

# Analytischer Teil

In einer Wasserprobe sind zu bestimmen:

1. Kaliumpermanganat-Verbrauch
2. Ammonium-Gehalt
3. pH-Wert

## 1. Kaliumpermanganat-Verbrauch

100,0 mL Analysenwasser werden mit 5 mL Schwefelsäure ( $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1,5 \text{ mol/L}$ ) versetzt und bis zum Sieden erhitzt. In die heiße Lösung gibt man 15,0 mL Kaliumpermanganat-Lösung ( $c(\text{KMnO}_4) = 0,002 \text{ mol/L}$ ) und lässt die Probe für ca. 10 Minuten schwach sieden. Sollte während dieser Zeit Entfärbung eintreten, wird nochmals ein bekanntes Volumen der Kaliumpermanganat-Lösung zugegeben. Nach dem Kochen setzt man der noch heißen Probe 15,0 mL Oxalsäure-Lösung ( $c(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4) = 0,005 \text{ mol/L}$ ) zu und kocht erneut bis zur vollständigen Entfärbung.

Die überschüssige Oxalsäure wird anschließend in der Siedehitze mit Kaliumpermanganat-Lösung bis zu einer schwachen Rosafärbung zurücktitriert.

Anzugeben ist der Kaliumpermanganat-Verbrauch in mg  $\text{KMnO}_4/\text{L}$ .

1,0 ml 0,002 M  $\text{KMnO}_4 = 0,316 \text{ mg KMnO}_4$

## 2. Ammonium-Bestimmung

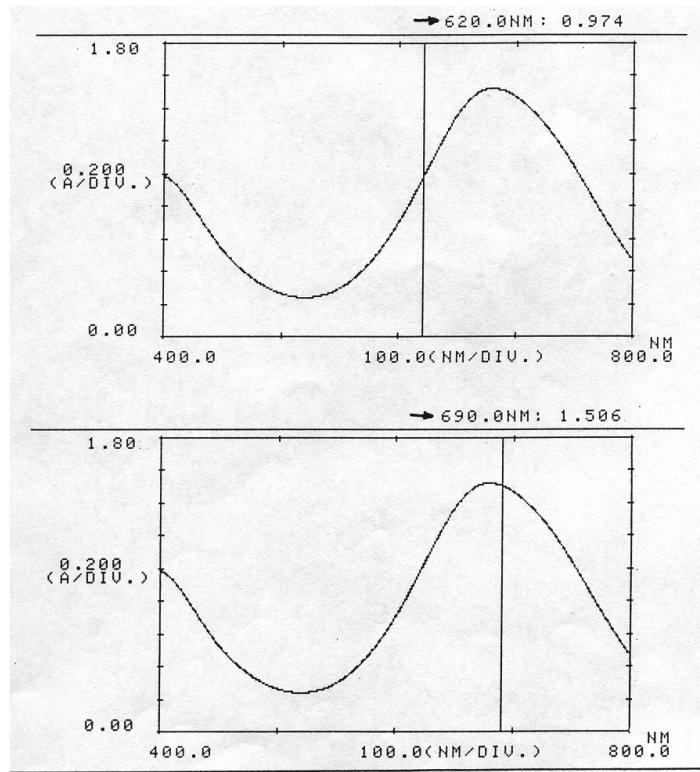
In einen 100 mL-Meßkolben werden 40,0 mL Analysenwasser eingemessen und mit 40,0 mL Reagenzlösung **3** versetzt. Anschließend gibt man jeweils 8,0 mL der Reagenzlösungen **1** und **2** zu. Die Probe sollte dann einen pH-Wert zwischen 12 und 13 aufweisen (wird, wenn nötig mit Natronlauge erreicht). Der Meßkolben wird schließlich mit demin. Wasser bis zur Eichmarke aufgefüllt und nach frühestens 1 Stunde, aber längstens 3 Stunden, bei ..... nm gegen eine Blindprobe photometriert.

Zur Erstellung einer Kalibrierkurve ist eine Standardlösung aus Ammoniumsulfat vorzubereiten, daraus geeignete Verdünnungen herzustellen und diese wie oben beschrieben anzufärben.

### Anmerkungen

Es stehen Filter für die Wellenlängen 620 nm und 690 nm zur Verfügung. Entscheiden Sie nach dem Absorptionsspektrum selbst, welche Wellenlänge Ihnen für geeignet erscheint und begründen Sie dies in Ihrem Protokoll.

Absorptionsspektrum für die Ammonium-Bestimmung. Die Spektren wurden mit einer Lösung aufgenommen, die  $2,0 \text{ mg/L NH}_4^+$  enthielt. Die Extinktionen bei 620 nm bzw. 690 nm sind angegeben.



Die Gehalte in den Wasserproben liegen im Bereich  $\beta(\text{NH}_4^+) = 0$  bis 2 mg/L  
Die Reagenzlösungen 1, 2 und 3 stehen zur Verfügung.

### 3. Bestimmung des pH-Wertes

Das pH-Meter ist vor der Messung zu kalibrieren. Hierfür stehen Pufferlösungen mit den pH-Werten 4,01 (25 °C) und 6,87 (25 °C) zur Verfügung. Anschließend ist der pH-Wert des Analysenwassers zu bestimmen.