

V. Zur Bestimmung des Ammons in starkverdünnten Lösungen seiner Salze

von

Otto Meister.

Fresenius gibt in seiner „Anleitung zur quantitativen chemischen Analyse“ an, bei Bestimmungen des Ammoniaktes in Trinkwassern Quantitäten derselben von etwa 2000 Gramm unter Zusatz von etwas Salzsäure mit grösster Sorgfalt in einer tubulirten Retorte bis auf ein kleines Volum zu verdampfen und sodann unter Zusatz frisch bereiteter Natronlauge bei aufwärts gerichtetem Retortenhalse den Flüssigkeitsrest abzudestilliren. Die sämtlichen entweichenden Dämpfe, im Liebig'schen Kühler condensirt, sollen sorgfältig gesammelt, mit etwas gemessener Salzsäure und Platinchlorid versetzt wie gewöhnlich zur Bestimmung des Ammons verdampft und weiter behandelt werden. Von der hierbei sich ergebenden Ammonplatinchloridmenge ist diejenige Quantität abzuziehen, welche eine gleiche Menge Salzsäure für sich allein beim Abdampfen mit Platinchlorid liefert, aus dem Reste dann der Ammongehalt des Wassers zu berechnen.

Die Ausführung dieser Methode wird durch die grossen Destillatmengen, welche mit Platinchlorid zu verdampfen sind, sehr zeitraubend und umständlich und überdies würde vielleicht das Resultat noch ungenau ausfallen, wenn bei der Bestimmung des in

der Salzsäure enthaltenen Ammons die Flüssigkeit vor der Verdampfung nicht bis zum Volum der Destillate mit reinem Wasser verdünnt wird. Ist auch vielleicht die Ammoniakquantität, welche an der Luft verdampfende Flüssigkeiten aufnehmen, eine höchst geringe, so wird sie bei absolut genau sein sollenden Bestimmungen doch immerhin zu berücksichtigen sein, namentlich wenn so wie so controllirende Nebenarbeiten stattzufinden haben. Auch das von Boussingault angegebene einfachere Verfahren ist kaum vortheilhafter, namentlich wenn es sich um Ausführung sehr vieler derartiger Ermittlungen handelt. Herr Professor Wislicenus, von dem löblichen Stadtrathe Zürich zur Anstellung sehr ausgedehnter Untersuchungen der städtischen Gebrauchs- und Trinkwasser veranlasst, beauftragte mich durch eine Anzahl quantitativer Versuche die Frage zu beantworten, ob nicht das theilweise Zerfallen von Ammonsalzen beim Verdampfen ihrer Lösungen, auf welches von Neuem durch Fittig aufmerksam gemacht wurde, durch blose Vermehrung der Säuremasse verhindert werden könne.

Bei einigen vorläufigen qualitativen Bestimmungen liess sich zunächst leicht constatiren, dass bei der Destillation der Lösungen von reinem Ammonsulfat und Natriumammonphosphat ammoniakhaltiges Wasser übergeht, während die restirende Flüssigkeit bis zu einem gewissen Punkte sich steigernde saure Reaction annimmt. Die Lösung des sauren Ammonsulfates dagegen lieferte ein neutral reagirendes Destillat, gleichgültig ob sie concentrirt oder stark verdünnt, (bis auf 1 : 10000) angewendet wurde.

Es war daher Aussicht vorhanden, durch Zusatz

freier Säure zu verdünnten Ammonsalzlösungen dieselben ohne Ammonverlust soweit zu verdampfen, dass das Abdestilliren mit Kalilauge in geringerem Flüssigkeitsvolum vorgenommen werden kann.

Um darüber Gewissheit zu erhalten, wurde eine Auflösung von 2 grm. krystallisirtem Ammonsulfat mit 3 grm. reiner Schwefelsäure zu 250 ccm. gelöst.

I. 25 ccm. dieser Lösung wurden direct mit Natronlauge abdestillirt, die entweichenden Dämpfe in Zehntel-Normaloxalsäure aufgefangen und durch Zurücktitriren mit Zehntel-Normalnatron der Säureüberschuss bestimmt. Es waren zur Sättigung des ausgetriebenen Ammons gerade 29,5 ccm. der Zehntel-Normalsäure verbraucht worden, was einem Ammongehalte von 0,0502 grm. entspricht.

II. 25 ccm. Lösung wurden auf 2500 ccm. verdünnt, aus einer Retorte das Wasser bis auf circa 25–30 ccm. abdestillirt und dann erst das Ammoniak wie früher ausgetrieben und bestimmt. Zu seiner Sättigung waren 29,2 ccm. Zehntel-Normalsäure verbraucht = 0,0496 grm. Ammoniak.

III. 25 ccm. direct mit Natron in reine Salzsäure abdestillirt, mit Platinchlorid verdampft, ergab 0,6578 grm. Ammoniumplatinchlorid = 0,0500 grm. Ammon.

IV. 10 ccm. auf 100 ccm. verdünnt, bis auf einen kleinen Rest in der Retorte verdampft, mit Natronlauge in reine Salzsäure abdestillirt und wie oben behandelt, liefert 0,2635 grm. Ammoniumplatinchlorid = 0,02004 grm. Ammoniak (in 25 ccm. also 0,0501 grm.)

Es waren also erhalten:

	Ohne Verdünnung:	Mit Verdünnung auf das 100fache Volum:
durch Titrirung	0,0502 grm. Nr. II.	0,0496 grm. Nr. II.
bei der Bestim- mung mit Pla- tinchlorid	0,0500 grm. Nr. II.	0,0501 grm. Nr. II.

Wie ein reichlicher Schwefelsäurezusatz demnach das Entweichen von Ammon bei der Verdampfung einer sehr verdünnten Salzlösung verhindert, so lässt sich auch Salzsäure zum gleichen Zwecke anwenden, wie folgende Versuche beweisen.

Von ein und derselben verdünnten Ammonlösung wurden gemessene Quantitäten mit dem gleichen Volum reiner sechsprocentiger Salzsäure vermischt und entweder direct, oder nach vorübergehender Verdünnung und Wiederverdampfung mit Platinchlorid zur Trockne gebracht und darauf wie gewöhnlich verfahren:

Es lieferten	Platinsalemiak	= Ammon	10 ccm. ent- halten NH ₃
20 ccm. direct	0,2145 grm.	0,0163 grm.	0,00815 grm.
20 ccm. auf 300 ccm. verdünnt	0,2202 »	0,0168 »	0,0084 »
10 ccm. auf 500 ccm. verdünnt	0,1085 »	0,0083 »	0,0083 »
5 ccm. auf 1000 ccm. verdünnt	0,0550 »	0,0042 »	0,0084 »

Es geht aus diesen Versuchen hervor, dass der Ammongehalt natürlicher Wasser mit hinreichender Sicherheit auf folgendem Wege bestimmt werden kann. Ein oder zwei Liter des Wassers werden unter Zusatz von etwas Schwefelsäure (circa 5 grm.) in einer Retorte oder Kolben bis auf geringes Volum verdampft, der Rückstand darauf mit ausgekochter

Natronlauge unter den nöthigen Vorsichtsmassregeln entweder in überschüssige titrirte Säure oder reine Salzsäure abdestillirt und das Ammon auf volumetrischem Wege oder in Form von Ammoniumplatinchlorid oder Platin gewogen. Eine grosse Anzahl seither bei den Zürcher Wasseruntersuchungen auf diese Weise ausgeführter Bestimmungen haben durchaus befriedigende, namentlich so oft sie mit ein und demselben Objecte ausgeführt wurden, durchaus übereinstimmende Resultate ergeben.

VI. Theoretische und empirische Beiträge zur Constitution der Glycole und der ihnen entsprechenden Säuren.

von

Leander Dossios.

(Inaugural-Dissertation des Verfassers.)

1) Allgemeines über die Glycole und die ihnen entsprechenden Säuren.

In der Aethylreihe unterscheidet man zweierlei Arten von Alkoholen: die eigentlichen und die Pseudoalkohole, welche sich hauptsächlich durch ihre Oxydations-Produkte von einander unterscheiden: die ersteren geben durch Oxydation die entsprechenden Aldehyde und einbasischen Säuren; die Pseudoalkohole hingegen Ketone, Verbindungen des Carboxyls mit zwei Alkoholradicalen. Die Structurformel der er-