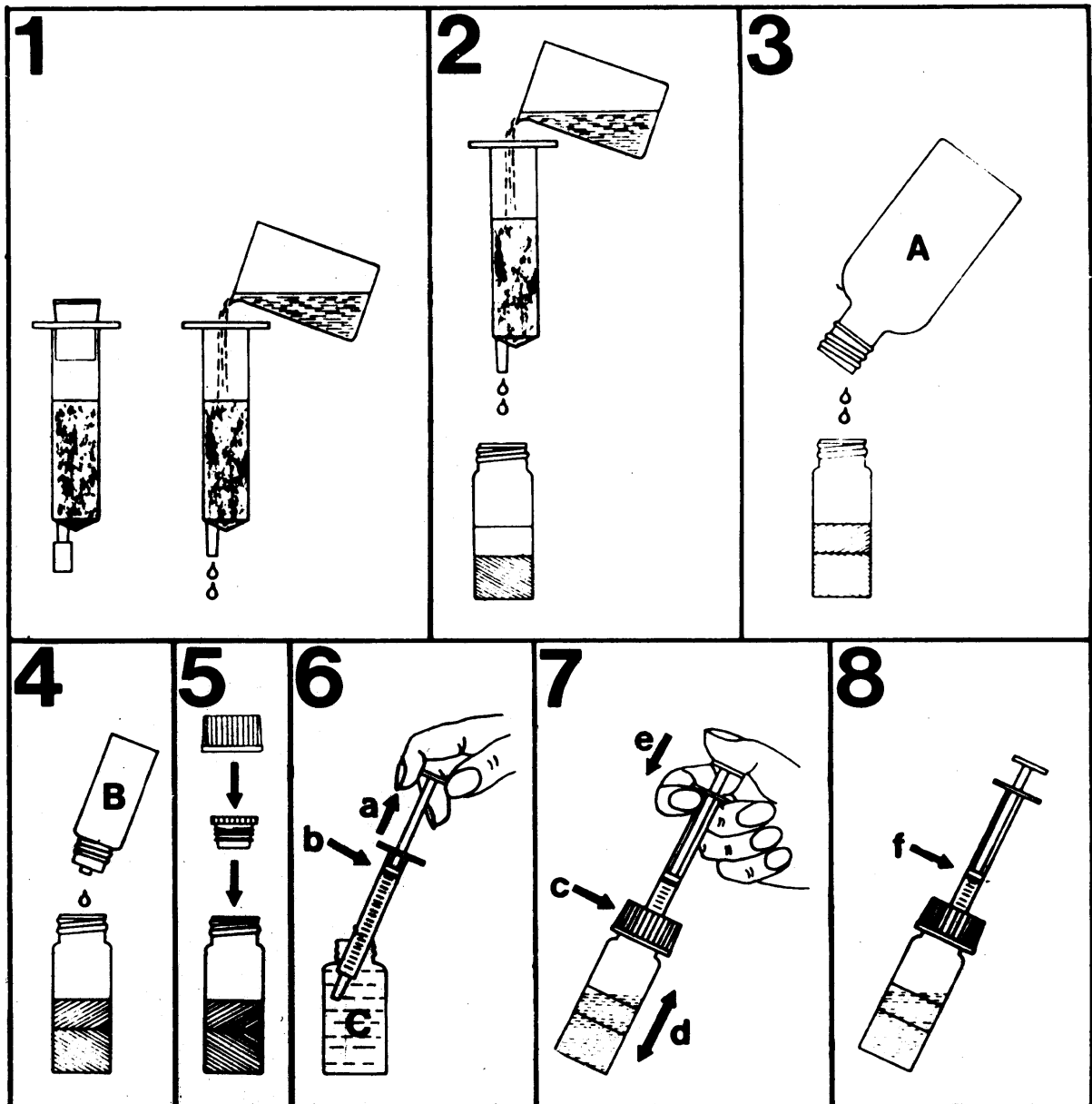


SULFAT-TEST SULPHATE-TEST TEST du SULFATE



Mit der vorliegenden Methode kann ohne weitere Hilfsmittel eine schnelle, einfache und genaue Bestimmung des Sulfat-Gehaltes im Wasser durchgeführt werden. Voraussetzung für die genaue Sulfat-Bestimmung ist jedoch die Entfernung aller Metall-Ionen aus der zu untersuchenden Wasserprobe, da Metall-Ionen bei der Bestimmung des Sulfat-Gehaltes erhebliche Störungen verursachen können.

Zu diesem Zweck enthält das Besteck einen kleinen Ionenaustauscher, der die in der Wasserprobe befindlichen Metall-Ionen bindet und im Austausch hierfür H-Ionen abgibt. Das im Ionenaustauscher befindliche Harz enthält einen Indikator-Farbstoff. Entsprechend der aufgenommenen Metall-Ionen färbt sich das Harz langsam von oben nach unten rot. Hat sich das Harz zu 2/3 rot gefärbt (nach ca. 100 Analysen), muß der Ionenaustauscher regeneriert oder ausgetauscht werden.

Zur Regeneration des Ionenaustauschers läßt man 20 ml 10%ige reine Salzsäure langsam von oben durch den Ionenaustauscher laufen. Das Harz im Austauscher nimmt dann die ursprüngliche Farbe wieder an. Nach vollständigem Ablauf der Säure aus dem Ionenaustauscher wird mit destilliertem Wasser so lange nachgespült, bis das aus dem Ionenaustauscher ablaufende Wasser keinen Säuregehalt mehr aufweist (Prüfung mit pH-Papier, Wert über pH 4). Danach kann der Austauscher wieder für ca. 100 Analysen verwendet werden.

Wichtiger Hinweis:

Nach Benutzung des Ionenaustauschers durch den Austauscher ca. 50 ml destilliertes Wasser durchlaufen lassen, danach die Feuchtigkeitsverschlüsse aufsetzen, damit das im Austauscher befindliche Harz nicht austrocknet.

Jedes Untersuchungsbesteck enthält:

- 1 Ionenaustauscher mit zwei Feuchtigkeitsverschlüssen (Kappe und Stopfen)
- 2 Flaschen mit je 50 ml Reagenz „A“
- 1 Tropfflasche mit 8 ml Indikator „B“
- 1 Flasche mit 50 ml Titrationslösung „C“
- 1 Glas-Titrier-Gefäß mit Verbindungsstopfen und durchbohrtem Schraubverschluß
- 1 Titrations-Pipette
- 1 Röhrchen mit Graduierung bei 1 und 10 ml

Analyse:

1. Vom Ionenaustauscher beide Feuchtigkeitsverschlüsse abnehmen und ca. 10 ml der zu untersuchenden Wasserprobe in den Austauscher einfüllen und durchlaufen lassen (Fig. 1).
2. Danach weitere gut 5 ml der zu untersuchenden Wasserprobe nachgeben und nach Passieren des Austauschers im Glas-Titrier-Gefäß auffangen, so daß dieses genau bis zur unteren Marke gefüllt ist (Fig. 2).
3. Reagenz „A“ bis zur oberen Marke zufüllen (Fig. 3).
4. 1 Tropfen Reagenz „B“ zugeben (Fig. 4).
5. Verbindungsstopfen lose aufsetzen und durch Festdrehen des durchbohrten Schraubverschlusses sichern (Fig. 5).
6. Reagenz „C“ aus der Vorratsflasche mit der Titrations-Pipette (a) aufziehen, bis sich der unterste Rand des schwarzen Kolbenringes (b) mit der O-Marke (oberster Skalenstrich) deckt (Fig. 6). Die Pipette muß dabei bis zum Kolbenring mit Titrationslösung gefüllt sein (keine Luftblase), da sonst ein einwandfreies Ergebnis der Sulfat-Bestimmung nicht gewährleistet ist. Eine Luftblase in der Pipette kann leicht entfernt werden, indem man die aufgezogene Titrationslösung durch kräftiges Niederdrücken des Kolbens bis zum Anschlag wieder in die Vorratsflasche zurückspritzt und dann erneut bis zur O-Marke aufzieht. Auch beim Zurückspritzen muß die Spitze der Pipette in die Titrationslösung eintauchen.
7. Die gefüllte Pipette unter leichter Drehung fest in die Bohrung des Verbindungsstopfens (c) auf das Glas-Titrier-Gefäß setzen (Fig. 7). Unter Schütteln (d) den Kolben der Pipette ganz langsam hinunterdrücken. Die Farbe der zunächst violetten Lösung schlägt bereits bei der ersten geringen Zugabe in hellblau um. Ist Sulfat vorhanden, färbt sich die Lösung nach einigen Sekunden wieder violett. Dieser Vorgang ist so oft zu wiederholen, bis der hellblaue Farbton mindestens 1 Minute stehen bleibt.
8. An der Pipette in Höhe der Unterseite des schwarzen Kolbenringes (f) den Wert direkt ablesen (Fig. 8). Dieser abgelesene Wert mit 10 multipliziert ergibt den Sulfat-Gehalt des Wassers (Beispiel: abgelesener Wert = $8 \times 10 = 80$ mg/L Sulfat-Gehalt im Wasser. Reicht eine Füllung der Pipette (300 mg/L) nicht aus, um eine konstante hellblaue Färbung der Wasserprobe zu erhalten, Pipette erneut mit Titrationslösung (Reagenz „C“) füllen und in der gleichen Wasserprobe die Titration zu Ende führen. Der dann abgelesene Wert ist wieder mit 10 zu multiplizieren und den 300 mg/L der ersten Füllung hinzuzurechnen. Sollte auch die 2. Pipettenfüllung bei extrem hohen Sulfat-Gehalten nicht ausreichen, so kann notfalls die Pipette auch ein drittes Mal gefüllt werden, besser ist es in einem solchen Fall jedoch, die Wasserprobe 1 : 10 mit destilliertem Wasser zu verdünnen (Meßröhrchen liegt der Packung bei) und die gesamte Analyse mit dieser Probe zu wiederholen. Der abgelesene Wert muß dann mit 100 multipliziert werden.

With this test a quick, simple and accurate determination of sulphate in water samples can be carried out without further implements.

To achieve exact results, all metal ions must be removed from the water sample since they tend to cause errors.

For this purpose, the kit contains a small ion exchanger, which binds the metal ions and exchanges them for innocuous H⁺-ions. The resin in this exchanger was treated with a red indicator dye. When the exchanger is loaded with metal ions, a red colour gradually appears and extends slowly downwards. When after about 100 analyses 2/3 of the resin appear red, the exchanger must be regenerated.

In order to regenerate the exchanger, 20 cc of pure 10% hydrochloric acid are slowly passed in small portions through the exchanger. After the acid has been drained completely, the surplus is washed away with plenty of deionized water until no acid is found in the effluent (on testing with pH-paper, it must show over pH 4). After this regeneration, the exchanger can be used again for a similar number of analyses.

Note: After use of the exchanger, it should be flushed with 50 cc of distilled water and then closed again with cap and stopper to avoid its drying out.

Each kit contains:

- 1 Ion exchanger with cap and stopper
- 2 bottles with 50 cc each of reagent "A"
- 1 dropper bottle with 8 cc of reagent "B"
- 1 bottle with 50 cc of titrant "C"
- 1 graduated glass titration vial with connective stopper and perforated screw cap
- 1 titration syringe
- 1 test tube, graduated at 1 and 10 cc for dilution.

Procedure:

- 1.) Cap and stopper are removed from the exchanger. About 10 cc of the water sample are run through and discarded (fig. 1).
- 2.) Another portion of the same water is poured through and of this effluent 5 cc are collected in the glass vial until it is filled exactly up to the lowest mark (fig. 2).
- 3.) 4 cc of reagent A are added until the next mark is reached (fig. 3).
- 4.) One drop of reagent B is added (fig. 4).
- 5.) The vial is closed with the connective stopper and the latter secured by screwing on the perforated cap (fig. 5).
- 6.) The syringe is filled with titrant C up to the "0" mark (fig. 6). If air bubbles appear in the cylinder, the piston is pressed forcefully all the way down and then the liquid aspirated again.
- 7.) The syringe is pressed securely into the bore of the connective stopper (fig. 7) and with gentle shaking the piston is very slowly pressed downwards. The first minimal amount of titrant will already effect a colour change from violet to light blue. If sulphate is present, the colour will after a few seconds revert to violet. The titration is continued in this manner until the light blue colour persists for at least one minute.
- 8.) When the blue colour persists, the value is read from the position of the black piston ring on the graduation of the cylinder of the syringe (fig. 8). The value read there, multiplied by ten = ppm sulphate (e.g. 8 = 80 mg SO₄⁻²/L). If the contents of one syringe are not sufficient to effect the permanent colour change, (300 ppm SO₄⁻²), the syringe can be filled again with titrant up to the "0" mark and the titration continued in the same manner until the light blue colour persists. The value found then is added to the 300 ppm of the first syringe.

If even the contents of the second syringe are not sufficient to effect a permanent colour change, the water sample should be diluted 1 : 10 with deionized water and the entire analyse repeated completely, including the passage of the exchanger with this diluted sample.

The value read then must be multiplied by 100.

Une détermination simple et rapide de la teneur en sulfate de l'eau peut être réalisée avec la présente méthode, sans autres moyens. La condition préalable à une détermination précise du sulfate est cependant l'élimination de tous les ions métalliques de l'échantillon d'eau à examiner, vu que les ions métalliques peuvent provoquer des perturbations considérables dans la détermination de la teneur en sulfate.

Dans ce but, le nécessaire contient un petit échangeur ionique qui lie les ions métalliques se trouvant dans l'échantillon d'eau et délivre les ions H en échange à cet effet. La résine se trouvant dans l'échangeur ionique contient un colorant indicateur. Suivant les ions métalliques absorbés, la résine se colore lentement en rouge du haut en bas. Après une coloration des 2/3 de la résine (après environ 100 analyses), l'échangeur ionique doit être régénéré ou échangé. Pour la régénération de l'échangeur ionique, on fait passer lentement à partir du haut à travers l'échangeur 20 ml d'acide chlorhydrique pur à 10 %. La résine de l'échangeur revient alors sur sa couleur originale. Après l'écoulement complet de l'acide de l'échangeur ionique, on rince à l'eau distillée jusqu'à ce que l'eau s'écoulant de l'échangeur ionique ne présente plus la moindre teneur en acide (contrôle avec du papier pH, valeur supérieure à pH 4). Après quoi l'échangeur peut à nouveau être utilisé pour 100 analyses.

Remarque importante :

Après utilisation de l'échangeur ionique, laisser passer environ 50 ml d'eau distillée à travers l'échangeur, après quoi placer les bouchons de préservation de l'humidité pour que la résine se trouvant dans l'échangeur ne sèche pas.

Chaque nécessaire d'examen comporte :

- 1 échangeur ionique avec deux bouchons de préservation d'humidité (chapeau et bouchon)
- 2 bouteilles de respectivement 50 ml de réactif "A"
- 1 bouteille à goutteur avec 8 ml d'indicateur "B"
- 1 bouteille avec 50 ml de solution de titrage "C"
- 1 vase de titrage avec bouchon de liaison et fermeture à visser percée
- 1 pipette de titration
- 1 petit tube avec graduation pour 1 et 10 ml

Analyse :

1. Enlever les deux bouchons de préservation de l'humidité de l'échangeur ionique; verser et laisser passer env. 10 ml de l'échantillon d'eau à examiner dans l'échangeur (fig. 1).
2. Après quoi ajouter 5 autres ml de l'échantillon d'eau à examiner et, après passage dans l'échangeur, les récupérer dans le vase de titrage en verre, de manière que celui-ci soit rempli exactement jusqu'au repère inférieur (fig. 2).
3. Verser le réactif "A" jusqu'à l'arête supérieure (fig 3).
4. Ajouter 1 goutte de réactif "B" (fig. 4).
5. Poser le bouchon sans serrer et assurer en vissant le bouchon perforé (fig. 5).
6. Prélever le réactif "C" de la bouteille de réserve avec la pipette de titration (a) jusqu'à ce que le bord inférieur du segment du piston noir (b) couvre le repère 0 (trait supérieur de l'échelle) (fig. 6). La pipette doit alors être remplie jusqu'à la bague du piston avec la solution de titration (pas de bulle d'air), car sinon un parfait résultat de la détermination du sulfate n'est pas garanti. Une bulle d'air présente dans la pipette peut être aisément éliminée en réinjectant la solution de titration prélevée dans la bouteille de réserve en pressant vigoureusement le piston jusqu'à la butée et ensuite en la réaspirant jusqu'au repère 0. Lors de la réinjection, la pointe de la pipette doit également plonger dans la solution de titration.
7. Maintenir la pipette remplie avec une légère rotation dans le trou du bouchon de liaison (c) sur le vase de titrage en verre (fig. 7). Presser lentement le piston de la pipette sous agitation (d). La couleur de la solution en premier lieu violette passe, dès la moindre addition, à bleu clair. Si du sulfate est présent, la solution se recolore en violet après quelques secondes. Cette procédure doit être répétée jusqu'à ce que la coloration bleu clair persiste pendant au minimum une minute.
8. Lire directement la valeur sur la pipette à la hauteur de la face inférieure de la bague noire du piston (f) (fig. 8). Cette valeur multipliée par 10 donne la teneur en sulfate de l'eau. (Par exemple : valeur lue = $8 \times 10 = 80$ mg/l de teneur en sulfate dans l'eau).
Si un remplissage de la pipette (300 mg/l) ne suffit pas pour obtenir une coloration bleu clair constante de l'échantillon d'eau, remplir à nouveau la pipette de la solution de titrage (réactif "C") et mener la titration à bien avec le même échantillon d'eau. La valeur alors lue doit à nouveau être multipliée par 10 et ajoutée aux 300 mg/l du premier remplissage.
Dans le cas où, pour une teneur en sulfate extrêmement élevée, le second remplissage de la pipette ne suffirait pas, celle-ci peut, le cas échéant, être remplie une troisième fois, mais il est cependant préférable de diluer l'échantillon d'eau dans une proportion de 1:10 avec de l'eau distillée (un petit tube à essai gradué est joint à l'emballage) et de répéter la totalité de l'analyse avec cet échantillon. La valeur lue doit alors être multipliée par 100.