II. Chemische Analyse anorganischer Körper.

Von

H. Weber.

Über Ammoniakbestimmung berichtet A. Ronchèse¹⁾. Bei Einwirkung von Formaldehyd auf Ammoniaksalze entsteht Hexamethylen-tetramin und die Säure des Ammonsalzes wird frei. Dieselbe kann dann durch Titration gemessen werden. Diese Reaktion liegt einer Anzahl von Bestimmungsmethoden zu Grunde, die näher beschrieben werden.

Zur Analyse eines Ammoniaksalzes verdünnt man die zu untersuchende neutrale Lösung mit destilliertem Wasser auf etwa 100 cc, entfernt durch Kochen die Kohlensäure, setzt nach dem Erkalten einige Tropfen Phenolphthaleinlösung und einen grossen Überschuss einer neutralen Formaldehydlösung (20 cc einer 20-prozentigen Lösung für je 10 cc $\frac{1}{10}$ -Normal-Ammoniak) hinzu. Alsdann titriert man die frei gewordene Säure mit $\frac{1}{10}$ -Normallauge, 1 cc derselben entspricht 0,0017 g NH_3 .

Ist die Lösung sauer, so muss sie vor dem Zusatz des Formaldehyds neutralisiert werden. Bei Anwendung von nicht mehr als 10 cc $\frac{1}{10}$ -Normal-Ammoniak muss man für je 3 cc $\frac{1}{10}$ -Normal-Ammoniak 0,1 cc $\frac{1}{10}$ -Normal-Natronlauge über den Neutralpunkt hinzusetzen, um Rotfärbung des Phenolphthaleins zu erreichen, da bekanntlich Ammoniak den Eintritt der Rotfärbung verzögert. Dieser Überschuss ist nachher bei der Berechnung zu berücksichtigen. Die Anwendung eines anderen Indikators als Phenolphthalein ist wegen des Verhaltens des Hexamethylen-tetramins zu den verschiedenen Indikatoren ausgeschlossen.²⁾ Enthält die Ammonsalzlösung freie starke Säure, so teilt man sie auch zweckmässig in zwei Teile. In dem einen führt man die Bestimmung wie beschrieben aus, ohne vorher zu neutralisieren, in dem anderen bestimmt man die Azidität mit Hilfe eines gegen Ammoniak unempfindlichen Indikators, zum Beispiel Rosolsäure oder Fluoreszeïn.

Will man den Gesamtstickstoff einer Lösung bestimmen, so führt man sämtliche Stickstoffverbindungen nach Kjeldahl in Ammonsulfat über, stumpft die Hauptmenge der Säure mit starker Natronlauge ab, neutralisiert sodann genau mit sehr verdünnter Natronlauge und führt

¹⁾ C. R. Soc. biol. 1907, S. 867; durch Bull. de la soc. chim. de France (4. Série) **3**, 42; vergl. auch diese Zeitschrift **34**, 623.

²⁾ Vergl. diese Zeitschrift **31**, 348.

die Ammoniakbestimmung wie beschrieben aus. Um Harnstoff im Urin zu bestimmen, verwandelt man den Harnstoff nach Folin¹⁾ mittels Chlormagnesiums und Salzsäure in Ammoniak und bestimmt dieses durch Destillation. Hierbei ist das ursprünglich im Urin enthaltene Ammoniak in Abzug zu bringen. Zur Bestimmung des letzteren empfiehlt der Verfasser ein neues Verfahren, welches einfacher ist als das von Folin angewandte. 10 cc Urin werden mit ausgekochtem Wasser auf 100 cc verdünnt, neutralisiert und nach Zugabe von Formaldehydlösung nach den obigen Angaben mit $\frac{1}{10}$ -Normallauge titriert.

Amerikanische Leitmethoden für die Bestimmung von Silizium, Schwefel, Phosphor, Mangan, Kohlenstoff und Graphit im Roheisen. H. E. Dillner²⁾ hat auf einer Versammlung der American Foundrymen's Association über die Arbeiten einer Kommission berichtet, die für Schiedsanalysen die folgenden Leitmethoden aufgestellt hat.

1. Silizium. 1 g Roheisen wird mit 30 cc Salpetersäure von 1,13 spezifischem Gewicht gelöst, auf einer heissen Platte mit 5 cc konzentrierter Schwefelsäure bis zum Verschwinden der Säuredämpfe abgedampft und mit Wasser aufgenommen. Nachdem man durch Kochen alles Ferrisulfat in Lösung gebracht hat, filtriert man ab, wäscht einmal mit heissem Wasser, einmal mit Salzsäure und noch dreibis viermal mit heissem Wasser aus. Man glüht den Rückstand, wägt, verdampft mit einigen Tropfen Schwefelsäure und 4—5 cc Flusssäure, glüht und wägt. Durch Multiplikation der Gewichts Differenz mit 0,4702 ergibt sich der Prozentgehalt an Silizium.

2. Schwefel. 3 g Roheisen werden in einer Platinschale in konzentrierter Salpetersäure gelöst, unter Zusatz von 2 g Kaliumnitrat zur Trockne verdampft und über einer Spirituslampe zur Rotglut erhitzt. Hierauf gibt man 50 cc einer einprozentigen Sodalösung hinzu, kocht einige Minuten, filtriert und wäscht mit heisser Sodalösung aus. Das Filtrat säuert man mit Salzsäure an, verdampft zur Trockne, nimmt mit 50 cc Wasser und 2 cc Salzsäure wieder auf, filtriert und fällt das auf 100 cc verdünnte, kochende Filtrat mit Chlorbaryum. Das gewogene Baryumsulfat enthält 13,73 % Schwefel.

3. Phosphor. 2 g Roheisen werden in 50 cc Salpetersäure von 1,13 spezifischem Gewicht gelöst und mit 10 cc Salzsäure zur Trockne

1) Vergl. diese Zeitschrift 40, 564.

2) Iron Trades Review 40, 914; Stahl und Eisen 27, 1699.