

Zur Bestimmung des Phosphors in Eisen und Stahl scheidet man nach Ch. Malot¹⁾ die Phosphorsäure in bekannter Weise zunächst als phosphormolybdänsaures Ammon ab, löst den Niederschlag in Ammoniak und fällt alsdann wieder mit Magnesiamixtur. Nach dem Abfiltriren löst man die phosphorsaure Ammon-Magnesia auf dem Filter in Salpetersäure von 1,2 specifischem Gewicht und bestimmt die Phosphorsäure titrimetrisch mit einer Lösung von Urannitrat. Bei dieser Titration umgeht der Verfasser bei Feststellung der Endreaction die bekannte Tüpfelprobe mit Ferrocyankalium, indem er Cochenilletinctur verwendet und von der Eigenschaft des Uranoxyds, mit dem Farbstoff der Cochenille einen grünen Lack zu bilden, Gebrauch macht. Man versetzt daher die salpetersaure Lösung mit einigen Tropfen Cochenilletinctur, welche man durch Behandeln von Cochenille mit kochendem Wasser bereitet; ein Ueberschuss von Cochenilletinctur ist zu vermeiden, da eine allzu intensive Färbung die Empfindlichkeit der Reaction beeinträchtigt. Hierauf wird zu der Lösung Ammoniak bis zur bleibend violetten Färbung gegeben und diese Färbung durch Zufügen von ein oder zwei Tropfen Salpetersäure wieder beseitigt. Man fügt nun weiter 5 cc einer Lösung von essigsauerm Natron, welche im Liter 100 g des Salzes enthält, und alsdann 50 cc Eisessig hinzu,²⁾ erhitzt auf 100° C. und titrirt die heisse Lösung mit einer neutralisirten Urannitratlösung von bekanntem Wirkungswerth. Jeder Tropfen dieser Lösung erzeugt in der mit Cochenilletinctur versetzten Flüssigkeit einen um so deutlicheren grünbläulichen Fleck, je weiter die Fällung vorgeschritten ist; derselbe verschwindet durch Schütteln, und die Rosafarbe der Cochenille erscheint so lange wieder, als die Fällung nicht vollständig ist.

Sobald sämtliche Phosphorsäure durch die Urannitratlösung niedergeschlagen ist, erhält die Lösung eine grünbläuliche Farbe, welche durch weiteres Zufügen von Urannitrat nicht mehr verändert wird. Bringt man nun einen Tropfen der titrirten Lösung mit einem Körnchen Ferrocyankalium zusammen, so erfolgt keine Färbung; um eine merkbar braune Färbung zu erzielen, muss noch ein wenig mehr Urannitratlösung zugefügt werden.

1) Compt. rend. mens. de la Soc. de l'ind. minér., Avril 1887, durch Berg- und Hüttenmännische Zeitung **47**, 18.

2) Die Angabe, dass man bei den zu bestimmenden kleinen Mengen von Phosphorsäure 50 cc Eisessig zufügen soll, dürfte wohl dahin richtig zu stellen sein, dass man 5 cc einer mit Essigsäure versetzten Lösung von essigsauerm Natron zusetzen soll, welche im Liter 100 g des Salzes und 50 cc Eisessig enthält.
Hz. u. W.

Man verwendet zweckmässig eine Uranlösung, von welcher ein Cubikcentimeter 2 mg Phosphorsäure entspricht, und stellt auf eine Phosphorsäurelösung von bekanntem Gehalt, indem man auch hierbei die oben angegebenen Bedingungen genau einhält und die Lösung auf etwa 100° C. erhitzt.

Die von Malot nach dieser Methode erhaltenen Resultate zeigten stets eine Uebereinstimmung von $\frac{1}{10}$ cc oder $\frac{1}{5}$ mg Phosphorsäure. Da die Methode bei diesen genauen Resultaten sehr rasch ausführbar ist, zieht der Verfasser dieselbe sowohl der bisher gebräuchlichen Tüpfelmethode mit Ferrocyankalium, als auch der directen Wägung der pyrophosphorsäuren Magnesia entschieden vor.

Ueber die Trennung der Arsensäure und der Phosphorsäure vom Quecksilber, sowie die Bestimmung der Salpetersäure, des Chlors und des Natriums neben Quecksilber und Phosphorsäure oder Arsensäure liegt eine Arbeit von Konrad Haack¹⁾ vor.

1. Zur Trennung der Arsensäure vom Quecksilber, welches als Oxydsalz vorhanden ist, löst man die Substanz in wenig Salzsäure, übersättigt die Lösung mit Ammoniak und fügt zu dem hierbei entstehenden weissen Niederschlage tropfenweise so lange eine klare, nicht zu verdünnte Cyankaliumlösung, bis sich der weisse Niederschlag wieder vollständig gelöst hat. Die Lösung versetzt man zunächst mit so viel Ammoniak, dass dessen Menge ein Viertel des ganzen Flüssigkeitsvolumens beträgt und alsdann mit eben so viel absolutem Alkohol. Man fällt nun in bekannter Weise die Arsensäure mit Magnesiainxtur und aus dem schwach angesäuerten und verdünnten²⁾ Filtrate das Quecksilber durch Schwefelwasserstoff.

Ist das Quecksilber in Form von Oxydulsalz vorhanden, so löst man die Substanz in wenig Salpetersäure, fügt etwas Salzsäure und einige Körnchen chloresäures Kali hinzu und erhitzt auf dem Wasserbade, bis man eine klare, nicht mehr nach Chlor riechende Flüssigkeit erhält. Alsdann verfährt man genau wie zuvor angegeben.

Der Verfasser hatte vor Anwendung dieser Trennungsmethode versucht, nach H. Rose's³⁾ Vorschrift das Quecksilber aus der salzsauren

¹⁾ Inaugural-Dissertation, Verlag von Mayer & Müller, Berlin; vom Verfasser eingesandt.

²⁾ Nach den Erfahrungen des Verfassers scheidet sich aus verdünnten Quecksilberlösungen schneller schwarzes Schwefelquecksilber ab, und bilden sich weniger leicht die bekannten weissen Doppelverbindungen.

³⁾ Poggendorff's Annalen **110**, 529; R. Fresenius, Quant. Analyse, 6. Aufl., **1**, 325.