Verwendbarkeit von Indicatoren bei der Bestimmung von Alkali bei Gegenwart von Nitrit und Formiat.

Von

M. Wegner.

Die Veröffentlichung von K. Arndt¹⁾ veranlasst mich, meine Erfahrungen auf diesem Gebiete bekannt zu geben. Das benutzte Natriumnitrit war nach dem Verfahren von Dr. M. Goldschmidt hergestellt, welches auf die Reduction des Salpeters durch Natriumformiat bei Gegenwart von freiem Alkali gegründet ist. Der chemische Vorgang verläuft nach der Formel:

Die Zwischen- und Endproducte, welche der Untersuchung unterworfen wurden, enthielten daher stets freies und kohlen-saures Natron in wechselnder Menge, daneben enthielten die Zwischenproducte 6 bis 30 % Natriumnitrit. Das fertige Nitrit enthielt bei durchschnittlich 98 % NaNO_2 noch 1,0 bis 1,5 % Soda. Meines Wissens lagen Untersuchungen über die bei Gegenwart von Nitrit und Formiat zu alkalimetrischen Titrationen verwendbaren Indicatoren nicht vor.

Meine Versuche erstrecken sich auf die Anwendung von Lackmus, Azolitmin, alizarinsulfonsaurem Natrium, Gallein, Methylorange, Salicylat-indicator²⁾, Resazurin, Congoroth, p-Nitrophenol, Lackmoid, Rosolsäure und Jodeosin.

Als Säuren wurden zu den Versuchen angewendet (wenn nichts anderes dabei bemerkt) eine Salzsäure, welche 6,887 g HCl im Liter enthielt, sowie eine Oxalsäure mit 8,4713 g $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ im Liter; 100 cc der Säuren entsprachen 1,0000 g Na_2CO_3 , beziehungsweise 0,7547 g NaOH. Die Titration geschah in allen Fällen in ungefähr 100 cc Flüssigkeit.

1. Lackmus.

Die Darstellung der Lackmustinctur geschah nach Cl. Winkler³⁾. Der Indicator ist in diesen Fällen nicht gut verwendbar. Der sonst so deutliche Uebergang vom blau in zwiebelroth büst bei Gegenwart von Nitrit und Formiat sehr an Schärfe ein. Die Titration der Soda wurde während des Siedens ausgeführt.⁴⁾

1) Diese Zeitschrift **41**, 359.

2) Zeitschrift f. Unters. d. Nahrungs- u. Genussmittel 1900, S. 600.

3) Cl. Winkler. Praktische Uebungen in der Maassanalyse 1888, S. 28.

4) Die in den Tabellen angeführten Werthe sind die Mittel mehrerer Titrationen.

Lösung	Zusatz	Verbrauch an Säure	Endfarbe
100 cc Sodalösung	ohne	10,4 cc Salzsäure	zwiebelroth
100 " "	0,2 g NaNO_2	10,8 " "	dunkelroth
100 " "	ohne	9,0 cc Oxalsäure	hellroth
100 " "	0,2 g NaNO_2	9,5 " "	dunkelroth
100 " "	ohne	10,0 cc Salzsäure	zwiebelroth
100 " "	0,5 g $\text{H} \cdot \text{CO}_2 \text{Na}$	10,0 " "	bordeaux
		13,7 " "	hellroth

2. Azolitmin.

Dasselbe wurde aus Lackmus selbst dargestellt.

Lösung	Zusatz	Verbrauch an Säure	Endfarbe
100 cc Sodalösung	ohne	9,2 cc Salzsäure	zwiebelroth
100 " "	0,5 g $\text{H} \cdot \text{CO}_2 \text{Na}$	9,2 " "	hellroth, Umschlag nicht sehr scharf.

3. Alizarinsulfonsaures Natrium.

Der Sättigungspunkt wird durch den Indicator durch einen sehr scharfen Umschlag der violettrothen Lösung in hellgrüngelb angezeigt. Der Farbenwechsel ist auch bei künstlicher Beleuchtung (elektrische Glühlampen) sehr deutlich wahrnehmbar, wenn man den Versuch im von der Lösung reflectirten Licht ausführt. Bei Gegenwart von Carbonat, Nitrit und Formiat ist die Endfarbe hochgelb, der Uebergang aber noch genügend scharf. Die Titrationen wurden bei Zimmertemperatur ausgeführt.

Lösung	Zusatz	Verbrauch an Säure	Endfarbe
100 cc Sodalösung	ohne	24,3 cc Salzsäure	hellgrüngelb
100 " "	10 cc Oxalsäure	14,3 " "	grüngelb mit schwachem, roth- gelbem Schein.
100 " "	10 " "	15,0 " "	hellgrüngelb
100 " "	ohne	9,8 " "	hellgrüngelb
100 " "	0,2 g NaNO_2	9,8 " "	hochgelb
100 " "	ohne	9,3 " "	hellgrüngelb
100 " "	0,5 g $\text{H} \cdot \text{CO}_2 \text{Na}$	9,65 cc "	hochgelb
100 " "	viel $\text{H} \cdot \text{CO}_2 \text{Na}$	9,70 " "	hochgelb

4. Gallein.

Die wässrige Lösung ist eosinroth, der Endpunkt der Titration wird durch Umschlag der Farbe in lichtbraun angezeigt. Während der Indicator in alkalischer Lösung tief blau ist, hat die Lösung in Gegenwart von Carbonat, Nitrit und Formiat violette Farbe, welche beim Stehen der nitrithaltigen Lösung in dunkelroth übergeht. Die zu einer Titration angewendete Indicatorenmenge verbrauchte zur Neutralisation 0,3 cc Salzsäure.

Lösung	Zusatz	Verbrauch an Säure	Indicator	Endfarbe
100 cc Kalilösung	ohne	19,7 cc Salzsäure	Azolitmin	roth
100 " "	"	19,3 " "	alizarinsulfons. Na	roth
		19,4 " "	"	hochgelb
100 " "	"	19,2 " "	Gallein	röthlich
		19,8 " "	"	lichtbraun, allmählich heller werdend
100 " "	"	19,2 " Oxalsäure	"	röthlich
		19,8 " "	"	röthlich-lichtbraun
100 " "	0,25 g NaNO ₂	19,2 " Salzsäure	"	röthlich
	Farbe dunkelblau	19,8 " "	"	lichtbraun
100 " "	0,25 g NaNO ₂ }	18,2 " "	"	dunkelbraun
	Lösung nach 15 Min. dunkelroth	19,2 " "	"	lichtbraun
100 " "	0,25 g HCO ₂ Na	19,2 " "	"	dunkelbraun, ohne rothen Schein
		21,0 " "	"	lichtbraun
100 " "	0,25 g NaNO ₂ +	a. 19,1 cc "	"	lichtbraun
	0,25 g HCO ₂ Na	b. 19,0 " "	"	lichtbraun
100 " Sodalösung	ohne	10,0 cc "	"	rothbraun
	Farbe violett	10,3 " "	"	rein braun
		10,4 " "	"	lichtbraun
Einestark nitrit-haltige Lauge } Desgleichen	enthaltend 40 % NaNO ₂	42,7 " "	alizarinsulfons. Na	
	"	42,4 " "	Gallein	
	"	37,2 " "	alizarinsulfons. Na	
	"	36,4 " "	Gallein	

5. Methylorange.

Der Indicator gibt bei Gegenwart von Oxalat, Nitrit und Formiat keinen Umschlag.

Lösung	Zusatz	Verbrauch an Säure	Endfarbe
100 cc Sodalösung	ohne	24,3 cc Salzsäure	roth
100 " "	10 cc Oxalsäure	+ 16,0 " "	roth (undeutlich)
100 " "	ohne	10,2 " "	roth
100 " "	0,2 g Na NO ₂	15,0 " "	dunkelgelb (kein Umschlag)
100 " "	ohne	9,8 " "	roth
	0,5 g H. CO ₂ Na	14,0 " "	gelb
		17,0 " "	gelb

6. Salicylatindicator.

Derselbe wurde nach der Vorschrift von Wolff hergestellt.¹⁾ Der Umschlag von gelb in alkalischer Lösung in krapproth (sauer) ist sehr scharf, bei Gegenwart von Nitrit ist die Endfarbe orange. Die zugesetzte Menge Indicator betrug 1 cc.

Lösung	Zusatz	Verbrauch an Säure	Endfarbe
40 cc $\frac{1}{10}$ Lauge	ohne	40 cc $\frac{1}{10}$ Salzsäure	krapproth
40 " " "	0,5 g Na NO ₂	40 " " "	dunkelgelb
		40,25 cc $\frac{1}{10}$ Salzsäure	orange
10 " " "	2,5 g Na NO ₂	11,0 " " "	dunkelgelb
		11,35 " " "	orange

7. Resazurin, Congoroth, p-Nitrophenol, Rosolsäure, Lackmoid, Jodeosin.

Lösung	Zusatz	Verbrauch an Säure	Indicator	Endfarbe
50 cc $\frac{1}{10}$ Lauge	ohne	50 cc $\frac{1}{10}$ Salzsäure	Resazurin	roth
50 " " "	0,5 g Na NO ₂	50,75 " " "	"	roth (Uebergang undeutlich)
10 " " "	0,5 " "	10,25 " " "	"	"

¹⁾ Zeitschrift f. Unters. d. Nahrungs- u. Genussmittel 1900, S. 600.

Lösung	Zusatz	Verbrauch an Säure	Indicator	Endfarbe
Sodalösung	ohne	9,9 cc Salzsäure	Congoroth	blau
"	0,2 g NaNO_2	9,9 " " "	"	dunkelgelb
"		11,0 " " "	"	rothviolett
"	ohne	9,5 cc Salzsäure	Congoroth	blau
"	0,5 g HCO_2Na	13,0 " "	"	hell-violett, nicht scharf
Kalilösung	ohne	19,8 cc Salzsäure	p-Nitrophenol	farblos
"	0,1 g NaNO_2	20,2 " "	"	"
"	0,25 g HCO_2Na	19,8 " "	"	schwach gelb, allmählich heller werdend
"		20,7 " "	"	gelblich-weiss
"	ohne	19,8 cc Salzsäure	Lackmoid	violett
"	0,1 g NaNO_2	19,8 " "	"	violett (nicht scharf)
"	ohne	19,2 cc Salzsäure	Rosolsäure	orange
"	0,1 g NaNO_2	19,2 " "	"	"
"	ohne	19,1 cc Salzsäure	Rosolsäure	orange
"	0,25 g HCO_2Na	19,4 " "	"	"

Jodeosin erwies sich als gänzlich unbrauchbar.

Nach meinen Erfahrungen eignet sich zur Alkalimetrie bei Gegenwart von Formiat und Oxalat am besten Lackmus (Azolitmin) und alizarinsulfonsaures Natrium, bei Anwesenheit von Nitrit ist vorwiegend alizarinsulfonsaures Natrium und Gallein geeignet, gut brauchbar sind Lackmus, Salicylatindicator und Rosolsäure.

Frankfurt a. M.

Zur Analyse des Natriumnitrits.

Von

M. Wegner.

Die Frage, welche Methode für die Bestimmung des Nitrites die geeigneter sei, hat vor einiger Zeit Herr Professor H. Lunge¹⁾ von Neuem angeregt. Ich habe in der Praxis sowohl die Permanganat-, als auch die Sulfanilsäuremethode angewendet und bin dabei zu folgendem Ergebniss gelangt. Die Bestimmung des Nitrites mit Kaliumpermanganat ist sehr zuverlässig, wenn dieselbe sachgemäss ausgeführt

¹⁾ Zeitschrift f. angew. Chemie 1902, S. 169.