

Silicium im Ferrosilicium.

Fred. W. Bauer giebt seine Erfahrungen bekannt in Bezug auf die Bestimmung von Silicium in hoch silicirtem Material. Er kommt zu dem Schlusse, daß die Schmelzmethode mit Soda stets zu niedrige Resultate giebt, daß aber andererseits die Methode mit Brom und Salzsäure Resultate liefert, die mit denen anderer Methoden in Uebereinstimmung sind. Im Durchschnitt wurden mit folgenden 6 Methoden nachstehende Zahlen gefunden:

1. Directe Schmelzung mit Natriumsuperoxyd	16,25 %	Silicium
2. Oxydation mit Bromsalzsäure und nachfolgendes Verdampfen	16,09 %	"
3. Oxydation mit Bromsalzsäure	16,04 %	"
4. Anhaltendes Kochen mit Königswasser mit nachfolgendem Verdampfen . .	15,94 %	"
5. Directe Schmelzung mit Soda	15,66 %	"
6. Schmelzen der Rückstände der sauren Lösung mit Soda	15,17 %	"

Die ersten 4 Methoden differiren nur um 0,31 %, die nachfolgenden dagegen sehr erheblich. Drei verschiedene Chemiker, von denen jeder nach anderem Verfahren arbeitete, erzielten folgende Resultate:

Schmelzen mit Natriumsuperoxyd	16,21 %	Silicium
Brom-Methode	16,19 %	"
Königswasser-Methode	16,19 %	"

In keinem Falle gab die Sodaschmelzmethode mit den anderen übereinstimmende Resultate.

(„Iron Age“ 1900 Vol. 65 11.)

Bestimmung von Phosphor in arsenhaltigen Erzen, Eisen und Stahl.

Es fehlte bisher an einer handlichen Methode, um in arsenhaltigen Materialien beim Gange der üblichen Phosphorbestimmung das Arsen zu entfernen oder unschädlich zu machen, ohne daß viel Zeit und Arbeit verloren ging. J. M. Camp hat viele Versuche gemacht und empfiehlt als bestes folgendes Verfahren: 5 g der getrockneten und geriebenen Substanz werden in einem bedeckten Porzellanschälchen mit 50 cc starker Salzsäure versetzt, 30 Minuten gekocht, die Lösung verdünnt und in eine andere Porzellanschale filtrirt. Das Filtrat (A), welches alles Arsen enthält, wird auf dem Dampfbade über Nacht zur Trockne verdampft. Der Filterinhalt (B) wird verbrannt, mit Carbonaten geschmolzen und die Schmelze um einen Platindraht erstarren gelassen. Wärmt man später an, so kann die Hauptmenge der Schmelze am Drahte herausgehoben werden; sie wird in warmes Wasser gegeben und die voll-

ständige Lösung durch Salzsäurezusatz und Erwärmen erreicht. Die Lösung wird auf dem Sandbade eingedampft. Zu der getrockneten Masse vom Filtrat (A) setzt man 2 g Oxalsäure und 50 cc starke Salzsäure, kocht und verdampft wieder zur Trockne. Nach dem Erkalten nimmt man mit 30 cc starker Salzsäure auf und dampft ein bis zum Auftreten von unlöslichem Ferrichlorid. Nachdem die Flamme entfernt, versetzt man mit 10 cc starker Salpetersäure, verdünnt und filtrirt, wobei mit 2 % Salpetersäure nachgewaschen wird. Den inzwischen eingedampften Rückstand (B) befeuchtet man mit Salzsäure und nimmt mit Wasser die Chloride auf. Die Lösung wird von der ausgeschiedenen Kieselsäure abfiltrirt und das Filtrat mit den andern vereinigt. Die Phosphorsäure wird nun gefällt und bestimmt, wie vorher bei der Phosphorbestimmung im Koks angegeben. („Iron Age“ 1900 65 18.)

Kolorimetrische Bestimmung der Titansäure.

Charles Baskerville* hatte ein Verfahren für die Analyse titanhaltiger Erze angegeben. James Brakes** ändert dasselbe wie folgt ab: 0,5 g Erz werden mit 0,5 g Fluornatrium und 5 g Kaliumbisulfat im Platintiegel bis zum ruhigen Fluß geschmolzen, dann noch 15 bis 20 Minuten zu schwacher Rothgluth erhitzt. Die Schmelze löst man in 50 cc 10 proc. Schwefelsäure, filtrirt in einen 500 cc Kolben und wäscht gut nach. Den Rückstand muß man event. nochmals mit Kalium-Natrium-Carbonat aufschließen, wieder mit Schwefelsäure behandeln, filtriren und das Filtrat mit dem ersten im Kolben vereinigen. Man füllt zur Marke auf, bringt 100 cc in ein Nefslersches Rohr und schüttelt mit 5 cc Wasserstoffsuperoxyd. In ein zweites Rohr giebt man 100 cc 10 proc. Schwefelsäure, und so viel Ferrosulfatlösung, als dem Eisengehalt des Erzes in 0,1 g entspricht, ferner 5 cc Wasserstoffsuperoxyd und soviel von einer Titansäurelösung, bis die Farbtöne im auffallenden Lichte gleich sind. Die Titansäurelösung stellt man sich her, indem man 1 g reine Titansäure im Platintiegel mit 8 g Kalium-Natrium-Carbonat schmilzt, in 100 cc Wasser und 30 cc conc. Schwefelsäure löst und filtrirt. Das Filter wird sammt Inhalt verascht, nochmals mit 2 g des Gemisches geschmolzen, gelöst, die Lösungen vereinigt und auf bestimmtes Volumen gebracht. Zur Controle des Titors fällt man 10 cc Lösung mit Ammoniak, und glüht, den gewogenen Glührückstand befeuchtet man mit 1 bis 2 Tropfen conc. Schwefelsäure und einigen cc Flußsäure, verdampft und wägt nochmals. Die Eisenlösung besteht aus 5 g Ferrosulfat und 100 cc Schwefelsäure im Liter. Die erhaltenen Resultate stimmen mit den gewichtsanalytischen nach Baskerville sehr gut.

* „Journ. Soc. Chem. Ind.“ 1899, 19, 419.

** „ „ „ „ 1901, 20, 23.