

Aus diesen vergleichenden Analysen kann man also ersehen, dass die conventionelle Methode zu niedrige Resultate gibt. Man kann thatsächlich, wenn nach der conventionellen Methode gearbeitet wird, in den Filtraten Eisenoxyd und Thonerde in grosser Menge nachweisen. Durch die Alkohol-Methode werden sämtliche Fehler, die bei der conventionellen Methode gemacht werden können, vermieden, und glaube ich dieselbe als allgemein anwendbar empfehlen zu können.

Die Götz'sche Phosphorbestimmung.

Von

Karl Bormann.

Geheimrath Wedding¹⁾ veröffentlichte i. J. 1887 die Götz'sche Methode, den Phosphor im Stahl durch Schleudern zu bestimmen. In dem Aufsatz ist gesagt, dass die Methode sich nur für kohlenstoffarme Stahlsorten eignet und dass man, bei einer Einwage von 1,2 g den Phosphorgehalt direct nach dem Schleudern am graduirten Röhrchen ablesen kann. Ich bin zu anderen Ergebnissen gelangt und übergebe dieselben hiermit auf Wunsch mehrerer Collegen der Öffentlichkeit.

1,2 g Stahl werden in einem neuen Becherglase von ungefähr 100 bis 125 cc Inhalt in 25 cc Salpetersäure (900 cc Salpetersäure 1,4 + 100 aq.) gelöst, soweit wie möglich concentrirt, bei Flusseisen mit 8, bei Schienenstahl und Federdraht mit 16 Tropfen übermangansaurem Kali oxydirt, das ausgeschiedene Mangansuperoxyd mit 5 bez. 10 Tropfen Salzsäure von 1,19 spec. Gew. gelöst, die überschüssige Salzsäure verjagt und die Lösung soweit als möglich concentrirt. Zu dieser heissen Lösung werden 10 cc einer 25proc. Lösung von salpetersaurem Ammon, darauf 25 cc Finkener'scher Molybdänlösung gesetzt und der Inhalt des Becherglases in das Schleudergefäss mit 25proc. salpetersaurem Ammon gespült.

Für die Aufnahme der Flüssigkeit nebst Niederschlag hat man das graduirte Röhrchen des Schleudergefässes vorher bis zur Mündung in den conischen Theil mit ganz schwach saurem, 25proc. salpetersaurem Ammon gefüllt, wobei zu beobachten ist, dass

in der Flüssigkeitssäule keine Luftblasen enthalten sind. Nachdem man ungefähr eine Minute lang die Flüssigkeit tüchtig durchgeschüttelt hat, füllt man das Schleudergefäss bis zum Rande mit 25proc. salpetersaurem Ammon, bringt das Schleudergefäss in den Becher und diesen in den Eimer der Brauns'schen Centrifuge. Ein Schliessen der Gefässe ist zwecklos, da ein Auslaufen der Flüssigkeit ausgeschlossen ist.

Die Maschine²⁾, welche ich für unsere Zwecke habe bauen lassen, ist derart eingerichtet, dass jeder Eimer einen Becher mit sieben Schleudergefässen aufnehmen kann, sodass also 14 Bestimmungen auf einmal geschleudert werden können. Die Proben werden zwei Minuten lang mit einer Geschwindigkeit von 1200 Umdrehungen in der Minute bei einer Übersetzung von 1:10 geschleudert. Nach dieser Zeit wird die Maschine durch kräftiges Bremsen möglichst schnell zum Stillstand gebracht. Man erreicht dadurch, dass die Kuppe des Niederschlags sich schön wagerecht dem Auge darbietet.

Die abgelesenen Theilstriche durch 2 dividirt ergeben den Phosphorgehalt in hundertstel Procenten.

Die Schleudergefässe habe ich nach nebenstehender Form (Fig. 216) von Franz Müller, Geissler Nachf. in Bonn anfertigen lassen. Dieselben fassen ungefähr 60 bis 70 cc. Das graduirte Röhrchen ist bei 0,2 cc Inhalt in 40 Theile getheilt bei einer ungefähren Länge von 40 mm.

Ist richtig gearbeitet worden, so bleiben weder im Becherglase noch im Schleudergefässe an den Wandungen Niederschlagstheilchen hängen und die geschleuderte Flüssigkeit erscheint krystallklar.

Der hohe oder niedrige Kohlenstoffgehalt des Stahls beeinträchtigt die Richtigkeit in keiner Weise, da sein schädlicher Einfluss durch das übermangansaure Kali aufgehoben wird. Anders verhält es sich mit dem Silicium.

Auch dieses beeinflusst die Richtigkeit nicht, sobald der Gehalt 0,25 Proc. nicht übersteigt; tritt letzteres ein, so scheidet sich die Kieselsäure gelatinös aus und verbietet sich ein Schleudern ohne Abscheiden der Kieselsäure von selbst.

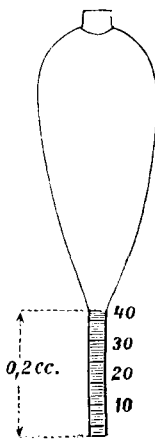


Fig. 216.

¹⁾ Staleisen 1887 No. 2; Jahresber. 1887 S. 262.

²⁾ Maschinenfabrik Leopold Ziegler, Berlin N.

Es kommt zuweilen vor, dass die Schleudergefässe an der Stelle, wo die graduirten Röhrchen angeschmolzen sind, brechen und die ausfliessende saure Flüssigkeit die Becher zerstört. Ich lasse aus diesem Grunde die Becher jetzt aus Hartgummi anfertigen.

Um den im graduirten Röhrchen sehr feststehenden Niederschlag schnell und leicht zu entfernen, bediene ich mich einer Druckflasche *D* (Fig. 217), welche mit einem, in eine lange dünne Spitze ausgezogenen 2 m langen Glasrohr *S* verbunden ist.

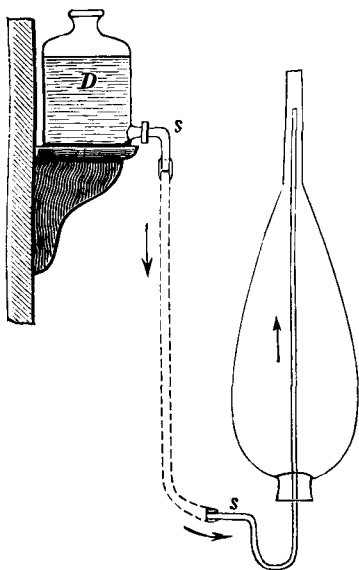


Fig. 217.

Die zur Oxydation verwandte Lösung von übermangansaurem Kali enthält 12 g in 1000 cc. Die Finkener'sche Molybdänlösung stellt man sich dar durch Lösen von:

160 g molybdänsaurem Ammon in 795 cc kalten Wassers, fügt 320 cc Ammoniak (0,925) hinzu und giesst diese Lösung in eine Mischung von 1710 cc Salpetersäure von 1,2 und 1205 cc Wasser und verhindert durch starkes Abkühlen jede Erwärmung.

Zum Schluss lasse ich einige Phosphorbestimmungen hier folgen: a) durch Schleudern; b) durch Wägen des Phosphormolybdänniederschlags nach Finkener erhalten.

Es erübrigt noch zu sagen, dass eine Einzelbestimmung in 30 Minuten ausgeführt werden kann. 60 bis 80 Bestimmungen erfordern 4 bis 5 Stunden, von der Einwaage an gerechnet.

Die grösste Differenz beträgt $\pm 0,005$ Proc. Phosphor gegen die Gewichtsanalyse.

Phosphor		Kohlenstoff
a.	b.	colorim. nach
Proc.	Proc.	Eggertz
		Proc.
0,030	0,035	0,05
0,057	0,060	0,07
0,072	0,075	0,06
0,077	0,077	0,08
0,082	0,083	0,07
0,092	0,095	0,09
0,100	0,105	0,08
0,040	0,045	0,23
0,060	0,064	0,26
0,075	0,080	0,22
0,090	0,085	0,28
0,060	0,063	0,41
0,085	0,080	0,47
0,055	0,060	0,46

Ich arbeite nach dieser Methode seit Juli 1887 und habe mit derselben bis heute ungefähr 30000 Bestimmungen ausgeführt.

(Neunkirchen, Reg.-Bez. Trier. Laboratorium des Neunkirchner Eisenwerkes.)

Neue Gasbrenner für Laboratoriumszwecke.

Von
Max Gröger.

An den in dieser Zeitschrift (1889 Heft 12) beschriebenen Brennern wurden folgende Änderungen vorgenommen.

Bei dem Rundbrenner (Fig. 218 u. 219) sitzt jetzt der Regulierungskegel *d* auf dem Ring *r*, der sich in der mit dem Brennerrohr *a* fest verbundenen Hülse *h* in der Richtung der Axe verschieben lässt. Diese Hülse

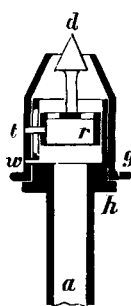


Fig. 218.

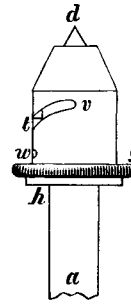


Fig. 219.

hat seitlich einen schmalen, lothrechten, die äussere drehbare Hülse *g* einen ebenso breiten schraubenförmigen Schlitz *v*. Durch beide ist ein rundes Stiftchen *t* gesteckt und an den Ring *r* angeschraubt. Ein zweites Stiftchen *w*, das in eine an der Hülse *h* ange-