Zeitschrift: Plan : Zeitschrift für Planen, Energie, Kommunalwesen und Umwelttechnik = revue suisse d'urbanisme

Herausgeber: Schweizerische Vereinigung für Landesplanung

Band: 21 (1964)

Heft: 5

Artikel: Bestimmung von Phenolen und Detergentien im Gewässer und im Abwasser

Autor: Malz, W.

DOI: https://doi.org/10.5169/seals-783797

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften auf E-Periodica. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen sowie auf Social Media-Kanälen oder Webseiten ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Mehr erfahren

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. La reproduction d'images dans des publications imprimées ou en ligne ainsi que sur des canaux de médias sociaux ou des sites web n'est autorisée qu'avec l'accord préalable des détenteurs des droits. En savoir plus

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. Publishing images in print and online publications, as well as on social media channels or websites, is only permitted with the prior consent of the rights holders. Find out more

Download PDF: 01.07.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, https://www.e-periodica.ch

Bestimmung von Phenolen und Detergentien im Gewässer und im Abwasser

Von Dr. W. Malz, Emschergenossenschaft, Essen

Ueber die Analytik von Phenolen und Detergentien, zwei Merkmalen des Wassers und Abwassers, wurde in den letzten Jahren viel gesprochen.

Die Phenole stammen aus den Gaskondensaten der Kokereien, Gasanstalten sowie Fabriken der chemischen Industrie, aber auch aus den Fäkalabwässern, da der Mensch etwa 100 mg phenolische Körper im Tag ausscheidet. In den Gewässern liegen die Phenole in verdünnten Lösunen vor.

Zur quantitativen Erfassung der Phenole sind eine Reihe von Verfahren bekannt, die nachstehend aufgeführt sind.

I. Methoden, die den Gesamtgehalt der Phenole bestimmen:

1. Gravimetrie
   a) 2,4-Dinitrofluorbenzol
2. Halogenometrie
   a) Bromometrie
   b) Jodometrie
3. Spektrometische Methoden im sichtbaren Bereich
   a) *Indophenolfarbstoffe*
      Aminoantipyrin (Gottlieb-Martin)
      p-Nitrosodimethylanilin (Houghton-Pelly)
      2,4-Dibromchinochlorimid (Gibbs)
      Salpetrige Säure (Liebermann)
   b) *Azofarbstoffe*
      p-Nitranilin (Hinden-Splittgerber-Nolte)
      Sulfanilsäure (Fox-Gauge)
   c) *Metallkomplexe*
      Millon-Reagenz
      Eisen(III)chlorid
   d) *Phenol als Reduktionsmittel*
      Phosphorwolfram-Phosphormolybdänsäure (Folin-Denis)
4. Spektrometrische Methoden im UV-Bereich
5. Elektrische Methoden
   a) Konduktometrie
   b) Potentiometrie
   c) Amperometrie
   d) Goulometrie

II. Methoden, die die einzelnen Phenole ohne Trennung bestimmen:

1. IR-Spektroskopie
2. Polarographie

III. Methoden, die die Phenole trennen und einzeln bestimmen:

1. Chromatographie
   a) Papierchromatographie
   b) Gaschromatographie
2. Elektrophorese.

Ein Grossteil dieser Verfahren bezieht sich auf die Bestimmung der Phenole im Abwasser mit höherer Konzentration, d. h. über 50—100 mg/l. Bei der quantitativen Erfassung der Konzentrationsbereiche im Gewässer sind vor allem die photometrischen Verfahren geeignet. Die photometrischen Verfahren, aber auch die gravimetrischen und massanalytischen Methoden, geben nur eine summarische Aussage über den Gehalt des Wassers an phenolartigen Verbindungen. Die Differenzierungen zwischen den Homologen erreicht man mit der Chromatographie.

Von den bekannten photometrischen Verfahren werden am häufigsten die Methoden mit p-Nitranilin und 4-Aminoantipyrin angewendet. Das Verfahren mit p-Nitranilin ist in den Deutschen Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung standardisiert.

Der Chemismus bei der Anwendung von p-Nitranilin: p-Nitranilin wird diazotiert und mit den phenolischen Körpern zu einem Azofarbstoff gekuppelt. Die konzentrationsabhängige Färbung wird im Photometer ausgemessen und anhand einer Eichkurve ausgewertet. Der Anwendungsbereich liegt zwischen 0,01—100 mg/l. Bei sehr niedrigen Konzentrationen ist eine destillative Anreicherung möglich. Durch die Extraktion des Azofarbstoffes mit Buthanol können noch Konzentrationen bis 0,005 mg/l analysiert werden.

Bei der 4-Aminoantipyrin-Methode reagiert das 4-Aminoantipyrin mit den Phenolen zu einem roten Farbstoff, der mit Chloroform extrahiert wird. Die Chloroform-Extraktion hat sich nach Drabek (G. I. 1960, S. 359) als sehr zweckmässig erwiesen, da die wässerige Lösung des Farbstoffes nicht beständig ist. Die untere Grenze des Anwendungsbereiches dieser Methode liegt bei 0,01 mg/l.

Störungen beider Verfahren lassen sich im wesentlichen durch eine Wasserdampf-Destillation der Phenole unter Zusatz von Kupfersulfat aus alkalischer Lösung vermeiden.

Bei der Destillation werden die sogenannten wasserdampfflüchtigen Phenole erfasst. Bei der Bestimmung im Originalwasser spricht man von den «Gesamtphenolen». Beide Begriffe sind konventionell, da — wie schon angedeutet — ausser dem Phenol und seinen Homologen noch eine Reihe anderer phenolartiger Körper die Farbreaktion eingehen und man bei diesem Verfahren nur eine summarische Feststellung der phenolischen Körper treffen kann.

Bei der Bestimmung in Gewässern mit niedrigen Konzentrationen wird man, ohne einen grossen Fehler zu machen, die Eichung der Analytik auf Phenole beziehen können. In speziellen Fällen, z. B. bei der Ueberwachung von Abwassereinleitungen in ein Gewässer, sollte man jedoch die Eichung von der Zusammensetzung der Phenolhomologen abhängig machen.

Bedingt durch sterische Hinderungen bei der Kupplungsreaktion bzw. durch Verschiebungen der Adsorptionsbanden, zeigen die Homologe wesentlich andere Eichfaktoren, wenn man die Eichung auf Phenol = 100 % bringt.

Phenole	p-Nit.-Meth.	4-Am.-Meth.
Phenol	100	100
o-Kresol	147	85
m-Kresol	120	65
p-Kresol	21	—
o-Xylenol	16	—
m-Xylenol	52	—
p-Xylenol	92	—
Brenzkatechin	29	20
Resozin	250	—
Guajakol	165	—

Die Differenzierung zwischen den einzelnen Phenolen ist wie gesagt mit Hilfe der Chromatographie möglich, wobei die Papierchromatographie eine qualitative und die Gaschromatographie die quantitative Bestimmung ergibt. Hier sind jedoch noch umfangreiche Arbeiten notwendig, um vor allem aus sehr verdünnten Lösungen, z. B. Flusswasser, die Phenole und die phenolartigen Körper zu isolieren und anzureichern. Die gaschromatographische Auftrennung bereitet heute keine Schwierigkeiten mehr.

Zusammenfassend ist über die Analytik der Phenole im Gewässer und Abwasser zu sagen, dass für die quantitative Bestimmung in verdünnten Lösungen, wie sie im Gewässer vorliegen, d. h. im Konzentrationsbereich von 0,001 bis maximal 100 mg/l, die photometrischen Methoden, und zwar die p-Nitranilin-Methode und die 4-Aminoantipyrin-Methode, gut geeignet sind. Die p-Nitranilin-Methode hat den Vorteil, dass sie in der Durchführung einfacher ist.

Zur Analytik der Detergentien ist zu sagen, dass zurzeit nur die anionaktiven Detergentien, soweit sie mit Methylenblau reagieren, im Gewässer und Abwasser mit der gewünschten Sicherheit und Genauigkeit bestimmt werden können. Damit ist aber die Hauptmenge der in den Handel kommenden Waschrohstoffe erfasst, da, wie bekannt, z. B. in Deutschland die Verteilung bei etwa 80 % anionaktiven, 5 % kationaktiven und 15 % nichtionogenen Detergentien liegt.

Zur Bestimmung der kationaktiven und nichtionogenen Produkte im Abwasser liegen noch keine befriedigenden Analysenverfahren vor.

Die Bestimmung der anionaktiven Detergentien, soweit sie mit Methylenblau zu einem Farbstoff reagieren, erfolgt in Deutschland nach einer modifizierten Methode von Longwell und Manice. Die Reaktion mit Methylenblau erfolgt in einer alkalischen und in einer nachfolgend sauren Stufe. Der gebildete Farbstoff wird mit Chloroform extrahiert. Die Eichung bezieht sich auf das Natriumsalz des Tetrapropylenbenzosulfonates mit einem Aequivalentgewicht von 348.

Nach diesem Verfahren lassen sich MBAS-Gehalte von 0,01 mg/l noch erfassen.

Bei der Probenentnahme sind gewisse Vorsichtsmassnahmen zu beobachten; so dürfen die Proben nicht durch eine Schaumschicht hindurch entnommen werden. Bei starker Verschmutzung ist es zweckmässig, das Wasser zu filtrieren.

Mit der Methode werden auch Naturstoffe erfasst, die einen den Detergentien ähnlichen strukturellen Aufbau mit funktionellen hydrophilen Gruppen haben. Diese Stoffe können im Gewässer und Grundwasser in geringen Konzentrationen vorhanden sein, so dass die Möglichkeit besteht, dass bei niederen Gehalten, die festgestellt wurden, d. h. unter 0,05 mg/l, diese Stoffe schon zur Wirkung kommen.

In den deutschen Flüssen, wie Ruhr und Rhein, werden Detergentien-Konzentrationen zwischen 0,1 und 0,3 mg/l im Schnitt nach dieser Methode festgestellt.

Eidgenössische Technische Hochschule
Institut für Orts-, Regional- und Landesplanung

Kolloquium über Orts-, Regional- und Landesplanung

Das Seminar findet im Hörsaal NO 3g (Naturwissenschaftliches Gebäude der ETH, Sonneggstrasse 5, 2. Stock), 16 bis 18 Uhr, statt.

12. November 1964. Dr. Max *Senger* und Architekt Theo *Stierli:* Touristische Planung Frutt—Melchtal.

26. November 1964. Dipl. Ing. Hans *Braschler*, Chef des Meliorations- und Vermessungsamtes des Kantons St. Gallen: Meliorationen und Siedlungskorrekturen in der Ostschweiz.

10. Dezember 1964. Prof. Dr. med. Dieter *Högger*, Leiter des arbeitsärztlichen Dienstes im BIGA, Zürich: Lufthygiene und Landesplanung.

7. Januar 1965. Prof. Dr. H. P. *Bahrdt*, Universität Göttingen: Soziologie, Stadt- und Landesplanung.

21. Januar 1965. Prof. Dr. Heinz *Ellenberg*, ETH: Landschaftsgestaltung im ländlichen Raum.

4. Februar 1965. Dipl. Arch. ETH Fritz *Peter*, Stadtplanchef der Stadt Basel: Probleme der Stadtplanung Basel.

18. Februar 1965. Prof. Dr. Theo *Keller*, Hochschule für Wirtschafts- und Sozialwissenschaften, St. Gallen: Volkswirtschaftliche Aspekte der Industrie- und Stadtplanung.