

Kundeninformation

Filtration · Rapid Tests · Water Analysis · Chromatography · Bioanalysis
Filtration · Schnellteste · Wasseranalytik · Chromatographie · Bioanalytik

VISOCOLOR® SCHOOL **- Demoversuche zum Thema *Wasser* -**

Inhaltsverzeichnis

NH₄⁺ - Ammonium als Verschmutzungsindikator in Trinkwasser und Oberflächenwasser	2
° dH - I. Bestimmung der Härte von Oberflächen-, Regen- und Leitungswasser	5
° dH - II. Simulation von Enthärtungsverfahren	7
NO₃⁻ - Nitrat in Trinkwasser	9
NO₂⁻ - Nitrit in Oberflächen- und Abwässern	10
PO₄³⁻ - I. Versuche zur Ausfällung von Phosphat mit Calciumhydroxid Ca(OH) ₂ , Eisen(III)-salzen und Aluminiumsalzen.....	12
PO₄³⁻ - II. Bestimmung der Phosphate in Wasch- bzw. Geschirrspülmaschinenmitteln	14
pH - Prüfung des pH-Wertes verschiedener Haushaltsartikel	17

Kundeninformation

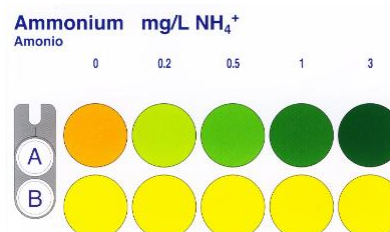
Filtration · Rapid Tests · Water Analysis · Chromatography · Bioanalysis
Filtration · Schnellteste · Wasseranalytik · Chromatographie · Bioanalytik



Ammonium als Verschmutzungsindikator in Trinkwasser und Oberflächenwasser

Übersicht

- Nitrifizierung
- Gewässer-Güteklassen
- Ammonium als Fischgift

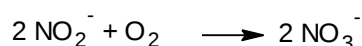
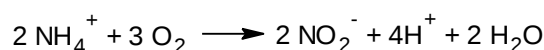


- Ziel: Ermittlung der Ammoniumbelastung verschiedener Oberflächengewässer, Grundwässer (Brunnenwässer), Trinkwässer und Regenwässer.
- Auswertung: Zuordnung der Güteklassen zu den jeweiligen Wasserproben. / Beurteilung der Reinheit, des evtl. Abwassereinflusses und des Schadpotentials gegenüber Fischen.
- Benötigtes Zusatzmaterial: *frische* Trinkwasser-, Oberflächenwasser- und Regenwasserproben
- Benötigte Zusatzreagenzien: /

[Einsatzspektrum / Schwierigkeitsgrad: Sek. I und Sek. II]

Einleitung

In unbelasteten Oberflächenwässern sowie im Trinkwasser ist Ammonium normalerweise nicht enthalten. Durch den Eintrag, das heißt der Zufuhr von häuslichem Abwasser, das stickstoffhaltige organische Substanzen (z. B. Aminosäuren) enthält, kommt es über einen bakteriellen Abbau zum Auftreten von Ammonium-Ionen. Bei Gegenwart von nitrifizierenden Bakterien (*Nitrosomonas* und *Nitrobacter*) sowie der Anwesenheit von Sauerstoff wird Ammonium über Nitrit zu Nitrat oxidiert:



Nitrit ist hierbei ein instabiles Zwischenprodukt, das sehr schnell weiteroxidiert wird und üblicherweise nur in geringen Konzentrationen auftritt. Demnach ist auch Nitrat ein wichtiger Verschmutzungsparameter in Gewässern.

Bei stetigem Abwasserzufluss, d. h. ständigem Ammonium-Eintrag, stellt sich im Oberflächenwasser ein Ammoniumpegel ein, der charakteristisch für die Güteklasse eines Gewässers ist. Die Zuordnung kann über folgende Tabelle vorgenommen werden:

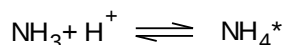
Ammoniumkonzentration (mg/L NH_4^+)	Güteklasse
< 0,2	I sauberes Wasser
0,2 – 0,5	II schwach verschmutztes Wasser
0,5 – 2	III stark verschmutztes Wasser
2 – 5	IV sehr stark verschmutztes Wasser
> 5	V extrem stark verschmutztes Wasser

Kundeninformation

Manche Grundwässer haben geologisch bedingt erhöhte Ammoniumgehalte von 1 bis 5 mg/L. In diesen Fällen ist der Nachweis einer anthropogenen Verschmutzung über Ammonium nicht möglich.

Ungeklärtes kommunales sowie rein häusliches Abwasser enthält erhöhte Ammoniumwerte von einigen mg/L bis ca. 100 mg/L. Die höchsten Ammoniumgehalte finden sich in Deponiesickerwasser aus Hausmülldeponien (bis zu ca. 5000 mg/L) sowie in Jauche (bis zu 1000 mg/L). Ammonium ist daher ein sehr sensibler Parameter, um die Reinheit von Oberflächenwasser oder Grundwasser zu überprüfen. Erhöhte Gehalte von > 5 mg/L deuten in der Regel auf eine Beeinflussung durch ungeklärtes Abwasser, Deponiesickerwasser, Jauche oder auch Friedhofsickerwasser hin.

Ammoniak (NH_3), nicht jedoch seine korrespondierende Säure Ammonium (NH_4^+), ist ein starkes Fischgift mit einer Letalitätsschwelle von ca. 1 mg/L. Fischbrut wird bereits bei Konzentrationen von ca. 0,2 mg/L NH_3 beeinträchtigt oder sogar getötet. Als Toleranzschwelle für erwachsene Tiere wird ein Wert von 0,2 mg/L angesehen. Ammoniak steht mit dem Ammonium-Ion in einem pH-abhängigen Gleichgewicht.



Bei der Aufbereitung von Trinkwasser wird im Rohwasser eventuell vorhandenes Ammonium durch Oxidation zu Nitrat vollständig entfernt. Ein Auftreten von Ammonium im Trinkwasser ist daher als Zeichen einer nicht ordnungsgemäß erfolgten Aufbereitung zu werten. Der zulässige Höchstwert nach der TVO (Trinkwasserverordnung) beträgt 0,5 mg/L NH_4^+ .

Regenwasser enthält als Erstregen nach längerer Trockenzeit durch die Auswaschung der atmosphärischen ammoniumhaltigen Staubpartikel relativ hohe Ammoniumgehalte von bis zu 10 mg/L. Die Ammoniumbelastung geht im Laufe des Regens sehr schnell auf Werte < 0,1 mg/L zurück.

Prinzip der Ammonium-Bestimmung (allg. Reaktionsgrundlage)

Kolorimetrische Bestimmung gemäß *BERTHELOTS* Reaktion:

In stark alkalischer Lösung (pH ~ 12,6) reagiert Ammonium zu Ammoniak, welches mit Hypochlorit und Salicylat bzw. Thymol (Phenole) in Gegenwart von Nitroprussidnatrium (Natrium-(nitrosopentacyanoferrat(III))) als Katalysator zu einem blauen Indophenolfarbstoff reagiert und so nachgewiesen wird:

1. Aus Dichlorisocyanursäure wird im alkalischen Medium *in situ* Hypochlorit erzeugt.



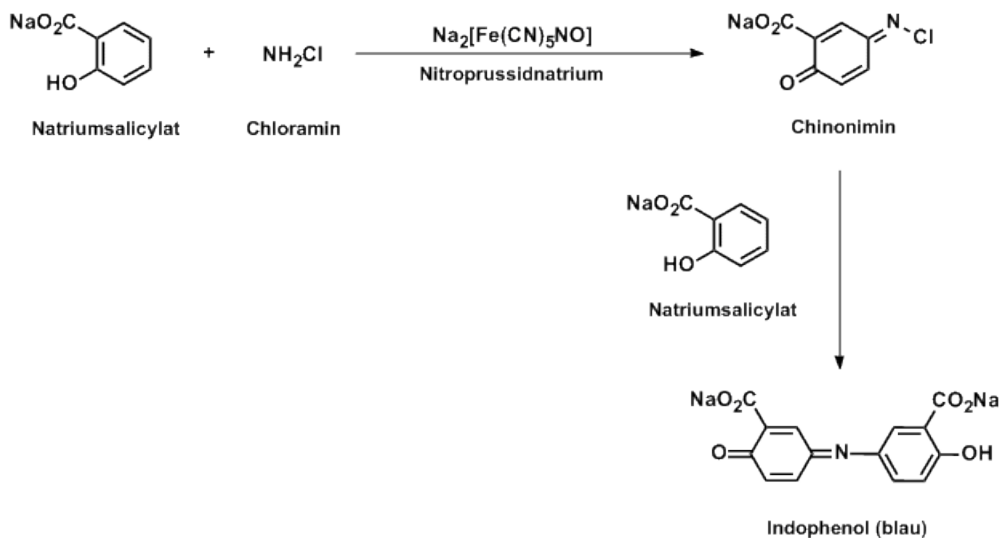
2. Dieses reagiert mit Ammoniak unter Bildung von Chloramin.



3. Chloramine bilden mit einer katalytischen Menge an Nitroprussidnatrium mit Phenolen (hier Natriumsalicylat) ein Chinonimin. Dieses lagert ein weiteres Substratäquivalent an, wobei eine blaue Indophenolverbindung gebildet wird.

Kundeninformation

Filtration · Rapid Tests · Water Analysis · Chromatography · Bioanalysis
Filtration · Schnellteste · Wasseranalytik · Chromatographie · Bioanalytik



Versuchsziel

Ziel der Durchführung ist es, die Ammoniumbelastung verschiedener Oberflächengewässer, Grundwässer (Brunnenwässer), Trinkwässer und Regenwässer zu ermitteln.

Durchführung

Die frischen Wasserproben werden mit Hilfe des *VISOCOLOR*[®] SCHOOL Ammonium-Testes untersucht.

Auswertung

Man beurteilt die Reinheit, den evtl. Abwassereinfluss und das potentielle Schadpotential gegenüber Fischen. Welche Wasser-Güteklassen werden den jeweiligen Proben zugeordnet?

Kundeninformation

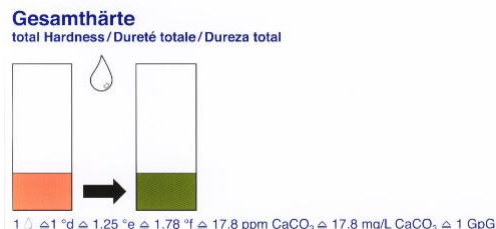
Filtration · Rapid Tests · Water Analysis · Chromatography · Bioanalysis
Filtration · Schnellteste · Wasseranalytik · Chromatographie · Bioanalytik

°dH

I. Bestimmung der Härte von Oberflächen-, Regen- und Leitungswasser

Übersicht

- Wasserhärte / Härtegrade
- Bedeutung der Härte für den Anwender



- Ziel: Erläuterung verschiedener Wasserhärtegrade anhand der Probenahmestelle
- Auswertung: Diskussion der gemessenen Härtegrade im Hinblick auf die Herkunft der jeweiligen Wasserproben
- Benötigtes Zusatzmaterial: verschiedene *frische* Wasserproben
- Benötigte Zusatzreagenzien: /

[Einsatzspektrum / Schwierigkeitsgrad: Sek. I / Sek. II]

Einleitung

Die Härte des Wassers ist durch seinen Gehalt an Calcium- und Magnesiumsalzen gegeben. Man bezeichnet Wasser mit hohem Calcium- und Magnesiumgehalt als hart, solche mit geringem Gehalt als weich.

Die zahlenmäßige Angabe geschieht über die Härtegrade (1 °d = 10 mg/L CaO) oder über Milligramm-Äquivalente Ca- bzw. Mg-Ionen. Die SI-Einheiten schreiben eine Angabe in mmol/L vor, wobei in der Praxis am Häufigsten die Einstufung nach Härtegraden verbreitet ist.

Umrechnung: 1 mmol/L Erdalkali-Ionen = 5,61 °d

Härtegrad	Art des Wassers
0 – 4 °d	sehr weich
4 – 8 °d	weich
8 – 12 °d	mittelhart
12 – 18 °d	ziemlich hart
18 – 30 °d	hart
30 °d und höher	sehr hart

Die Härte der natürlich vorkommenden Wässer ist bedingt durch die jeweilige geologische Formation. Wässer im Bereich von Dolomit-, Gips- und Kalkgebieten sind sehr hart, während sich im Bereich der Urgesteine (Granit, Basalt und Vulkanformationen) sehr weiche Wässer finden. Oberflächenwässer sind in der Regel wesentlich weicher als Grundwässer. In Seen, Talsperren und Teichen liegen die Härten meist im Bereich von < 10 °d. Regenwasser ist praktisch frei von Calcium- und Magnesiumsalzen und daher sehr weich.

Kundeninformation

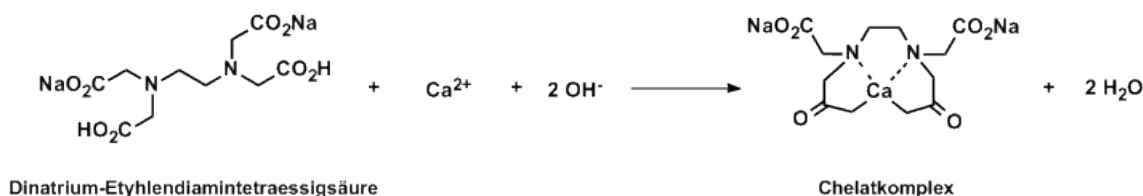
Für viele industrielle Nutzungen des Wassers ist eine hohe Härte unerwünscht. Die Textilindustrie, Wäschereien, Bleichereien und Färbereien benötigen weiches Wasser. Bei der Bierherstellung ist je nach Art des Produktes ein Brauwasser mit besonders eingestelltem Härtegrad notwendig.

Wasser für Kesselanlagen muss vollständig enthärtet werden, da bei der Erhitzung Teile der Härtebildner als Carbonate ausfallen und Kesselstein bilden. Dieser verursacht wegen des schlechten Wärmedurchgangs erhebliche Wärmeverluste (20 % mehr Energie bei einer Kesselstärke von 3 mm). Außerdem kann es zu örtlichen Überhitzungen und Kesselexplosionen kommen. Man führt daher heute die Wasserenthärtung von gewerblichen und industriellen Brauchwässern in großem Maßstab nach sehr verschiedenen Verfahren durch.

Prinzip der Härtebestimmung

Die härtebildenden Magnesium- und Calcium-Ionen werden vom Komplexbildner EDTA (Ethylen-diamintetraessigsäure) als Chelate gebunden. Die Bestimmung erfolgt als Titration gegen einen Metallindikator, dessen Farbe bei vollständiger Komplexierung der Härtebildner umschlägt.

Die Erdalkaliionen werden durch das Dinatriumsalz der Ethylen-diamintetraessigsäure (EDTA) unter Bildung eines sogenannten Chelatkomplexes (*griech. Chele für Krepsschere*) gebunden (komplexiert). Während bei Säure-Base-Titrationsen der Äquivalenzpunkt mittels Indikatoren, die auf eine Änderung des pH-Wertes mit einer Farbänderung reagieren, erkannt wird, werden bei komplexometrischen Titrationsen metallspezifische Indikatoren, die auf eine Änderung der Metallionenkonzentration ansprechen, eingesetzt. Die Chelatkomplexe, die die Indikatoren mit den Metallionen bilden, sind dabei anders gefärbt als die freien Indikatoren.



Die Reaktion erfolgt bei einem leicht alkalischen pH-Wert von 10. Dem Flüssigindikator ist eine Puffersubstanz beigemischt. Dieser bewirkt zum Einen, dass der pH-Wert von 10 eingestellt wird und zum Anderen, dass bei der Titration entstehenden Wasserstoffionen (Protonen, H^+), die sonst zur pH-Erniedrigung führen würden, abgefangen werden. Mit sinkenden pH-Wert nimmt die Komplexstabilität ab, weshalb das Abfangen der Protonen zur Härtebestimmung unabdingbar ist.

Achtung: Bei stark Kohlensäure- oder Eisenhaltigen Wasserproben kann es vorkommen, dass die zugefügte Indikator-Puffermischung für einen stabilen pH-Bereich um 10 nicht ausreicht. In diesen Fällen muss auf eine Verdünnung der Probe mit dest. Wasser (später Berücksichtigung der Verdünnung durch Multiplikation des erhaltenen Wertes mit dem entsprechenden Faktor) oder auf die zusätzliche Zugabe von Indikator-Puffer-Mischung zurückgegriffen werden. Nach Zugabe der Indikator-Puffer-Mischung sollte für ein einwandfreies Ergebnis immer eine pH-Wert-Überprüfung durchgeführt werden.

Versuchsziel

Ziel des Versuches ist es, die Wasserhärte von Proben verschiedener Herkunft zu bestimmen, miteinander zu vergleichen und im Hinblick auf die Probenahmestellen zu diskutieren.

Durchführung

Die frischen Wasserproben werden mit Hilfe des VISOCOLOR® SCHOOL Härte-Testes untersucht.

Kundeninformation

Filtration · Rapid Tests · Water Analysis · Chromatography · Bioanalysis
Filtration · Schnellteste · Wasseranalytik · Chromatographie · Bioanalytik

Auswertung

Die erhaltenen Messwerte werden im Hinblick auf die Herkunft der unterschiedlichen Wasserproben diskutiert.

- Umrechnungstabelle:

mmol/L Erdalkalitionen	°d Deutscher Härtegrad
1	5,61
0,178	1

II. Simulation von Enthärtungsverfahren

Übersicht

- Bedeutung der Wasserenthärtung
 - Ionenaustauschfiltration
 - Fällungsverfahren
- Ziel: Simulation verschiedener Enthärtungsverfahren anhand eines Modellwassers
- Auswertung: Bestimmung des Enthärtungsgrades zur Evaluation der verschiedenen Enthärtungsverfahren
- Benötigtes Zusatzmaterial: Mineralwasser (Hydrogencarbonat-Säuerling mit hohem Ca-Gehalt), Becherglas 250 mL, Erlenmeyerkolben 100 mL, Trichter, Rundfilter MN 640 m 11 oder 15 cm Ø, Ionenaustauscherkartusche *CHROMAFIX*® PS-H
- Benötigte Zusatzreagenzien: Calciumhydroxid (Ca(OH)₂) Aufschlämmung 10% in Wasser, Natronlauge (NaOH) 10%, Natriumcarbonat (Na₂CO₃) [Soda] 10%, Phenolphthalein (Indikator) alkoholische Lösung 1%

[Einsatzspektrum / Schwierigkeitsgrad: Sek. II]

Einleitung

Wässer für technische Zwecke, z. B. in der Textilindustrie, in Wäschereien, Bleichereien und Färbereien sowie in Papier- und Zellstoffbetrieben, müssen einen geringen Härtegrad aufweisen. Hierzu wird auf verschiedene Enthärtungsverfahren zurückgegriffen.

Prinzip des Enthärtungsverfahrens

Zur Total- oder Teilenthärtung bedient man sich verschiedener Fällungsverfahren. Eine vollkommene Enthärtung erzielt man durch Ionenaustauschfiltration.

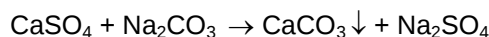
Grundlage für die Enthärtung durch Fällungsverfahren ist die Reaktion von Calciumhydrogencarbonat mit Basen zu Calciumcarbonat, das als Schlamm ausfällt:



Dadurch wird die gelöste Menge an Calcium-Ionen und damit die Härte verringert. Als Basen lassen sich Kalkmilch Ca(OH)₂, Natronlauge NaOH und Soda Na₂CO₃ verwenden. Die Nichtcarbonathärte kann nicht durch Basen, wohl aber durch Alkalicarbonate entfernt werden. Als Nichtcarbonate versteht man den Teil der Ca- und Mg-Ionen, der nicht in Form von Hydrogencarbonat, sondern an anderen Anionen, wie z. B. Chlorid oder Sulfat, gebunden vorliegt.

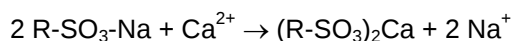
Kundeninformation

Filtration · Rapid Tests · Water Analysis · Chromatography · Bioanalysis
Filtration · Schnellteste · Wasseranalytik · Chromatographie · Bioanalytik



Hierbei fallen Ca- und Mg-Carbonat nahezu vollständig aus.

Bei der Behandlung zu enthärtender Wässer mit Ionenaustauschern in Filtern werden die üblicherweise in Natriumform vorliegenden Kationenaustauscher mit zweiwertigen Ionen (Calcium und Magnesium) abgesättigt.



Auf diese Weise werden die Härtebildner vollständig aus dem Wasser entfernt und damit die Härte vollständig beseitigt. Nach der üblichen Regeneration der Ionenaustauscher mit Kochsalz sind diese erneut einsatzbereit.

Prinzip der Härtebestimmung

Siehe Versuch I.: „Bestimmung der Härte von Oberflächen-, Regen- und Leitungswasser“

Versuchsziel

Ziel des Versuches ist es, verschiedene Enthärtungsverfahren an einem Modellwasser (Hydrogencarbonat-Säuerling mit hohem Ca-Gehalt) zu simulieren.

Durchführung

A. Fällung:

1. In drei Bechergläser 250 ml gibt man je 10 ml Mineralwasser und fügt 6 Tropfen alkoholische Phenolphthaleinlösung hinzu.
2. Zu Glas 1 gibt man tropfenweise Calciumhydroxidaufschlämmung (10%), bis die Lösung sich gerade rosa färbt und die Färbung etwa 2 min bestehen bleibt.
3. Zu Glas 2 tropft man Natronlauge (10%).
4. Zu Glas 3 tropft man Sodalösung (10%) bis zum Farbwechsel farblos nach rosa.
5. Man lässt die Lösungen ca. 5 min stehen und filtriert in einen 100 ml Erlenmeyerkolben. In den Filtraten wird die Härtebestimmung mit Hilfe des *VISOCOLOR*® Härte-Testes durchgeführt.

B. Ionenaustauscher:

1. 5 ml der Probe werden mit der Ionenaustauscherkartusche aufgezogen und gut geschüttelt. Die Lösung wird in das Probegefäß überführt und die Gesamthärte direkt mittels des *VISOCOLOR*® Härte-Testes durchgeführt.

Auswertung

Ausgangshärte, Härtegrade nach Fällung bzw. Ionenaustausch und die daraus berechnete Härtereduktion in % sind in einer Tabelle zusammenzustellen. Welches Verfahren liefert den besten Enthärtungsgrad?

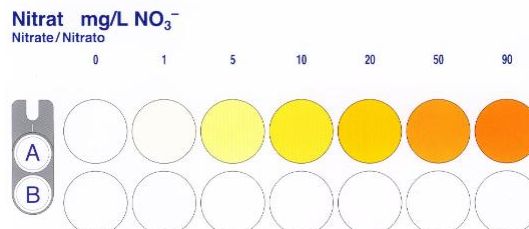
Kundeninformation

NO₃⁻

Nitrat in Trinkwasser

Übersicht

- Nitrat als Giftstoff im Trinkwasser
- Nitratgehalte in verschiedenen Wässern
- Nitrifikation



- Ziel: Ermittlung und Demonstration verschiedener Nitratgehalte in Wässern
- Auswertung: Untersuchung und Bewertung der ermittelten Nitratgehalte hinsichtlich des Trinkwasserverordnungs-Grenzwertes von 50 mg/L
- Benötigtes Zusatzmaterial: verschiedene *frische* Trink- und Mineralwasserproben
- Benötigte Zusatzreagenzien: /

[Einsatzspektrum / Schwierigkeitsgrad: Sek. I und Sek. II]

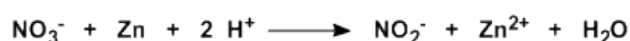
Einleitung

Nitrate werden nach der Trinkwasserverordnung auf einen Höchstwert von 50 mg/L begrenzt. Wässer mit höheren Konzentrationen dürfen nicht mehr als Trinkwasser verwendet werden. Begründet ist dieser Wert durch das mögliche Gefahrenpotential von Nitraten gegenüber Kleinkindern. Nitrate werden im Darm zu Nitrit reduziert und können unter Umständen schwere Cyanose und Methämoglobinämie verursachen. Es sind tödlich verlaufende Fälle in der Literatur beschrieben. Man hat aufgrund der Gegebenheit sogar empfohlen, in Gebieten mit nitratreichen Trinkwasser sterile nitratreie Wasserkonserven für Kleinkinder bereitzustellen. Neben der Gefahr einer Methämoglobinämie besteht in Gegenwart von Nitrat und dem sich durch bakterielle Reduktion daraus bildendem Nitrit die Möglichkeit, dass sich cancerogene Nitrosamine bilden.

Nitrate kommen in Mengen bis zu 20 mg/L in den Grund- und Oberflächenwässern vor. Es gibt aber einzelne Grundwasservorkommen, in denen geologisch bedingt Nitratgehalte bis zu 200 mg/L auftreten. Neben den rein geologischen Einflüssen ist außerdem mit Nitratzuflüssen aus der Landwirtschaft zu rechnen. Eine Entfernung der Nitrate ist im Prinzip möglich, jedoch sehr kostspielig. In den meisten betroffenen Fällen sind neue Brunnen zu bohren, die in ein anderes Grundwasserstockwerk reichen.

Prinzip der Nitrat-Bestimmung

Nitrate werden mit einem anorganischen Reduktionsmittel, wie z. B. elementares Zink, zu Nitrit reduziert. Mit diesem Nitrit wird ein aromatisches Amin diazotiert, welches anschließend zu einem Azofarbstoff gekuppelt wird (siehe hierzu Reaktionsgrundlage „Nitrit“).



Versuchsziel

Die Nitratgehalte verschiedener Wässer, vorrangig Trink- und Mineralwasser, sind im Hinblick auf die Grenzwerte der Trinkwasserverordnung (50 mg/L Nitrat) zu untersuchen und zu bewerten.

Durchführung & Auswertung

Die Gewässerproben werden mit Hilfe des VISOCOLOR® SCHOOL Nitrat-Testes untersucht und hinsichtlich ihrer Nitrat-Werte diskutiert.

Kundeninformation

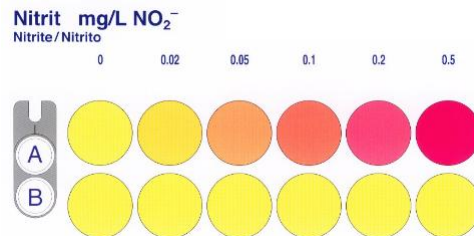
Filtration · Rapid Tests · Water Analysis · Chromatography · Bioanalysis
Filtration · Schnellteste · Wasseranalytik · Chromatographie · Bioanalytik

NO₂⁻

Nitrit in Oberflächen- und Abwässern

Übersicht

- Nitrit als Verschmutzungsparameter
- Nitrifikation



- Ziel: Ermittlung und Diskussion der Nitrit-Gehalte verschiedener Gewässer
- Auswertung: Diskussion verschiedener Nitritgehalte im Hinblick auf die Gewässerherkunft
- Benötigtes Zusatzmaterial: Wasserproben verschiedener Herkunft (z.B. Quellwasser, Badewasser, häusliches Abwasser, Industrieabwasser, biologisch gereinigtes Abwasser etc.); [Anmerkung: Die Proben sind idealerweise in 250 mL Glasflaschen abzufüllen und möglichst schnell auszuwerten.]
- Benötigte Zusatzreagenzien: /

[Einsatzspektrum / Schwierigkeitsgrad: Sek. I und Sek. II]

Einleitung

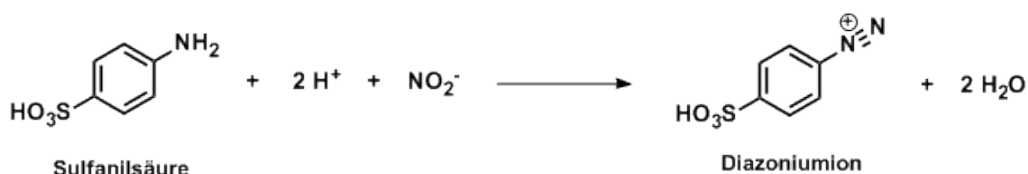
Nitrit ist in reinem Wasser fast nie enthalten. Wenn es auftritt, zeigt es Verunreinigungen durch Fäkalabwässer an. In diesen Fällen findet man zusätzlich noch erhöhte Werte für Phosphat und Chlorid. Sind nur die Nitrit- und Ammoniumgehalte erhöht, so weist dies auf die Zersetzung pflanzlicher Stoffe hin.

Relativ hohe Nitritkonzentrationen (ca. 17 mg/L) werden in seltenen Fällen in Abläufen biologischer Klärwerke angetroffen wenn die erste Stufe der Nitrifikation schon abläuft (Oxidation von Ammonium zu Nitrit), die zweite Stufe aber noch nicht in Gang gekommen ist (Oxidation von Nitrit zu Nitrat).

Sehr hohe Nitritkonzentrationen von über 100 mg/L können in den Abwässern der Metallindustrie auftreten. Nitrite sind Bestandteile von Härtesalzen und Bonderpräparaten und werden als Korrosionsinhibitoren verwandt. In diesen Fällen muss Nitrit durch geeignete Maßnahmen aus dem Abwasser entfernt werden.

Prinzip der Nitrit-Bestimmung

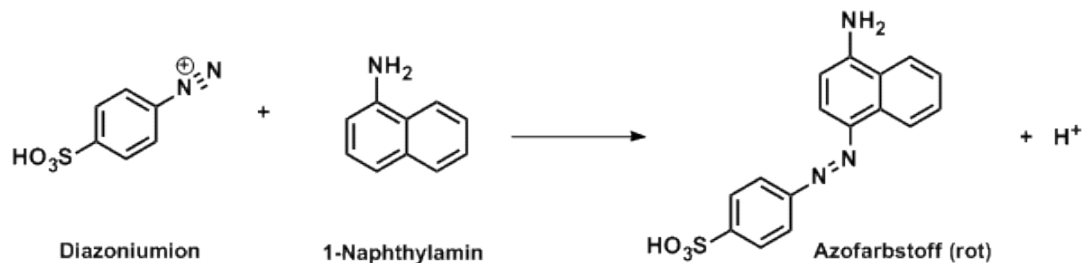
Reaktion nach *Griess-Ilosvay*: In saurer Lösung bildet Nitrit mit primären, aromatischen Aminen Diazoniumsalze.



Kundeninformation

Filtration · Rapid Tests · Water Analysis · Chromatography · Bioanalysis
Filtration · Schnellteste · Wasseranalytik · Chromatographie · Bioanalytik

Das gebildete Diazoniumsalz wird anschließend mit einem nukleophilen aromatischen Amin (hier: 1-Naphthylamin) gekuppelt. Dabei bildet sich ein intensiv rotgefärbter Azofarbstoff.



Durchführung

Die frischen Wasserproben werden mit Hilfe des *VISOCOLOR*[®] SCHOOL Nitrit-Testes untersucht.

Auswertung

Die erhaltenen Werte sind im Hinblick auf die Herkunft der Wasserproben zu diskutieren (Abwasserzufluss, industrielles Abwasser, Oberflächenwasser, Regenwasser, etc.).

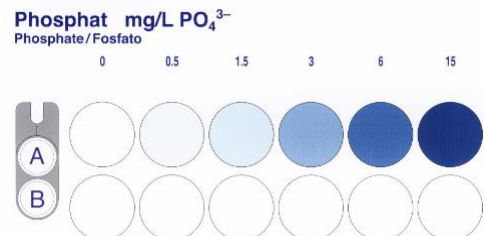
Kundeninformation



I. Versuche zur Ausfällung von Phosphat mit Calciumhydroxid $\text{Ca}(\text{OH})_2$, Eisen(III)-salzen und Aluminiumsalzen

Übersicht

- Eutrophierung des Gewässers
- Phosphatausflockung & Wirkungsgrade
- Simulation einer Kläranlagen-Reinigungsstufe



- Ziel: Simulation der 3. Reinigungsstufe (Phosphatfällung) einer Kläranlage.
- Auswertung: Ermittlung des Wirkungsgrades verschiedener Phosphatfällungsmittel.
- Benötigtes Zusatzmaterial: 9 Bechergläser 250 mL, 1 mL Kunststoffspritzen oder 1 mL Pipetten, Trichter, Rundfilter (z.B. MN 640 m, 15 cm Ø), pH-Teststäbchen (z.B. pH-Fix)
- Benötigte Zusatzreagenzien: Calciumchlorid-Lösung (CaCl_2 , 10%); Eisen(III)chlorid-Hexahydrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$, 10%); Aluminiumchlorid-Hexahydrat $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$, 10%), Natronlauge (NaOH , 1 mol/L); Phosphatstammlösung ($c(\text{PO}_4^{3-}) = 100 \text{ mg/L}$): 145,3 mg $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ werden in 1 Liter dest. Wasser gelöst

Einleitung

Die in die Gewässer eingeschleusten Phosphate stammen zu etwa je einem Drittel aus der Landwirtschaft (Düngemittel, Viehhaltung), aus industriellen und häuslichen Wasch- und Reinigungsmitteln sowie aus den Fäkalien in den häuslichen Abwässern.

Phosphate sind neben Stickstoffverbindungen wichtige Pflanzennährstoffe. Der Eintrag dieser Stoffe in Gewässer führt zu einer Zunahme des Algenwachstums. Nach ihrem Absterben sinken diese auf den Grund und verursachen dort eine Sauerstoffzehrung („Eutrophierung des Gewässers“), die bis zum totalen Sauerstoffschwund führen kann. Es treten in der Folge Fäulnisvorgänge auf, bei denen Schwefelwasserstoff (H_2S) freigesetzt wird. Eisen und Mangan lösen sich aus dem Sediment und treten im Wasser in großen Mengen auf. Ein derartiges Wasser aus einem eutrophen Gewässer ist zur Gewinnung von Trinkwasser nicht mehr geeignet. Besonders stark treten diese Phänomene an stehenden Gewässern auf. Man ist daher heute dazu übergegangen an Seen und Talsperren, die für die Trinkwasserversorgung von Bedeutung sind, die Zufuhr von Phosphaten, die i.A. als wachstumsbegrenzender Faktor für die Algen angesehen werden, zu verringern. Dies kann im Idealfall durch völligen Ausschluss Phosphat-haltiger Abwässer über eine Ringleitung um den See oder i.d.R. durch eine chemische Entfernung der Phosphate geschehen.

Zur chemischen Ausfällung der Phosphate gibt es eine Reihe verschiedener Verfahren, von denen die mit Eisen(III)- und Aluminiumsalzen in der Praxis die besten Ergebnisse erzielen. Aus konzentrierten Phosphatlösungen lässt sich durch Zugabe von Kalkmilch ($\text{Ca}(\text{OH})_2$) Phosphat als sekundäres Calciumphosphat CaHPO_4 ausfällen. Die Löslichkeit ist aber noch sehr hoch (ca. 70 mg/L PO_4^{3-} in der gesättigten Lösung). Bei Einstellung hoher pH-Werte kann Phosphat als sehr schwer lösliches Hydroxylapatit $\text{Ca}_5(\text{OH})(\text{PO}_4)_3$ ausgefällt werden. Dabei können in der Lösung Restkonzentrationen von $< 3 \text{ mg/L PO}_4^{3-}$ erzielt werden. Nachteilig hierbei ist der hohe pH-Wert, weil das Abwasser vor der

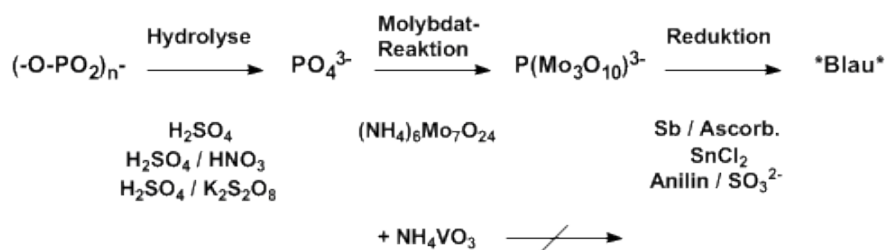
Kundeninformation

Ableitung nachträglich neutralisiert werden muss. Bei der Flockung mit Eisen(III)-salzen sowie Aluminiumverbindungen wird Phosphat als sehr schwerlösliches basisches Salz (z.B. $\text{AlPO}_4 \cdot \text{Al}(\text{OH})_3$) im Neutralbereich ausgefällt. Ein Teil des gelösten Phosphates wird aber auch adsorptiv an die Metallhydroxidflocken gebunden und dadurch aus der Lösung entfernt. In der Praxis erreicht man bei der Phosphateliminierung insgesamt Wirkungsgrade von 90-95%.

Prinzip der Phosphat-Bestimmung (allg. Reaktionsgrundlage)

Ammoniummolybdat bildet mit Phosphat-Ionen Phosphormolybdänsäure. Diese wird zu Molybdänblau reduziert.

Unter Molybdänblau versteht man Molybdänmischoxide verschiedener Wertigkeiten ($\text{Mo}(\text{IV})$ und $\text{Mo}(\text{VI})$), die der allgemeinen Summenformel $\text{MO}_{3-x}(\text{OH})_x$ entsprechen. Sie liegen in der Analysenprobe in kolloidaler Form vor.



Versuchsziel

Ziel des Versuches ist es, die Phosphatfällung analog zur 3. Reinigungsstufe, im Labor am Modell nachzuvollziehen und den entsprechenden Wirkungsgrad zu bestimmen.

Durchführung

Es werden jeweils 100 mL Phosphatstammlösung mit einer Konzentration von $c = 100 \text{ mg/L PO}_4^{3-}$ in ein 250 mL Becherglas überführt. Die Fällungschemikalien werden nach folgendem Schema zugegeben:

Probe	1	2	3	4	5
Fällungsmittel	/	CaCl_2 (V = 1,0 mL) NaOH pH = 7.5	CaCl_2 (V = 1,0 mL) NaOH pH = 10	FeCl_3 (V = 0.1 mL) NaOH pH = 7	FeCl_3 (V = 0.5 mL) NaOH pH = 7
Probe	6	7	8	9	
Fällungsmittel	FeCl_3 (V = 1,0 mL) NaOH pH = 7	AlCl_3 (V = 0,1 mL) NaOH pH = 7	AlCl_3 (V = 0,5 mL) NaOH pH = 7	AlCl_3 (V = 1,0 mL) NaOH pH = 7	

Kundeninformation

Filtration · Rapid Tests · Water Analysis · Chromatography · Bioanalysis
Filtration · Schnellteste · Wasseranalytik · Chromatographie · Bioanalytik

Hierzu wird erst das Fällungsmittel hinzugegeben. Es folgt, unter steter Kontrolle des pH-Wertes (z.B. mit pH-Fix / Toleranz: ± 0.5 pH) die tropfenweise Addition von Natronlauge. Wird der gewünschte pH-Wert überschritten, so kann dieser durch vorsichtige Zugabe von 1 N HCl-Lösung korrigiert werden. Anschließend werden die entstandenen Niederschläge mit Hilfe eines Rundfilters (z.B. MN 640 m, 15 cm $\varnothing$) abfiltriert und der jeweilige Phosphatgehalt mit Hilfe des VISOCOLOR® SCHOOL Phosphat-testes bestimmt. Die so erhaltenen Werte werden in einer Tabelle gegenübergestellt.

[Anmerkung: In manchen Fällen muss das Filtrat mit dest. Wasser entsprechend verdünnt werden, um den gewünschten Messbereich zu erreichen.]

Auswertung

I. Die Messwerte können in folgender Tabelle notiert werden:

Probe	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Verdünnung	1:20	1:10	-	1:10	-	-	1:10	-	-
Messwert									

II. Der Wirkungsgrad η wird aus den gemessenen Phosphatwerten errechnet:

$$\eta = \frac{[\text{PO}_4^{3-}]_A - [\text{PO}_4^{3-}]_F}{[\text{PO}_4^{3-}]_A} \cdot 100 (\%)$$

Dabei ist:

- $[\text{PO}_4^{3-}]_A$ = Phosphatkonzentration der Ausgangslösung
- $[\text{PO}_4^{3-}]_F$ = Phosphatkonzentration des jeweiligen Filtrates

Die Werte für η sind in eine Tabelle einzutragen. Für die Fällungsversuche werden für AlCl_3 und FeCl_3 die η -Werte als Funktion der zugegebenen Mengen Fällungsmittel in ein Diagramm eingezeichnet.

Welches Fällungsmittel liefert das beste Ergebnis?

II. Bestimmung der Phosphate in Wasch- bzw. Geschirrspülmaschinenmitteln

Übersicht

- Eutrophierung des Gewässers
 - Phosphat als Wasserenthärter
 - Phosphatgehalt in Wasch- bzw. Geschirrspülmitteln
- Ziel: Phosphatbestimmung in Waschmitteln und Geschirrspülmaschinenreinigern
- Auswertung: Quantitative Erfassung des Phosphatgehaltes und Diskussion im Hinblick auf mögliche Gefahren der Eutrophierung
- Benötigtes Zusatzmaterial: Bechergläser 100 mL, Messkolben 500 mL, Pipetten (3 mL und 10 mL),
- Benötigte Zusatzreagenzien: Proben handelsüblicher Vollwaschmittel bzw. Geschirrspülmittel (je ca. 10 g); Salzsäure (HCl, 37%)

Kundeninformation

Einleitung

Phosphate können zur Wasserenthärtung als Zusatz in Wasch- bzw. Geschirrspülmitteln eingesetzt werden. Waschmittel bestehen aus mehreren Komponenten. Der eigentliche waschaktive Stoff, das Tensid bzw. Detergenz (anionische und nicht-ionische Tenside), macht dabei etwa 10-15% der Zusammensetzung aus. Früher war zusätzlich noch in erheblicher Mengen von ca. 30-40%, Phosphat als Pentanatriumtriphosphat bzw. Natriumtripolyphosphat $\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$ enthalten. Es diente dazu die Wascheigenschaften des Tensides zu verbessern, den Schmutz von der Faser besser abzulösen, ihn in der Waschflotte zu halten und Härtebildner sowie Eisen-Ionen komplexiert in Lösung zu halten. Mittlerweile hat sich in großen Teilen Europas der Einsatz von Phosphaten in Waschmitteln reduziert, da dies eine Überdüngung und damit das Umkippen von Gewässern („Eutrophierung“) zur Folge hatte (siehe hierzu auch Versuch PO_4^{3-} : I. „Versuche zur Ausfällung von Phosphat“). Als Ersatzzusatzstoff wird heute vorwiegend Zeolith A (synthetisches Alumosilikat) verwendet. In Geschirrspülmitteln werden Phosphate (Tripolyphosphate) hingegen nach wie vor verwendet.

Prinzip der Phosphat-Bestimmung (allg. Reaktionsgrundlage)

Siehe Versuch I.: „Versuche zur Ausfällung von Phosphat mit Calciumhydroxid $\text{Ca}(\text{OH})_2$, Eisen(III)-salzen und Aluminiumsalzen“.

Versuchsziel

In dem Versuch sollen Waschmittel, auch phosphatfreie Sorten, sowie Geschirrspülmaschinenreiniger auf ihren Phosphatgehalt geprüft und der Gehalt entsprechend quantitativ ermittelt werden.

Durchführung

Anmerkung: Da das in den Waschmitteln enthaltene Tripolyphosphat nicht mit den Phosphat-Reagenzien reagiert, muss die Analysenlösung vor der Bestimmung mit HCl-Lösung (37%) aufgeschlossen werden.

1 g der zu untersuchenden Reinigungssubstanz wird in 1 L dest. Wasser aufgelöst. Je 10 mL der so hergestellten Lösung werden in ein 100 mL Becherglas gegeben und mit 3 mL Salzsäure HCl 37% 10 min zum Sieden erhitzt. Hierbei ist darauf zu achten, dass die Lösung nicht zu stark eindampft. Bei großem Volumenverlust einige mL dest. Wasser hinzugeben.

Nach Abkühlen auf etwa 50 °C wird der Becherglasinhalt in einen 500 mL Messkolben umgefüllt, mit Wasser nachgespült, bis zur Marke aufgefüllt und gut durchmischt. Die so hergestellte Lösung wird anschließend mit Hilfe des VISOCOLOR® SCHOOL Phosphattestes untersucht.

[Anmerkung: Falls im Schullabor nur eine begrenzte Anzahl an Messkolben zur Verfügung steht, wird empfohlen die einzelnen Proben nacheinander aufzuarbeiten.]

Auswertung

Aus der gemessenen Phosphatkonzentration wird die Menge des im untersuchten Spülmittel enthaltenen Phosphates wie folgt berechnet:

- 100 g Spülmittel enthalten $y = 5 \cdot x$
[y = Phosphatgehalt in Prozent]
[x = gemessene Phosphatkonzentration in mg/L PO_4^{3-}]

Kundeninformation

Filtration · Rapid Tests · Water Analysis · Chromatography · Bioanalysis
Filtration · Schnellteste · Wasseranalytik · Chromatographie · Bioanalytik

- Umrechnungsfaktor:

$$\frac{\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}}{3 \text{ PO}_4^{3-}} = \frac{368}{285} = 1,29$$

- Anmerkung: Bei der Verwendung Phosphat-armer Waschmittel ist eine geringere Verdünnung sinnvoll, die entsprechend in der späteren Berechnung berücksichtigt werden muss.

Kundeninformation

pH

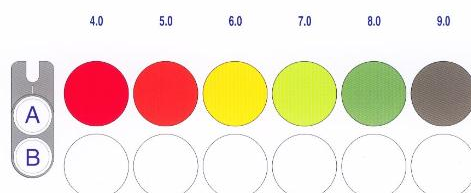
Filtration · Rapid Tests · Water Analysis · Chromatography · Bioanalysis
Filtration · Schnellteste · Wasseranalytik · Chromatographie · Bioanalytik

Prüfung des pH-Wertes verschiedener Haushaltsartikel

Übersicht

- pH-Wert
- Säure- und Basentheorie

pH 4.0–9.0



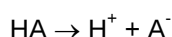
- Ziel: Einordnung von haushaltsüblichen Gebrauchsmitteln in Säuren und Basen
- Auswertung: Diskussion der erhaltenen Werte im Hinblick auf die Herkunft und Verwendung der jeweiligen Substanz
- Benötigtes Zusatzmaterial: pH-Fix Teststäbchen zur Vorabprüfung des pH-Wertes (optional). [Für Beispielsubstanzen siehe die entsprechende Tabelle im VISOCOLOR® SCHOOL Handbuch.]
- Benötigte Zusatzreagenzien: /

[Einsatzspektrum / Schwierigkeitsgrad: Sek. I und Sek. II]

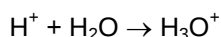
Einleitung

In alltäglichen Substanzen (z. B. Wein, Essig, Mineralwasser, Seife, WC-Reiniger, Geschirrspülmittel, etc.) sind aufgrund der Herkunft oder entsprechend dem Verwendungszweck Säuren oder Laugen (Basen) in mehr oder minder großen Konzentrationen enthalten.

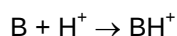
Als Säuren bezeichnet man Substanzen, die in wässriger Lösung Protonen – also positiv geladene Wasserstoffionen – abgeben können. Säuren sind nach Brönsted als Protonendonatoren definiert:



In wässrigen Lösungen liegen indes keine eigentlichen Protonen (Wasserstoffionen) vor, sondern Hydroxonium-Ionen, die aus der Reaktion von Protonen und Wasser entstehen:



Basen oder Laugen sind demgegenüber definiert als Substanzen, die Protonen aufnehmen können. Mit anderen Worten, Basen sind Protonenakzeptoren:



Eine besonders starke Base ist das Hydroxid-Ion OH^- . Es reagiert mit Protonen unter Bildung von Wasser:



Protonen bedingen die charakteristischen Säureeigenschaften wie saurer Geschmack, Verfärbung von Indikatoren, Reaktion mit unedlen Metallen usw.

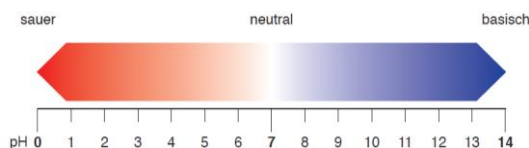
Die Konzentration der Wasserstoffionen bzw. Hydroxoniumionen in einer wässrigen Lösung wird in der Praxis als pH-Wert angegeben. Dieser ist als negativer dekadischer Logarithmus der Wasserstoffionenkonzentration definiert:

$$\text{pH} = -\log c(\text{H}^+)$$

Kundeninformation

Filtration · Rapid Tests · Water Analysis · Chromatography · Bioanalysis
Filtration · Schnellteste · Wasseranalytik · Chromatographie · Bioanalytik

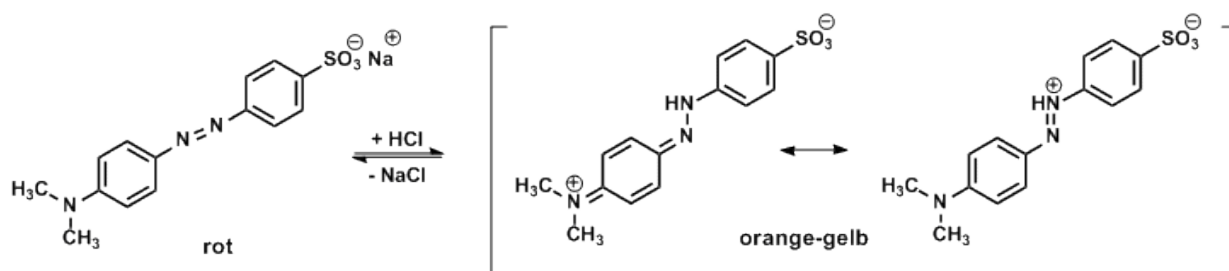
Der pH-Wert hat in neutralen Lösungen den Wert 7, in sauren Lösungen ist er <7 , in alkalischen Lösungen liegt er >7 :



Prinzip der pH-Bestimmung

Ein spezielles Gemisch von Indikatorfarbstoffen (sog. Universalindikatoren) nimmt bei jedem pH-Wert eine charakteristische Farbe an.

Bei Indikatorfarbstoffen handelt es sich um eine Reihe organischer saurer oder basischer Farbstoffe, die unter dem Einfluss einer bestimmten pH-Verschiebung ihre Farbe ändern (pH-Indikatorpapiere, pH-Indikatorstäbchen oder Flüssigindikatoren). Der entsprechende pH-Wert kann dann anhand des direkten Vergleichs mit der zugehörigen Farbvergleichsskala auf einfache Art und Weise ermittelt werden. Die Farbänderung der Indikatoren erfolgt unter dem Einfluss der wechselnden Konzentration der H^+ -Ionen durch Änderung der chemischen Struktur, wobei besonders dem Auftreten chinoider Strukturen bzw. konjugierter Doppelbindungen Bedeutung zukommt. Ein Beispiel hierfür ist der Indikatorfarbstoff Methylorange, der im pH-Bereich 3,0-4,4 einen Farbumschlag von rot nach orange-gelb anzeigt.



Methylorange [Dimethylaminoazobenzolsulfonsäure] ; pH 3,0-4,4

Indikatorfarbstoffe stammen aus den unterschiedlichsten Farbstoffklassen (z.B. Azofarbstoffe, Phthaleine, Sulphophthaleine, Benzeine, Triphenylmethylnfarbstoffe, Nitro-Indikatoren, usw.). Der Umschlagbereich der einzelnen Indikatoren erstreckt sich über 1,2 bis 2,5 pH-Einheiten. Jenseits dieser Grenzen ändern sich Farbton und Farbtiefe nicht mehr. Durch geschickte Kombination mehrerer Indikatoren ist es jedoch möglich, auch größere pH-Bereiche mit einem einzigen pH-Reagenz abzudecken.

Versuchsziel

Ziel des Versuches ist es, die pH-Werte von verschiedenen Stoffen des täglichen Lebens zu bestimmen und eine Einteilung in stark/schwach sauer, neutral, schwach/stark basisch vorzunehmen. Die erhaltenen Werte sind im Hinblick auf die Herkunft und Verwendung der Substanzen zu diskutieren.

Durchführung & Auswertung

Die handelsüblichen Gebrauchssubstanzen werden mit Hilfe des VISOCOLOR® SCHOOL pH-Testes untersucht und hinsichtlich Ihrer Inhaltsstoffe diskutiert.