

ist es möglich, in Gemischen von Kaliumplatinchlorid mit Cholinplatinchlorid auch die geringste Menge des letzteren Salzes auf's Bestimmteste zu erkennen.

Tiflis, im April 1902.

Bestimmung des Eisens in natürlichen Wassern.

Von

L. W. Winkler.

(Mittheilung aus dem Universitätslaboratorium des Herrn Professor C. v. Than, Budapest.)

Eisen in geringer Menge ist ein gewöhnlicher Bestandtheil natürlicher Wasser, so dass dessen Bestimmung, sowohl bei hygienischen als auch technischen Wasseruntersuchungen, häufig unsere Aufgabe ist. In den gewöhnlichen natürlichen Wassern ist das in Lösung befindliche Eisen als Ferrohydrocarbonat zugegen, aus welcher Verbindung sodann durch Oxydation unlösliches Ferrihydroxyd gebildet wird. Demnach ist zu bestimmen, wie gross die Menge des Eisens in gelöstem und wie gross sie in suspendirtem Zustande ist.

Um das gelöste, also das Ferro-Eisen zu bestimmen, wird dasselbe gewöhnlich in eine lösliche Ferri-Verbindung umgewandelt, und sodann die Menge desselben unter Anwendung von Ferrocyankalium oder Rhodan ammonium colorimetrisch bestimmt. Statt dieser Reagentien ist Ammoniumsulfid vortheilhafter, und zwar nicht nur, weil dasselbe empfindlicher ist, und die Reaction sehr schnell den Höhepunkt der Intensität erreicht, sondern hauptsächlich darum, weil die Umwandlung in Ferri-Eisen wegfällt, und demnach das ganze Verfahren wesentlich vereinfacht wird. Nimmt man 100 cc einer Lösung, die 0,1 mg Ferro-Eisen enthält, so wird dieselbe durch wenig Ammoniumsulfid kräftig braun gefärbt, die Reaction ist aber auch dann noch wahrnehmbar, wenn 100 cc nur 0,01 mg Ferro-Eisen enthalten; auf Ferri-Eisen ist Ammoniumsulfid bedeutend weniger empfindlich. Eine stark verdünnte Ferro- oder Ferrisalzlösung wird von wenig Ammoniumsulfid, wenn gleichzeitig viel Ammoniak hinzugefügt wird, bläulichgrün gefärbt.

Um das Verfahren zu erproben, wurde eine mit Schwefelwasserstoffwasser bereitete Ferroammoniumsulfatlösung benutzt, die im Liter 0,1 g Ferro-Eisen enthielt. Durch Verdünnen dieser Lösung mit destillirtem Wasser wurden im Liter 1,20, 0,60, 0,30 mg enthaltende Lösungen

und ferner durch Verdünnen mit natürlichem, eisenfreiem, 28° hartem Wasser im Liter 0,50 *mg* Ferro-Eisen enthaltende Lösungen dargestellt. Die Bestimmung des Eisengehaltes dieser Lösungen wurde durch Herrn Alexander Rex in der weiter unten beschriebenen Weise ausgeführt; die Resultate waren die folgenden:

In 1000 *cc* Lösung Ferro-Eisen.

Angewandt	Gefunden	Gefunden im Mittel
1,20 <i>mg</i>	1,22, 1,12, 1,21, 1,17, 1,17, 1,19 <i>mg</i>	1,18 <i>mg</i>
0,60 «	0,58, 0,58, 0,59, 0,65, 0,58, 0,59 «	0,60 «
0,30 «	0,33, 0,29, 0,33, 0,29, 0,32, 0,31 «	0,31 «
0,50 «	0,50, 0,48, 0,52, 0,51, 0,49, 0,51 «	0,50 «

Meiner Meinung nach beweisen diese Daten zur Genüge die Genauigkeit des Verfahrens. Will man unter Anwendung von Ammoniumsulfid als Reagens den Ferro-Eisengehalt natürlicher Wasser bestimmen, so hat man folgende Lösung nöthig:

Man löst 0,700 *g* Mohr'sches Salz unter Hinzufügung von 10 Tropfen verdünnter Schwefelsäure in Schwefelwasserstoffwasser auf 1000 *cc*; 1 *cc* = 0,1 *mg* Fe. Die Lösung ist nur so lange brauchbar, als sie noch nach Schwefelwasserstoff riecht, das heisst so lange dieselbe nur Ferro-Eisen enthält. Eben deshalb muss dieselbe gut verschlossen aufbewahrt werden. Es empfiehlt sich, die Lösung in kleine Medicinflaschen zu vertheilen, die Fläschchen mit gesunden Korkstopfen zu verschliessen und hierauf den Kopf der Flaschen in geschmolzenes Paraffin zu tauchen.

Die Bestimmung des Ferro-Eisens durch Farbenvergleich führt man mit frisch geschöpftem Wasser möglichst an Ort und Stelle auf folgende Weise aus:

Von dem zu untersuchenden Wasser werden 100 *cc* in einen farblosen Glascylinder von etwa 4 *cm* Durchmesser und 20 *cm* Höhe gebracht, hierauf 5 *cc* Schwefelwasserstoffwasser und 1—2 Tropfen Ammoniak hinzugefügt. In einen anderen eben solchen Cylinder werden 100 *cc* destillirtes Wasser und ebenfalls 5 *cc* Schwefelwasserstoffwasser und 1—2 Tropfen Ammoniak gegeben, sodann zu dieser Flüssigkeit unter Umschwenken tropfenweise so viel Ferrosalzlösung (1 *cc* = 0,1 *mg* Fe) zugesetzt, bis die Farbe beider Flüssigkeiten annähernd gleich dunkel ist. Der Farbenvergleich kann jetzt noch nicht richtig vorgenommen werden, da erstere Flüssigkeit braun, letztere jedoch mehr bläulich-schwarz gefärbt ist. Deshalb fügt man zu letzterer 2—3 Tropfen verdünnter Salzsäure und nach dem Entfärben einige Tropfen Ammoniak,

worauf sich auch diese Flüssigkeit braun färbt. Jetzt wird die noch nöthige Menge Ferrosalzlösung hinzugeträufelt, bis beide Flüssigkeiten gleich gefärbt sind. Endlich werden beide Flüssigkeiten durch einige Tropfen Salzsäure entfärbt, sodann die Reaction durch Ammoniak wieder hervorgerufen; ist die Farbe der Flüssigkeiten auch jetzt ganz gleich, so ist die Bestimmung beendet. So viele Cubikcentimeter Ferrosalzlösung verbraucht wurden, eben so viele Milligramme Ferro-Eisen enthält das untersuchte Wasser im Liter.

Das angegebene Verfahren führt nur dann zu genauen Resultaten, wenn das zu untersuchende Wasser im Liter 0,3—1,5 *mg* Ferro-Eisen enthält; ist die Menge des Eisens geringer als 0,3 *mg*, so führt man den Farbenvergleich in einem höheren und auch etwas weiteren Cylinder mit 500 *cc* Wasser aus. Ist der Eisengehalt im Liter höher als 1,5 *mg*, so wird eine abgemessene, mit einigen Cubikcentimetern Schwefelwasserstoffwasser versetzte Wasserprobe entsprechend verdünnt. Sollte das Wasser trüb sein, so wird dasselbe pro Liter mit 10 *cc* Schwefelwasserstoffwasser gemengt und hierauf erst filtrirt.

Mit diesem Verfahren kann auch das Ferri-Eisen bestimmt werden, jedoch muss dasselbe zuvor mit Schwefelwasserstoff zu Ferro-Eisen reducirt werden. Zur Erprobung des Verfahrens wurde eine Eisenalaunlösung verwendet, welche im Liter 0,1 *g* Ferri-Eisen enthielt. Von dieser Lösung wurde 1 *cc* in einer Eprouvette mit 1—2 Tropfen Salzsäure und einigen Cubikcentimetern Schwefelwasserstoffwasser einige Minuten erwärmt, und dann das Ganze auf 100 *cc* verdünnt. Den Ferro-Eisengehalt bestimmte sodann auch Herr Drd. Rex nach dem oben beschriebenen Verfahren; er fand in 6 Versuchen 0,100, 0,106, 0,097, 0,098, 0,103 und 0,102, im Mittel 0,101 *mg* statt 0,100 *mg* Eisen.

Die Bestimmung des Gesamteisengehaltes eines natürlichen Wassers wird daher auf folgende Weise ausgeführt:

Von dem zu untersuchenden Wasser werden, je nach dem Eisengehalte, 10—100 *cc* mit einigen Cubikcentimetern Salzsäure angesäuert und in einer Glasschale zur Trockne verdampft. Der Rückstand wird in wenig Wasser und Salzsäure gelöst, die Lösung mit einigen Cubikcentimetern Schwefelstoffwasser versetzt und das Ganze auf dem Dampfbade einige Minuten erwärmt. Die filtrirte Flüssigkeit wird schliesslich auf 100 *cc* verdünnt und das Eisen darin auf oben beschriebene Weise bestimmt.

Budapest, im April 1902.
