

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1896. Heft 5.

Verfahren zur Anwendung der Citratmethode bei Bestimmung der citratlöslichen Phosphorsäure in Thomasmehlen nach Wagner.

Von

F. Mach und M. Passon.

Zur Vermeidung der zeitraubenden Molybdänmethode bei Bestimmung der citratlöslichen Phosphorsäure in Thomasmehlen schlagen wir folgendes Verfahren vor, das die Anwendung der Citratmethode und dadurch eine erhebliche Beschleunigung der Analyse ermöglicht.

Von der mit Wagner'scher Lösung erhaltenen Phosphorsäurelösung werden 100 cc in einem Kolben von etwa 500 cc Inhalt und mit möglichst langem Halse über Pilzbrenner oder auf mit Asbest ausgelegter Eisenschale mit 10 cc conc. Schwefelsäure, 15 cc conc. Salpetersäure¹⁾ und einem Tropfen Quecksilber von der für Stickstoffbestimmungen nach Kjeldahl benutzten Grösse eingekocht und bis zur Farblosigkeit im Kochen erhalten. Nach dem Erkalten werden zur Fällung des Quecksilbers 20 cc einer 10 proc. Kochsalzlösung hinzugegeben, der Inhalt des Kolbens in ein 200 cc-Kölbchen gespült, zur Marke aufgefüllt, und 100 cc des Filtrats mit 100 cc der gebräuchlichen Ammoncitratlösung und 25 cc Magnesiamischung versetzt. Vor dem Zusatz der Magnesiamischung muss die Lösung vollständig abgekühlt werden. Im Übrigen wird genau wie bei der üblichen Citratmethode verfahren.

Wir geben im Folgenden eine Zusammenstellung der bisher von uns erhaltenen Vergleichsanalysen.

Die Tabelle zeigt, dass die grösste Differenz 2 mg nicht übersteigt, Differenzen, die sich bei den mannigfachen Manipulationen bei beiden Methoden auch von dem geübtesten Analytiker schwer vermeiden lassen.

Wir halten demnach vorstehende Methode für durchaus geeignet, die jetzt hierfür vorgeschriebene Molybdänmethode zu ersetzen, denn sie gestattet bei grosser Genauigkeit

ein schnelleres, bequemerer und vor Allem nicht die ganze Zeit des Analytikers in Anspruch nehmendes Arbeiten. Eine Beimengung von Kieselsäure zu dem Niederschlag der phosphorsauren Ammoniak-Magnesia wie sie bei sehr kieselsäurereichen Schlacken zuweilen vorkommt, ist bei diesem Verfahren gänzlich ausgeschlossen.

Thomas-mehl No.	Mg ₂ P ₂ O ₇	
	erhalten nach Molybdänmethode g	erhalten nach Citratmethode g
1	0,1259	0,1241
2	0,1228	0,1214
3	0,1315	0,1335
4	0,1254	0,1242
5	0,1222	0,1217
6	0,1280	0,1280
7	0,1220	0,1210
8	0,1255	0,1250
9	0,1086	0,1080
10	0,1278	0,1275
11	0,1102	0,1086
12	0,1193	0,1181
13	0,1200	0,1194
14	0,1200	0,1182
15	0,1242	0,1242
16	0,1202	0,1204
17	0,1312	0,1300
18	0,1122	0,1144
19	0,0458	0,0440
20	0,0660	0,0660
21	0,1030	0,1026
22	0,1080	0,1075
23	0,1009	0,1006
24	0,1152	0,1138
25	0,0440	0,0432
26	0,1048	0,1065
27	0,1030	0,1019
28	0,1060	0,1048

Eine Vereinfachung der Methode wäre das directe Einkochen der 100 cc Phosphorsäurelösung im 200 cc-Kölbchen, doch erwiesen sich die uns zur Verfügung stehenden Kolben als nicht widerstandsfähig genug, und ferner war ein Herausspritzen der Flüssigkeit bei der gewöhnlichen Form der Kölbchen nicht zu vermeiden.

Wir behalten uns hierüber weitere Versuche vor.

¹⁾ Diese hat vor Allem den Zweck, ein ruhiges Kochen zu erreichen.