

der von Brand (»Stahl u. Eisen«, 1887, S. 399) angegebenen Abänderung angewandt. 5 g Eisen werden in einem weithalsigen  $\frac{1}{2}$  l-Kolben in 80 cc eines Säuregemisches aus 6 Theilen Salpetersäure von 1,12 und 2 Theilen Schwefelsäure von 1,4 gelöst, gekocht oder auch 1 bis 2 Stunden bei  $100^{\circ}$  stehen gelassen. Nach der Abkühlung wird bis zur Marke aufgefüllt und 3 Erlenmeyersche Kolben von etwa 900 cc Inhalt mit je 100 cc beschickt. Hierzu werden 3 g Bariumsuperoxyd, 10 cc concentrirte Salpetersäure und 300 cc Wasser gefügt. Die Flüssigkeit wird nun bis zur völligen Zersetzung des überschüssigen Wasserstoffsuperoxyds gekocht, darauf mit Zinkoxyd gefällt und titirt. Die Permanganatlösung hält 9 g im Liter. Für Stahl und schwach manganhaltige Eisensorten wird diese Lösung um das Fünffache verdünnt. Zur Titerstellung wird chemisch reines Manganoxydoxydul benutzt. Diese Methode erlaubt trotz des dreifachen Titirens jeder Probe ein sehr schnelles und gutes Arbeiten; man kann 25 bis 30 Manganbestimmungen im Tage hiermit ausführen. Zu Controlbestimmungen wird die von Dr. F. G. C. Müller (»Stahl u. Eisen«, 1886, S. 98) angegebene Methode benutzt: 1,92 g Eisen, bei sehr geringer Menge Mangan das Doppelte oder Dreifache, werden in einem 2 l haltenden Rundkolben mit 15 cc Salzsäure und 7 cc Salpetersäure in Lösung gebracht, mit 430 cc Wasser verdünnt, mit Ammoniumcarbonat neutralisirt, 5 cc Ammoniumacetat (1:3 mit 50 cc conc. Essigsäure im Liter) zugefügt und zum Kochen erhitzt. Die kochende Flüssigkeit wird schnell in einen  $\frac{1}{2}$  l-Kolben gegossen und dieser mit heißem Wasser bis zur Marke gefüllt, ein paarmal umgeschüttelt und durch ein großes Faltenfilter in einen Kolben, der 371 cc faßt, einfiltrirt. In der Flüssigkeit wird das Mangan mit Ammoniak und Brom oder Wasserstoffsuperoxyd gefällt und mit heißem Wasser ausgewaschen. Nach dem Glühen wird das Manganoxydoxydul in Salzsäure gelöst und das beigemengte Eisenoxyd mit Ammoniumacetat ausgefällt. In dem Filtrat wird das Mangan siedend mit Ammoniumcarbonat niedergeschlagen, mit heißem Wasser gewaschen, geglüht und gewogen. Die Anzahl cc geben direct den Procentsatz. Bei Ferromanganen mit mehr Mangan als Eisen ist es aber vortheilhafter, statt der partiellen Filtration das Ganze abzufiltriren, den Niederschlag einige Male auszuwaschen, wieder aufzulösen, nochmals zu fällen und vollständig auszuwaschen. Dies geht bei einer Einwage von  $\frac{1}{2}$  g wegen des geringen Eisenniederschlags sehr schnell von statten.

#### Bestimmung der Phosphorsäure.

Für die Stahlwerke handelt es sich ausschließlich um die Bestimmung der Phosphorsäure in der Thomasschlacke. 10 g Schlacke werden in einem Becherglas mit 100 cc Wasser

und 50 cc concentrirter Salzsäure zum Kochen erhitzt, und zwar so lange, bis der ausgeschiedene Schwefel sich zusammenballt und die Flüssigkeit durchsichtig wird. Zu langes Kochen ist aber zu vermeiden, da die Flüssigkeit dann in einen schwer filtrirbaren Zustand übergeht. Sie wird in einen  $\frac{1}{2}$  l-Kolben gebracht, abgekühlt, aufgefüllt und in eine Bürette filtrirt, aus welcher man 2 Proben zu 32 cc entnimmt. Diese werden mit 50 cc Wasser und 50 cc Ammoniumnitrat versetzt und der entstandene Niederschlag mit Salpetersäure aufgelöst, dann zum Sieden erhitzt und mit 75 cc Molybdänlösung gefällt. Der Niederschlag bleibt 15 bis 20 Minuten bei  $80^{\circ}$  und ebenso lange zum Abkühlen stehen und wird mit 5procentiger Salpetersäure ausgewaschen, gelöst und gefällt. Der Magnesia-Niederschlag, der nach 2 Stunden filtrirt werden kann, wird zuletzt zweimal mit Alkohol ausgewaschen; der Niederschlag, der sehr schnell trocknet und sich leicht vom Filter löst, muß eine Stunde lang bei heller Rothgluth geglüht werden. Die cc des Pyrophosphates geben direct den Procentgehalt an. Die Methode, deren Grundzügen ich gefolgt bin, ist von Dr. G. Kennepohl (Chemikerzeitung 1887, S. 1089) angegeben.

#### Bestimmung von Eisen.

Es kommt häufig vor, daß Eisen in den Schlacken und Abfallsproducten des Thomasprocesses, sowie bei vollständiger Analyse von Probe-Eisen bestimmt werden muß. Hierbei wird das Verfahren von Reinhardt (»Stahl und Eisen«, 1887, S. 704) angewandt. Eine Einwage von 1 bis 5 g wird mit 10 bis 25 cc concentrirter Salzsäure in einem Erlenmeyerschen Kolben unter Erwärmung gelöst und auf 500 cc verdünnt. Hiervon werden 100 cc in ein Becherglas ausspipettirt, zum Sieden erhitzt und mit einer Zinnchloridlösung (1:10) bis zur Entfärbung versetzt. Inzwischen wird eine Schale, etwa  $1\frac{1}{2}$  l fassend, mit einem Liter kalten Wassers und 50 cc Manganlösung (200 g Mangansulfat, 400 cc conc. Schwefelsäure, 2600 cc Wasser) beschickt. Die reducirte Eisenlösung wird mit 50 cc 5procentigem Quecksilberchlorid versetzt, in die Schale gespült und mit Permanganat titirt.

In den Octoberheften des »Iron«, Jahrgang 1887, findet sich eine Abhandlung, die ebenfalls den Zweck verfolgt, aus der Mannigfaltigkeit der für Eisenhüttenlaboratorien bestimmten analytischen Methoden solche hervorzuheben, die sich bei längerem Gebrauch durch Einfachheit und Sicherheit ausgezeichnet haben. Es wird von Interesse sein, diese Vorschläge mit den hier gemachten zu vergleichen, besonders da die westdeutschen Eisenwerke häufig mit englischem Roheisen zu thun haben. Ich will deshalb diese Methoden kurz skizziren.

Zur Bestimmung von Silicium wird das Eisen