischen Verhältnissen. So hat E. REICHARDT¹ gefunden, dass ein Wasser, welches dem Granit entstammte, in 100 000 Theilen 2,44 Theile Abdampfrückstand lieferte, während ein Wasser aus dolomitischem Muschelkalk 41,88 und eine Gypsquelle sogar 236 Theile Abdampfungsrückstand gab. Im Allgemeinen betrachtet, enthalten 100 000 Theile der natürlichen Wässer, welche frei von aussergewöhnlichen Verunreinigungen sind:

1. Nicht mehr als 50 Theile mineralische und organische, bei dem Verdampfen auf dem Wasserbade und Trocknen bei 100° zurückbleibende Stoffe.

¹ E. REICHARDT, Grundlagen zur Beurtheilung des Trinkwassers, 4. Aufl., S. 33 und 34, Halle 1880.

2. Nicht mehr als 18 bis 20 Theile Calcium- und Magnesiumsalze zusammengenommen, d. h. eine Härte von 18 bis 20 deutschen Härtegraden.
3. Nicht mehr als 2 bis 3 Theile Chlor, bezw. 3,3 bis 5 Theile Kochsalz.
4. Nicht mehr als 8 bis 10 Theile Schwefelsäure $[SO_3]$.
5. Nicht mehr als 0,5 bis 1,5 Theile Salpetersäure $[N_2 O_5]$.
6. Ammoniak und
7. salpetrige Säure entweder gar nicht oder in kaum nachweisbaren Spuren.
8. Nicht mehr organische Stoffe, als dass 100 000 Theile Wasser höchstens einen Theil Kaliumpermanganat reduciren.

Die Umstände, welche bedingen, dass mehr oder weniger lösliche Stoffe in die natürlichen Wässer gelangen, sind äusserst mannigfaltig und einem steten Wechsel unterworfen. Das zu verschiedenen Zeiten von derselben Quelle gelieferte, oder dem nämlichen Brunnen entnommene, oder an ein und derselben Stelle aus einem Flusse geschöpfte Wasser wird nicht immer die gleiche Zusammensetzung haben. Bei der Beurtheilung eines Wassers sind daher die oben angegebenen Grenzwerte nur im Allgemeinen genommen gültig.

1. Die Bestimmung des Abdampfrückstandes.

500 ccm Wasser werden in einer geräumigen, gewogenen Platinschale auf dem Wasserbade nach und nach vollständig eingedampft; um das Hineinfallen von Staub zu verhindern, hängt man über der Schale an einem Statife einen grösseren Trichter umgekehrt auf, so dass dieser den Rand der Schale überragt. Der erhaltene Verdampfungsrückstand wird dann bei 100° im Trockenschrank bis zum constanten Gewicht ausgetrocknet.

Manche der in dem natürlichen Wasser häufiger auftretenden Salze verlieren bei 100° ihr Krystallwasser entweder gar nicht, oder nur unvollständig; das Krystallwasser des häufig in grösserer Menge im Quellwasser vorkommenden Gypses entweicht z. B. erst bei 110 bis 120° ; ebenso verliert Magnesiumsulfat erst bei 180° sein Krystallwasser vollständig. Es wird sich daher in vielen Fällen empfehlen, den bei 100° getrockneten und gewogenen Rückstand in einem Luftbad auf 170 bis 180° zu erhitzen, bis nach wiederholtem Erhitzen und Wägen zwei Wägungen dieselben Werthe liefern.

Die gefundenen Werthe für den Trockenrückstand bei 100° bezw. 180° werden auf 100 000 Theile Wasser berechnet.

2. Die Bestimmung der Härte.

Methode von CLARK. Die Härte des Wassers ist durch Calcium- und Magnesiumsalze bedingt; der Härtegrad eines Wassers richtet sich nach dem Gehalt desselben an diesen Salzen. Man nennt die Härte, welche ungekochtes Wasser zeigt, die „Gesammthärte“, die Härte, welche nach dem Kochen, Abfiltriren des entstandenen Niederschlags und Auffüllen auf das ursprüngliche Volumen bleibt, die „bleibende oder permanente Härte“ und den Unterschied zwischen diesen beiden die „vorübergehende oder temporäre Härte“. Deutsche Härtegrade drücken die Einheiten von Calciumoxyd CaO in 100 000 Theilen Wasser aus, französische aber die Einheiten von Calciumcarbonat CO_3Ca in derselben Menge Wasser. Ein Wasser von 15 deutschen Härtegraden enthält also in 100 000 Theilen 15 Theile CaO , welche an Kohlensäure, Schwefelsäure, Salpetersäure, sowie an Chlorwasserstoffsäure gebunden sein können. Beim Kochen des Wassers wird diejenige Menge Calcium und Magnesium, welche als Bicarbonat in Lösung ist, als neutrale Carbonate ausgefällt = vorübergehende oder temporäre Härte, während die Sulfate, Chloride und Nitrate dieser Metalle gelöst bleiben = bleibende oder permanente Härte.

Die Härte des Wassers bestimmt man mit einer Seifenlösung von bekanntem Gehalt, bezw. bekanntem Wirkungswerth; durch dieselbe werden die Calcium- und Magnesiumsalze als unlösliche fett-saure Salze vollständig ausgefällt; sind diese Metalle beseitigt und ist ein wenig Seifenlösung im Ueberschuss vorhanden, so bildet sich beim Umschütteln ein mehrere Minuten bleibender dichter weisser Schaum; das Auftreten desselben zeigt uns also die Endreaction an.

Für die Härtebestimmung sind die folgenden Lösungen erforderlich:

1. Baryumchloridlösung. 0,523 g reines krystallisirtes Baryumchlorid ($BaCl_2 + 2 H_2O$) werden auf 1 Liter Wasser gelöst; 100 ccm dieser Lösung entsprechen nach der folgenden Proportion:

$$\begin{array}{l} (BaCl_2 + 2 H_2O) : CaO \\ 244 \quad \quad \quad : 56 = 0,0523 : x \\ x : 0,012. \end{array}$$

0,012 g CaO , also 12 deutschen Härtegraden, da sie diejenige Menge Baryumchlorid in Lösung haben, welche 12 Milligramm CaO äquivalent ist.

2. Seifenlösung. 20 g reine Seife, Sapo medicatus der Apotheke, werden in einem Liter 50%igen Alkohols gelöst. Um diese Lösung einzustellen, bringt man 100 ccm der Baryumchloridlösung [1] in eine Glasstöpfelflasche von 200 ccm Inhalt und lässt aus einer Bürette von der Seifenlösung zufließen, Anfangs rascher, dann langsamer von $\frac{1}{2}$ zu $\frac{1}{2}$ ccm; nach jedesmaligem Zusatz der Seifenlösung schüttelt man tüchtig durch und fährt in dieser Weise fort, bis ein dichter Schaum entstanden ist, der sich mindestens 5 Minuten lang unverändert hält; in diesem Fall ist Endreaction da. Man hat dann die meist zu stark befundene Seifenlösung mit 50%igem Alkohol so zu verdünnen, dass 45 ccm derselben auf 100 ccm der Baryumchloridlösung bis zur Schaumbildung erforderlich sind. 45 ccm Seifenlösung zeigen dann 12 deutsche Härtegrade an, wenn man 100 ccm Wasser verwendet.

Die Bestimmung der Gesamthärte wird in der gleichen Weise wie die Einstellung der Seifenlösung mit 100 ccm Wasser ausgeführt. Das Schütteln muss immer gleichmässig geschehen; es empfiehlt sich von oben nach unten zu schütteln. Ist das Wasser zu hart, d. h. würden mehr als 45 ccm der Seifenlösung auf 100 ccm Wasser verbraucht werden, so ist der Versuch nach entsprechender Verdünnung so oft zu wiederholen, bis gut übereinstimmende Werthe erhalten werden. — Der Verbrauch an Seifenlösung steigt nicht genau in demselben Verhältnisse, wie die Härte zunimmt. FAISST und KNAUSS haben eine Tabelle ausgearbeitet, welche auf S. 225 folgt und welche die den verschiedenen Härtegraden entsprechenden Mengen Seifenlösung angiebt.

Der Gebrauch der Tabelle ist sehr einfach; ein Beispiel möge ihn erklären. Es sind bei einer Bestimmung 27,6 ccm Seifenlösung verbraucht worden; die nächst höhere Zahl, welche sich in den Tabellen verzeichnet findet, nämlich 28 ccm, zeigt 7 Härtegrade an; der Unterschied $28 - 27,6 = 0,4$ multiplicirt mit 0,277, aus der Tabelle entnommen, giebt 0,11; dieser Werth muss von 7 abgezogen werden, um die richtigen Härtegrade, also 6,89, zu erfahren. — Oder man notirt zunächst die Härtegrade, welche mit der nächst niederen Zahl der Tabelle correspondiren, das ist $26,2 = 6,5$ Härte-

grade. Die Differenz $27,6 - 26,2 = 1,4$ multiplicirt mit $0,277$ giebt den Werth $0,88$, der zu $6,5$ addirt werden muss, um die richtige Härte von $6,88$ deutschen Härtegraden zu erfahren.

Die Bestimmung der bleibenden oder permanenten Härte. 300 ccm Wasser werden in einem geräumigen Kolben mindestens eine halbe Stunde lang im Sieden erhalten und zwar so, dass das verdampfte Wasser von Zeit zu Zeit durch destillirtes Wasser ersetzt wird. Nach dem Erkalten verdünnt man auf das ursprüngliche Volum [300 ccm], lässt den Niederschlag der Carbonate kurze Zeit absitzen und filtrirt ihn durch ein trocknes Filter in ein trocknes Glas ab. In 100 ccm des erhaltenen, klaren Filtrates wird in der angegebenen Weise die Härte bestimmt.

Die Bestimmung der verschwindenden oder temporären Härte. Zieht man die bleibende Härte von der Gesamthärte ab, so erfährt man die temporäre Härte, welche den vorhandenen Bicarbonaten von Calcium und Magnesium entspricht.

3. Die Bestimmung des Chlorgehaltes.

Chlor, das sich hauptsächlich als Chlornatrium im natürlichen Wasser vorfindet, wird am raschesten durch Titration mit $\frac{1}{10}$ -Normal-Silberlösung nach MOHR bestimmt. — Man versetzt 100 ccm des Wassers mit 2 bis 3 Tropfen Kaliumchromatlösung [CrO_4K_2] und lässt $\frac{1}{10}$ -Normal-Silberlösung zufließen, bis die Flüssigkeit nach dem Umrühren eine bleibende, schwache Rothfärbung angenommen hat. Auch in dem Trockenrückstand des Wassers kann das Chlor maass- oder gewichtsanalytisch bestimmt werden; im letzteren Falle löst man den Rückstand in salpetersäurehaltigem Wasser auf und fällt das Chlor mit Silbernitrat vollständig aus.

4. Die Bestimmung der Schwefelsäure.

Schwefelsäure wird am sichersten gewichtsanalytisch bestimmt, indem man 300 bis 500 ccm des Wassers mit verdünnter Salzsäure schwach ansäuert, in einem Becherglase zum Sieden erhitzt und mit einer heissen Baryumchloridlösung vollständig ausfällt. Nach mehrstündigem Stehen der Flüssigkeit auf dem kochenden Wasserbad wird das Baryumsulfat abfiltrirt, welches nach den früheren Angaben getrocknet, geglüht und gewogen wird.

5. Nachweis und Bestimmung der Salpetersäure.

Spuren von salpetersauren Salzen finden sich fast immer, auch in dem ganz reinen, guten natürlichen Wasser vor.

Qualitativer Nachweis der Salpetersäure. 1. Diphenylaminprobe. Man fügt zu 1 ccm des Wassers in einem Porcellanschälchen einige Körnchen Diphenylamin (C_6H_5)₂NH und zweimal schnell hintereinander je 0,5 ccm reine, conc. Schwefelsäure. Wenn das Wasser in 100 000 Theilen 1 Theil Salpetersäure enthält, so tritt sofort Blaufärbung ein, bei einem Gehalt von nur 0,5 Theilen Salpetersäure aber erst nach einigen Minuten.

2. Brucinprobe. Zu 3 Tropfen Wasser bringt man in einem Porcellanschälchen einige Kryställchen Brucin und vorsichtig vom Rande her 3 bis 5 Tropfen reine conc. Schwefelsäure; drückt man die oben aufschwimmenden Kryställchen mit einem Glasstabe unter die Flüssigkeit, so färben sich dieselben für einige Augenblicke roth.

Die salpetrige Säure giebt die Diphenylamin- und Brucinprobe ebenfalls. Neben salpetriger Säure ist der Nachweis der Salpetersäure im Wasser wie folgt zu führen: Man bringt in zwei gleich weite Glaszylinder je 100 ccm des Wassers, fügt je einige Tropfen reine conc. Schwefelsäure und Jodzinkstärke hinzu und zu der einen Portion noch ein Stückchen metallisches Zink. Färbt sich die letztere Probe deutlich tiefer blau, so ist neben der salpetrigen Säure, welche durch die andere Probe angezeigt wird, auch Salpetersäure vorhanden.

Quantitative Bestimmung der Salpetersäure. Für die quantitative Bestimmung der Salpetersäure im Wasser sind viele Methoden ausgearbeitet. Dieselben sind in TIEMANN-GÄRTNER'S „Handbuch der Untersuchung und Beurtheilung der Wässer“ ausführlich behandelt und verweise ich auf dieses Werk. An dieser Stelle seien nur die Methoden von SCHULZE-TIEMANN, von ULSCH und von MARX-TROMMSDORF kurz erwähnt.

a) Nach dem Verfahren von SCHULZE-TIEMANN werden 300 bis 500 ccm Wasser in einer Schale vorsichtig bis auf etwa 50 ccm eingedampft und diese zusammen mit den während des Eindampfens sich ausscheidenden Erdalkalicarbonaten in den etwa 150 ccm fassenden Rundkolben des auf S. 97 abgebildeten Apparates ohne Verlust gebracht. Im Uebrigen wird dann nach den früheren Angaben

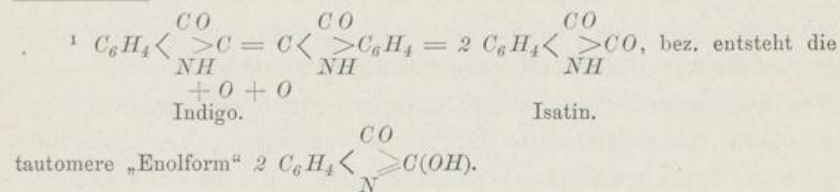
genau weiter gearbeitet. Bei einiger Uebung giebt diese Methode recht befriedigende Resultate.

b) Nach dem Verfahren von ULSCH werden 500 ccm des zu prüfenden Wassers in einer Schale auf etwa 15 ccm eingedampft und sorgfältig in einen Rundkolben von ca. 300 ccm Inhalt gespült, dann mit 5 g reducirtem Eisen und 10 ccm Schwefelsäure von specifischem Gewicht 1,35 einige Minuten lang gelinde erwärmt. Die näheren Angaben über diese Bestimmung finden sich auf S. 138 vor.

c) Die Methode von MARX-TROMMSDORF. Will man annähernd die Menge von Salpetersäure möglichst rasch erfahren, so arbeitet man am besten nach diesem Verfahren. Dasselbe beruht darauf, dass Indigo durch Salpetersäure bei Gegenwart von Schwefelsäure in der Wärme zu Isatin¹ oxydirt wird; hierbei verschwindet die blaue Farbe der Indigolösung und geht in Gelb bis Braunroth über. Das Ende der Reaction ist daran zu erkennen, dass die Indigolösung nicht mehr entfärbt wird und die Flüssigkeit eine grün bis grünblaue Färbung annimmt. Für diese Bestimmung sind die folgenden Lösungen nothwendig:

1. Kaliumnitratlösung. 1,872 g reines krystallisirtes, bei 100° ausgetrocknetes Kaliumnitrat werden in einem Liter Wasser gelöst; 1 ccm dieser Lösung enthält 0,001 g $N_2 O_5$.

2. Indigolösung. Reiner Indigocarmin wird in destillirtem Wasser gelöst und die Lösung so verdünnt, dass sie anfängt durchsichtig zu werden. Diese Lösung muss zuerst mit der Kaliumnitratlösung eingestellt werden. Zu dem Zweck versetzt man 1 ccm der Kaliumnitratlösung mit 25 ccm destillirtem Wasser und mit 50 ccm reiner, insbesondere salpetersäurefreier conc. Schwefelsäure. Das Gemisch erwärmt sich hierbei von selbst so stark, dass jedes weitere Erhitzen überflüssig ist. Hierauf lässt man ohne Verzug unter Umschütteln so lange Indigolösung hinzufliessen, bis sich die Flüssigkeit gerade bläulichgrün gefärbt hat. Dieser Versuch ist noch einmal in der Weise zu wiederholen, dass man die bei der ersten Bestimmung



verbrauchte Menge Indigolösung auf einmal möglichst rasch zufließen lässt, dann eventuell noch soviel bis zur schwachen Blaugrünfärbung. Die Indigolösung ist dann in dem Verhältniss zu verdünnen, dass etwa 8 ccm derselben 1 Milligramm (= 0,001 g) N_2O_5 entsprechen.

Die Bestimmung der Salpetersäure im Wasser selbst wird in der gleichen Weise ausgeführt, wie die Einstellung der Indigolösung, indem man 25 ccm des betreffenden Wassers mit 50 ccm der reinen, salpetersäurefreien Schwefelsäure versetzt und sofort die Indigolösung bis gerade zur Blaufärbung zufließen lässt. Dieser Versuch ist noch mindestens einmal zu wiederholen.

Berechnung. Es wird ausgerechnet, wieviel Theile N_2O_5 in 100 000 Theilen Wasser sind.

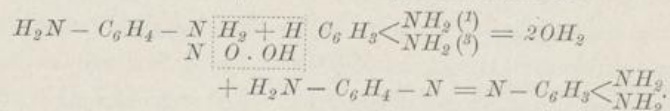
6. Nachweis und Bestimmung der salpetrigen Säure.

Salpetrige Säure soll in einem guten Trinkwasser nicht enthalten sein, indem sie fast nur in solchen Wässern vorkommt, welche einem mit faulender, organischer Materie durchsetzten Boden entstammen, oder in denen durch Mikroorganismen eingeleitete Zersetzungsprozesse stickstoffhaltiger Stoffe noch andauern. Aber auch in solchen Fällen finden sich nur sehr geringe Mengen von salpetriger Säure vor. — Salpetrige Säure lässt sich noch in Spuren durch die folgenden Reactionen sicher nachweisen.

1. Man versetzt 100 ccm des zu prüfenden Wassers mit 1 bis 2 ccm verdünnter Schwefelsäure und wenig Jodzinklösung; eine hierbei auftretende Blaufärbung zeigt salpetrige Säure an.

2. Man versetzt 100 ccm des betreffenden Wassers in einem Glascylinder mit 1 bis 2 ccm verdünnter Schwefelsäure und wenig (etwa 1 ccm) einer farblosen Lösung von *m*-Phenylendiamin; enthält das Wasser salpetrige Säure, so tritt bei dieser Reaction eine gelbe bis gelbbraune Färbung ein; dieselbe beruht auf der Bildung des Azofarbstoffes Bismarckbraun oder Triamidoazobenzols, $H_2N - C_6H_4 - N = N - C_6H_3 \begin{smallmatrix} < NH_2 \\ < NH_2 \end{smallmatrix}^1$.

¹ Die Bildung des Bismarckbrauns aus *m*-Phenylendiamin und salpetriger Säure wird durch die folgende Gleichung veranschaulicht:



Zur Darstellung des Reagens löst man 5 g reines, bei 63° schmelzendes *m*-Phenylendiamin $C_6H_4(NH_2)_2$ in destilliertem Wasser auf, fügt sofort verdünnte Schwefelsäure bis zur deutlich sauren Reaction hinzu und füllt mit destilliertem Wasser zum Liter auf. Sollte die Lösung von vornherein gefärbt sein oder sich beim Aufbewahren gefärbt haben, so ist sie vor dem Gebrauche durch Erwärmen mit wenig Blutkohle zu entfärben.

Quantitative Bestimmung. Quantitativ bestimmt man die salpetrige Säure meist nach dem colorimetrischen Verfahren von TROMMSDORF; für diese Bestimmung sind die folgenden Lösungen erforderlich:

1. Kaliumnitritlösung von bekanntem Gehalt. Man löst 2,5 g käufliches Kaliumnitrit in 1 Liter Wasser auf und ermittelt den Gehalt an salpetriger Säure (N_2O_3) durch Titration mit einer eingestellten Kaliumpermanganatlösung nach dem S. 148 gegebenen Verfahren; man berechnet dann, wieviel N_2O_3 in 1 ccm der Kaliumnitritlösung enthalten ist und verdünnt dann so, dass 1 ccm derselben $0,00001 \text{ g } N_2O_3 = 0,01 \text{ mg } N_2O_3$ enthält.

2. Zinkjodidstärkelösung wird nach dem S. 155 gegebenen Verfahren hergestellt und vor der Benützung auf ihre Brauchbarkeit geprüft.

Man bringt 100 ccm des betreffenden Wassers in einen nicht zu weiten Glaszylinder (I) und beobachtet die Färbung, welche auf Zusatz von 3 ccm Jodzinkstärkelösung und 1 ccm verdünnter Schwefelsäure (1:3) eintritt; die Färbung zeigt sich bei so verdünnten Lösungen häufig erst nach einiger Zeit. — Zum Vergleiche bringt man möglichst rasch in 4 mit I gleichweite Glaszylinder je 100 ccm Wasser und 1, 2, 3 bzw. 4 ccm der Nitritlösung, ferner je 3 ccm Jodzinkstärkelösung und 1 ccm Schwefelsäure und vergleicht alsdann die entstandenen Färbungen mit der im Versuchszylinder I erhaltenen Färbung; es empfiehlt sich hierbei, je einen der 4 Versuchszylinder mit dem Cylinder I auf ein Stück weisses Papier zu stellen und von oben durch die hohe Flüssigkeitssäule die Färbung zu betrachten. — Der ganze Versuch muss in den meisten Fällen noch einige Male mit wechselnden Mengen Nitritlösung wiederholt werden. Dieses colorimetrische Verfahren giebt nur innerhalb gewisser Grenzen genaue Werte. Man kann nach demselben nur dann die salpetrige Säure direct bestimmen, wenn 100 ccm des zu prüfenden Wassers mindestens 0,01 mg

und höchstens 0,04 mg N_2O_3 enthalten. Ein geringerer Gehalt als 0,01 mg : 100 lässt sich diesem Wege kaum mehr bestimmen, dürfte auch von keinem Interesse sein und ein höherer Wert als 0,04 mg : 100 macht eine vorausgehende entsprechende Verdünnung nothwendig.

7. Nachweis und Bestimmung des Ammoniaks.

Das Ammoniak gelangt in den meisten Fällen als Zersetzungsprodukt stickstoffhaltiger organischer Substanzen in das Wasser und wird daraus durch die Bodenfiltration innerhalb kurzer Zeit wieder entfernt. Ein ungewöhnlich hoher Ammoniakgehalt eines natürlichen Wassers deutet daher meist auf eine frische Verunreinigung desselben mit organischen stickstoffhaltigen, in Zersetzung begriffenen Stoffen hin. Gewöhnlich enthalten, selbst stark verunreinigte Wässer, nur geringe Mengen von Ammoniak.

Das Ammoniak wird in den natürlichen Wässern, falls überhaupt solches vorhanden ist, colorimetrisch mit dem NESSLER'schen Reagens bestimmt, welches freilich nur innerhalb bestimmter Grenzen zur quantitativen Bestimmung des Ammoniaks verwendbar ist. — Gewisse Farbentöne sind dabei am besten erkennbar, wenn der Ammoniakgehalt des zu prüfenden Wassers zwischen 0,005 bis 0,1 Theilen NH_3 in 100 000 Theilen Wasser schwankt. Enthält ein Wasser mehr als 0,1 : 100 000 Ammoniak, so erscheint die Flüssigkeit nach dem Zusatz von NESSLER's Reagens schon so intensiv gefärbt, dass man geringe Farbenunterschiede nicht mehr wahrnehmen kann; solche Wässer müssen vor der colorimetrischen Bestimmung entsprechend verdünnt werden. — Für diese Bestimmung ist eine Salmiaklösung von bekanntem Gehalte nothwendig.

3,147 g reines, bei 100° getrocknetes Ammoniumchlorid werden zu 1 Liter gelöst; 1 ccm dieser Lösung enthält 0,001 g NH_3 . Für den Versuch selbst werden 50 ccm dieser conc. Lösung auf 1 Liter verdünnt. 1 ccm dieser verdünnten Lösung enthält 0,05 Milligramm NH_3 .

Ausführung. Man vermischt 300 ccm des zu prüfenden Wassers in einem, wo möglich mit Glasstopfen verschliessbaren Cylinder mit 2 ccm Sodalösung und 1 ccm Natronlauge, schüttelt gut durch und stellt einige Zeit bei Seite, damit Calcium-, Magnesium und Eisen möglichst vollständig ausgeschieden werden. Nach 40 bis 50 Minuten kann man meist 100 ccm vom Niederschlag klar abgiessen, bringt diese in einen Glasylinder, fügt 1 ccm „Nessler“

hinzu und beobachtet die dadurch erzeugte Reaction. Erscheint die Flüssigkeit roth oder dunkelroth gefärbt, so ist eine neue Portion mit soviel Wasser, 10, bezw. 20, 30 etc., ccm zu verdünnen, dass 1 ccm „Nessler“ in 100 ccm des verdünnten Wassers eine nur hellgelbe Färbung hervorruft. — Im anderen Falle operirt man mit der obigen Probe weiter.

Schon vorher hat man in 4 gleichweite Glascylinder je 100 ccm ammoniakfreies destillirtes Wasser mit 0,2, 0,5, 1 bis 2 ccm der obigen verdünnten Salmiaklösung, von welcher 1 ccm 0,05 mg NH_3 enthält, vermischt und darauf 1 ccm „Nessler“ hinzugefügt. Man erfährt dadurch zunächst die engeren Grenzen, innerhalb welcher der Ammoniakgehalt des Wassers liegt. Der Versuch ist meist mit wechselnden Mengen von Salmiaklösung auf 100 ccm Wasser noch einige Male zu wiederholen. Die Färbungen vergleicht man erst einige Minuten nach eingetretener Reaction, indem man die betreffenden Cylinder auf ein weisses Papier stellt und von oben durch die hohe Flüssigkeitssäule schaut. — Ueber die Bereitung von NESSLER's Reagens vgl. die Angaben auf S. 191.

8. Die Bestimmung der organischen Substanz.

Die reinen natürlichen Wässer enthalten gewöhnlich nur sehr geringe Mengen organischer Stoffe; eine grössere Menge derselben kann in die Wässer übergehen, wenn diese einen Boden durchlaufen haben, welcher mit organischen, wasserlöslichen Abfällen durchsetzt ist. Dabei kommen die verschiedenartigsten Stoffe in Betracht.

Methode von KUBEL. Nach diesem Verfahren bestimmt man die Menge MnO_4K , welche durch die organischen Stoffe bei 10 Minuten langem Sieden reducirt wird. — Für diese Bestimmung sind die folgenden Lösungen erforderlich.

1. $1/100$ -Normal-Oxalsäurelösung. Man verdünnt genau 10 ccm Normal-Oxalsäure auf 1 Liter oder löst 0,63 g reine krystallisirte Oxalsäure ($C_2O_4H_2 + 2 H_2O$) zu 1 Liter auf.

2. Kaliumpermanganatlösung, annähernd $1/100$ normal. Man löst 0,32 bis 0,35 g reines, krystallisirtes Kaliumpermanganat in 1 Liter Wasser auf. Zur Einstellung dieser Lösung erhitzt man in einem geräumigen Kolben 100 ccm reines destillirtes Wasser mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure zum Sieden, lässt 3 bis 4 ccm der Kaliumpermanganatlösung zufließen, kocht 10 Minuten lang und

fügt dann 10 ccm der $\frac{1}{100}$ -Normal-Oxalsäure hinzu; schliesslich wird die hierbei farblos gewordene Flüssigkeit mit der Permanganatlösung bis zur schwachen Rötung versetzt. Da nach der früher aufgestellten Gleichung (S. 144) 5 Mol. Oxalsäure (= 630) 2 Mol. Kaliumpermanganat (= 316) äquivalent sind, so entsprechen 10 ccm $\frac{1}{100}$ -Oxalsäure, welche 0,0063 g Oxalsäure enthalten, 0,00316 g MnO_4K . — 1 ccm $\frac{1}{100}$ -Normal-Permanganatlösung enthält somit 0,000316 g MnO_4K .

Ausführung. 100 ccm des betreffenden Wassers werden in einem Kolben mit 5 ccm verdünnter Schwefelsäure und einer genügenden abgemessenen Menge der Kaliumpermanganatlösung versetzt, so dass die rote Farbe auch bei dem darauf folgenden Kochen nicht verschwindet. Nachdem die Flüssigkeit 10 Minuten lang gekocht hat, setzt man 10, bezw. 20 ccm oder noch mehr $\frac{1}{100}$ -Normal-Oxalsäurelösung hinzu, d. h. soviel, dass vollständige Entfärbung eintritt und titirt den Ueberschuss der Oxalsäure mit der eingestellten Kaliumpermanganatlösung bis zur bleibenden schwachen Rothfärbung zurück.

Berechnung. Beispiel: 9,7 ccm der benutzten Permanganatlösung entsprechen 10 ccm $\frac{1}{100}$ -Normal-Oxalsäurelösung, also auch 10 ccm $\frac{1}{100}$ -Normal-Permanganatlösung.

Auf 100 ccm Wasser wurden 15 ccm der Kaliumpermanganatlösung, 10 ccm $\frac{1}{100}$ -Oxalsäurelösung und bis zur Rothfärbung 4,5 ccm MnO_4K -lösung verbraucht; im Ganzen also $15 + 4,5 = 19,5$ ccm; von diesen wurden 9,7 ccm von der Oxalsäure verbraucht, somit $19,5 - 9,7 = 9,8$ ccm von der organischen Substanz des Wassers. Nach $9,7 : 10 = 9,8 : x$; $x = 10,1$ entsprechen dieselben 10,1 ccm $\frac{1}{100}$ -Normal-Kaliumpermanganatlösung; diese enthalten aber $10,1 \times 0,000316 = 0,003192$ g MnO_4K = Menge, welche für die Oxydation der organischen Substanz von 100 ccm des Wassers verbraucht wurde. Der Oxydationswerth von 100 000 Theilen Wasser beträgt somit 3,192 Theile Kaliumpermanganat.

Beurtheilung. Bei der Beurtheilung der Wässer sind auf Grund des Ergebnisses der ausgeführten chemischen Analyse nach TIEMANN-GÄRTNER (Handbuch) im Allgemeinen die folgenden Sätze maassgebend:

Wässer, welche grössere Mengen von organischen, zumal stickstoffhaltigen Substanzen, welche beachtens-

werthe Mengen von salpetriger Säure oder Ammoniak enthalten, oder deren Gehalt an Salpetersäure und an den die organischen Fäulnissprodukte gewöhnlich begleitenden anorganischen Salzen: an Chloriden und Sulfaten der Alkalimetalle, des Calciums und Magnesiums, sowie an Bicarbonaten des Calciums und Magnesiums ein hoher ist, sind, sofern auch der örtliche Befund dafür spricht, für Genuss- und Hausgebrauchszwecke soweit als möglich auszuschliessen!

Nachtrag. Die Herstellung von NESSLER's Reagens. Ein in jeder Hinsicht vorzügliches NESSLER'sches Reagens wird nach der von L. W. WINKLER (Chemik.-Zeit. 1899, 23, 591) gegebenen Vorschrift folgendermaassen bereitet: „Mercurijodid 10, Kaliumjodid 5, Natriumhydroxyd 20, Wasser 100. Das Mercurijodid wird in einem kleinen Porcellanmörser mit Wasser verrieben, dann in eine Flasche gespült und das Kaliumjodid zugefügt; das Natriumhydroxyd wird in dem Reste des Wassers gelöst und die erkaltete Lauge mit dem Uebrigen gemengt. Die durch „Absetzen geklärte Flüssigkeit wird im Dunkeln aufbewahrt“.