

Wasserprüfung.

(Fortsetzung und Schloss zu Nr. 32.)

Quantitative Prüfung des Wassers.

Dieselbe beschränkt sich bei einem Wasser, das in Gewerben oder Fabriken verwendet wird, auf die Bestimmung der festen Rückstände, Gesamthärte und bleibende Härte, des Kalkes (Magnesia), der Schwefelsäure, Salzsäure und Salpetersäure. Für unsere Zwecke genügen in den meisten Fällen die Bestimmungen der Gesamthärte und der bleibenden Härte, um über die Brauchbarkeit eines Wassers entscheiden zu können. Ich will mich daher in Nachfolgendem nur mit diesen wenigen quantitativen Bestimmungen befassen, da für die Papierfabrikation wohl die qualitative Prüfung des Wassers als Hauptache angesehen werden darf.

Bestimmung der Gesamthärte nach Clark. Hierzu bedient man sich einer titrirten Seifelösung, von welcher genau 45 ccm zur Sättigung von 12 Milligramm Kalk in 100 ccm Wasser erforderlich sind, die also 12 Härtgrade anzeigen.

Bariumnitrat- oder Bariumchloridlösung zum Einstellen der Seifelösung. Man löst 0,559 g bei 100° C. getrocknetes reines Bariumnitrat oder 0,523 g reines trockenes Bariumchlorid ($BaCl_2 + 2H_2O$) in destillirtem Wasser und füllt genau bis zum Liter auf; 100 ccm dieser Lösungen enthalten die 12 mgr Kalk oder 12 deutschen Härtgraden äquivalente Menge Barium.

Bereitung der titrirten Seifelösung. 20 Theile der Clark'schen Kaliseifenlösung werden in 1000 Theilen verdünnten Alkohols von 56° gelöst. Hierauf werden 100 ccm der soeben erwähnten Bariumchlorid- oder Bariumnitratlösung in ein Stöpselglas gebracht, und man lässt sodann aus einer Bürette solange von der obigen Seifelösung hinzufliessen, bis der charakteristische Schaum entsteht. Hierzu werden weniger als 45 ccm Seifelösung gebraucht. Diese zu konzentrierte Seifelösung wird nun mit Alkohol von 56° so weit verdünnt, dass von der Seifelösung genau 45 ccm erforderlich sind, um in 100 ccm der Bariumnitrat- oder der Bariumchloridlösung die Schaumbildung hervorzurufen. Angenommen, es seien 15 ccm der zu konzentrierten Seifelösung zur Schaumbildung nötig gewesen, so werden 15 Raumtheile derselben mit 30 Raumtheilen Alkohol von 56° verdünnt, was mit Hilfe eines Mischzylinders sehr leicht geschehen kann. Selbstverständlich wird die verdünnte Seifelösung nochmals geprüft und je nach dem Ausfalle dieser Prüfung mit noch etwas Alkohol oder konzentrierter Seifelösung versetzt, bis 45 ccm derselben genau 100 ccm der obigen Bariumnitrat- oder Bariumchloridlösung entsprechen.

Analyse. Bei Ausführung der Maassanalyse zur Härtbestimmung des Wassers misst man 100 ccm Wasser mit einer Pipette ab und bringt diese in ein wohl gereinigtes mit eingeschliffenem Stöpsel versehenes Glas von 200 ccm Inhalt. An diesem Glase befindet sich eine Marke, bis wohin dasselbe 100 ccm fasst. Ist die Härte des Wassers grösser als 12°, was von vornherein von jedem Brunnenwasser anzunehmen ist, so werden bei dem ersten Versuche nur 10 ccm desselben abgemessen und in dem Stöpselglase bis 100 ccm, das ist bis zur Marke, mit destillirtem Wasser verdünnt. Hierauf lässt man so lange von der titrirten Seifelösung aus einer Bürette hinzulaufen, bis nach kräftigem Schütteln ein dichter, zarter Schaum entsteht, welcher sich, ohne wieder zusammenzusinken, mindestens fünf Minuten wesentlich unverändert auf der Oberfläche der Flüssigkeit hält. Anfangs lässt man die Seifelösung zwischen jedesmaligem Schütteln reichlicher auf einmal zufliessen, gegen Ende jedesmal nur etwa 0,5 bis 1 ccm; zuletzt tropfenweise, bis ein geringer Ueberschuss derselben sich durch Schaumbildung zu erkennen giebt. Das Schütteln muss immer auf dieselbe Weise geschehen, und es ist am besten, von oben nach unten zu schütteln, wobei der Stöpsel und Hals des Glases mit der rechten, der Boden mit der linken Hand ergriffen wird.

Zu einem zweiten Versuche verwendet man dieselbe Menge Wasser, oder, wenn zu dem verdünnten Wasser (10:100) nur wenig Seifelösung verbraucht worden war, entsprechend mehr, 25 oder 50 ccm, so dass die jetzt im voraus annähernd zu berechnende Menge Seifelösung 45 ccm nie übersteigt. Die beim ersten Versuche gebrauchte bzw. berechnete Menge lässt man nun in der Weise zufliessen, dass man nach Zusatz von je 5—6 ccm kräftig schüttelt. Nachdem man sich so dem bekannten Sättigungspunkt bis auf 1—2 ccm genähert hat, wird der Versuch zu Ende geführt, indem man nach ferneren Zusatz von je einigen Tropfen schüttelt.

Sobald man im Titriren mit Seifelösung ein wenig Uebung erlangt hat, erkennt man den erforderlichen Verdünnungsgrad leicht an einem Vorversuche. Man versetzt 20 ccm Wasser in einem Reagirglase mit etwa 6 ccm Seifelösung und beobachtet nach einem Umschütteln die dadurch hervorgerufene Fällung. Erscheint die Flüssigkeit nur opalisirend, so können direkt 100 ccm des be-

treffenden Wassers für den Versuch angewendet werden; ist dagegen ein starker Niederschlag entstanden oder befindet sich bei Anwesenheit von Magnesiumverbindungen auf der Oberfläche der Flüssigkeit eine schaumige Haut, so ist eine bedeutende Verdünnung unumgänglich nothwendig. Zwischen diesen beiden Extremen muss die Erfahrung entscheiden. Aus den verbrauchten ccm Seifelösung ersieht man mit Hilfe der nachstehenden Tabelle den entsprechenden Härtgrad, welcher im Falle vorheriger Verdünnung mit dem Verdünnungskoeffizienten multipliziert wird. Hatte man nur 10 oder 25 ccm Wasser (zu 100 ccm verdünnt) zu einem Versuche angewandt, so ist der gefundene Härtgrad also mit 10 bzw. 4 zu multiplizieren.

Verbrauchte Seifelösung. Härtgrad.

3,4 ccm	0,5
5,4 "	1,0
7,4 "	1,5
9,4 "	2,0

Die bleibende Härte wird bestimmt, indem man 300 oder 500 ccm Wasser in einem etwa das Doppelte fassenden Kolben eine halbe Stunde im Sieden erhält, wobei das verdampfte Wasser öfter durch destillirtes Wasser ersetzt wird. Hierauf wird das gekochte Wasser nach dem Erkalten in eine 500 ccm-Flasche übertragen und der Kolben mit destillirtem Wasser nachgespült. Zuletzt füllt man die Maassflasche mit diesem Wasser bis zur Marke auf, lässt kurze Zeit absetzen und filtrirt durch ein unbefeuertes fältiges Filter in ein trockenes Glas.

In 100 ccm des filtrirten Wassers (d. h. in 50 ccm mit destillirtem Wasser zu 100 ccm verdünnt) wird die Härte auf die oben angegebene Weise bestimmt; z. B. 50 ccm Wasser, mit destillirtem Wasser zu 100 ccm verdünnt, gebrauchten 41,0 ccm Seifelösung = 10,76 Härtgraden (41,8 ccm = 11,0°, Dffz. 0,8 × 0,294 = 0,24 · 11,0 — 0,24 = 10,76°).

Die bleibende Härte des Wassers entspricht also:

$$10,76 \times 2 = 21,52 \text{ Härtgraden.}$$

Weitere quantitative Untersuchungsmethoden als vorstehende Bestimmungen hier anzugeben, würde zu weit führen, da zu den maass- und gewichtsanalytischen Arbeiten eine ziemlich umfangreiche Uebung und Erfahrung unbedingtes Erforderniss ist. Zum Schlusse sei noch die mikroskopische Wasseruntersuchung erwähnt, was wohl für die grössere Zahl der Leser von allgemeinem Interesse sein dürfte.

Mikroskopische Prüfung des Wassers.

Zur Ausführung der mikroskopischen Wasserprüfung werden in einem etwa 15 mm weiten Glasrohre 10—12 mm lange Enden abgesprengt und an beiden Seiten abgeschliffen. Dieser Glasring wird erwärmt, an einem Ende mit etwas Stearin bestrichen und auf ein gewöhnliches mikroskopisches Objektglas, welches ebenfalls erwärmt war, aufgesetzt. In diese Glaszelle bringt man mit Hilfe einer Pipette 1 ccm des zu prüfenden Wassers, nachdem man sie vorher mit letzterem einige Male ausgepult hat. Man lässt die Flüssigkeit unter dem Rezipienten einer Luftpumpe über konzentrierter Schwefelsäure fast zur Trockene verdunsten, entfernt danach den Glasring und prüft den Rückstand bei steigender Vergrösserung (100—800fach) unter dem Mikroskop.

Die ursprünglich in dem Wasser enthaltenen oder beim Verdunsten desselben aus ihm gebildeten Salze zeigen sich in ihren charakteristischen Kristallformen; darin vorkommende niedrige Organismen nicht selten noch mit deutlicher Bewegung. Fügt man einen Tropfen destillirtes Wasser hinzu, so verschwinden die Kistalle der leicht löslichen Verbindungen (Kochsalz, Salpeter usw.); auf Zusatz eines Tropfens verdünnter Salzsäure lösen sich die sechsseitigen Tafeln und die Kristallbüschel der Erdalkalikarbonate unter heftiger Gasentwicklung. Die meist verhältnissmässig grossen Gipskristalle verschwinden erst nach einiger Zeit, Pilzfäden und oft lebhaft roth und blau gefärbte organische Massen usw. bleiben zurück.

Ist das Wasser getrübt, so lässt man dasselbe in einer vollständig damit angefüllten, gut verschlossenen Flasche während mehrerer Tage ruhig stehen, damit die suspendirten Stoffe sich vollständig absetzen. Man giesst darauf die klare Flüssigkeit durch ein gut ausgewaschenes Filter, welches in einem mit Glasshahn verschliessbaren Trichter liegt. Der Absatz wird mit Hilfe der letzten Reste des Wassers auf das Filter gebracht und das Filtriren fortgesetzt, bis nur noch eine geringe Flüssigkeitsmenge sich auf dem Filter befindet. Hierauf schliesst man den Glasshahn und hat auf diese Weise alle im Wasser vorhandenen suspendirten Stoffe, organische wie nicht organische, im kleinsten Raume und unverletzt zurückgehalten. Durch einen feinen Heber kann man die erforderliche Wassermenge leicht auf das Objektglas bringen.

T.