H_2SO_4 von 66°Bé. , die Lösung wird $\frac{3}{4}$ Stde. unter Ersatz des verdampfenden Wassers gekocht) und 25 *ccm* reiner Phosphorsäure von 45°Bé. Nach dem Verschliessen des Apparats erhitzt man 20 Minuten zum Sieden, lässt 5 Minuten abkühlen, füllt den Kolben und die Hälfte des Kühlrohres mit ausgekochtem Wasser und absorbiert die gebildete CO_2 in KOH . Mit den Reagenzien ist ein blinder Versuch auszuführen.

2. Im elektrischen Ofen: Die in einem Quarzrohr auf 900°C erhitzte Substanz wird unter Durchleiten von reinem, von CO_2 befreitem Sauerstoff verbrannt, das entweichende Gasgemenge in einem zweiten engen Quarzrohr vollständig oxydiert und die CO_2 in einer gemessenen Menge *n*-Lauge aufgefangen. 3. Methode Mahler und Goutal¹⁾. Bestimmung des Siliziums: 4, bzw. 2 *g* Späne werden in einer Porzellanschale in 50 *ccm* einer Mischung aus 400 *ccm* HNO_3 von 36°Bé. , 400 *ccm* H_2O und 200 *ccm* reiner H_2SO_4 gelöst. Nach dem Verdampfen erhitzt man 20 Minuten unter Entweichen von SO_3 -Dämpfen, nimmt mit HCl -haltigem Wasser auf, filtriert, verascht und wägt als SiO_2 . Bestimmung des Mangans nach Travers²⁾. Bestimmung des Phosphors nach Pittsburgh: Man löst die Probe in HNO_3 , oxydiert mit KMnO_4 , löst die ausgeschiedenen Oxyde mit einer Spur KNO_2 , stumpft mit NH_3 1:1 ab und fällt unter 80°C mit Molybdänlösung. Den abfiltrierten Niederschlag wäscht man je 5 mal mit 2%iger HNO_3 , dann mit 2%iger KNO_3 -Lösung und bestimmt ihn in bekannter Weise auf alkalimetrischem Wege. Bestimmung des Schwefels nach Rollet-Campredon³⁾: Damit Explosionen infolge der gleichzeitigen Verwendung von Kohlensäure und Wasserstoff vermieden werden, benützt man ein Quarzrohr und unterbricht, wenn die Reaktion begonnen hat, die weitere Zufuhr von Wasserstoff. Man verwendet 5 *g* Metall, lässt die durch AgNO_3 -Lösung gereinigte CO_2 hinzutreten und fängt das entweichende Gasgemenge in Zinkacetatlösung auf. Das gebildete Zinksulfid wird sodann jodometrisch bestimmt. Bestimmung des Arsens nach Hollard und Bertiaux⁴⁾: Das als AsCl_3 verflüchtigte Arsen wird in Wasser aufgefangen und in bikarbonat-alkalischer Lösung mit Jodlösung titriert.

Weber.

Methoden für die Probenahme und Analyse von Gussstahl haben Hillebrand und Cain⁵⁾ mitgeteilt. Die Methoden sind von dem amerikanischen Ausschuss für Materialprüfung, der Vereinigung der Giessereifachleute und der Vereinigung der Wagenfabrikanten vereinbart worden. Die Bestimmung des Siliziums nach der Salpeter-Schwefelsäuremethode und der Salzsäuremethode wird besprochen. Der Schwefel wird nach dem Aufschliessen der Probe mit einem Salpetersalzsäuregemisch gewichtsanalytisch als BaSO_4 bestimmt,

¹⁾ Vergl. diese Ztschrft. **55**, 583 (1916). — ²⁾ Vergl. diese Ztschrft. **59**, 314 (1920). — ³⁾ Vergl. diese Ztschrft. **36**, 391 (1897). — ⁴⁾ Bull. soc. chim. de Paris [3] **23**, 300. — ⁵⁾ Am. Soc. for testing Materials, Juni 1915; Rev. de Métallurgie **15**, 101 (1918); durch Chem. Zentrbl. **90**, II, 40 (1919).

der Phosphor als Phosphormolybdat abgeschieden und schliesslich als $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ gewogen, wobei Vorschriften für die Gegenwart oder Abwesenheit von Ti gegeben werden. Das Mangan ist nach der Wismutmethode und dem Chloratverfahren zu bestimmen. Der Kohlenstoff wird direkt verbrannt, das CO_2 in Barytwasser aufgefangen, das BaCO_3 abfiltriert und mit Salzsäure titriert. Zum Abfiltrieren des BaCO_3 wird ein besonderer im Original näher beschriebener Apparat benutzt. Weber.

Zur schnellen Bestimmung des Gesamtkohlenstoffs in Stahl und Gusseisen übergiesst E. Sernagiotto¹⁾ 1 g des Drahts oder des feinen Pulvers mit 50 ccm einer 30 % igen Kaliumkupferchloridlösung, die mit einigen Tropfen HCl angesäuert wird. Der als schwarzes Pulver zurückbleibende Kohlenstoff wird in einem Goochtiegel oder einem in dem Original näher beschriebenen und abgebildeten Apparat auf fein geschlämmtem MnO_2 gesammelt, zunächst mit dem stark verdünnten Reagens, dann mit Wasser gewaschen, bei 100° getrocknet und im Rohr verbrannt. Der Kohlenstoff ergibt sich aus dem aufgefangenen CO_2 .

Weber.

Über die Bestimmung von Uran, Zirkon, Chrom, Vanadin und Aluminium im Stahl liegt eine Arbeit von Charles Morris Johnson²⁾ vor. Zur Trennung der Hauptmenge des Eisens von den genannten Metallen versetzt der Verf. die das Eisen als Ferrosulfat enthaltende Lösung sehr langsam und unter Umrühren mit Ammoniak. Bei einem bestimmten Neutralitätspunkt tritt eine schwach rote Fällung auf, die bei weiterem Zusatz von einigen Tropfen Ammoniak dunkelrot wird. In dem Niederschlag befinden sich das gesamte U, Zr, Al usw., während 99 % des Eisens als Ferroammoniumsulfat gelöst bleiben.

Bestimmung des Urans im Stahl. Man erwärmt 5 g, bei weniger als 0,1 % U 10 g, Späne in einem 600 ccm fassenden Becherglas mit 50 ccm H_2SO_4 (1 : 3) unter Zusatz von 50 ccm Wasser, filtriert nach beendeter Lösung den hauptsächlich aus Karbiden bestehenden Rückstand ab und wäscht 25 mal mit verd. H_2SO_4 aus (25 ccm H_2SO_4 1 : 3 auf 600 ccm verdünnt). Da der Rückstand U enthalten kann, wird er in einem Platintiegel verascht, mit 6 ccm HF und 6 ccm H_2SO_4 (1 : 3) abgeraucht und die nach dem Aufnehmen mit Wasser erhaltene Lösung mit dem zuerst erhaltenen Filtrat vereinigt. Die auf 250 ccm verdünnte Flüssigkeit versetzt man unter Umrühren mit NH_3 (1 : 1) bis zum Auftreten einer schwachen Fällung und gibt tropfenweise weiter NH_3 hinzu (nicht mehr als 10 Tropfen Überschuss), bis der Niederschlag eine dunkle Färbung annimmt. Nach dem Abfiltrieren löst man den Niederschlag in 50 ccm warmer HCl (1 : 1), wäscht mit verd. HCl (1 : 40) nach und versetzt die Lösung mit Na_2O_2 (in Mengen von je 1 g) bis zur alkalischen Reaktion. Nun gibt man 5 g Na_2CO_3 und 5 g $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ hinzu, um das U in Lösung zu halten, erhitzt unter Umrühren

¹⁾ Annal. Chim. Appl. 9, 113 (1918); durch Chem. Zentrbl. 90, IV, 440 (1919).
— ²⁾ Chem. Metallurg. Engineering 20, 523; durch Chem. Zentrbl. 90, IV, 592 (1919).