

getragen. Es entstand kein Niederschlag. Nach vierstündigem Stehen war eine geringe weiße Trübung entstanden.

Es wurden 4,6 ccm $\frac{1}{10}$ -n. NaOH statt 19,22 ccm verbraucht.

Wie oben gesagt, entsprachen 100 ccm der $\frac{1}{10}$ -n. NaOH-Lösung genau 100,38 ccm $\frac{1}{10}$ -n. HCl.

Zur Nachprüfung der Genauigkeit der Reaktion zwischen Thiosulfat und Quecksilberchlorid wurden nachfolgende Versuche mit abgewogenen Mengen von chemisch reinem Natriumthiosulfat (M e r c k) gemacht.

Das abgewogene Thiosulfat wurde in Wasser gelöst, die Lösung in 40 ccm Quecksilberchloridlösung übergossen, dann etwa 20 Min. gekocht, abgekühlt, mit 30 ccm 4-n. Chlorammonium versetzt und die entstandene Säure mit $\frac{1}{10}$ -n. NaOH (F. 1,0038) unter Benutzung von Methylorange als Indicator titriert.

0,4550 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ verbrauchten 36,55 ccm NaOH-Lösung.

Entsprechend: 0,12448 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ p. 10 ccm.
Faktor demnach 1,0027.

0,4552 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ verbrauchten 36,55 ccm NaOH-Lösung.

Entsprechend: 0,12454 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ p. 10 ccm.
Faktor demnach 1,0032.

0,4552 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ verbrauchten 36,55 ccm NaOH-Lösung.

Entsprechend: 0,12454 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ p. 10 ccm.
Faktor demnach 1,0032.

Faktor im Mittel demnach 1,0030.
statt 1,0038.

Die mitgeteilten Resultate beweisen, daß die Titerstellung von Ätznatronlösung sehr genau ist.

Falls man kalt arbeitet, dauert die Titerstellung einschließlich des Abwägens etwa nur 10 Min.

Diese Methode verdient daher vor allen bisher üblichen Methoden zur Titerstellung von Ätzalkali, sowohl was Genauigkeit, wie was Schnelligkeit anbelangt, den Vorzug. Nach meiner Erfahrung ist das M e r c k s che Natriumthiosulfat, chemisch rein, durchaus zuverlässig.

Ich habe z. B. krystallisiertes Natriumthiosulfat in Gebrauch, welches vor etwa Jahresfrist bezogen wurde. Dasselbe wird in einer mit Korkstopfen verschlossenen Flasche aufbewahrt und hat sich bis jetzt als titerbeständig erwiesen. Dies stimmt auch mit meinen früheren Erfahrungen mit dem M e r c k s chen chemisch reinen Natriumthiosulfat überein. Ich kann daher, meiner Erfahrung nach, die mitgeteilte Methode zur Urprüfung bei der Alkalimetrie durchaus empfehlen.

Vorteilhaft ist es, daß bei dieser Methode die Jodometrie und Alkalimetrie auf eine Urssubstanz bezogen werden, welche leicht rein zu erhalten ist. Die Genauigkeit und Einfachheit der Titerstellung mit resublimiertem Jod ist zur Genüge bekannt, die vorliegende neue Methode gestattet es demnach, die Urprüfung der Alkalimetrie indirekt durch Jod vorzunehmen. — Als weitere Belege werden noch einige von Herrn R o l a n d C a l b e r l a in meinem Laboratorium ausgeführte Versuche zur Urprüfung von $\frac{1}{10}$ -n. Jodlösung (15 u. 16) und von $\frac{1}{10}$ -n. Natronlauge (17 u. 18) mitgeteilt:

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ange- wendet g	$\frac{1}{10}$ -n. NaOH berechnet ccm	$\frac{1}{10}$ -n. Jod berechnet ccm	ver- braucht ccm	Fehler %
15	0,517	—	20,8	20,7
16	0,5148	—	20,7	+0,0
17	0,5012	40,4	—	-0,1
18	0,4642	37,4	—	-0,1

Auch diese Versuche ergeben die Genauigkeit der Methode. [A. 78.]

Bestimmung von Chrom in Chromeisenstein.

Von Dr. OTTO NYDEGGER.

(Eingeg. d. 8.5. 1911.)

Zur Bestimmung von Chrom in Chromeisenstein sind eine Anzahl Methoden vorgeschlagen worden, die aber nur bei sehr sorgfältigem Arbeiten eines geübten Chemikers zuverlässige Resultate geben. Im Interesse des Handels und der Industrie würde es liegen, daß die Laboratorien, die solche Analysen auszuführen haben, sich auf eine Methode einigen, denn nur so wird es möglich sein, die jetzt vor kommenden, oft nicht unerheblichen Analysendifferenzen aus der Welt zu schaffen. Zu diesem Zwecke veröffentliche ich mit Einwilligung der Chemicischen Fabrik R. Wedekind & Co. m. b. H. in Uerdingen-Niederrhein eine von mir in deren Laboratorium ausgearbeitete Methode, die sich seit vielen Jahren dort bestens bewährt hat, und allen anderen, mir bekannten Methoden zur Wertbestimmung des Chromeisensteins an Einfachheit überlegen, an Genauigkeit mindestens gleichwertig ist. —

Der Aufschluß geschieht mit Boraxfluß, wie schon von Fieb e r (Chem.-Ztg. 1900, 333) und D i t t m a r (Chem. News 82, 97) vorgeschlagen wurde. —

Um Verluste, hervorgerufen durch CO_2 -Entwicklung bei der Schmelze, zu vermeiden, stellt man den Boraxfluß vorrätig her durch Zusammenschmelzen von 2 Gewichtsteilen wasserfreier Soda mit 1 Gewichtsteil Boraxglas auf dem Gebläse bis zum ruhigen Fluß. Die zerkleinerte Schmelze ist äußerst hygroskopisch, sie muß daher gut verschlossen aufbewahrt werden. Sie greift Platintiegel gar nicht an.

0,5 g des pulverisierten Erzes (weit gehendes Pulverisieren und Beuteln ist nicht erforderlich, wegen der damit verbundenen Fehler sogar nicht erwünscht) werden in einem Platintiegel mit 5 g des Boraxflusses bei nicht dicht aufliegendem Deckel auf einer starken Bunsenflamme gegläut, bis beim Neigen des Tiegels am Boden keine Körnchen mehr wahrgenommen werden. Öfteres Schwenken des Tiegels befördert den Aufschluß, der nach 1—2 Stdn. vollständig ist. Der erkaltete Tiegel wird in einem Becherglas mit 300—400 ccm Wasser + 4 ccm reiner konz. Schwefelsäure digeriert, bis die Schmelze gelöst ist, und dann aus der Flüssigkeit herausgenommen. Da bei jedem Aufschluß ein kleiner Teil des Chroms als Cr_2O_3 in der Schmelze

enthalten ist, wird die Lösung durch Kochen mit 0,2 g Kaliumpersulfat vollständig oxydiert. Zur Zerstörung des überschüssigen Persulfats wird das Kochen 30—40 Min. fortgesetzt. Das im Chromeisenstein fast stets vorhandene Mangan wird durch das Persulfat als MnO_2 ausgeschieden und nach dem Kochen abfiltriert. Das Filtrat enthält alles Chrom als Chromsäure, die am einfachsten durch Titration mit Ferrosalzlösung bestimmt wird. Es ist frei von Verbindungen, welche diese Titration beeinflussen. Die Titrierflüssigkeit wird hergestellt durch Auflösen von 50—100 g Mohrschem Salz in Wasser unter Zusatz von 10—20 g konz. Schwefelsäure auf 1 l. Nachdem aus der Bürette dem in einem Becherglas befindlichen, auf 300—500 ccm gebrachten Filtrat so viel dieser Lösung zugesetzt wurde, daß die Farbe fast rein hellblau erscheint, prüft man durch Tüpfeln auf eine ca. 1%ige Ferricyankaliumlösung auf der Porzellansplatté und führt die Titration unter jeweiligem Zusatz von 1—3 Tropfen der Ferrosalzlösung zu Ende, d. h., bis beim Tüpfeln eine deutliche Blaufärbung auftritt. Diese Arbeitsweise ist der Anwendung eines Überschusses von Ferrosalzlösung und Zurücktitieren mit Jod- oder anderen Lösungen entschieden vorzuziehen. Die am gleichen Tage vorzunehmende Titerstellung der Ferrosalzlösung geschieht durch Titration von 0,5 g chem. reinem Kaliumbichromat in ungefähr gleicher Verdünnung und mit Zusatz von 1 ccm konz. Schwefelsäure. —

Boraxfluß und Schwefelsäure wirken meist auch etwas auf die Ferrosalzlösung. Dieser Einfluß wird für diese Materialien ein für alle mal festgestellt durch einen blinden Versuch, der sonst in gleicher Weise durchgeführt wird; der gefundene Betrag wird dann jedesmal vom Titrationsresultat in Abzug gebracht. —

Ist T die Anzahl Kubikzentimeter, verbraucht für 0,5 g $K_2Cr_2O_7$, F die Anzahl Kubikzentimeter, verbraucht für die Schmelze mit 0,5 g Erz, f die Anzahl Kubikzentimeter, verbraucht für den blinden Versuch, so ist $\frac{51,66(F-f)}{T}$ Prozent Cr_2O_3 im Erz.

Die Genauigkeit der Methode kann leicht kontrolliert werden, indem man statt des Erzes reines Kaliumbichromat einwägt und den Analysengang damit durchführt. [A. 87.]

Studium über das Probenehmen von Erzen mit Maschinen.

Von O. BENDER.

(Nach amerikanischen Quellen.)

(Eingeg. 27.3. 1911.)

Zum selbstdägigen Probenehmen von Erzen werden bekanntlich Vorrichtungen verschiedener Konstruktion verwendet; nachstehende Studien über die bei solchen automatischen Probenehmern auftretende Fehlerquellen wurden von J. Chureh angestellt. Diese Studien sind sehr geeignet, die Schwierigkeiten des Probenehmens zu erläutern.

Die Betrachtungen knüpfen an eine bestehende Anlage, die wie folgt beschaffen ist, an.

Zu ebener Erde befindet sich die erste Zerkleinerungsvorrichtung für das Erz. Das zerquetschte Erz wird durch einen Riemenförderer 18 m hoch, bis zu Spitze des Gebäudes gehoben. Hier fällt es zuerst in einen Erzbehälter und aus diesem auf Probe-

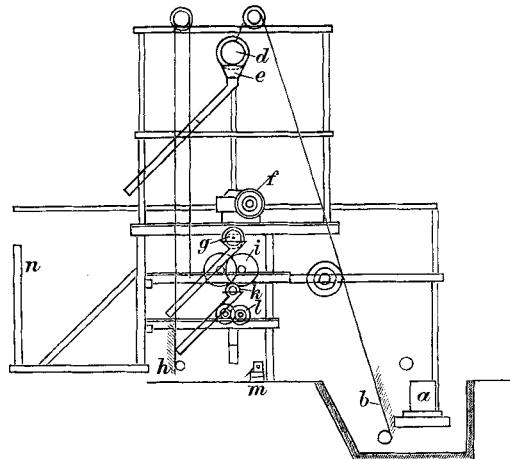


Abb. 1.

nehmer und Zerkleinerungsapparate (Abb. 1), so daß, nachdem ein Teil des Erzes abgeworfen ist, der Rest weiter zerkleinert wird, dann durch einen zweiten Probenehmer von neuem geteilt wird usw., bis die Endprobe unten anlangt, diese Endprobe ist in diesem Falle $1/1500$ der ursprünglichen Menge.

Die ganze Anlage kann täglich 2000 geförderte Tonnen bewältigen, von diesen gehen zum Probenehmer 400 t.

Ungünstige Einflüsse auf die Probenahme können schon im ersten Steinbrecher stattfinden, indem der feinere Teil des Erzes einfach durch denselben hindurchfällt, während die größeren Stücke erst zerkleinert werden müssen und dadurch eine Verzögerung dieser hervorgerufen wird, so daß eine Trennung des Groben vom Feinen stattfindet.

Gleitet nun das Erz auf der Ausmündung des Steinbrechers, die eine Neigung von 50—55° hat, abwärts, so fallen bei dieser Neigung die feineren Erze nicht mit derselben Geschwindigkeit, wie die größeren Stücke, herab.

Das Erz fällt nun auf einen Simplexprobenehmer, dieser besteht aus einem Rad (Abbildung 2), auf welchem zwei sich gegenüber stehende Gleitlinien festigt sind, das Erz kommt eine Rinne herab und fällt ununterbrochen in eine tieferstehende, die in einen Erzbehälter führt. Kommt nun eine von den Gleitlinien des Probenehmers vor die Rinne des Erzstromes, so wird ein Teil des Erzes weggenommen. In dieser Zuführungsrinne wird abermals das feinere Erz zurückgehalten, während das gröbere rascher fällt; oft, wenn größere Stücke von der Rinne abprallen, kann man sehen, wie dieselben den übrigen vorausseilen. Hierdurch kann veranlaßt werden, daß ein kleineres Stück die Rinne erst erreicht, nachdem die Schaufel des Probenehmers schon an derselben vorbeigegangen ist, so daß es dadurch nicht mehr in die Probe gelangt, sondern zum abgestoßenen Erz geht. Da in dieser Anlage 7 Probenehmer hintereinandergeschaltet sind, so kann sich dieser Vorgang siebenmal