

hinzu und titriert sofort nach dem Umschütteln mit $\frac{1}{20}$ -Normal-Thio-sulfatlösung und Stärke das Jod. Liegt eine saure Lösung eines Ferricyanids vor, so neutralisiert man dieselbe zweckmäßig zunächst mit Natronlauge und setzt ein oder zwei Tropfen verdünnte Schwefelsäure hinzu, bis die Lösung eben sauer ist, dasselbe muss mit alkalischen Lösungen geschehen. In bikarbonatalkalischer Lösung nach der ursprünglichen Mohr'schen Vorschrift zu titrieren, ist hier ebenfalls prinzipiell falsch.

Die Graphitbestimmung im Gusseisen durch direkte Wägung ist schon von verschiedenen Seiten empfohlen worden und wird von O. Johannsen¹⁾ unter Verwendung eines Neubauer-Tiegels ausgeführt. Dieser Tiegel bietet gegenüber dem mit einer Asbestschicht ausgestatteten Gooch-Tiegel den Vorteil, dass in ihm unbedenklich mit Flusssäure und Kalilauge gearbeitet werden kann. Man löst 3 g Eisen auf dem Wasserbade in Salpetersäure von 1,10 spezifischem Gewicht, filtriert durch einen ziemlich porösen Neubauer-Tiegel und wäscht mit heissem Wasser nach. Sollte sich hierbei das Filter infolge der Ausscheidung von gelatinöser Kieselsäure verstopfen, so lässt sich die Filtration durch Eingiessen von etwas Flusssäure wieder beschleunigen. Man behandelt jetzt den Tiegelinhalt mit warmer Kalilauge, um noch etwas nicht graphitischen Kohlenstoff zu entfernen, wäscht mit Wasser aus, giesst Flusssäure in den Tiegel und wäscht noch einmal mit Wasser nach. Der Tiegel wird dann $\frac{1}{4}$ bis $\frac{1}{2}$ Stunde im Luftbade auf 200 bis 250° C. erhitzt und gewogen. Hierauf wird der Graphit in der Muffel oder vor dem Gebläse verascht und die verbleibende Aschenmenge zurückbestimmt. Zum Aufsetzen des Tiegels auf die Saugflasche dient ein Vorstoss aus Hartgummi oder Blei, da Glas zu schnell durch die Flusssäure angefressen wird.

Die von dem Verfasser nach diesem Verfahren bei verschiedenen Roheisensorten erzielten Resultate stimmten mit den durch Verbrennung des Graphits im Corleis-Kolben erhaltenen Werten innerhalb der zulässigen Fehlergrenzen überein.

¹⁾ Stahl und Eisen **30**, 456.