Ein einfaches Verfahren zur Ammoniakbestimmung in Abwasser und Drainagewasser.

Von

Sergius Krapiwın.

Bei der Untersuchung und Beurteilung von Ab-, beziehungsweise Drainagewasser muss man nicht selten den Ammoniakgehalt bestimmen. Da beträchtliche Mengen organischer Stoffe störend wirken, muss man vor der kolorimetrischen oder mařanalytischen Bestimmung die Flüssigkeit mit Soda oder Magnesiumoxyd abdestillieren, wodurch die ganze Operation ziemlich umständlich wird. Man kann aber die langwierige Destillation umgehen und sehr gute Resultate erzielen, wenn man folgendes Verfahren anwendet. Es ist allgemein bekannt¹⁾, dass Ammoniumsalze in wässrigen Lösungen quantitativ und sehr schnell mit Formaldehyd reagieren. Es bilden sich dabei Hexamethylenetetramin und die entsprechende Säure:

$$4 \text{NH}_4 \cdot \text{Ac} + 6 \text{CH}_2 \text{O} = (\text{CH}_2)_6 (\text{NH}_2)_4 + 6 \text{H}_2 \text{O} + 4 \text{H} \cdot \text{Ac}$$

zum Beispiel:

Die anfangs neutrale Lösung wird sauer, und man kann sehr leicht den der Ammoniakmenge äquivalenten Säuregehalt durch Titration mit Alkalilauge von passender Konzentration und Phenolphthaleın als Indikator bestimmen. Unter anderen hat Bennet²⁾ diese Reaktion für die vereinfachte Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl angewendet. Um diese Reaktion zur Ammoniakgehaltsbestimmung in Abwassern anwenden zu können, muss man vorher die zu untersuchenden Flüssigkeiten von der störend wirkenden Kohlensäure befreien. Da die Neutralisation mit Mineralsäure (Methylrot oder Methylorange als Indikator) und das Auskochen sehr zeitraubend ist³⁾, fällt man die Kohlensäure mit Baryumchlorid in alkalischer Lösung aus. Man misst 100 *ccm* der zu untersuchenden Flüssigkeit in einen Messkolben von 200 *ccm* Inhalt ab, fügt 10 *ccm* 10-prozentige Baryumchloridlösung und 10 *ccm* $\frac{1}{5}$ -Normal-

¹⁾ Ronchèse, Journ. de Pharm. et de Chim. **25**, 611; diese Zeitschrift **49**, 59.

²⁾ Bull. de la soc. chim. de Paris (4), **6**, 1134 (1910); diese Zeitschrift **50**, 716.

³⁾ Nur nach $\frac{1}{2}$ — $\frac{3}{4}$ -ständigem Kochen bekommt man gut übereinstimmende Resultate.

Natronlauge mit einigen Tropfen Phenolphthaleinlösung dazu, füllt mit destilliertem Wasser bis zur Marke, schüttelt tüchtig durch und lässt absetzen.¹⁾ Das Gemisch der Baryum- und Kalziumkarbonate, respektive -sulfate, setzt sich sehr schnell ab. Nach einigen Minuten filtriert man die fast klare, rote Flüssigkeit durch ein trockenes Faltenfilter in einen trockenen Kolben; dann nimmt man mittels einer Pipette 100 *ccm* davon, neutralisiert genau mit $\frac{n}{10}$ -Salzsäure, fügt 5 *ccm* 40-prozentiger Formaldehydlösung²⁾ (>Formalin<) dazu und titriert mit $\frac{n}{20}$ -Natronlauge bis zur bleibenden Rosafärbung (A *ccm* $\frac{n}{20}$ -Natronlauge). Dann setzt man noch 5 *ccm* Formalinlösung hinzu, titriert, um den Säuregehalt des Formaldehyds zu bestimmen, (a = gewöhnlich 0,1—0,03 *ccm* $\frac{n}{20}$ -Natronlauge), und man ist in 10—12 Minuten mit der ganzen Bestimmung fertig.

Berechnung: 1 l Flüssigkeit enthält 17,03 (A — a) *mg* NH₃.

Es bleibt mir nur noch übrig, einige von meinen Analysen anzuführen, um zu zeigen, dass die Formaldehydmethode (I) und das gewöhnliche Verfahren mit vorheriger Destillation mit Magnesiumoxyd (II) gut übereinstimmende Resultate liefern:

	I	II
	<i>mg</i> NH ₃	<i>mg</i> NH ₃
a) Drainagewasser . . .	19,60	19,81
b) „ „ . . .	19,30	19,25
c) Abwasser	44,71	44,77
d) „	56,10	56,20
e) „	96,04	95,72
f) „	83,30	83,81
g) „ gefärbt . .	113,01	112,84

Das Verfahren scheint namentlich dann angezeigt zu sein, wenn man den zeitlichen Verlauf der Ammoniakgehaltsveränderungen in Abwassern verfolgen will.

Moskau, Chemisches Laboratorium an den Rieselfeldern zu Lublino.

1) Bei stark gefärbten Fabrikabwassern füge ich — zum Entfärben — vor der Ausfällung 4—5 *g* reine Knochenkohle in denselben Messkolben hinzu.

2) Um fast neutrale Formalinlösung zu bekommen, lasse ich „Formalin“ einige Zeit über erbsengrossen Marmorstäbchen in einem Kolben mit zweimal umgebogenem Rohr, dessen langes Ende ins Wasser taucht, stehen.