

# EINIGE PROBLEME DER UNTERSUCHUNG VON ABWÄSSERN DER ERDÖLVERARBEITENDEN INDUSTRIE, II

BESTIMMUNG VON ÖLEN

Von

L. VAJTA, I. SZEBÉNYI und E. VERMES

Lehrstuhl für Chemische Technologie, Technische Universität Budapest

(Eingegangen am 18. April 1967)

Vom Gesichtspunkte der Behandlung und Überwachung der Abwässer der Erdölverarbeitung ist außer der Erfassung der anderweitigen Verunreinigungen [1] auch die Bestimmung des Ölgehaltes dieser Abwässer wichtig. Die Notwendigkeit, unsere stehenden und fließenden Gewässer vor weiterer Verseuchung zu schützen, aber auch die Bestrebungen, die Ölverluste der Erdölraffinerien nach Möglichkeit herabzusetzen, lassen die tunlichst genaue Bestimmung des Ölgehaltes ihrer Abwässer dringend geboten erscheinen.

In seiner Dissertation aus dem Jahre 1961 gab LADENDORF [2] auf Grund der bis dahin in der Literatur erschienenen Publikationen eine kritische Zusammenfassung der Verfahren zur quantitativen Bestimmung des Ölgehaltes von Abwässern. Er kam dabei zu dem Schluß, daß das Problem der quantitativen Bestimmung von Kohlenwasserstoffen in den Abwässern noch keineswegs befriedigend gelöst ist. Ähnlich stellt in einer Studie [3] LEHOCKY fest, daß die genaue mengenmäßige Bestimmung des Gehaltes der Abwässer an Erdöl, Benzin, Petroleum, Gas- und Heizöl — der häufigsten Schmutzstoffe — eine äußerst vielschichtige Aufgabe darstellt, und daß die Analysenverfahren noch immer nicht befriedigen.

Bekanntlich kann auf den Kohlenwasserstoffgehalt der Abwässer auch aus dem auf verschiedene Weise zu bestimmenden Sauerstoffbedarf geschlossen werden. Wegen der hochgradigen Unzuverlässigkeit dieses Verfahrens ist es jedoch zweckmäßiger, die Kohlenwasserstoffe aus dem Wasser zu isolieren und sie sodann gravimetrisch [4, 5, 6, 7], kolorimetrisch [8] oder spektrophotometrisch [9] zu bestimmen. Ebenso kann sich die Messung verschiedener physikalischer Konstanten — Änderung des Brechungsindex [10] oder der Dichte [11] — als geeignete Methode zur Kennzeichnung der Kohlenwasserstoffmengen erweisen.

Das vom Rat für Gegenseitige Wirtschaftshilfe (RGW) empfohlene Verfahren [4] schreibt den *qualitativen* Nachweis der Fette und Öle mit Hilfe von Camphor vor, während es für die *quantitative* Bestimmung die Adsorption auf gefällttem Aluminiumhydroxyd mit nachfolgender Lösung in Säure und Extraktion mit Petroläther vorsieht. Das Lösungsmittel wird schließlich abdestilliert, der Rückstand eine Stunde lang bei 105 °C getrocknet und gewogen.

Nach der *einheitlichen deutschen Vorschrift* [6] wird das Öl mit Äther ausgeschüttelt und nach Abtreiben des Lösungsmittels gravimetrisch bestimmt.

Die *ungarische Normvorschrift* (Normalblatt MSZ 260/22) [7] nennt für orientierende Untersuchungen gleichfalls die gravimetrische Bestimmung nach erfolgtem Ausschütteln mit Äther. Die entscheidende Bestimmung gleicht im Prinzip der oben beschriebenen, doch wird hier der Wasserprobe zunächst Sand zugesetzt, worauf nach Ansäuern mit Phosphorsäure Eindampfen zur Trockne folgt. Der Rückstand wird im Soxhlet-Apparat mit Äther extrahiert und der Ölgehalt nach erfolgtem Ausäthern des Extraktes bestimmt. (Dieses letztere Verfahren empfiehlt die deutsche Vorschrift zur Bestimmung des Fettgehaltes des Wassers.)

Nach ASTM 1340—60 [11] werden die öligen Anteile in einer eigens für diesen Zweck gebauten Spezial-Glasapparatur in zwei Stufen, d. h. in Gestalt der flüchtigen und der extrahierbaren Öle bestimmt. Der Anteil an flüchtigen Ölen wird aus der Wasserprobe abdestilliert, u. zw. derart, daß er aus dem Rückflußkühler zusammen mit dem kondensierten Wasserdampf in ein geteiltes Sammelrohr gelangt, in dem sein Volumen, nachdem sich die Phasen getrennt und abgekühlt haben, abgelesen werden kann. Die im Destillierkolben verbliebene Wasserprobe wird mit Benzol, Tetrachlorkohlenstoff oder Chloroform mehrmals extrahiert. Aus den vereinigten Extrakten wird der überwiegende Teil des Lösungsmittels durch Vordestillation entfernt, um schließlich aus dem so angereicherten Extrakt bei kontrollierter Temperatur in einer Halbmikro-Destillierapparatur auch den Rest des Lösungsmittels zu entfernen. Die Menge des verbliebenen Öles wird gravimetrisch bestimmt.

Beim Verfahren von LEVINE, MAPES und RODDY [12] handelt es sich dem Wesen nach um eine Extraktion der Öle mit Tetrachlorkohlenstoff, mit nachfolgender Bestimmung der Dichte von Extrakt und reinem Lösungsmittel im Pyknometer. Aus der Differenz zwischen den beiden Dichtewerten läßt sich die Menge des extrahierten Öles rechnerisch ermitteln. Rechnet man, sofern die Öldichte nicht bekannt ist, mit einer angenommenen Durchschnittsdichte, dann bleibt die hieraus resultierende Abweichung innerhalb der experimentellen Fehlergrenze. Nach einer Feststellung LADENDORFS [2] liefert für die gesamte Kohlenwasserstoffskala das Extraktionsverfahren mit Dichtemessung im Pyknometer die verlässlichsten Ergebnisse. Eine weitere Erhöhung der Genauigkeit läßt sich erzielen, wenn man als Extraktionsmittel Tetrabromäthan benützt, dessen spezifisches Gewicht größer ist (2,956 g/ml).

Die *Infrarot-Spektrophotometrie* haben als Methode zur Bestimmung von Kohlenwasserstoffen in Abwässern erstmalig SIMARAD und Mitarb. [13] vorgeschlagen. Mit dem Problem befaßte sich sodann eingehend auch FASTABEND [14, 15]. Sie extrahieren das Öl aus den Abwässern — ähnlich wie beim Verfahren der direkten Extraktion mit anschließender Dichtemessung im Pyknometer — mit Tetrachlorkohlenstoff und schließen aus der Intensität der

C—H-Valenzschwingungsbande, wie sie im Infrarotspektrum des Extraktes auftritt, auf den Kohlenwasserstoffgehalt der Abwässer.

Die Kommission für analytische Forschungen im *American Petroleum Institute* überprüfte 1957 unter Mitwirkung von 8 Forschungslaboratorien die Verfahren zur Bestimmung des Ölgehaltes der Abwässer von Erdölraffinerien [16]. Es wurde hierbei der Versuch unternommen, durch eine Gegenüberstellung der bis dahin entwickelten drei modernen Bestimmungsverfahren — der Methode API 731—53, die die Grundlage der ASTM 1340—60 bildet, des mit der pyknometrischen Bestimmung kombinierten direkten Extraktionsverfahrens und der Methode der Infrarot-Spektrophotometrie — jenes beste Verfahren zu eruieren, dessen Genauigkeit derjenigen der API-Methode entspricht, das aber schnellere Bestimmungen gestattet.

Der Zeitbedarf der soeben aufgezählten drei Verfahren geht aus *Tabelle 1* hervor.

Tabelle 1

Verfahren	Dauer einer Bestimmung	Arbeitszeit für eine Bestimmung
Infrarot-Spektrophotometrie	25 Minuten	10 Minuten
Direktextraktion mit Dichtebestimmung im Pyknometer	30—35 Minuten	12 Minuten
API 731—53	ca. 240 Minuten	102 Minuten

Ein Blick auf die Tabelle läßt deutlich erkennen, wie begründet die Suche nach einem Verfahren ist, das schneller arbeitet als das gegenwärtig gültige ASTM-Verfahren.

Nach RATHER [16] hat sich unter den drei Verfahren die Infrarot-Spektrophotometrie in der Praxis als das genaueste erwiesen, wenngleich die Direktextraktions-Pyknometer-Methode gewisse Vorzüge aufzuweisen hat. Die Ölbestimmung nach der Methode API 731—53 ist trotz ihres hohen Zeitbedarfs die am wenigsten genaue und liefert überdies auch die am wenigsten reproduzierbaren Resultate.

Unsere Versuche zur Bestimmung des Ölgehaltes von Abwässern verfolgten zwei Ziele: einerseits die Abwendbarkeit und Genauigkeit der vom RGW empfohlenen Bestimmungsmethode zu überprüfen, andererseits modernere, schnellere Ölbestimmungsverfahren für die ungarische Erdölindustrie zu studieren.

Mit Gasöl der Dichte 0,839 g/ml und Leitungswasser stellten wir Emulsionen verschieden hoher Konzentrationen her und bestimmten nach dem weiter oben beschriebenen RGW-Verfahren den Ölgehalt der Modellgemische. Die Ergebnisse sind in *Tabelle 2* zusammengefaßt.

Tabelle 2

Öleinwaage mg/2,5 Liter Wasser	Nachgewiesenes Öl mg/2,5 Liter Wasser	Nachgewiesenes Öl in Prozenten der Einwaage
0	0,1	—
0	0,2	—
21,0	4,7	22,20
62,5	18,5	29,60
107,4	38,8	36,20
375,0	149,2	39,80
790,0	318,0	40,30
1478,0	632,5	42,80
2067,5	835,0	40,40

Da der Rückstand nach Entfernung des Lösungsmittels 1 Stunde lang bei 105 °C getrocknet wird, ist der hohe Ölverlust verständlich und begründet. In unserem mit Gasöl verunreinigten Modellabwasser vermochten wir nach diesem Verfahren nur 22—40% des Ölgehaltes nachzuweisen. Enthält das Wasser auch leichtere Fraktionen als Gasöl (Benzin, Petroleum), wird die Bestimmung offenbar noch ungenauere Ergebnisse liefern. Als weitere Fehlerquelle kommt auch noch die unvollkommene Adsorption des im Wasser gelösten Öls am Aluminiumhydroxyd-Niederschlag in Frage. Wie man sieht, läßt die Leistungsfähigkeit des Verfahrens viel zu wünschen übrig.

Weiterhin prüften wir die Frage, welche Möglichkeiten zur Anwendung des neuen, erst in den letzten Jahren aufgekommenen Direktextraktions-Pyknometer- und des Infrarot-Verfahrens in der Überwachung der Abwässer unserer einheimischen erdölverarbeitenden Betriebe und in der Ermittlung des Wirkungsgrades unserer Abwasserreinigungsanlagen bestehen. Wir verfolgten hierbei das Ziel, ein Verfahren zu entwickeln, welches sich auch für Routinebestimmungen eignet und die relativ genauesten Resultate ergibt.

Nach dem von LEVINE [12] empfohlenen Direktextraktions-Pyknometer-Verfahren führten wir experimentelle Ölbestimmungen durch. Wir extrahierten im Laboratorium hergestellte Abwasser-Modelle unterschiedlich hoher Ölkonzentration mit Tetrachlorkohlenstoff. Die Dichte des Extrakts bestimmten wir mit dem Pyknometer, nachdem wir diesen im Thermostaten temperiert hatten. Bezogen auf die bei gleicher Temperatur gemessene Dichte des wassergesättigten Tetrachlorkohlenstoffes berechneten wir sodann den Ölgehalt.

Die *Tabelle 3* zeigt die Meßergebnisse unserer mit Gasöl durchgeführten Versuchsreihe.

Die Genauigkeit der Messung hängt von der Verlässlichkeit der Temperierung im Thermostaten sowie von der Genauigkeit der Niveaueinstellung in der Kapillare des Pyknometers ab.

Tabelle 3

Öl, Einwaage, mg	Öl, gefunden, mg	Öl, gefunden, in Prozenten der Einwaage	Abweichung, %
8,6	8,8	104	+ 4
19,3	17,9	93	- 7
42,0	41,2	98	- 2
50,6	50,6	100	-
80,1	67,4	84	-16
87,8	77,3	88	-12
91,5	80,5	88	-12
99,5	96,5	97	- 3
141,6	133,0	94	- 6
521,0	521,0	100	-
1173,9	1151,3	98	- 2

Bei Bestimmung des Ölgehaltes von Abwässern ist die Dichte des verschmutzenden Öls in der Regel nicht bekannt. Je nach der Qualität schwankt die Dichte der verschiedenen Ölarten zwischen 0,7 und 1,0 g/ml. Rechnet man also mit einem mittleren Durchschnittswert, so beträgt der hieraus resultierende Fehler maximal  $\pm 15\%$ . Nach LEVINE zeigt die Praxis, daß Berechnungen mit einer Durchschnittsdichte von 0,88 statt mit einer solchen von 0,85 g/ml Werte ergeben, die dem tatsächlichen Ölgehalt näher kommen [12].

Die Bestimmung des Ölgehaltes der im Laboratorium künstlich hergestellten öligen Wasserproben beanspruchte etwa 30 Minuten.

Auf den ersten Blick schien dieses Verfahren für die betriebsmäßige Bestimmung des Ölgehaltes der Abwässer unserer Erdölraffinerien große Vorteile zu bieten, doch stellte sich schon bei den ersten versuchsweisen Bestimmungen heraus, daß es sich zu betriebsmäßigen Messungen kaum eignet. Wegen der in den Abwässern anwesenden sonstigen Schmutzstoffe entstanden bei der Extraktion äußerst hartnäckige Emulsionen, deren Brechung sich tagelang hinzog, weshalb wir versuchten, diese durch Erwärmen zu erleichtern. Zwar beschleunigte dies die Trennung der Phasen, eine vollständige Trennung ließ sich jedoch auch so nicht erzielen. Der Extrakt mußte schließlich mit wasserfreiem Natriumsulfat nachträglich getrocknet werden, wonach wir die Gewichtsänderung, bezogen auf den mit Natriumsulfat getrockneten Tetrachlorkohlenstoff, ermittelten.

LADENDORF [17] schlug statt des Tetrachlorkohlenstoffes die Verwendung des schwereren Tetrabromäthans vor. Mit diesem läßt sich zwar die Genauigkeit der Bestimmung erhöhen, doch wird diese noch arbeitsaufwendiger und langwieriger. Zieht man dazu noch in Betracht, daß die ständige Überwachung der Abwässer eines erdölverarbeitenden Betriebes die Bearbeitung

einer sehr großen Zahl von Proben erfordert, und daß in den verschiedenen Landesteilen auch eine ganze Reihe von Wasserprüflaboratorien Bestimmungen durchführen, scheint die Versorgung mit dem nötigen Tetrabromäthan noch auf Schwierigkeiten zu stoßen.

Nachdem wir auch das in Ungarn wegen der Kostspieligkeit der Einrichtung noch nicht angewandte Verfahren der Infrarot-Spektrophotometrie studiert hatten, prüften wir die Frage, auf welche Weise Bestimmungen des Ölgehaltes der Abwässer unserer Erdölraffinerien mit einem Infrarot-Spektrophotometer niedrigerer Leistung — Type UNICAM SP—200 — durchgeführt werden könnten.

Der mit Wasser gesättigte Tetrachlorkohlenstoff zerstört die im Infrarotbereich üblicherweise verwendeten Natriumchlorid- bzw. Kaliumchlorid-Küvetten in kurzer Zeit, weshalb die Prüflösung unbedingt vollständig entwässert werden müßte. Da Quarz bis zu einer Wellenzahl von etwa 2500 infrarotdurchlässig ist, die C—H-Valenzschwingungsbande im Spektrum hingegen bei Wellenzahlen zwischen 3700 und 2700 erscheinen, eignet sich die Quarzküvette in der gewünschten Wellenzahlbande zur Aufnahme des Spektrums. Für die Unterbringung der Quarzküvette im Gerät fertigten wir einen Küvettenhalter an, in den Küvetten für Schichtdicken von 0,1 bis 1,0 cm eingestellt werden konnten. Damit war die vollständige Entwässerung der Prüflösung überflüssig geworden, und das Infrarotspektrum des Tetrachlorkohlenstoff-Extraktes konnte im gewünschten Meßbereich auch unmittelbar aufgenommen werden. Der Zeitbedarf der Trennung der Phasen während der Extraktion läßt sich verkürzen, da zum Füllen der Küvette einige Milliliter des Extrakts genügen.

Die Spektren der Extrakte verschiedener Konzentrationen, aufgenommen gegen reinen Tetrachlorkohlenstoff, bei einer Schichtdicke von 1 cm, mit dem IR-Spektrophotometer Type UNICAM SP—200 zeigt *Abb. 1*.

Auf der Abbildung ist die scharfe Absorptionsbande um  $3,5 \mu$ , aus deren Intensität die Konzentration rechnerisch ermittelt werden kann, gut sichtbar.

Für Gasöl — bekanntlich ein technischer Kohlenwasserstoff mittlerer Dichte — haben wir ein Kalibrationsdiagramm aufgenommen, welches die in *Tabelle 4* angeführten Ergebnisse lieferte.

Aus den ermittelten 12 Daten errechnet sich die durchschnittliche spezifische Extinktion der C—H-Bande zu

$$E_{1\text{ cm}}^{1\%} = 18,5.$$

Die Abweichungen der spezifischen Extinktionen vom Mittelwert gehen aus *Tabelle 5* hervor.

Der Fehler der Methode ist auf die unterschiedlichen Extinktionskoeffizienten der Kohlenwasserstoffe zurückzuführen. Im allgemeinen ist die

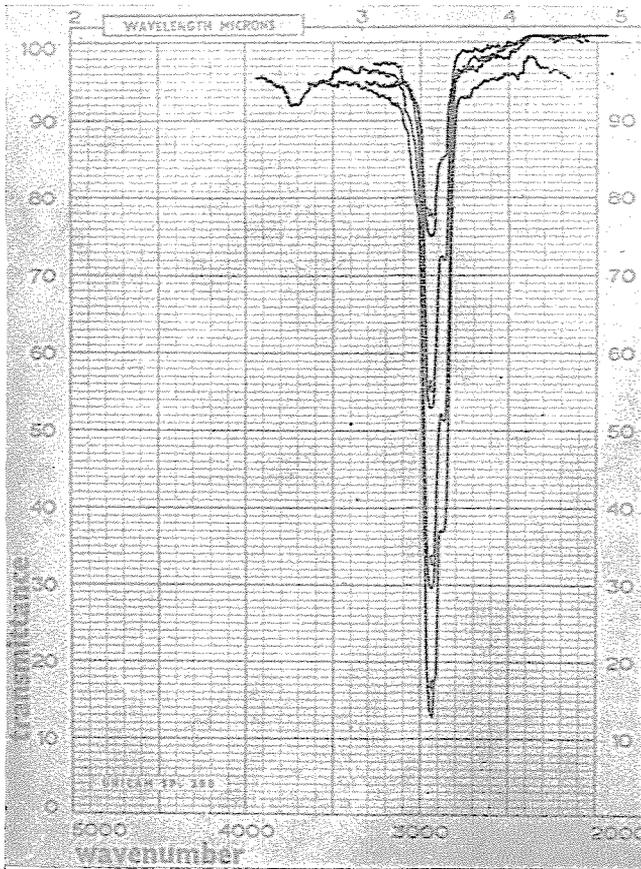


Abb. 1

Tabelle 4

Lfd. Nr.	Gasölkonzentration g/100 ml CCl <sub>4</sub>	Schichtdicke, cm	Extinktion E <sub>1%<sup>1</sup>cm</sub>			
			1.	2.	1.	2.
1	0,4848	0,1	0,865	0,865	18,3	18,3
2	0,2424		0,456	0,452	18,8	18,7
3	0,1212		0,220	0,230	18,2	19,0
4	0,0506		0,116	0,111	19,1	18,3
5	0,0303	1,0	0,579	0,525	19,1	17,3
6	0,0152		0,287	0,277	18,9	18,2

Zusammensetzung der in den Abwässern anwesenden Öle — wie bereits erwähnt — nicht bekannt. Mit dieser Ungewißheit hat jedoch auch jedes andere angewandte oder anwendbare Verfahren zu rechnen. Die Überwachung

Tabelle 5

$E_{\text{cm}}^{\%}$	Abweichung	Abweichung, %	$E_{\text{cm}}^{\%}$	Abweichung	Abweichung, %
18,3	-0,2	-1,1	18,3	-0,2	-1,1
18,8	+0,3	+1,6	18,7	+0,2	+1,1
18,2	-0,3	-1,6	19,0	+0,5	+2,7
19,1	+0,6	+3,2	18,3	-0,2	-1,1
19,1	+0,6	+3,2	17,3	-1,2	-6,5
18,9	+0,4	+2,2	18,2	-0,3	-1,6

der fließenden Gewässer, der Abwässer und des Trinkwassers hat gezeigt, daß die ölige Verschmutzung vor allem durch Motorkraftstoffe und Heizöle verursacht wird.

Aus Aufnahmen der Infrarot-Spektren von Lösungen der in Ungarn gehandelten verschiedenen Erdölprodukte in Tetrachlorkohlenstoff bestimmten wir sodann mit dem Infrarot-Spektrophotometer UNICAM SP-200 auch die spezifische Extinktion der C—H-Valenzschwingungsbande. Bei den Aufnahmen der Lösungsspektren verwendeten wir Quarzküvetten, als Vergleichslösung diente reiner Tetrachlorkohlenstoff. Die Resultate sind in *Tabelle 6* zusammengefaßt.

Tabelle 6

Erdölprodukt	$E_{\text{cm}}^{\%}$			
	1	1/a <sup>+</sup>	2	2/a <sup>+</sup>
Paraffin	18,7	19,0	18,9	18,9
Superbenzin	21,4	20,9	20,2	20,8
Vakuumgasöl	18,9	18,9	17,9	18,5
Heizöl	19,0	17,0	18,9	18,6
Benzol	1,7	2,2	1,8	1,9

\* Die Unterschiede zwischen 1 und 1/a sowie zwischen 2 und 2/a charakterisieren die Reproduzierbarkeit der Spektren.

Wie man sieht, sind die Werte der spezifischen Extinktion *der als Schmutzstoffe in Frage kommenden Kohlenwasserstoffe* einander annähernd gleich, eine Tatsache, die bei einzelnen Erdölprodukten von SAWYER [18] bereits beobachtet wurde. Die Abweichungen von den durchschnittlichen spezifischen Werten für Benzin, Gasöl und Heizöl gehen aus *Tabelle 7* hervor.

Vergleicht man die für die verschiedenen Erdölprodukte ermittelten Werte der spezifischen Extinktion mit den Tabellendaten über die Reproduzierbarkeit der Messungen, so gelangt man zu der Feststellung, daß die Streuung der Meßergebnisse den für die verschiedenen Produkte ermittelten Werten der spezifischen Extinktion annähernd gleich ist.

Tabelle 7

Erdölprodukt	$E_{1\text{cm}}^{1\%}$	$E_{1\text{cm}}^{1\%}$ Durchschnitt	Ab- weichung	Ab- weichung. %
Superbenzin	20,8		+1,5	7,8
Vakuumpgasöl	18,5	19,3	-0,8	4,1
Heizöl	18,6		-0,7	3,6

SIMARD und Mitarb. [13] empfahlen als Bezugssubstanz ein Gemisch aus 37,5% Octan, 37,5% Cetan und 25% Benzol. Wie unsere Beobachtungen über die infrarote C—H-Bandenabsorption für die einzelnen ungarischen Produkte zeigten, ist eine solche Bezugssubstanz überflüssig, weil die Bestimmung der Kohlenwasserstoff-Konzentration durch eine Durchschnittsabsorption für die Abwässer erdölverarbeitender Betriebe durchaus genügt.

Aus den für die verschiedenen Erdölprodukte ermittelten Werten der spezifischen Extinktion geht hervor, daß 5 mg Öl in 50 ml Tetrachlorkohlenstoff eine quantitativ auswertbare C—H-Bande liefern. Niedrigere Ölkonzentrationen lassen sich auf Grund der vorhandenen C—H-Bande qualitativ noch nachweisen, das Verfahren erweist sich also auch für die Untersuchung von Trinkwasser auf eventuelle Verunreinigungen als anwendbar. (Zur Bestimmung derartig geringfügiger Ölmengen bieten die herkömmlichen gravimetrischen Verfahren keine Möglichkeit.)

Das Extraktionsverfahren zur Trennung der Kohlenwasserstoffe vom Wasser mit Tetrachlorkohlenstoff wird verbreitet angewendet. Der Tetrachlorkohlenstoff hat eine Wasserlöslichkeit von 0,08%, ist in Wasser also nur sehr wenig löslich hat dagegen ein ausgezeichnetes Lösungsvermögen für Erdölprodukte. Aus diesem Grunde unternahmen wir den Versuch einer Trennung von Modellgemischen durch einstufige Extraktion. Hierzu lösten wir 7 mg Gasöl in 50 ml Tetrachlorkohlenstoff und nahmen das Infrarotspektrum des Gemisches im Bereich von 3,5  $\mu$  bei einer Schichtdicke von 1 cm auf.

Weiterhin wogen wir in 1 Liter Leitungswasser 7 mg Gasöl ein und vermischten die beiden Komponenten mit einem »Turmix«-Rührer zu einer homogenen Emulsion. Nach Einstellen auf einen pH-Wert von ca. 5 mit Salzsäure, schüttelten wir die Emulsion mit 50 ml Tetrachlorkohlenstoff 5 Minuten lang kräftig. Nach einer Wartezeit von etwa 5 Minuten hatten sich die beiden Phasen hinreichend getrennt, und nachdem wir mit der Tetrachlorkohlenstoffphase die 1-cm-Quarzküvette gefüllt hatten, nahmen wir das Infrarotspektrum auf.

Auf Grund mehrfach wiederholter Versuche stellten wir fest, daß die Bandenintensitäten annähernd gleich sind. Der aus der 5 Minuten dauernden einstufigen Extraktion resultierende Fehler ist nicht größer als der Meßfehler. Die Ergebnisse dieser Versuche sind in *Tabelle 8* zusammengefaßt.

Tabelle 8

Nr. des Versuchs	Öleinwaage, mg	Öl, gefunden mg	Abweichung	Abweichung, %
Ohne Extraktion	1	7,3	+0,3	+4,3
		2	-0,3	-4,3
		3	+0,1	+1,4
Mit Extraktion	1	7,0	-0,3	-4,3
		2	+0,4	+5,7
		3	-0,2	-1,9

## Zusammenfassung

Verfasser prüften die Verfahren zur Bestimmung der Kohlenwasserstoffe in den Abwässern der ungarischen erdölverarbeitenden Industrie. Sie weisen auf die Ungenauigkeit der mit Adsorption auf Aluminiumhydroxyd kombinierten Petroläther-Methode hin. Sie stellen ferner fest, daß sich das Infrarot-Spektrophotometer Type UNICAM SP-200 — mit einem Adapter zur Aufnahme der Quarzküvette — zur Bestimmung des Kohlenwasserstoffgehaltes von Abwässern der Erdölindustrie eignet. Da die aus den C—H-Valenzschwingungsbanden für die einzelnen Erdölprodukte errechneten Werte der spezifischen Extinktion einander annähernd gleich sind, bleibt der Fehler der Berechnungen mit Durchschnittswerten innerhalb des Meßfehlers. Das Verfahren der einstufigen Direktextraktion, kombiniert mit infrarotspektrophotometrischer Messung ist zur ausreichend genauen Bestimmung des Ölgehaltes von Abwässern der Erdölverarbeitungsindustrie geeignet.

## LITERATUR

1. VAJTA, L. — SZEBÉNYI, I. — HORVÁTH, M. VERMES, E.: *Periodica Politechnica Chem. Eng.* **10**, 309 (1966).
2. LADENDORF, P.: Untersuchungen zur Methodik der quantitativen Bestimmung von Heizölen und flüssigen Treibstoffen im Wasser. Dissertation, Rheinische Westfälische Techn. Hochsch. Aachen 1961.
3. LEHOCKY, J.: *Sbornik III. Seminar Nove Analytické Metody v Chémii Vody*. Bratislava 1966. S. 42
4. Konferenz der Leiter der Behörden für das Wasserwesen. Moskau 1963.
5. LESENYEI, G.: *Hidrologiai Közlöny* **46**, 145 (1966)
6. Deutsche Einheitsverfahren zur Wasseruntersuchung. 3. Auflage. Weinheim 1960.
7. Ungarische Normsammlung für Wasserprüfung. Budapest 1963.
8. LURJE, J. J. — PANOVA, V. A.: *Zavodskaja Laboratorija* **29**, 293 (1963)
9. HARVA, O. — SOMERSALO, A.: *Z. f. Anal. Chem.* **160**, 212 (1959)
10. SZEMJONOV, E. A. IVANOVA, N. A.: *Maslobojno Schirovaja Promischjennosti No. 1*, **34**, (1958).
11. ASTM Designation D 511-52.
12. LEVINE, W. S. — MAPES, G. S. — RODDY, M. J.: *Anal. Chem.* **25**, 1840 (1953).
13. SIMARD, R. G. — HASEGEWA, I. — BANDARUK, W. — HEADINGTON, C. E.: *Anaj. Chem.* **23**, 1384 (1951).
14. FASTABEND, W.: *Chem. Ing. Techn.* **37**, 728 (1965)
15. FASTABEND, W.: *DECHEMA Monographien* **52**, 85 (1964)
16. RATHER, J. B.: *Anal. Chem.* **30**, 36 (1958)
17. LADENDORF, P.: *Öle und Detergentien im Wasser und Abwasser*. München 1962.
18. Bodenseewerk Perkin Elmer Ce GmbH, Abwasseranalyse mit Ultrarot-Spektrophotometer niedriger Preislage. Heft 5. über Ultrarotspektroskopie (1960).

Prof. Dr. László VAJTA

Doz. Dr. Imre SZEBÉNYI

Frau E. VERMES

} Budapest XI., Budafoki út 8, Ungarn