

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1900. Heft 10.

Zum Nachweis
von salpetriger Säure in Wasser mit
Amidonaphthol-K-säure nach H. Erdmann.¹⁾
Von Dr. H. Mennicke.

Die Zahl der Reagentien der zur Beurtheilung eines Trinkwassers so ausserordentlich wichtigen Bestimmung von salpetriger Säure, resp. von Nitritstickstoff ist nicht gering. Fast alle leiden sie mehr oder weniger unter der leicht misszuverstehenden Farbreaction²⁾ und der geringen Haltbarkeit. Nach meinen Versuchen und Erfahrungen scheint nun die von Erdmann empfohlene Amidonaphthol - K - säure insbesondere dazu geeignet zu sein, die führende Stellung unter

2. Die Farbreaction lässt keine Missdeutung zu und tritt unter keinen anderen Verhältnissen, z. B. bei Gegenwart von Eisenchlorid, Salpetersäure und anderen Oxydationsmitteln allein, auf. Sind diese, z. B. Eisenchlorid, in grösserer Menge vorhanden, so tritt die Reaction dessen ungeachtet ein, die Nüance ist nur mehr weinroth.

3. Der Grad der Empfindlichkeit für ein scharfes Auge geht bis 1 : 300 000 000⁴⁾ (auf Natriumnitrit bezogen).

4. Die Reactionen sind bei nur Spuren von salpetriger Säure am besten bei Tageslicht auszuführen.

5. Die Reaction ist empfindlicher als die mit den übrigen gebräuchlichen Reagentien;

Tabelle A.

Versuch No.	Angewandte Wasser- und Nitritmengen	Verdünnung ber. als Na NO ₂	Reaction
1	50 ccm Aqua redest. ³⁾	∞	Bleibt farblos.
2	50 - altes Condenswasser	∞	Nach 5 Min. tritt schwache Röthung auf. Nach 1 Std. Rothfärbung, entspr. Skala I.
3	50 - Aqua dest. + 1 ccm Na NO ₂ 1 : 20 000	1 : 1 000 000	Sofort deutlich roth. Nach 1 Std. bordeauxroth, entspr. Skala III.
4	50 - - - + 1 - - 1 : 200 000	1 : 10 000 000	Nach 5 Min. deutlich roth. Nach 1 Std. roth, entspr. Skala II.
5	50 - - - + 1 - - 1 : 2 000 000	1 : 100 000 000	Nach 5 Min. sehr schwach, aber deutlich roth. Nach 1 Std. schwach röthlich, entspr. Bruchtheilen der Skala I.

den bisherigen Reagentien zum Nachweis von salpetriger Säure einzunehmen und damit einen Schluss auf die Eigenschaften des Wassers in chemischer und bakteriologischer Hinsicht zuzulassen.

Ich habe vergleichende Versuche mit obigem Reagens und Zinkjodid- und Jodkaliumstärkelösung mit Anwendung auf Trink-, Ab- und destillirtes Wasser gemacht und bin zu folgenden Resultaten gekommen:

1. Die Reaction tritt bei Anwesenheit von Nitritstickstoff stets auf.

¹⁾ Zeitschr. f. angew. Chemie 1900, Heft 2, S. 33; Berichte d. d. chem. Ges. 1900, 33, 210.

²⁾ Kämmerer, Z. f. analyt. Chemie, 12, 377.

³⁾ Dest. Wasser wurde nochmals über Kalk und Permanganat destillirt, längere Zeit gereinigter Luftstrom durchgeleitet.

sie trat ein, wo andere völlig im Stich liessen. So lag die Grenze für Jodkaliumstärkelösung bei 1 : 1000 000, auf Natriumnitrit bezogen.

6. Es wird als angenehm befunden, dass der qualitative Nachweis direct mit einer quantitativen Bestimmung vereinbar ist,

⁴⁾ Verdünnung: 1 g NaNO₂ in 300 000 000 ccm oder 1 cbm = 0,00333 g Na NO₂ entspr. 1 g Nitrit-N in ca. 1500 cbm Wasser; 1 cbm = 0,000666 g N.

In der den fertigen Reagentien beiliegenden Gebrauchsanweisung entspricht

Skala I = 0,01 N oder ca. 0,05 g Na NO₂ pro 1 cbm
- II = 0, 1 N - - 0, 5 - - - 1 -
- III = 1, 0 N - - 5 - - - 1 -

Die Reaction trat also noch beim $\frac{1}{15}$ -Gehalt der Skala I entspr. Na NO₂-Menge auf.

⁵⁾ Diese Farbenskalen finden sich mit näheren Angaben beim Bezug den fertigen Reagentien beilegt.

Tabelle B.

No.	Art des Wassers	Beschaffenheit	chemisch	Nachweis von salpetriger Säure		Ungefährer Gehalt an Nitrit-N aus Vergleich mit Farbstoffsäure pro 1 ccm
				mit Jodkal.-Säur.	mit Amidonaphthol-K-säure nach 1 Std.	
1	Abwasser von Acetylen-gasanstalt	Stark alkalisch. 1,344 freier Kalk im l.	—	negativ	negativ	0
2	Abwasser, Leimfabrik (Kühlwasser)	Viel NH ₃ , H ₂ S. Frei von N ₂ O ₃ . Neutral. N ₂ O ₃ -frei. Spuren NH ₃ . Gel. org. Subst. = 9,8 mg KMnO ₄ im l. NaCl = 46,2 mg im l.	Nicht untersucht	negativ bis sehr schwach positiv	schwach positiv	ca. 1/2 Skala I, entspr. = 0,005 g N.
3	Abwasser, Leimfabrik	Sehr viel gel. org. Substanz. Spuren N ₂ O ₃ . NH ₃ = 53,1 mg im l. NaCl = 1,914 g im l. Sauerstoff-Verbr. 0,6 mg im l.	Frei von pathog. Keimen, Keimzahl über 15000 i. ccm	Kaum bemerkbar	stark positiv	Skala II, entspr. = 0,1 g N.
4	Trinkwasser, Stadt St.	Frei von NH ₃ , N ₂ O ₃ ger. Spuren. Chlor = 23 mg im l.	Frei von pathog. Keimen, Keimzahl 200 im ccm	negativ	schwach positiv	ca. Skala I = 0,01 g N.
5	Trinkwasser, Stadt Rot.	Deutl. Spuren N ₂ O ₃ . Chlor 84 mg im l. NH ₃ Spuren. Sauerstoff-Verbr. 8 mg im l.	Frei v. Krankheitserregern, Keimzahl 400 im ccm	negativ	schwach positiv	ca. Skala I = 0,01 g N.
6	Trinkwasser, Stadt Ha. Stadtviertel S.	Frei von N ₂ O ₃ . Chlor 19 mg im l. Sauerstoff-Verbr. 0,6 mg im l. NH ₃ frei.	Frei v. Krankheitserregern, Keimzahl 100 im ccm	negativ	sehr schwach positiv	Bruchtheil Skala I = ca. 0,001 g N.
7	Trinkwasser, Stadt Ha. Stadtviertel M.	dito.	dito	negativ	dito	dito
8	Trinkwasser, Stadt Ha. Stadtviertel G.	dito.	dito	negativ	dito	ca. 1/15 Skala I = 0,0007 g N.
9	Trinkwasser, Stadt Ha. Stadtviertel M.	Frei von N ₂ O ₃ . Chlor 17 mg im l. Sauerstoff-Verbr. 0,14 mg im l. NH ₃ -frei.	Frei von pathog. Keimen, Keimzahl 100 im ccm	negativ	dito	ca. 1/15 Skala I = 0,0007 g N.
27.I.1900						
30.I.1900						

indem man den Farbenton nach 1 Stunde mit Verdünnungen von Normal-Nitritlösungen vergleicht.

7. Der Höhepunkt der bordeauxrothen Färbung war bereits nach $\frac{1}{3}$ Stunde erreicht.

Auf die Unzuverlässigkeit der Reaktionen mit Zinkjodid- und Jodkaliumstärkelösung in gewissen Fällen kann hier nicht nochmals eingegangen werden. Erwähnt sei, dass störende Einfüsse, hauptsächlich oxydirender Verbindungen, bei Gegenwart von salpetriger Säure für deren Nachweis mit Erdmann's Reagens nicht constatirt werden konnten.

Von den beiden beistehenden Tabellen giebt die erstere (A) Aufschluss über Versuche mit reinem Wasser und stark verdünnten Natriumnitritlösungen von bekanntem Gehalt, die letztere (B) über Versuche mit Ab- und Trinkwässern. An dieser Stelle sei mit angeführt, dass sich die Amidonaphthol-K-säure eben wegen ihrer Eigenschaften speciell für Abwasseruntersuchungen eignet. Die Versuche wurden genau nach Erdmann's Vorschrift⁶⁾ ausgeführt.

Aus den Beispielen geht hervor, dass die Reaction zum Nachweis von Nitrit, z. B. mit Jodkaliumstärke, gänzlich versagte, wo mit Erdmann's Reagens doch ein positives wenn auch schwaches Resultat erzielt wurde. Wenn ich auch überzeugt bin, dass die enorm geringen Mengen Nitritstickstoffs von keinerlei Einfluss auf die fast vorzügliche Beschaffenheit des Trinkwassers No. 6—9 sind, so setzt uns obiges Reagens doch in die Lage, ein besonders scharfes Auge auf fragliches Wasser zu richten und es leicht und sicher controliren zu können.

Ueber Gas- und Flüssigkeitsmessungen.

Von Dr. H. Rabe.

Als besonderer Übelstand wird es bei den continuirlichen chemischen Prozessen empfunden, dass die gewöhnlichen Messvorrichtungen für strömende Gase oder Flüssigkeiten in Folge der chemischen Eigenschaften des betreffenden Mediums meistens völlig versagen. Man ist daher genötigt, in gewissen Zeiträumen Gasanalysen oder Ausbeutebestimmungen vorzunehmen, während es doch wünschenswerth ist, in jedem Augenblick über den Gang des Prozesses unterrichtet zu sein, um ihn stets so günstig wie möglich zu leiten und damit wirklich vollständig zu beherrschen. Es genügt nicht, nur über Qualität eines Flüssigkeitstromes stets auf dem Laufenden zu bleiben, die volle Kenntniß erhält man erst durch ständige Messung seiner Menge, wenn man einen Destillations-, Absorptionsprozess u. s. w. richtig beurtheilen will.

⁶⁾ Zeitschr. f. angew. Chemie 1900, Heft 2, S. 33.