$\frac{1}{8}$ Normal- Phosphat	$\frac{1}{4}$ Normal- Alkali dazu	$\frac{1}{4}$ Normal-Salz- säure zurück	$\frac{1}{4}$ Normal-Al- kali verbraucht	$\frac{1}{4}$ Normal-Al- kali berechnet
36,0 CC.	20 CC.	2,1 CC.	17,9 CC.	18,0 CC.
30,0 «	20 «	5,1 «	14,9 «	15,0 «
34,0 «	19 «	2,1 «	16,9 «	17,0 «
30,0 «	20 «	4,05 «	14,95 «	15,0 «
30,0 «	20 «	5,1 «	14,9 «	15,0 «
40,0 «	30 «	10,15 «	19,85 «	20,0 «
30,0 «	22 «	7,05 «	14,95 «	15,0 «

Maassanalytische Bestimmung der Magnesia in Brunnenwassern.

Von

Ludwig Legler,

Assistent an der Chemischen Centralstelle für öffentliche Gesundheitspflege in Dresden.

Folgende Bestimmungsmethode der Magnesia gründet sich auf die Fällbarkeit ihrer löslichen Salze durch Kali- oder Natronlauge als Hydrat, sowie zumal auf die vollkommene Unlöslichkeit letzterer Verbindung in neutralen oxalsauren Alkalien bei gleichzeitiger Ausscheidung des vorhandenen Kalkes als oxalsaurer Kalk, und auf die leichte Bestimmbarkeit der zur Fällung dieses Hydrats verwendeten Kali- oder Natronlauge auf maassanalytischem Wege.

Zur Ausführung der Methode sind erforderlich: Eine Normal-schwefelsäure und Normalnatronlauge (etwa $\frac{1}{10}$ Normallösung), — eine verdünnte Lösung von neutralem oxalsaurem Kali (Natron), etwa $\frac{1}{2}$ -procentig, und als Indicator 1 Tropfen Rosolsäurelösung.

Die Bestimmung selbst gelingt aus einem weiter unten noch zu erörternden Grunde nur in vollkommen von kohlensauren Salzen befreitem Wasser; es lässt sich daher zweckmässig in einer Arbeit in demselben Antheil Wasser die Menge des vorhandenen doppeltkohlensauren Kalkes und der Magnesia feststellen und zwar in folgender Weise:

Man kocht ein bestimmtes Volumen Wasser (etwa 100 CC.) kurze Zeit zur Entfernung der freien und halbgebundenen Kohlensäure, versetzt dasselbe mit titrirter Schwefelsäure im Ueberschuss und, nach kurzem Stehenlassen, mit überschüssiger titrirter Natronlauge, fügt wiederum Schwefelsäure hinzu bis zur Entfärbung und kocht; die Flüssigkeit wird sich bald wieder roth färben, da sich das gebildete doppeltkohlensaure

Natron nur schwierig zersetzen lässt. Durch ein mehrmaliges wechselseitiges tropfenweises Hinzufügen der Schwefelsäure und Kochen der Flüssigkeit gelangt man endlich zu einem Punkte, bei welchem sich letztere nicht wieder roth kocht. Es lässt sich dieser mit grosser Genauigkeit feststellen. Die verbrauchten CC. Schwefelsäure berechnet man auf Kohlensäure oder Kalk.

Es ist hierbei ein Kochen des Wassers mit freier Säure zu vermeiden, weil im entgegengesetzten Falle ein Mehr der Säure verbraucht wird, was jedenfalls in der Zersetzung der im Wasser enthaltenen Chloralkalien und in der Verflüchtigung der in Folge dessen auftretenden freien Salzsäure seinen Grund hat.

Zu dem in angegebener Weise von kohlensauren Salzen befreiten neutralen Wasser setzt man einen Ueberschuss von neutralem oxalsaurem Alkali und fügt nach vollkommener Ausfällung des Kalkes eine bestimmte Menge Normal-Natron hinzu, kocht, verdünnt auf ein bestimmtes Volumen (etwa 150 CC.) filtrirt womöglich heiss durch ein trocknes, faltiges Filter in ein trocknes Gefäss, nimmt vom Filtrat einen bestimmten Antheil (etwa 100 CC.) und titirt mit Normal-Schwefelsäure in der schon vorher angegebenen Weise zurück, indem auch hier ein Theil des Natrons während der Arbeit in kohlensaures Natron übergegangen ist. Die verbrauchten CC. Natronlauge verrechnet man für Magnesia.

Eine Beseitigung der kohlensauren Salze ist nothwendig, weil der im Wasser gelöste doppeltkohlensaure Kalk mit dem oxalsauren Alkali sich in oxalsauren Kalk und kohlensaures Alkali umwandeln würde, welches letztere dann von der Schwefelsäure beim Zurücktitriren mit zersetzt würde und in Folge dessen die Bestimmung der Magnesia unrichtig ausfallen müsste. —

Bei Gegenwart einer grösseren Menge von Eisen wird das gebildete Eisenoxydhydrat vor der Magnesiabestimmung abfiltrirt und bezüglich der Bestimmung des doppeltkohlensauren Kalkes eine Correction angebracht. Ebenso leicht liesse sich die Magnesia ermitteln, die etwa in Form von kohlensaurer Magnesia vorhanden ist.

Zur praktischen Erläuterung des Verfahrens, welches gestattet, noch einen Gehalt von 0,002 Grm. Magnesia in 1 Liter Wasser neben beliebigen Mengen von Kalk und Alkalien mit fast völliger Sicherheit zu bestimmen, folgen hier drei Beispiele der vorerwähnten Bestimmungsweise.

I. Bestimmung des kohlensauren Kalkes und der Magnesia im Wasser des botanischen Gartens in Dresden.

100 CC. des angeführten Wassers wurden nach kurzem Kochen denselben mit 4 CC. Normal-Schwefelsäure (1 CC. = 0,00416 Grm. $\text{S}\Theta_3$) versetzt, nach einiger Zeit 3 CC. Natronlauge (1 CC. = 0,004264 NaH Θ = 0,002132 Mg Θ und 100 CC. NaH Θ = 104 CC. $\text{S}\Theta_3$) zugegeben und nach erfolgter weiteren Hinzufügung von Schwefelsäure und abwechselndem Kochen des Wassers noch ferner 3,1 CC. Schwefelsäure verbraucht. In Summa also 7,1 CC. Schwefelsäure, hiervon die 3 CC. Natronlauge = 3,12 CC. Schwefelsäure in Abzug gebracht, verblieben 3,98 CC. Schwefelsäure, die zur Zersetzung des kohlensauren Kalkes erforderlich gewesen und für letzteren berechnet den Werth von 0,02039 Grm. für 100 CC. oder 0,2039 Grm. für 1 Liter Wasser ergaben.

Zu der neutralen Flüssigkeit wurden jetzt circa 30—40 CC. der Lösung von oxalsaurem Kali und nach Ausfällung des Kalkes noch 20 CC. Natronlauge zugegeben, gekocht, auf 150 CC. verdünnt, filtrirt und 100 CC. des Filtrats zurücktitrirt mit 12,45 CC. Schwefelsäure; diese für 150 CC. und auf den Titre der Natronlauge berechnet ergaben 17,95 CC.

$\left(12,45 \cdot \frac{150}{100} \cdot \frac{100}{104}\right)$ Natronlauge, es verblieben mithin nach Abzug von den 20 CC. Natronlauge 2,05 CC., die für die Ausfällung der Magnesia verbraucht wurden; d. i. $0,002132 \cdot 2,05 = 0,00437$ Grm. Mg Θ , oder für 1 Liter berechnet = 0,0437 Grm. Magnesia [0,0420 Grm. Mg Θ auf gewichtsanalytischem Wege bestimmt.]

II. Einer Lösung von schwefelsaurer Magnesia (Gehalt 2 Grm. Mg Θ pro Liter) wurde entnommen 1 CC. = 0,002 Grm. Mg Θ , ferner eine unbestimmte Menge Gypslösung, ein Ueberschuss an oxalsaurem Kali und 5 CC. Natronlauge zugegeben. 100 CC. der vorher auf 150 CC. verdünnt gewesenen Flüssigkeit wurden zurücktitrirt mit 2,90 CC. Schwefelsäure d. i. für 150 CC. berechnet 4,15 CC. $\left(2,90 \cdot \frac{150}{100} \cdot \frac{100}{104}\right)$ Natronlauge, mithin verbraucht $5 - 4,15 = 0,85$ CC. Natronlauge oder $0,002132 \cdot 0,85 = 0,0018$ Mg Θ .

III. Endlich wurden verwendet 0,13 CC. = 0,00026 Grm. Mg Θ der vorigen Magnesialösung, zugegeben 1 CC. Natronlauge und unter Einhaltung derselben Verhältnisse wie im vorigen Beispiele zurücktitrirt mit 0,60 CC. Schwefelsäure, d. i. $0,60 \cdot \frac{150}{100} \cdot \frac{100}{104} = 0,86$ Natronlauge. Verbraucht $1,0 - 0,86 = 0,14$ Natron entspricht $0,002312 \cdot 0,14 = 0,0003$ Mg Θ .