

Umschau im In- und Auslande.

**Bestimmung von Phosphor in Eisen und Stahl
von W. Shirmer.**

Das Eisen wird in Salpetersäure 1,2 gelöst, mit Permanganat oxydirt, das ausgeschiedene Superoxyd mit Salzsäure in Lösung gebracht, darauf concentrirte Schwefelsäure zugefügt und eingedampft, bis weiße Dämpfe auftreten. Der Rückstand wird mit Wasser und Salpetersäure in Lösung gebracht und die ausgeschiedene Kieselsäure mit heißem Wasser ausgewaschen. Soll die Kieselsäure auch bestimmt werden, so wird sie nachher mit verdünnter Salzsäure ausgewaschen. Das Wasserfiltrat wird auf 80° erwärmt, mit Molybdän gefällt und bei 60° bis zur Klärung stehen gelassen; hierauf wird wie üblich verfahren und zuletzt als Magnesiapyrophosphat gewogen. Der Gehalt an Schwefelsäure übt keinen nachtheiligen Einfluß auf die Fällung des Molybdänniederschlags; im Gegentheil kann, wie der Verfasser durch Versuche nachweist, die Salpetersäure vollkommen durch Schwefelsäure ersetzt werden, so daß man bei der Molybdänlösung die Salpetersäure durch eine entsprechende Menge Schwefelsäure und das Ammoniumnitrat durch Ammoniumsulfat ersetzen kann (*»Iron«* 1889, S. 350).

Eine neue Mischung zur Lösung des Eisens bei Kohlenstoffbestimmungen von T. W. Hogg.

Zur Verhinderung der Ausscheidung von Kupfer oder Kupferchlorür beim Lösen des Eisens in Kupferchlorid und um an letzterem zu sparen, benutzt der Verfasser das bereits früher in Vorschlag gebrachte Eisenchlorid. Dieses kann benutzt werden entweder nachdem die Reaction zwischen Eisen und Kupferchlorid vorüber ist, um mit Hilfe von etwas Salzsäure das Kupfer in Lösung zu bringen, oder unter Benutzung von nur wenig Kupferchlorid zur directen Lösung des Eisens. Die Gegenwart von Kupferchlorid verhindert das Entweichen von Kohlenstoff, wie es beim alleinigen Benutzen von Eisenchlorid vorkommt. Zu diesem Zwecke werden Lösungen von Kupferchlorid von etwa 1,35 spec. Gew. und Eisenchlorid von etwa 1,3 spec. Gew. benutzt, dessen etwa vorhandene freie Säure durch Ammoniak abgestumpft wird. Das in einem Becherglase befindliche, möglichst fein zerkleinerte Eisen wird mit so viel Kupferchlorid übergossen, daß das Eisen etwa 10 bis 15 mm hoch davon überdeckt ist, und hierauf je nach Bedarf 200 bis 500 cc Eisenchlorid zugegossen. Nachdem 5 Minuten lang umgerührt worden, wird das Becherglas auf die Flamme gesetzt und die Flüssigkeit langsam zum Sieden erhitzt. Bei genügender Feinheit des Eisens ist die Lösung nach 20 Minuten erfolgt. Nach beendeter Lösung wird etwas Salzsäure zugefügt und sofort filtrirt (*»Iron«* 1889, S. 413).

Zur Bestimmung von Eisen in salzsaurer Lösung mittels Chameleon von C. Reinhardt.

Zu seiner im Jahrgang 1884, S. 704 dieser Zeitschrift veröffentlichten Methode bringt der Verfasser einige Verbesserungen. Zunächst weist derselbe auf die Unsicherheit der Endreaction, zumal bei hohem Eisengehalt hin, da die durch das Eisenoxyd bedingte gelbe Färbung das Erscheinen der Rosafärbung verhindert und somit leicht das Zusetzen von zu viel Permanganat veranlaßt. Der Verfasser hat in der Phosphorsäure ein Mittel gefunden, die gelbe Farbe der Eisenchloridlösung zu verdecken; die zur Titirung nöthigen Flüssigkeiten sind nunmehr von folgender Zusammensetzung: 1. Chameleonlösung: 6 g Permanganat in 1 l Wasser; die Flüssigkeit wird in einer schwarzlackirten Flasche oder in einer aus gelbem Glase aufbewahrt, aus welcher sie durch eine spritzflaschenähnliche Vorrichtung entnommen wird. 2. Manganlösung: 200 g Mangansulfat werden unter Zusatz von einigen cc Schwefelsäure in 1 l Wasser gelöst und mit einer Lösung von 1 l Phosphorsäure 1,3 spec. Gew., 600 cc Wasser und 400 cc conc. Schwefelsäure gemischt. Von dieser Mischung werden jedesmal 600 cc benutzt. 3. Quecksilberlösung: 50 g Quecksilberlösung in 1 l Wasser. 4. Zinnlösung: 120 g granulirtes, eisenfreies Zinn werden durch 500 cc Salzsäure 1,19 in Lösung gebracht, auf 1 l verdünnt, durch Asbest filtrirt und dann mit 1 l Salzsäure 1,12 und 2 l Wasser gemischt. Die Flüssigkeit wird in einer Flasche aufbewahrt, die einerseits mit einem kleinen Kohlensäureapparat in Verbindung steht, andererseits ist sie mit einem Heberrohr versehen, das mit einem (in dieser Zeitschrift 1886, S. 756 beschriebenen) Quecksilberventil geschlossen ist. An Stelle der theuren Porzellanschalen werden solche aus Steingut verwendet. Verfasser versuchte, die Mangan- und Quecksilberlösung zu vereinigen, fand aber, daß infolge der großen Verdünnung durch das in der Schale befindliche Wasser die Reduction des Quecksilberchlorids durch das Zinnchlorür unvollständig vor sich ging und somit zu viel Permanganat verbraucht wurde. Um theils eine leichtere Auflösung zu erzielen, theils vorhandene organische Substanzen zu zerstören, welche der salzsauren Lösung eine Mißfarbe geben, bezw. auf das Permanganat einwirken würden, werden Schwefel- und Kupferkies, Abbrände, schwefel- und kupferkieshaltige Eisenerze, Raseneisenstein, Rothspath, Puddel- und Schweißschlacken u. s. w. erst im bedeckten Tiegel vorsichtig erhitzt, dann mit schiefgelegtem Deckel geröstet. Zur Titerstellung benutzt der Verfasser das sehr beständige, leicht rein zu erhaltende Kaliumtetraoxalat (*»Chem. Zeit.«* 1889, S. 323).