

Die erhaltenen Resultate sind hier schon bedeutend besser als beim ersten Versuch ohne Permanganat. Es steht deshalb zu hoffen, dass es gelingen wird, kleinere Differenzen zu erzielen als die von Dr. Wedding angegebene, nämlich 0,02 %\* und so die Laboratorien der Stahlwerke mit einer Methode der Phosphorbestim-

mung bereichert werden, die eigentlich nichts mehr zu wünschen übrig lässt.

Aachen, im März 1887.

\* Die Angaben in Nr. 2 dieser Zeitschrift gewichtsanalytisch 0,03 und volumetrisch 0,10 beruhen auf einem Irrthume. Statt 0,03 musste es 0,02 und statt 0,10 richtig 0,01 heißen.

## Schnelle Phosphorbestimmung in kohlenstoffarmem Eisen.

Von M. Ukena.

In der General-Versammlung des Vereins deutscher Eisenhüttenleute vom 16. Januar dieses Jahres theilte Hr. Geh. Bergrath Dr. Wedding ein Verfahren, beschrieben in Nr. 2, 1887 dieser Zeitschrift, zur schnellen Phosphorbestimmung in kohlenstoffarmem Eisen mit. „Das, wie Hr. Wedding wörtlich angiebt, in der salpetersauren Auflösung des Eisens durch Zusatz von concentrirter Molybdänsäure-Lösung und Schütteln abgeschiedene phosphormolybdänsaure Ammon wird durch Anwendung einer Schleuder aus der trüben Flüssigkeit in ein enges calibrirtes Rohr getrieben und seine Menge nach dem von ihm eingenommenen Volumen bestimmt.“

Die Ausführung dieses Verfahrens, die Anwendung und Einrichtung des Schleuderapparates sind in der erwähnten Nummer dieser Zeitschrift ausführlich beschrieben. Das hiesige Werk hat für das Laboratorium einen solchen Apparat von Hrn. Leopold Ziegler, Berlin, N., in exakter Ausführung bezogen. — Da von verschiedenen Seiten Anfragen wegen der Brauchbarkeit der Methode in der Praxis erfolgt sind, so sei es mir gestattet, in Kürze meine Erfahrungen in dieser Hinsicht darzulegen.

Die Anwendung dieses Verfahrens ist nur möglich, wenn ein sehr weiches Material mit einem geringen Gehalte an Phosphor und Spuren von Silicium zu untersuchen ist.

Von den zahlreichen Bestimmungen sei mir gestattet einige analytische Belege anzuführen.

Genaue gewichtsanalytische Bestimmung:	Volumetrische Bestimmung:
1. P = 0,047 %	0,044 %
2. P = 0,075 "	0,078 "
3. P = 0,035 "	0,032 "
4. P = 0,022 "	0,022 "
5. P = 0,042 "	0,045 "
6. P = 0,107 "	0,105 "
7. P = 0,058 "	0,052 "
8. P = 0,053 "	0,052 "
9. P = 0,092 "	0,098 "
10. P = 0,058 "	0,056 "
11. P = 0,068 "	0,071 "
12. P = 0,034 "	0,032 "

Genaue gewichtsanalytische Bestimmung:	Volumetrische Bestimmung:
13. P = 0,069 "	0,073 "
14. P = 0,038 "	0,036 "

Bei sämmtlichen Proben betrug der Kohlenstoffgehalt etwa 0,1 %, von Silicium waren nur Spuren vorhanden.

Bei der größten Mehrzahl der Versuche erhielt ich ähnliche Resultate, wie obenstehende, doch wurden in einzelnen Fällen bei einem Kohlenstoffgehalte von etwa 0,1 %, Differenzen bis — 0,01 % gegenüber dem wirklichen Phosphorgehalte ermittelt. Differenzen von — 0,02 % habe ich nur bei Materialien mit einem Kohlenstoffgehalte von etwa 0,10 bis 0,12 % erhalten.

Seit einigen Jahren ist mehrfach und auch von Tamm (d. Z. VI 339, 1884) darauf hingewiesen, dass der Grund, weshalb bei Lösung des Eisens in Salpetersäure die Phosphorsäure zum Theil unfallbar wird mit Ammonium-Molybdat, organischen Säuren zuzuschreiben sei, die bei der Lösung durch die gebundene Kohle gebildet werden. Es lag nun nahe anzunehmen, im Falle die Zerstörung der organischen Substanz durch Abdampfen und Glühen des getrockneten Eisensalzes, oder durch Einwirkung eines oxydierenden Agens bewirkt würde, das Verfahren, wie es für kohlenstoffarme Materialien geeignet, auch für kohlenstoffreichere Anwendung finden könnte.

Nachdem umfassende Versuche in dieser Richtung von mir angestellt, die jedoch absolut unbrauchbare Resultate ergeben haben, so ist immerhin die Möglichkeit, nach den erhaltenen Zahlen zu urtheilen, nicht ausgeschlossen, dass etwa durch eine Änderung der Apparate eine brauchbare Methode auch für kohlenstoffreichere Materialien ausfindig gemacht werden kann.

Unter der jetzigen Beschränkung wird das Verfahren in der Praxis nicht diejenige zweckentsprechende allgemeine Anwendung finden, welche man sich etwa von demselben versprochen hat.

Hütte Phönix, Laar b. Ruhrtort,  
im Mai 1887.