

2 : 2,389 und 2,127 g  
 3 : 2,530 - 2,522 -  
 4 : 2,559 - 2,558 -  
 5 : 2,592 - 2,592 -  
 6 : 2,570 - 2,580 -

Es geht hieraus hervor, dass zur vollständigen Fällung die Flüssigkeiten in siedendem Zustande zusammengebracht und 5 bis 10 Minuten bei 100° stehen müssen. Trotz der verschiedenen Bedingungen, unter denen die Niederschläge von 2 bis 6 entstanden sind, zeigten die Glührückstände dieselbe Zusammensetzung. Die Analyse ergab 97,62 Proc. Molybdänsäure und 3,10 Proc. Phosphorsäure, Summe 100,72 Proc. Der Überschuss ist dadurch entstanden, dass die ganze Molybdänmenge als Molybdänsäure verrechnet ist, obwohl ein Theil noch als Molybdänoxyd im Rückstand vorhanden ist. Da die 10 cc der Phosphorsäurelösung 0,1020 g Phosphorsäure halten und nach No. 5 die Menge des Glührückstandes 2,592 g beträgt, so ist, um die Phosphorsäuremenge zu erhalten, derselbe mit 0,03933 zu multipliciren. Es fällt hierbei sofort auf, dass die gefundene Menge Phosphorsäure (3,10 Proc.) bedeutend unter den zur Berechnung verwendeten 3,923 Proc. bleibt. In der That gaben zwei der Glührückstände nach dem Auflösen in Ammoniak 0,1334 und 0,1325 statt 0,1595 g Pyrophosphat. Die Ursachen dieser auffallenden Erscheinung und der Verbleib der Phosphorsäure sind gegenwärtig Gegenstand meiner Untersuchungen. Um das Verhältniss der Phosphor- zur Molybdänsäure in dem gelben Niederschlag zu ermitteln, wurden 10 cc der Phosphorsäurelösung nach Meineke (1) und nach der Citronenmolybdatmethode (2) gefällt und die Molybdänsäure nach Schindler titriert. 1 verbrauchte 22,75 cc, 2 dagegen 23,80 cc; dies entspricht einem Verhältniss  $P_2O_5 : MoO_3 = 1 : 24$ , bei 2 dagegen wie 1 : 25.

N. Die bei der Methode B erhaltenen Niederschläge von phosphormolybdänsaurem Ammoniak, die als solche gewogen waren, wurden ebenfalls im Platintiegel in oben angegebener Weise gegläüht. Die Resultate fielen sehr befriedigend aus und waren genauer, als die aus dem Gewicht des gelben Niederschlags hergeleiteten. 10 cc der Phosphorsäurelösung wurden auf diese Weise behandelt; das Gewicht des Glührückstandes betrug 2,682, 2,677, 2,678, Mittel 2,679 g; der Gehalt an Phosphorsäure betrug somit 3,65 Proc.

Die Ergebnisse sämmtlicher Methoden sind in den folgenden Tabellen zusammengestellt:

| No. | Gewichtsanalytische Methoden |       |       |       |       |       | Titrimethoden |       |       |       |
|-----|------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|---------------|-------|-------|-------|
|     | A                            | B     | C     | L     | M     | N     | E             | F I   | F II  | K     |
|     | Proc.                        | Proc. | Proc. | Proc. | Proc. | Proc. | Proc.         | Proc. | Proc. | Proc. |
| 1   | 16,43                        |       | 16,45 |       |       |       |               |       |       |       |
| 2   | 16,45                        |       |       |       |       |       |               | 16,40 |       |       |
| 3   | 15,99                        |       |       |       |       |       |               | 15,98 |       |       |
| 4   | 16,52                        |       |       | 16,60 |       |       |               | 16,53 |       | 16,50 |
| 5   | 16,76                        |       |       |       |       |       |               | 16,75 |       |       |
| 6   | 15,57                        |       | 15,48 |       |       |       |               | 15,47 |       |       |
| 7   | 16,03                        |       | 15,96 |       |       |       |               | 15,91 |       |       |
| 8   | 16,82                        |       | 16,79 |       |       |       |               | 16,69 |       |       |
| 9   | 15,94                        |       | 15,99 |       |       |       |               | 16,01 |       |       |
| 10  | 13,95                        |       |       |       |       |       | 13,88         | 13,95 |       |       |
| 11  | 13,48                        | 13,64 |       | 13,48 | 13,53 | 13,62 | 13,50         | 13,43 |       | 13,40 |
| 12  | 16,75                        | 16,70 |       | 16,74 | 16,58 | 16,72 | 16,88         | 16,76 |       | 16,73 |
| 13  | 18,50                        | 18,38 |       | 18,50 | 18,40 | 18,43 | 18,50         | 18,45 |       |       |
| 14  | 16,29                        |       |       |       |       |       | 16,09         | 16,15 |       |       |
| 15  | 16,22                        |       |       | 16,15 | 16,25 |       | 16,18         | 16,18 |       |       |
| 16  | 16,05                        |       |       | 16,03 |       |       | 16,08         | 16,04 | 16,00 |       |
| 17  | 16,04                        |       |       |       |       |       | 15,96         | 16,07 | 15,79 |       |
| 18  | 16,03                        |       |       |       |       |       | 15,93         | 15,99 | 16,08 |       |
| 19  | 15,95                        | 16,00 |       |       | 15,80 | 16,00 | 16,16         | 15,72 | 15,75 |       |
| 20  | 14,47                        | 14,50 |       |       | 14,50 | 14,68 | 14,46         | 14,50 | 14,49 | 14,45 |
| 21  | 14,60                        |       |       |       | 14,82 |       |               | 14,73 | 14,80 | 14,67 |
| 22  | 15,25                        |       |       |       | 15,29 | 15,31 |               |       | 15,20 | 15,16 |
| 23  | 15,70                        |       |       |       | 15,74 | 15,79 |               | 15,72 | 15,72 | 15,65 |
| 24  | 15,75                        |       |       |       |       |       |               | 15,68 | 15,85 | 15,93 |

Methode F I ist nach der Fällungsart Schindler, II nach Meineke ausgeführt. Die Methoden D, G und J sind in der Tabelle nicht vertreten, da dieselben sich in der Voruntersuchung als ungenau erwiesen.

Auf Grund vorhergehender Untersuchungen möchte ich besonders für Massenanalysen das Müller'sche Verfahren mit der von mir angegebenen Veränderung empfehlen, da sie in höherem Maasse als jede andere Genauigkeit und Schnelligkeit in sich vereinigen. Handelt es sich nur um Einzelanalysen, deren Fertigstellung nicht besonders eilt, so ist Kennepohl's Methode wegen ihrer grossen Bequemlichkeit empfehlenswerth; in besonders eiligen Fällen leistet die Thilo'sche Titrimethode gute Dienste.

Aachen, im März 1888.

## Über den Nachweis von Eisen in Öl.

Von

Dr. B. Emde.

Bekanntlich spielt das Eisen in der Türkischrothfärberei eine grosse Rolle insfern, als man seine Mitwirkung bei der Darstellung reiner und schöner Farben auf das Ängstlichste vermeiden muss. In der That gehören nur ganz geringe Mengen Eisen dazu, um die Schönheit des Thonerde-Alizarins zu beeinträchtigen, und es ist darum für den practischen Färber von grosser Wichtigkeit, durch einfache Reactionen das Eisen in den zu verwendenden Stoffen zu erkennen.

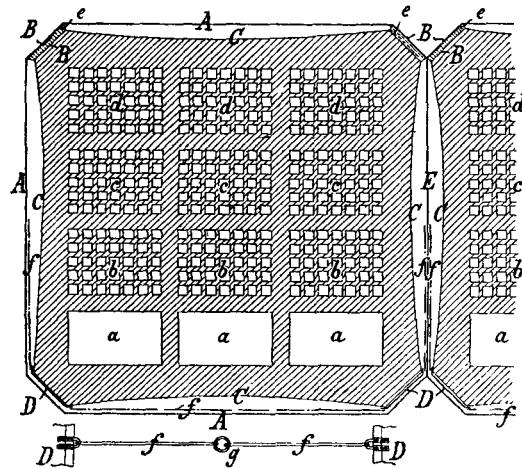
Das in der Türkischrothfärberei angewandte Tournante-Öl enthält 15 bis 20 Proc. freie Fettsäuren und in Folge dessen mehr oder weniger Eisen, wenn es in eisernen

Gefässen verschickt oder in solchen aufbewahrt, bez. für die Zwecke der Färberei präparirt wurde. Um in solchem Öl Eisen rasch nachzuweisen, schüttete ich in einem graduirten Cylinder eine gewisse Menge Öl mit schwefelsäurehaltigem Wasser, dem einige Tropfen Ferrocyanikalium-Lösung beigemischt sind, dann füge ich Äther zu und schüttete von Neuem. Dabei löst sich das Öl im Äther und diese Lösung trennt sich scharf von dem schwefelsäurehaltigem Wasser. An der Grenze aber zwischen den beiden Flüssigkeiten zeigt sich, wenn Eisen vorhanden war, eine mehr oder weniger dicke Schicht von Berlinerblau, die alles Eisen enthält, welches im Öl war.

Nimmt man bei vergleichenden Untersuchungen verschiedener Ölproben stets dieselben Mengen Öl, Wasser, Säure und Blutlaugensalz, so hat man in der Färbung bez. Dicke der Schichten von Berliner Blau einen Maassstab für die Menge des Eisens in den verschiedenen Proben.

### Hüttenwesen.

Winderhitzer werden nach H. Macco in Siegen (D.R.P. No. 43119) viereckig gebaut und mit einem Blechmantel *A* (Fig. 137)



versehen. Die gebrochenen Ecken *B* werden besonders kräftig gehalten, da diese den ganzen Druck aus der Ausdehnung des inneren Mauerwerkes aufzunehmen haben. Letzteres wird so ausgeführt, dass die senkrechten vier Seiten desselben, im Grundriss gesehen, nach innen Gewölbe *C* bilden, welche ihren Stützpunkt in den vier gebrochenen Ecken *B* haben. Um die Möglichkeit einer Ausdehnung des Mauerwerkes

zuzulassen und um den Mantel oder dessen Verankerung nicht zu sehr in Anspruch zu nehmen, kann man zwischen den gebrochenen Ecken des festen inneren Mauerwerkes und den Eckflächen der Ummantelung einen genügenden Spielraum *e* lassen und diesen mit einem nachgiebigen Stoff, wie z. B. Schwemmsteine, ausmauern.

An den Theilen des Apparates, welche sehr stark von den Temperaturen beansprucht werden, kann man ferner die gebrochenen Ecken des Mauerwerkes im Innern noch mit einer starken Blechplatte *D* bedecken und die Blechplatten der Ecken untereinander, wie auf der Zeichnung mit *f* angegeben, derart verankern, dass in die einzelnen Anker kreisförmige Ringe *g* eingeschaltet werden. Entsteht ein starker Druck auf die Anker *f*, so werden die Ringe *g* so lange aus einander gezogen, bis sich das Mauerwerk bis zur Berührung mit dem Blechmantel ausgedehnt hat. Alsdann nimmt der Blechmantel *A* den weiteren Druck auf.

In den in der Zeichnung vorliegenden Grundrissen dient die erste Kammer *a* zur Entwicklung der Verbrennung und zum Aufsteigen der zur Verbrennung gebrachten Gase. Diese Gase fallen in dem zweiten Theile des Apparates *b* nach unten, steigen in dem dritten Theile *c* nach oben und fallen wieder in dem vierten Theile *d* nach unten, um alsdann in den gemeinschaftlichen Schornsteinkanal abzuziehen. Wesentlich ist, dass bei dieser Anordnung alle Kanäle gleichmässig weit angelegt werden können, sowie, dass man verschiedene solcher Apparate dicht aneinander mit einer gemeinschaftlichen Blechwand *E* ausführen kann.

Flusseisenerzeugung durch den basischen Prozess. Nach P. C. Gilchrist in Westminster (D.R.P. No. 43623) soll ein basisch ausgefütterter Siemens-Martin-Ofen mit Roheisen und Kalk oder Kalkstein in der üblichen Weise, aber ohne Zusatz von Abfalleisen beschickt werden, auch soll das Verhältniss von Kalk geringer sein als es gewöhnlich angewendet wird oder als nothwendig wäre, um die Roheisenpost ganz zu reinigen. Während diese geschmolzen wird, bläst man in einer basisch ausgefütterten Bessemerbirne genügend viel phosphorhaltiges Roheisen, um den Rest der Post für den Siemens-Martin-Ofen zu bilden. Es wird ein beträchtlicher Überschuss an Kalk in der Birne zugesetzt. Wenn auf diese Weise die Post aus 75 Proc. Roheisen, welches auf der Sohle des Siemens-Martin-Ofens geschmolzen wird, und 25 Proc. Metall gebildet wird, das in geschmolzenem