

säuerten und zum Kochen erhitzten Wassers eine bestimmte Menge $\frac{1}{10}$ -n. Bariumchloridlösung, kocht auf etwa 50 ccm ein und titriert, ohne den Niederschlag abzufiltrieren nach dem Erkalten und Einstellen auf den Phenolphthaleinneutralpunkt mit der Palmitatlösung bis zur bleibenden Rotfärbung:

Aus der Gesamthärte, der zugesetzten Menge Bariumchloridlösung und der Gesamthärte + dem Bariumchloridüberschuß ergibt sich die Menge der Bariumchloridlösung, die zur Fällung der Schwefelsäure verbraucht worden ist.

Unsere Versuche bestätigten die Brauchbarkeit der Methode, wie aus den nachstehenden vergleichenden Bestimmungen hervorgeht.

SO ₄ - Bestimmungen.			
Nr.	Gewichtsanalytisch gefunden	Mit der Palmitatlösung gefunden	Differenzen mg
1	33,49	34,50	+1,01
2	56,29	58,03	+1,74
3	57,61	62,70	+5,09
4	64,03	69,70	+5,67
5	68,47	69,70	+1,23
6	76,38	81,43	+5,05
7	82,30	90,79	+8,49
8	96,46	102,03	+5,57
9	99,58	99,69	+0,11
10	101,60	100,36	-1,24
11	107,32	112,03	+4,71
12	107,48	110,50	+3,02
13	107,65	109,69	+2,04
14	110,38	105,95	-4,43
15	110,60	110,50	-0,10
16	112,59	119,03	+6,44
17	113,08	112,80	-0,28
18	231,20	226,90	-4,30
19	260,40	252,70	-7,70
20	264,30	262,57	-1,73
21	273,17	273,70	+0,53
22	278,10	280,80	+2,70
23	305,77	299,50	-6,27

Bei der Sulfatbestimmung haben wir stets den durch Bariumchlorid oder Bariumhydrat ermittelten Titer bei der Berechnung zugrunde gelegt. Es war dieses nicht unbedingt erforderlich, da, wie wir gezeigt haben, bemerkenswerte Unterschiede bei der Titration der einzelnen Basen nicht nachgewiesen werden konnten. Die Verhältnisse waren jedoch damals noch nicht genügend geklärt.

Die Werte sind nach den vorstehenden Befunden hinreichend genau, wenn man berücksichtigt, daß stets zwei Bestimmungen auszuführen sind. Bei Abwesenheit von Calcium und Magnesium erhielten wir annähernd die gleichen Resultate (wir benutzten die Filtrate von der Wartha-Pfeiferschen Bestimmung).

Die Blachersche Methode ist nach den vorliegenden Untersuchungsergebnissen allen bisher gebräuchlich-titrimetrischen Härtebestimmungen, was Einfachheit der Ausführung und Genauigkeit der Resultate betrifft, überlegen. Sie wird ferner überall da anzuwenden sein, wo es sich um die Bestimmung der alkalischen Erden in wässrigen Lösungen handelt, die mit Phenolphthalein einwandfreie Umschläge zu geben vermögen. Wir gedenken, unsere Beobachtungen über die Anwendbarkeit der Methode fortzusetzen.

[A. 74.]

Über die Bestimmung des Proteidammoniaks.

Von L. W. WINKLER, Budapest.

(Eingeg. 20./4. 1914.)

Zum Nachweise stickstoffhaltiger organischer Verbindungen in Trinkwasser hatte Vf. statt der ziemlich umständlichen Bestimmung des *Albuminoidammoniaks*, die wesentlich einfachere Bestimmung des *Proteidammoniaks* empfohlen¹⁾. Obwohl für die hygienische Beurteilung eines

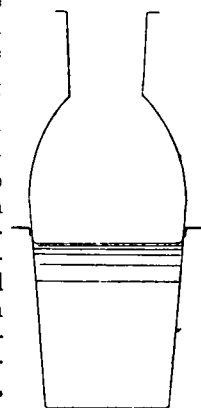
Trinkwassers unter allen chemischen Untersuchungsverfahren eben jene Verfahren, welche bezüglich der Verunreinigung mit stickstoffhaltigen Abfallstoffen einen Einblick gestatten, die wichtigsten sein dürften, wurde das Verfahren der Bestimmung des Proteidammoniaks, meines Wissens nach, bisher in der Praxis kaum angewendet. In folgendem soll nun dieses Verfahren in weiterhin vereinfachter Form nochmals kurz beschrieben werden.

Das Wesen der Proteidammoniakbestimmung besteht darin, daß zur angesäuerten Wasserprobe Kaliumpersulfatlösung hinzugefügt wird, und dann nach dem Erwärmen, mit Umgehung des Destillierens, das abgespaltete Ammoniak in der Flüssigkeit selbst durch Farbenvergleich bestimmt wird.

Die Proteidammoniakbestimmung hat zwei Übelstände. Einerseits enthält auch das reinste käufliche Kaliumpersulfat, wenn auch in geringerer Menge als früher, immerhin noch etwas Ammoniumpersulfat, so daß das angegebene Umkrystallisieren aus warmer Kalilauge auch weiterhin nicht umgangen werden kann. Sollte sich aber die Proteidammoniakbestimmung einbürgern, so würde ja vollständig Ammoniakfreies Kaliumpersulfat käuflich erhältlich sein, und hierdurch dieser Übelstand von selbst entfallen. Andererseits hält sich die vorgeschriebene Kaliumpersulfatlösung schlecht. Eben deshalb wurde nun pulverförmiges Kaliumpersulfat genommen, weiterhin zum Ansäuern statt der früher vorgeschriebenen 0,2-n. Schwefelsäure, jetzt konzentrierte Schwefelsäure benutzt. Die Bestimmung des Proteidammoniaks kommt nunmehr in folgender Form zur Ausführung:

Man gibt in eine Kochflasche 100 ccm Untersuchungswasser, säuert mit 1 Tropfen konzentrierter Schwefelsäure an und streut in die Flüssigkeit nach Augenmaß 0,05 g reines, zu feinem Pulver zerriebenes Kaliumpersulfat; sollte die Flüssigkeit nicht sauer sein, so wird noch ein Tropfen Schwefelsäure hinzugefügt. Die Flasche wird eine Viertelstunde lang auf dem Dampfbade erwärmt, dann die Flüssigkeit auf Zimmerwärme abgekühlt und tropfenweise mit 5 ccm gemischtem Reagens²⁾ versetzt. Zu einer zweiten Probe von 100 ccm Untersuchungswasser wird auch 1 (2) Tropfen Schwefelsäure, 0,05 g Kaliumpersulfat und 5 ccm gemischtes Reagens hinzugefügt, endlich in diese Flüssigkeit so viel Ammoniumchloridlösung (1 ccm = 0,1 mg NH₃) geträufelt, bis Farbengleichheit erreicht ist. So viele ccm Ammoniumchloridlösung hierzu verbraucht wurden, ebenso viele mg beträgt die Menge des Proteidammoniaks, bezogen auf 1000 ccm Untersuchungswasser. — Es wurde gefunden, daß ganz reines natürliches Wasser kein Proteidammoniak enthält; die Grenze, über die hinaus ein Trinkwasser vom hygienischen Standpunkte aus zu bemängeln wäre, dürfte, wie schon früher gesagt, auf 1000 ccm Wasser bezogen 0,1 mg Proteidammoniak betragen.

Für die Bestimmung des Proteidammoniaks könnten sich dünnwandige, etwa 200 ccm fassende Kochflaschen, von der aus der Zeichnung ersichtlichen Form bewähren. Diese Flaschen können nämlich mit Verwendung eines entsprechend weiten Ringes bequem so tief in das Wasserbad eingesetzt werden, daß der Wasserdampf den ganzen unteren Teil der Flasche bestreicht. Um den Farbenvergleich auszuführen, wird dann eine zweite Flasche mit Untersuchungswasser usw. beschickt, und dann ohne Umfüllen der Flüssigkeit in ein anderes Gefäß der Farbenvergleich in den Kochflaschen selbst vorgenommen. Kochflaschen angegebener Form könnten auch bei anderen analytischen Arbeiten vorteilhaft benutzt werden, wo ein stetiges Erwärmen auf 100° erwünscht ist. Auch läßt es sich in diesen Flaschen sehr gut titrieren, da der Farbumschlag schärfer beobachtet werden kann, als z. B. im Erlenmeyerkolben.



¹⁾ Z. anal. Chem. 41, 290 (1902). Lunge-Berl, Chemisch-technische Untersuchungsmethoden, 6. Aufl., Bd. II, 268.

²⁾ Eine Mischung gleicher Raumteile Neßlersches Reagens und Seignettesalzlösung; vgl. a. a. O.