Empfindlichkeit, so schätzbar sie in manchen Fällen ist, bei der Anwendung immer zu grosser Vorsicht auffordert.

Hamburg, im August 1868.

Bestimmung der Salpetersäure in Brunnenwassern.

Von

Prof. Dr. **Marx.**

Mit einer umfassenderen Untersuchung der Stuttgarter Brunnenwasser beschäftigt, ergab sich in den meisten derselben bei qualitativer Untersuchung ein nicht unbedeutender Gehalt an salpetersauren Salzen, wie überhaupt in neuerer Zeit solche in den meisten Brunnenwassern nachgewiesen worden sind. Hiernach erscheint eine quantitative Bestimmung der Salpetersäure vom wesentlichsten Interesse zur Beurtheilung der Brauchbarkeit eines Wassers als Trinkwasser, wenn auch nicht ohne Weiteres ein Wasser zu verwerfen sein wird, welches reich an salpetersauren Salzen ist, da die organischen Körper, die zur Entstehung der Salpetersäure im Wasser gewöhnlich Veranlassung geben, vollständig zersetzt sein können.

Bei der grossen Anzahl von Wasserproben, welche in Untersuchung zu nehmen waren, erwiesen sich mir sämtliche bekannte Bestimmungsmethoden zu zeitraubend oder gaben sie mir wenig befriedigende Resultate, und ich glaubte daher Versuche anstellen zu müssen, um eine rasch auszuführende, für den vorliegenden Zweck hinlänglich genaue Resultate gebende Bestimmungsmethode für Salpetersäure aufzufinden.

Für Untersuchung von gewöhnlichen Brunnenwassern, in welchen ja organische Substanzen, salpetrige Säure, Eisenoxydulsalze u. dergl. nur in verhältnissmässig sehr kleinen Quantitäten vorhanden sind, halte ich nach den Versuchen in meinem Laboratorium folgende empirische Titirmethode der Salpetersäure recht wohl brauchbar, wenigstens wurden Resultate erhalten, die ergaben, dass $\frac{1}{2}$ Milligrm. Salpetersäure in 50 CC. Wasser mit Sicherheit durch dieselbe bestimmt werden kann.

Man versetzt in einem ungefähr $\frac{1}{4}$ Liter fassenden Kochkolben 50 CC. des zu untersuchenden Wassers, das übrigens nicht mehr als 5—6 Milligrm. Salpetersäure enthalten darf, mit 100 CC. concentrirter

reiner Schwefelsäure, die etwas langsam unter Bewegen des Kochkolbens zugesetzt wird. Es erhitzt sich der Inhalt desselben auf ungefähr 120° C. Gibt man zu dieser heißen Flüssigkeit unter Bewegen des Kolbens aus einer Bürette eine mit Wasser sehr verdünnte gewöhnliche Lösung von Indigo in Schwefelsäure, so wird, wenn Salpetersäure zugegen, die Indigolösung augenblicklich zersetzt, die Flüssigkeit nimmt eine gelbe Färbung an, bis endlich bei genügendem Zusatz von blauer Lösung die Flüssigkeit grün gefärbt bleibt. Bei einiger Uebung lässt sich dieses Ende der Reaction genau feststellen, und es kann jetzt aus der Menge der verbrauchten Indigolösung, wenn diese empirisch titirt ist, auf die Quantität Salpetersäure im angewandten Wasser geschlossen werden. Wesentlich aber ist, dass der Versuch nicht allzulänglich vorgenommen wird, jedenfalls darf die Temperatur der Flüssigkeit während desselben nicht viel unter 100° C. sinken, was sich aber auch leicht, wenn je zu fürchten, durch Anwendung eines Wasserbades vermeiden lässt. Die Verdünnung der Indigolösung wählte ich so, dass ungefähr 4 CC. Indigolösung 1 Milligramm. Salpetersäure entsprechen. Mehr als 5—6 Milligramm. Salpetersäure sollen nicht zugegen sein, weil sonst die Flüssigkeit durch die Oxydationsproducte des Indigos zu stark gefärbt wird, so dass die Endreaction dadurch an Schärfe verliert.

Die Prüfung der Methode habe ich selbst in Gemeinschaft mit meinem Assistenten, Herrn Schmidlin, vorgenommen. Zunächst wurde eine Lösung von Salpeter dargestellt, welche im Liter 1,872 Grm. getrockneten, reinen Kalisalpeter enthielt. 1 CC. dieser Lösung entsprach somit 1 Milligramm. wasserfrei gedachter Salpetersäure (NO_3). 1 CC. der Salpeterlösung, mit ungefähr 49 CC. destillirtem Wasser verdünnt und mit 100 CC. Schwefelsäure versetzt, brauchte 4,2 CC. der verdünnten Indigolösung, um eine blaugrüne Flüssigkeit zu geben, 3 CC. brauchten 12,5 CC., 5 CC. Salpeterlösung 20,8 CC. Indigolösung. Zahlen, die höchstens um 0,1 CC. von den angeführten abwichen, wurden bei Wiederholung der Versuche erhalten, bei welchen ein Zusatz von Chloriden sich ohne Einfluss auf das Resultat erwies. 1 CC. dieser Indigolösung entsprach somit 0,240 Milligramm. wasserfreier Salpetersäure (NO_3).

Bei Untersuchung von Wassern wurden, wie zu erwarten, sehr übereinstimmende Resultate erhalten. Die Methode erwies sich also recht wohl anwendbar für vorliegenden Zweck.

Hat man Brunnenwasser, welche mehr als 5—6 Mgr. Salpetersäure in 50 CC. enthalten, so wird beim ersten Versuch nur nähe-

rungsweise titirt, um nach diesem Ergebniss nur 20 oder 10 CC. solchen Wassers, mit destillirtem Wasser der Gleichförmigkeit der Proben halber auf 50 CC. verdünnt, zum eigentlichen Titrirversuch zu verwenden.

Die Rechnung ist einfach, $x = \frac{a \cdot b}{c}$, wenn x angibt, wieviel Grm.

Salpetersäure (NO_5) in 1 Liter des untersuchten Wassers, a die Zahl der verbrauchten CC. Indigolösung, b die Menge Salpetersäure (NO_5) in Mgrm. ausgedrückt, welcher 1 CC. Indigolösung entspricht (im obigen Fall also ist $b = 0,24$ Mgrm.), c die Anzahl CC., welche vom zu untersuchenden Wasser angewendet wurde (in den folgenden Beispielen ist $c = 50$, 20 oder 10).

Mit der Indigolösung von der angegebenen Concentration wurden bei hiesigen Wassern unter andern folgende Salpetersäuregehalte gefunden:

	Angewandte Wasser- menge in CC. = c.	Verbrauchte Anzahl CC. der Indigo- lösung = a.	Im Liter sind Grm. Salpeter- säure (NO_5) = x.
a) Continuirlich fliessende Brunnen.			
Polytechnicum, filtrirtes Neckarwasser	50	0,1	0,000
Heusteigstrasse, Bopserleitung	50	6,5	0,031
Marktbrunnen	50	7,1	0,034
Hasenberg	50	8,5	0,041
Im Koppenthal	50	13,5	0,065
b) Gegrabene Brunnen.			
Christophsstrasse	50	0,1	0,000
Galgensteig	50	2,3	0,011
Immenhof	50	19,2	0,092
Schillerstrasse	20	10,8	0,130
Hirschstrasse, oben	10	10,9	0,261
Militärstrasse	10	11,7	0,281
Hoppenlaukirchhof	10	12,5	0,300
Neue Brücke	10	13,3	0,319
Thurmstrasse	10	17,1	0,410