

Mitteilung aus dem pharm.-chem. Laboratorium der techn.  
Hochschule in Braunschweig.

## Chemische Untersuchung der Crodoquelle des Bades Juliushall in Harzburg.

Von R. Otto und J. Troeger.

(Eingegangen d. 12. II. 1899.)

In dem schönen Radauthale, in dem der Gott Crodo-Wodan alles auf einen engen Raum zusammengedrängt hat, was er im ganzen Harzgebirge sonst nur zum Teil gespendet, liegt Harzburg mit dem Bad Juliushall. Seinen Namen hat das Bad von dem Herzog Julius von Braunschweig-Wolfenbüttel (geboren am 26. Juli 1529), der sich um die Hebung des Bergbaues und des Hüttenwesens grosse Verdienste erworben hat und der die Soolquellen, welche am Fusse des Burgberges unbenutzt zu Tage traten und deren heilkräftige Wirkung seit dem alten germanischen Kultus vergessen zu sein schien, wieder nutzbar machte. Im Jahre 1569 wurde der Herzog-Juliusschacht angelegt und durch die eifrigen Bemühungen von Joh. Renanus, Pfarrers zu Söden, der dem Herzog Julius von dem Landgrafen Wilhelm von Hessen zur Einrichtung des Salzwerkes überwiesen war, entstand Juliushall und kam zu grosser Blüte. Fast 4 Jahrhunderte lang spendete diese segensreiche Schöpfung des Herzogs Julius dem verödeten Harzburg und seiner Umgebung reiche Schätze, bis 1849 der Salinenbetrieb in Juliushall eingestellt wurde und 1851 Harzburg in ein Soolbad umgewandelt wurde.

Zu den Soolquellen Harzburgs ist in den letzten Jahren eine neue hinzugekommen, die seit dem Jahre 1893 dem Publikum von dem derzeitigen Inhaber des Bades Juliushall zugänglich gemacht worden ist, die sog. Crodoquelle. Das Wasser dieser Quelle, das in einem ca. 65 Fuss tiefen Schacht gefasst und mit Hilfe eines Pumpwerkes zu Tage gefördert wird, ist von uns bereits im Herbst des Jahres 1893 untersucht worden und mögen hiermit nachträglich die Ergebnisse unserer Untersuchung verzeichnet sein. Die Ausflussmenge des Wassers haben wir nicht ermittelt, da dieselbe von dem geringeren oder stärkeren Betriebe der Pumpvorrichtung abhängig ist, doch ist zu bemerken, dass sie bei einem gleichmässigen Betriebe ziemlich beträchtlich ist. Wir haben zunächst, ehe wir die eigentliche Analyse des Quellwassers in Angriff nahmen, in einem längeren Zeitraume uns

von dem jedesmaligen spezifischen Gewichte einzelner Wasserproben sowie durch Bestimmung des Chlor- und Schwefelsäuregehaltes und durch Bestimmung des Verdampfungsrückstandes überzeugt, ob die einzelnen Proben, die wir zu verschiedenen Zeiten entnahmen, eine nahezu gleiche Zusammensetzung zeigten. Da aus diesen Zahlen sich ergibt, dass, abgesehen von kleinen Schwankungen, die durch Witterungsverhältnisse verursacht sein müssen und die vermutlich auch nicht ganz sich beseitigen lassen, bei einem regelmässigen Pumpbetrieb derartige Differenzen möglichst reduziert werden, so haben wir das zu unserer Untersuchung dienende Wasser gesammelt, nachdem die Pumpvorrichtung mehrere Tage ein Wasser von nahezu gleichem spezifischen Gewichte ergeben hatte. Am Tage der Entnahme, am 28. September 1893 zeigte das Wasser eine Temperatur von 9° C. und das spezifische Gewicht 1,0110 bei 20°.

Das völlig geruchlose, klare und farblose Wasser besass einen erfrischenden, nicht unangenehmen salzartigen Geschmack. Es perlt im Glase nur wenig, setzt aber beim längeren Stehen zahlreiche kleine Gasbläschen an der Innenwand des Gefässes ab, die aus freier Kohlensäure bestehen.

#### A. Qualitative Analyse.

Das an Ort und Stelle geprüfte Wasser zeigte gegen Reagentien nachfolgendes Verhalten: Salzsäure bewirkte keine Gasentwicklung, Silbernitrat gab einen reichlichen, in Salpetersäure unlöslichen, in Ammoniak löslichen weissen, käsigen Niederschlag. Chlorbaryum ergab in dem angesäuerten Wasser eine weisse, pulvrige Fällung. Ammoniak rief anfangs keine Veränderung hervor, nach einiger Zeit entstand eine Trübung. Oxalsaures Ammon verursachte anfangs starke Trübung, schliesslich krystallinische Fällung. Gelbes Blutlaugensalz gab in ca. 100 ccm Wasser nach Zusatz einiger Tropfen Salzsäure nur einen schwach blauen Schein. Tanninlösung sowohl als auch Rhodankalium zeigten keine deutlichen Reaktionen auf Eisen.

Ammoniak liess sich nur in grossen Mengen von Wasser nachweisen. Zu diesem Zwecke wurde von 10 l Wasser nach Zusatz von Kalkhydrat  $\frac{1}{5}$  des Volumens abdestilliert und dieses Destillat abermals der Destillation unterworfen und  $\frac{1}{2}$  l aufgefangen. In dem so erhaltenen Destillate war Ammoniak mit Hilfe von Nessler's Reagens deutlich zu erkennen.

Zur Prüfung auf freien Schwefelwasserstoff wurde ein mit Bleilösung getränkter Papierstreifen in eine halb mit Wasser gefüllte Flasche eingehängt. Selbst nach längerer Zeit war eine Bräunung des Papiers nicht wahrzunehmen. Eine weitere Prüfung auf Schwefel-

wasserstoff bezw. Schwefelalkalien wurde in der Weise vorgenommen, dass in das mit  $\frac{1}{50}$  Volumen rauchender Salzsäure versetzte Wasser einige Krystalle von schwefelsaurem p-Amidodimethylanilin, sowie 1—2 Tropfen Eisenchlorid gegeben wurden. Da auch hier keine Bläuung der Flüssigkeit eintrat, war jede Spur von Schwefelwasserstoff ausgeschlossen.

Um auf salpetrige Säure zu prüfen, wurden 50 ccm des Wassers unter Zugabe von 1 ccm verdünnter Schwefelsäure mit 1 ccm Jodkaliumstärkekleister versetzt. Hierbei entstand keine Blaufärbung; salpetrige Säure war somit im Wasser abwesend.

Zur Untersuchung auf Salpetersäure wurden 2 l des Wassers eingedunstet und der in wenig Wasser aufgenommene Rückstand nach Hinzufügen von etwas konzentrierter Schwefelsäure mit einigen Brucinkrystallen versetzt. Die auftretende rotgelbe Färbung sprach für das Vorhandensein von Salpetersäure. Phosphorsäure konnte in geringer Menge nach Eindampfen eines grösseren Quantums Wasser mit Salpetersäure durch Molybdänlösung nachgewiesen werden.

Nach den gebräuchlichen Methoden wurden in wägbarer Menge nachfolgende Bestandteile ermittelt:

Natrium,	Chlor,
Kalium,	Brom,
Calcium,	Salpetersäure,
Magnesium,	Schwefelsäure,
Eisen,	Kieselsäure,
	Kohlensäure.

Auf seltenere Metalle, wie z. B. Caesium, Rubidium, Lithium, Thallium, wurde wie folgt geprüft. Ungefähr 20 l des Wassers wurden nach Zusatz von etwas Salzsäure eingedunstet, hierauf die Kieselsäure und im Filtrat von dieser das Eisen sowie die phosphorsauren Erden abgeschieden. Da Mangan in dem Filtrate von dem Eisenniederschlage nicht nachzuweisen war, wurde sofort mit Ammoniak und kohlen-saurem Ammon gefällt und die von dem Niederschlage getrennte Flüssigkeit portionsweise in Platinschalen eingedunstet. Nach dem Trocknen und Verglühen der Ammonsalze nimmt man nunmehr die Rückstände in salzsäurehaltigem Wasser auf, entfernt etwa noch vorhandene Spuren von Magnesia mittelst Kalkmilch, beseitigt den überschüssigen Kalk mit kohlen-saurem Ammon, dunstet das Filtrat von dem kohlen-sauren Kalk ein, verglüht dann die Ammonsalze und zieht den mit Salzsäure befeuchteten Rückstand wiederholt mit einer Mischung von absolutem Alkohol und  $\frac{1}{2}$  Volumen Aether aus. Wurde der nach dem Verdunsten der alkoholisch-ätherischen Auszüge verbleibende Salzkückstand mit Wasser aufgenommen und die filtrirte und auf ein ge-

ringes Volumen eingeengte Lösung spektralanalytisch geprüft, so konnte von den oben erwähnten Metallen keines beobachtet werden.

Auf Borsäure. Da nach den Untersuchungen von Dieulafait<sup>1)</sup> die Borsäure als normaler Bestandteil des Meerwassers anzusehen ist und auch schon andererseits in Quellenwässern nachgewiesen ist, so war es von Interesse, auch das vorliegende Wasser auf einen etwaigen Gehalt an Borsäure zu prüfen.

Zu diesem Zwecke wurden ca. 50 kg. des Wassers nach vorherigem Alkalisieren mit kohlensaurem Natrium unter zeitweiligem Herauskrücken der dabei abgeschiedenen Salze bis auf ein kleines Volumen (wenige Kubikzentimeter) eingedampft. Bringt man nunmehr eine geringe Menge dieser Lauge, nachdem sie mit Fluorammon versetzt, an der Oese eines Platindrahtes in die nicht leuchtende Flamme eines Bunsen-Brenners, so tritt am Flammensaum eine deutlich grüne, wenn auch schnell vorübergehende Flammenfärbung ein. Noch schärfer gelang der Nachweis mit Hilfe des Spektralapparates. Es waren hierbei deutlich die für das Borsäurespektrum charakteristischen Linien sichtbar. Es ist somit der Nachweis von Borsäure mit aller Sicherheit erbracht.

In welcher Weise die Abwesenheit von Jod erkannt wurde, ist aus dem weiter unten angeführten Abschnitte „Bestimmung des Broms“ ersichtlich.

## B. Quantitative Analyse.

Bei der Ausführung derselben wurden die von Fresenius in seiner „Anleitung zur quantitativen chemischen Analyse 6. Aufl.“ in dem Kapitel „Analyse der Mineralwasser“ angeführten Methoden zu Grunde gelegt. Wir werden deshalb im Nachstehenden uns mit einer kurzen Andeutung des angewendeten Verfahrens begnügen und bemerken nur noch, dass alle Einzelbestimmungen mindestens zweimal, öfter auch mehrmals ausgeführt sind und nur aus gut übereinstimmenden Analysenergebnissen das Mittel genommen wurde. Die zur Analyse verwendeten Wassermengen wurden auf einer empfindlichen Wage genau abgewogen.

I. Bestimmung der Schwefelsäure. Dieselbe wurde in dem von Kieselsäure befreiten, mit Salzsäure angesäuerten Wasser durch Fällen mit Chlorbaryum, Auswaschen und Glühen des Baryumsulfates ausgeführt.

II. Bestimmung des Chlors und Broms. Beide Halogene wurden in dem mit Salpetersäure angesäuerten Wasser mit Silbernitrat gefällt und als Chlor-Bromsilber gewogen.

<sup>1)</sup> Ann. de chimie et de physique (5), T. XII, pag. 318.

III. Bestimmung des Broms. 51450 g Wasser wurden zu diesem Zwecke nach dem Alkalisieren mit reinem kohlsauren Natrium in einer gut verzinnten Kupferschale zur Trockne eingedampft, der hierbei sich ergebende Salzlückstand (A) möglichst sorgfältig aus der Schale entfernt und nach dem Zerreiben wiederholt mit 96%igem Alkohol ausgezogen. Die vereinigten alkoholischen Auszüge nach Zusatz von wenigen Tropfen reiner Kalilauge durch Destillation vom Alkohol befreit, ergaben den Rückstand (B.) Dieser wurde nunmehr mehrmals mit absolutem Alkohol ausgezogen, die weingeistigen Auszüge wiederum unter Zusatz von etwas Kalilauge abdestilliert und die zur Trockne gebrachte Salzmasse in einer geringen Menge Wasser aufgenommen. Da in der filtrierten Flüssigkeit, die mit einer Auflösung von Untersalpetersäure in Schwefelsäure versetzt wurde, beim Schütteln mit einem Kubikzentimeter Schwefelkohlenstoff auch nicht die leiseste Spur einer Rosafärbung zu beobachten war, so konnte Jod in nachweisbarer Menge nicht vorhanden sein. Nachdem so die Abwesenheit von Jod festgestellt war, wurden in der vom Schwefelkohlenstoff befreiten Lösung Chlor und Brom mittelst Silbernitrat gefällt und die Menge des Chlor- und Bromsilbers in bekannter Weise festgestellt. Durch Erhitzen eines bekannten Teiles dieses Halogensilbers in einem Kugelrohr in einem langsamen, trocknen Chlorstrom bis zur Gewichtskonstanz wurde alsdann aus der Gewichtsabnahme das Brom berechnet.

IV. Bestimmung des Chlors. Die Menge desselben ergibt sich, wenn man von dem unter II gefundenen Chlor- und Bromsilber die aus III sich ergebende Menge des Bromsilbers abzieht und aus dem so erhaltenen Reste von Chlorsilber das Chlor berechnet.

V. Bestimmung der Kieselsäure, des Kalkes und der Magnesia. Eine genau abgewogene Menge des Wassers wurde nach dem Ansäuern mit Salzsäure in einer Platinschale zur Trockne verdampft und die Kieselsäure in der üblichen Weise abgeschieden. In dem Filtrate wurde nach vorhergegangener Oxydation mittelst Salpetersäure das Eisen mit Ammoniak gefällt, jedoch wegen zu geringer Menge in dieser Menge Wasser nicht quantitativ bestimmt. Die vom Eisenniederschlag abfiltrierte Flüssigkeit wurde alsdann zur Trennung von Kalk und Magnesia mittelst oxalsaurem Ammons und doppelter Fällung getrennt und im Filtrate vom Calciumoxalat die Magnesia als phosphorsaure Ammon-Magnesia gefällt und dann als Magnesiumpyrophosphat gewogen.

VI. Bestimmung des Kalkes und der Magnesia, welche beim Kochen gelöst bleiben. Eine bestimmte Menge des Wassers wurde längere Zeit gekocht und dafür Sorge getragen, dass das verdunstende Wasser von Zeit zu Zeit erneuert wurde. Der Kalk und

die Magnesia wurden nunmehr in dem Filtrate bestimmt, während der beim Kochen des Wassers abgeschiedene Niederschlag von Calcium- und Magnesiumkarbonat auf Schwefelsäure geprüft, die Abwesenheit von Calciumsulfat erkennen liess (vergl. analytische Belege).

VII. Bestimmung des Eisens und der Phosphorsäure. Eine grössere Menge Wasser (21780 g) wurde nach Zusatz von etwas Salzsäure zur Trockne gedunstet, die Kieselsäure in bekannter Weise abgeschieden und in dem Filtrate von der Kieselsäure nach vorheriger Oxydation mit Salpetersäure das Eisen sowie die phosphorsauren Erden mittelst Ammoniak ausgefällt. Der Niederschlag wurde hierauf in Salzsäure gelöst und nach Zusatz der genügenden Menge Weinsäure das Eisen durch Schwefelammonium niedergeschlagen und nach Ueberführung in Eisenoxyd als solches gewogen. Verdampft man nun das Filtrat vom Schwefeleisen unter Zugabe von etwas Salpeter und kohlen saurem Natrium zur Trockne, glüht alsdann das Ganze und nimmt schliesslich den Rückstand mit sätzsäurehaltigem Wasser auf, so lässt sich aus dieser Lösung durch Hinzufügen von Ammoniak ein Teil der Phosphorsäure als Aluminiumphosphat abscheiden. Das Aluminiumphosphat wurde nach dem Glühen gewogen und daraus die Menge der Phosphorsäure berechnet, während die Thonerde, die von dem Eindampfen des Wassers in der Porzellanschale herrührt, nicht in Rechnung gebracht wurde. In der von der phosphorsauren Thonerde getrennten Flüssigkeit liess sich der Rest der vorhandenen Phosphorsäure durch Zusatz von Magnesiumsulfat als phosphorsaure Ammon-Magnesia abscheiden und nach dem Glühen als Magnesiumpyrophosphat zur Wägung bringen.

VIII. Bestimmung der Chloralkalien. Eine gewogene Menge Wasser wurde unter Zusatz von etwas Salzsäure in der Platinschale zur staubigen Trockne eingedunstet, die Kieselsäure abgeschieden und das Filtrat hiervon mit der zur Fällung der Schwefelsäure berechneten Menge Chlorbaryum versetzt. Nachdem die von dem Baryumsulfat abfiltrirte Flüssigkeit in einer Silberschale mit einem Ueberschuss von reiner Kalkmilch gekocht und nach dem Filtrieren konzentriert war, wurde der Kalk mit kohlen saurem und oxalsäurem Ammon niedergeschlagen und das Filtrat von diesem Niederschlage schliesslich eingedunstet und geglüht. Um in dem mit Wasser aufgenommenen Rückstände die letzten Reste von Kalk und Magnesia zu entfernen, wurde die wässerige Lösung in der oben beschriebenen Weise nochmals mit Kalkmilch und schliesslich mit kohlen saurem und oxalsäurem Ammon behandelt. Von dem nach dem Verglühen der Ammonsalze verbleibenden Rückstände wurde, nachdem derselbe in einer bestimmten Menge Wasser gelöst war, ein aliquoter Teil eingedunstet und so die

Summe der Chloralkalien festgestellt. Die Trennung der Chloralkalien wurde mittelst Platinchlorid ausgeführt.

IX. Bestimmung des Ammoniaks. Zur Ermittlung des Ammoniakgehaltes wurde ein grösseres Quantum Wasser in der von Fresenius angegebenen Weise (Anleitung zur quantitativen chem. Analyse. 6. Aufl., S. 173) destilliert und im Destillat das Ammoniak auf kolorimetrischem Wege bestimmt.

X. Bestimmung des Gesamtrückstandes. Der nach dem Eindunsten einer gewogenen Menge Wasser verbleibende Rückstand wurde im Luftbade bei 180—190° C. bis zur Gewichtskonstanz erhitzt.

XI. Bestimmung der Gesamtkohlensäure. Mit gut schliessenden Kautschukstopfen verschliessbare 2 Literflaschen, die nach Eingabe von ca. 3 g Kalkhydrat und 1 ½ g Chlorealcium genau tariert waren, wurden an der Quelle mit Wasser gefüllt und sorgfältig verschlossen nach Braunschweig mitgenommen, dort abermals gewogen und so die Menge des angewandten Wassers ermittelt. In dem abfiltrierten Calciumniederschlage wurde die Kohlensäure durch Zersetzen mit Salzsäure und Absorption in Natronkalkröhren bestimmt.

XII. Bestimmungen der halbgebundenen und wirklich freien Kohlensäure. Die Summe beider ergibt sich, wenn man von der Gesamtkohlensäure die zu den einfachen Karbonaten gebundene abzieht. Die wirklich freie Kohlensäure ist gleich der Gewichts-differenz aus Gesamtkohlensäure und der zu den Bikarbonaten gebundenen Kohlensäure.

XIII. Bestimmung der Salpetersäure. Zur Bestimmung derselben wurden ca. 2000 g Wasser zur Trockne eingedampft und in dem mit wenig Wasser in ein Kölbchen gespülten Rückstand die Salpetersäure durch Reduktion mittelst Eisenchlorür als Stickoxyd volumetrisch bestimmt. (Anleitung zur quantitativen chem. Analyse. 6. Aufl., S. 154.)

### C. Analytische Belege.

#### a) Direkte Ergebnisse der Analyse.

##### I. Bestimmung der Schwefelsäure.

2500 g Wasser gaben

4,0613 g BaSO <sub>4</sub>	= 1,39444 SO <sub>3</sub>	0,55777 g pr. m.
4,0578 „ „	= 1,39323 „	0,55729 „ „ „

Mittel 0,55753 g pr. m.

## II. Bestimmung des Chlor- und Bromsilbers.

50,57 g Wasser gaben		
1,9138 g AgCl + AgBr	37,84457 g pr. m.	
50,54 g Wasser gaben		
1,9116 g AgCl + AgBr	37,82351 " " "	
	<hr/>	
Mittel	37,83404 g pr. m.	

## III. Bestimmung des Broms.

54450 g Wasser gaben	11,4110 g (AgCl + AgBr).
1. 3,2934 g (AgCl + AgBr) verloren beim Ueberleiten von Chlor	
0,0115 g an Gewicht = 0,048533 AgBr (0,0115 × 4,22025).	
2. 7,3552 g (AgCl + AgBr) verloren 0,0259 g an Gewicht = 0,10930 g AgBr (0,0259 × 4,22025).	
Mithin ist in 11,4110 g (AgCl + AgBr) entspr. 54450 g Wasser	
0,16816 g AgBr	0,00309 g pr. m.
0,16956 " "	0,00311 " " "
	<hr/>
Mittel	0,00310 g pr. m.
0,00310 g Bromsilber entsprechen	0,00132 g Brom.

## IV. Bestimmung des Chlorsilbers und Chlors.

Chlorsilber und Bromsilber zusammen	37,83404 g pr. m.
Ab für Bromsilber	0,00310 " " "
	<hr/>
	37,83094 g pr. m.
37,83094 g AgCl entsprechen Chlor	9,35887 g pr. m.

## V. Bestimmung der Kieselsäure.

2000 g Wasser gaben	0,0360 g Kieselsäure	0,01800 g pr. m.
2500 " " "	0,0390 " "	0,01560 " " "
		<hr/>
Mittel		0,01680 g pr. m.

## VI. Bestimmung des Eisenoxyduls.

21780 g Wasser gaben	0,0306 g Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
entspr.	0,02754 g FeO	= 0,00127 g pr. m.

## VII. Bestimmung des Kalkes.

2500 g Wasser gaben	0,5980 g CaO	0,23920 g pr. m.
1000 " " "	0,2382 " "	0,23820 " " "
		<hr/>
Mittel		0,23870 g pr. m.



## VIII. Bestimmung der Magnesia.

2870 g Wasser gaben	1,0660 g $Mg_2P_2O_7$	= 0,38414 g MgO	= 0,13383 g pr. m.
1000 " " "	0,3629 " " "	= 0,13077 " "	= 0,13077 " " "
1000 " " "	0,3652 " " "	= 0,13156 " "	= 0,13156 " " "
			<u>Mittel 0,13205 g pr. m.</u>

## IX. Bestimmung der Phosphorsäure.

21 780 g Wasser gaben	0,0043 g $AlPO_4$	= 0,0025 g $P_2O_5$	= 0,00012 g pr. m.
	0,0075 " $Mg_2P_2O_7$	= 0,00479 " "	= 0,00022 " " "
			<u>Summa 0,00034 g pr. m.</u>

## X. Bestimmung der Chloralkalien.

500 g Wasser gaben	7,78188 g Chloralkalien	15,56376 g pr. m.
500 " " "	7,78360 " " "	15,56720 " " "
		<u>Mittel 15,56548 g pr. m.</u>

## XI. Bestimmung des Kaliums.

500 g Wasser gaben	0,3419 g $K_2PtCl_6$	= 0,10504 g KCl	= 0,21008 g pr. m.
	0,21008 g Chlorkalium entspr.	0,10997 g Kalium	= 0,10997 " " "

## XII. Bestimmung des Chlornatriums und Natriums.

Chlornatrium und Chlorkalium	15,56548 g pr. m.
ab für Chlorkalium	<u>0,21008 " " "</u>
Rest Chlornatrium	15,35540 g pr. m.
entspr. Natrium	6,03716 " " "

## XIII. Bestimmung des Ammoniaks.

10,890 g Wasser gaben	0,001135 g $NH_3$	= 0,000104 g pr. m.
-----------------------	-------------------	---------------------

## XIV. Bestimmung der Salpetersäure.

2000 g Wasser gaben	0,00619 g $N_2O_5$	= 0,00309 g pr. m.
2000 " " "	0,00678 " " "	= 0,00339 " " "
		<u>Mittel 0,00324 g pr. m.</u>

## XV. Bestimmung des Gesamtückstandes.

200 g gaben	3,3120 g Rückstand	16,56000 g pr. m.
200 " " "	3,3127 " " "	16,56350 g " "
		<u>Mittel 16,56175 g pr. m.</u>

## XVI. Bestimmung der Gesamtkohlensäure.

2015 g Wasser gaben	0,4363 g CO <sub>2</sub>	=	0,21652 g pr. m.
1993 " " "	0,4461 " "	=	0,22383 " " "
			<u>0,43935 " " "</u>
			Mittel 0,22017 g pr. m.

XVII. Bestimmung des beim Kochen gelöst bleibenden Kalkes und der Magnesia<sup>1)</sup>.

1000 g Wasser liessen nach 1 stünd. Kochen	0,16132 g CaO gelöst	0,16132 g pr. m.
1000 " " " " " "	0,16550 " " "	0,16550 " " "
1000 " " " " " "	0,16341 " " "	0,16341 " " "
		<u>0,48923 " " "</u>
		Mittel 0,16341 g pr. m.

## b) Berechnung der Analyse.

## I. Calciumphosphat.

Phosphorsäure (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	=	0,00034 g pr. m.
bindend Kalk (CaO)	=	0,00040 " " "
		<u>0,00074 g pr. m. zu Tricalciumphosphat.</u>

## II. Calciumkarbonat im Niederschlag beim Kochen.

Gesamtkalk (CaO)	=	0,23870
beim Kochen gelöst bleibt	0,16341	
	<u>0,07529</u>	0,07529 g pr. m. $\frac{1}{2}$
bindend CO <sub>2</sub>	0,05916	" " "
	<u>0,13445</u>	0,13445 g pr. m. zu Calciumkarbonat.

## III. Calciumsulfat.

Gesamtkalk (CaO)	0,23870 g pr. m.
CaO geb. an P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	= 0,00040
" " " CO <sub>2</sub>	= 0,07529
	<u>0,07569</u>
	0,07569
	0,16301 g pr. m.
bindend SO <sub>3</sub>	0,23287 " " "
	<u>0,39588</u>
	0,39588 g pr. m. zu Calciumsulfat.

## IV. Bromkalium.

Brom gefunden	0,00132 g pr. m.
bindend Kalium	0,00064 " " "
	<u>0,00196</u>
	0,00196 g pr. m. zu Bromkalium.

<sup>1)</sup> Die Bestimmungen der im gekochten Wasser gelöst bleibenden Magnesia sind bei den Bestimmungen der Gesamtmagnesia mit verzeichnet, da beim Kochen des Wassers Magnesiumkarbonat nicht abgeschieden wird.

## V. Chlorkalium.

Gesamtkalium	0,10997	
davon ab für Brom	<u>0,00064</u>	
Rest Kalium	0,10933	0,10933 g pr. m.
bindend Chlor	<u>0,09952</u>	" " "
		<u>0,20885 g pr. m. zu Chlorkalium.</u>

## VI. Salpetersaures Natrium.

Salpetersäure ( $N_2O_5$ )	= 0,00324	g pr. m.
bindend $Na_2O$	= <u>0,00186</u>	" " "
		<u>0,00510 g pr. m. zu salpeters. Natrium.</u>

## VII. Schwefelsaures Natrium.

Gesamtschwefelsäure ( $SO_3$ )	= 0,55753	
gebunden an Kalk	<u>0,23287</u>	
Rest ( $SO_3$ )	0,32466	0,32466 g pr. m.
bindend $Na_2O$	<u>0,25161</u>	" " "
		<u>0,57627 g pr. m. zu Natriumsulfat.</u>

## VIII. Chlornatrium.

Gesamtnatrium		6,03716 g pr. m.
gebunden an $SO_3$	0,18668	
" " $N_2O_5$	<u>0,00138</u>	
Summa	0,18806	<u>0,18806 g pr. m.</u>
		5,84910 g pr. m.
bindend Chlor	<u>9,02796</u>	" " "
		<u>14,87706 g pr. m. zu Chlornatrium.</u>

## IX. Chlormagnesium.

0,13205 MgO entsprechen	0,07923 g Mg	0,07923 g pr. m.
	bindend Chlor	<u>0,23438</u> " " "
		<u>0,31361 g pr. m. zu Chlormagnesium.</u>

## X. Chlorammonium.

10890 g Wasser gaben	0,001135 g $NH_3$	
entsprech.	0,001202 g $NH_4$	0,00011 g pr. m.
	bindend Chlor	<u>0,00022</u> " " "
		<u>0,00033 g pr. m. zu Chlorammonium.</u>

## XI. Ferrokarbonat.

$FeO$ gefunden		0,00127 g pr. m.
	bindend $CO_2$	<u>0,00077</u> " " "
		<u>0,00204 g pr. m. zu Ferrokarbonat.</u>

## XII. Sogenannte freie Kohlensäure.

Gesamtkohlensäure		0,22017 g pr. m.
an CaO gebunden	0,05916	
„ FeO	„	0,00077
	<u>0,05993</u>	<u>0,05993 g pr. m.</u>
Rest		0,16024 g pr. m. sog. freie Kohlensäure = 81,05 ccm bei 0° u. 760 mm Druck.

## XIII. Wirklich freie Kohlensäure.

Gesamtkohlensäure		0,22017 g pr. m.
davon ab	0,05993 $\times$ 2	<u>0,11986 „ „ „</u>
		0,10031 g pr. m. wirkl. freie Kohlensäure = 50,74 ccm bei 0° u. 760 mm Druck.

**D. Vergleichung der direkt gefundenen fixen Bestandteile mit der Summe der einzelnen Bestandteile.**

Die Einzelbestimmungen ergaben:

Kieselsäure	0,01680 g pr. m.
Phosphors. Calcium	0,00074 „ „ „
Kohlens. Calcium	0,13445 „ „ „
Schwefels. Calcium	0,39588 „ „ „
Bromkalium	0,00196 „ „ „
Chlorkalium	0,20885 „ „ „
Salpeters. Natrium	0,00510 „ „ „
Schwefels. Natrium	0,57627 „ „ „
Chlornatrium	14,87706 „ „ „
Chlormagnesium	0,31361 „ „ „
Chlorammonium	0,00033 „ „ „
Kohlens. Eisenoxydul	<u>0,00204 „ „ „</u>

in Summa 16,53309 g pr. m.

Der bei 180—190°

getrocknete Rückstand betrug 16,56175 g pr. m.

**E. Summe der flüchtigen Bestandteile.**

Sogenannte freie Kohlensäure	0,16024 g pr. m.
= 81,05 ccm (bei 0° und 760 mm Druck).	
Wirklich freie Kohlensäure	0,10031 „ „ „
= 50,74 ccm (bei 0° und 760 mm Druck).	

---