

schriebenen Weise geschmolzen und in Barrenform gegossen.

Das Chlorationsverfahren ermöglicht ein Ausbringen von 95–98% und liefert ein sehr reines Gold vom Feingehalt 900–950. Wenn trotz dieser großen Vorzüge das Verfahren keine dauernde und allgemeine Aufnahme am Witwatersrand gefunden hat, so ist dies in erster Linie den hohen Anlage- und Betriebskosten zuzuschreiben, welche hauptsächlich durch das Rösten der Kiese bedingt werden, und die am Rand insgesamt 65–80 M pro Tonne Konzentrate betragen. Ein Chlorationswerk mit den dafür unerläßlichen Röstöfen kann auch nur schwer mit dem Betriebe einer südafrikanischen Goldmine kombiniert werden, was am deutlichsten aus der Tatsache hervorgeht, daß bis zum Jahre 1895 nur ein solches Werk am Witwatersrand existierte, und zwar in Verbindung mit der Robinsonmine; erst später (1896) wurde auch von der durch die Initiative eines deutschen Chemikers gegründeten Transvaal Chemical Co. der Chlorationsbetrieb aufgenommen. Die Goldminen ..... nun darauf angewiesen, ihre Konzentrate einem dieser beiden Werke zu verkaufen. Die hohen Kosten und die vielen mit einem solchen Modus verbundenen Umständlichkeiten veranlaßten aber die meisten Minen, sich zunächst mit dem durch Amalgamation gewonnenen Golde zu begnügen, die aus der Pochtrübe resultierenden Sande und Schlämme aufzustapeln und ihre Entgoldung einer späteren Zeit zu überlassen.

(Schluß folgt.)

## Zur Phosphorsäurebestimmung.

Von Dr. F. RASCHIG-Ludwigshafen.

(Eingeg. d. 5. 5. 1905.)

In Heft 17 S. 655 dieser Zeitschrift polemisiert Dr. O. I. Hlavnicka gegen das von mir S. 374 dieses Jahrgangs empfohlene Verfahren, Phosphorsäure in Gestalt ihres Ammonium-Magnesiumsalzes nach Auswaschen desselben mit Wasser durch  $\frac{1}{10}$ -n. Salzsäure unter Anwendung von Methylorange als Indikator zu titrieren.

Er betont zunächst, daß Hundeshagen schon im Jahre 1894 (nicht wie irrtümlich angegeben 1897), also lange vor Hebebrand, diese Titrationsmethode empfohlen habe, und noch früher sei sie von Stolba bekannt gemacht worden. Das mag alles richtig sein; aber ich habe auch gar nicht beweisen wollen, daß man den Niederschlag so titrieren kann, sondern ich wollte zeigen, daß man ihn ohne merklichen Fehler mit reinem Wasser auswaschen kann. Das Titrieren des Niederschlags ergibt sich dann von selbst.

Nun empfiehlt Hlavnicka erneut, den Ammonium-Magnesiumniederschlag erst mit Ammoniakwasser, sodann, um dieses zu verdrängen, mit Alkohol auszuwaschen, darauf mit kaltem Wasser in eine Schale zu spritzen, um ihn schließlich zur Titration zu bringen. Ich will niemand die Liebe zu den analytischen Methoden, an welche er sich einmal gewöhnt hat, rauben; aber ich kann doch nicht zugeben, daß mein Vorschlag, nur mit 10 und dann noch einmal mit 5 ccm reinem Wasser

auszuwaschen, bloß „anscheinend einfacher“ sei. Er ist eben tatsächlich einfacher; denn eine Waschflüssigkeit, die stets zur Hand ist, wie reines Wasser, ist nun einmal einfacher wie z w e i, die man sich erst bereit stellen muß, nämlich verdünntes Ammoniak und Alkohol.

Das Einlegen eines doppelten horizontalen Saugfilters mit angedrücktem Randwulst macht gar keine Schwierigkeiten und vollzieht sich in der Regel schneller und sicherer, als das Andrücken der üblichen konischen Filter.

Einen Hauptvorteil aber erblicke ich noch darin, daß man diese Filter direkt packen und in das Titriergefäß werfen kann, so daß nur die geringen Reste des Niederschlags, welche an der Trichterwandung haften, mit Wasser abzuspülen sind. Denn auf diese Weise kommt man mit sehr kleinen Wassermengen aus; und das ist gerade, wenn man mit Methylorange als Indikator arbeitet, von Wichtigkeit. Hlavnicka kommt dadurch, daß er den Niederschlag vom Filter abspritzt, auf 200 ccm Flüssigkeit; ich erhalte höchstens den zehnten Teil davon. Je konzentrierter man aber titriert, desto schneller löst sich der Niederschlag in der  $\frac{1}{10}$ -n. Säure auf, und desto deutlicher wird der Farbumschlag des Indikators.

Schließlich soll der Farbumschlag bei  $\frac{3}{10}$ -n. Natronlauge deutlicher ausfallen, als bei den  $\frac{1}{10}$ -n. Lösungen, welche ich in Anwendung brachte. Das ist selbstverständlich vollkommen richtig; aber wenn man nicht etwa mehr Substanz in Arbeit nimmt, wird die Methode damit doch nicht genauer. Denn ich kann mich bei 45 ccm  $\frac{1}{10}$ -n. Salzsäure um einen ganzen Tropfen = 0,05 ccm irren und bekomme doch richtigere Werte, als wenn ich nur 15 ccm  $\frac{3}{10}$ -n. Salzsäure verwende, und der Fehler nur einen halben Tropfen beträgt. Etwas anderes ist es, wenn man die dreifache Substanzmenge der Analyse unterzieht und so auf einen Verbrauch von 45 ccm  $\frac{3}{10}$ -n. HCl kommt; oder wenn man gar die fünffache Menge nimmt und mit  $\frac{1}{5}$ -n. HCl arbeitet. Auf diese Weise wird die Methode natürlich genauer; denn wenn man auch fünfmal so schwere Niederschläge erhält, so gebraucht man doch dafür nicht das fünffache an Waschwasser, sondern reicht vielleicht schon mit dem Doppelten der von mir empfohlenen Menge, also mit 20 und 10 ccm aus. Wenn ich von einer derartigen Verschärfung meiner Methode nicht gesprochen habe, so lag das daran, daß ich sie für ganz selbstverständlich hielt. Mir genügte, die Richtigkeit meines Vorschlags nachzuweisen für den ungünstigsten Fall, wo man leichte Niederschläge mit einer sehr schwachen Säure titriert; daß größere Niederschlagsmengen und stärkere Säurekonzentrationen die Genauigkeit nur erhöhen können, sagt sich jeder Chemiker schon selbst.

Ich will aber zum Schluß noch eine andere Verschärfung der Titration mit Methylorange erwähnen, welche mir bisher unbekannt war, und deren Mitteilung ich Herrn Dir. Schuchtvienburg, verdanke: bedient man sich zur Titration eines hellblauen Glases, so kann man den Farbumschlag leichter erkennen, indem im Augenblick, wo saure Reaktion erreicht ist, die Flüssigkeit durch das Glas plötzlich grün erscheint.