

ARCHIV DER PHARMACIE.

CXXVIII. Bandes zweites Heft.

Erste Abtheilung.

I. Physik, Chemie und praktische Pharmacie.

Ueber den Arsengehalt des Eisenochers aus der erbohrten Mineralquelle zu Rehme;

von

H. Wackenroder.

Die warme Salzquelle zu Rehme bei Minden, welche aus einem 2300 Fuss tiefen Bohrloche hervortritt, ist in neuerer Zeit zu grossem Ansehen gelangt. Daher erklärt sich leicht der Wunsch, über die Bestandtheile dieser Heilquelle eine möglichst vollständige Kenntniss zu erlangen.

So wurde denn auch an mich das Ansuchen gestellt, den Eisenocher zu untersuchen, der sich einige hundert Schritte weit von dem Bohrloch aus dem abfliessenden Wasser, nachdem dasselbe durch das Badehaus hindurchgegangen ist, allmählig absetzt.

Der Brunnenarzt, Herr Dr. Alfter zu Rehme, hatte zu dem Ende eine ziemliche Quantität des ocherigen Schlammes einsammeln und noch feucht in ein irdenes Gefäss einschliessen lassen, das, obwohl mit guter Bleiglasur versehen, doch vielleicht besser mit einem Gefässe von Porcellan oder Glas wäre zu vertauschen gewesen. Das wohl verpackte Gefäss wurde mir durch meinen Collegen, Hrn. Oberappellationsgerichtsrath und Professor Dr. Danz, im Spätsommer des vorigen Jahres übergeben, konnte aber erst zu Anfang dieses Jahres entleert werden, als sich Zeit zur Untersuchung des Ochers darbot.

Der Ocher zeigte sich beim Oeffnen des Gefässes noch feucht und ziemlich stark salzhaltig. Derselbe wurde zuvörderst vollständig mit Wasser ausgelaugt, dann getrocknet und von der nicht grossen Menge beigemengter Holzsplitter so viel als thunlich mechanisch befreiet. Nach völligem Austrocknen bei 100° C. zeigte derselbe eine sehr lockere Beschaffenheit und eine schön ochergelbe Farbe.

Von Salzsäure und auch von destillirter Schwefelsäure, die mit einem gleichen Volum Wasser verdünnt worden, wurde der Ocher bis auf einen sandigen Rest aufgelöst, der nach dem Glühen, wobei die geringe Menge organischer Theile zerstört wurde, von 9.328 Grm. ausgetrocknetem Ocher 0,779 Grm. oder 8,35 Proc. betrug.

Eine nähere Untersuchung weder dieses Rückstandes, noch der Auflösungen auf andere Bestandtheile, als auf die aus sauren Lösungen durch Schwefelwasserstoff fallbaren Metalle lag nicht in dem augenblicklichen Interesse und unterblieb daher.

Um bei der Auflösung des Ochers in Salzsäure kein Chlorarsen zu verflüchtigen, wurde die Salzsäure nur von mässiger Concentration und bei gelinder Digestionswärme angewendet. Die Schwefelsäure dagegen konnte unbedenklich stärker erhitzt werden, bis der Rückstand seines Eisengehaltes völlig beraubt war.

Die ziemlich stark verdünnten sauren Lösungen wurden so lange mit schwefligsaurem Gas behandelt, bis das Eisenchlorid vollständig zu Chlorür, das schwefelsaure Eisenoxyd völlig zu Oxydulsalz reducirt worden war. Nachdem die überschüssige schweflige Säure durch Erhitzen verjagt worden, wurde alsbald ein Strom von Schwefelwasserstoffgas durch die Flüssigkeiten hindurchgeleitet, die Flüssigkeiten aber eine nur kurze Zeit im bedeckten Cylinder der Ruhe überlassen und dann abfiltrirt. Eine erneuerte Behandlung der Filtrate mit Schwefelwasserstoff zeigte, dass dieselben durchaus keinen Niederschlag mehr bildeten.

Die verhältnissmässig starken Niederschläge wurden zuerst mit Schwefelwasserstoffwasser und dann mit reinem

Wasser schnell abgewaschen und noch feucht im Trichter mit einer wässerigen Lösung von kohlsaurem Ammoniak übergossen. Sie lösten sich darin fast vollständig auf. Die ausgewaschenen Filtra zeigten nur einen so geringen schwarzen Anflug, dass eine quantitative Bestimmung desselben nicht lohnend erschien. Durch Verbrennen des Papiers und Glühen der Asche mit Soda unter Zusatz von ein wenig Salpeter und durch Schlämmen des Geglühten konnten jedoch grauweiße, weiche Metallflittern in geringer Menge abgeschieden werden. Da auf der Kohle auch ein geringer gelber Beschlag zu bemerken war, so konnte das in kohlsaurem Ammoniak unlösliche Schwefelmetall nur für Bleisulfid, aber nicht für Zinnsulfür angesehen werden. Ob nun diese geringe Spur von Blei möglicherweise nicht auch aus der Bleiglasur des Aufbewahrungsgefäßes ihren Ursprung genommen hatte, muss dahin gestellt bleiben.

Die ammoniakalische Lösung des Schwefelarsens wurde alsbald mit Salzsäure schwach angesäuert und sogleich noch mit etwas Schwefelwasserstoff versetzt, um kein Schwefelarsen unausgefällt zu lassen. Der rein gelbe Niederschlag von Schwefelarsen, auf dem Filtrum mit Schwefelwasserstoffwasser thunlichst schnell ausgewaschen und dann sogleich, zuletzt bei einer Temperatur von 100° C. getrocknet, durfte nun als Dreifach-Schwefelarsen = As_2S_3 angesehen und als solches zur Berechnung benutzt werden.

Von den angestellten Versuchen will ich drei hervorheben, die unter meinen Augen von den Herren Ruff, F. Overbeck und G. Graefe ausgeführt worden und als gelungen zu betrachten sind. Zu dem Versuch I. dienten 40,0 Grm. Ocher, in Schwefelsäure aufgelöst; zu den Versuchen II. und III. je 9,328 Grm. und 10,0 Grm. Ocher, der in Salzsäure aufgelöst wurde. Es wurden ausser Spuren von Schwefelblei erhalten:

I.	II.	III.	Im Mittel
Dreifach - Schwefelarsen	1,035	— 1,211	— 1,220 — 1,1553 Proc.

Da das Arsen in den ocherigen Absätzen der Mineralwässer am wahrscheinlichsten als arsenige Säure vor-

handen ist, so berechnen sich darnach folgende Procente der arsenigen Säure in dem bei 100° C. ausgetrockneten Eisenoher von Rehme:

I. II. III. Im Mittel
 Arsenige Säure 0,8332 — 0,9749 — 0,9816 — 0,9301 Proc.

Es können solche quantitative Bestimmungen dann ein grösseres Interesse gewinnen, wenn sie mit anderen ähnlichen verglichen werden. Nun ist auch schon in mehreren eisenhaltigen Absätzen aus Mineralwässern das Arsen quantitativ bestimmt worden, wenngleich nach verschiedenen analytischen Methoden, so dass diesen ein Theil der Abweichungen wohl dürfte beigemessen werden. Um die Vergleichung anstellen zu können, habe ich da, wo es nöthig war, die Reduction auf arsenige Säure vorgenommen.

Vorkommen des Eisenoehers.	Nähere Bestimmung.	Arsenige Säure in Procenten des Eisenoehers.	Literarische Nachweisungen.
Wiesbaden ..	Aus dem Bade- hause z. Adler	3,03	Will, in <i>Annal. der Chem. u. Pharm.</i> B. 61 p. 192.; — <i>dies Arch.</i> B. 52. p. 271.
	Aus dem Hause des Hrn. Apo- thekers Lade..	2,61	
	Aus dem Koch- brunnen.....	3,88	
Alexisbad ...	Aus der Bade- quelle.....	0,9215	Bley u. Diesel, in <i>dies. Arch.</i> B. 52. p. 268.
	Aus der Trink- quelle.....	0,1125	
Alexisbad ...	Aus der Bade- quelle.....	1,2998	Rammelsberg, in <i>Poggendorff's Annalen</i> B. 72. p. 571; — <i>dies</i> <i>Arch.</i> B. 54. p. 170.
	Aus der Trink- quelle.....	0,0330	
Liebenstein..	Aus dem eisen- halt. Sauerling.	0,6128	Ludwig, in <i>diesem</i> <i>Arch.</i> B. 51. p. 145.
Driburg.....	Desgleichen...	0,0629	
Rehme.....	Aus der erhohr- ten Badequelle.	0,9301	Wackenroder.
Carlsbad....	Eisenschüssiger dunkel gefärb- ter Sprudelstein	3,72	Blum und Leddin, in <i>Annal. der Chem. u.</i> <i>Pharm.</i> B. 73.; — <i>dies.</i> <i>Arch.</i> B. 65. p. 178.

