Zur Phosphorsäurebestimmung in Körneraschen.

Von

Ernst von Raumer.

Bei der Aschenanalyse von Maiskörnern, die nach der Strecker'schen Methode*) mit Barytwasser eingäschert waren, ergab sich folgendes auffallende Resultat. Bei der directen Bestimmung der Phosphorsäure (an das Eisenoxyd, die Magnesia der Asche und einen weiteren Magnesiazusatz gebunden) in 60 g ergaben sich (in der Hälfte der Flüssigkeit): 0,2296 g (auf's Ganze berechnet 0,4592 g) $P_2 O_5$. In einem weiteren Viertel der Lösung, das mit der Menge Molybdänsäure versetzt war, die dem erwarteten (und schliesslich gefundenen) Phosphorsäuregehalt entsprach, fielen aus: 0,1142 g (auf's Ganze berechnet 0,4568 g) $P_2 O_5$, was obiger Menge ziemlich entspricht. Als nun der Sicherheit halber das Filtrat nebst Waschflüssigkeit noch 24 Stunden warm stand, bildete sich noch ein merklicher Niederschlag und ein wenig noch beim Stehen des letzten Filtrats. Beide zusammen ergaben: 0,0086 g (auf's Ganze berechnet 0,0344 g) $P_2 O_5$. Die Summe der durch molybdänsaures Ammon gefundenen Phosphorsäuremengen betrug so: 0,4912 g. Sie stimmte sehr gut zu den Zahlen der übrigen Analyse, differirte aber um 0,0320 g von der direct gefundenen Menge, mit welcher dagegen die Menge des ersten Molybdänniederschlags annähernd harmonirte.

Diese Erscheinung liess sich nicht anders erklären, als dass durch die Hitze des Verkohlens die sauren Phosphate in Pyrophosphate übergegangen waren und der Aetzbaryt, mit welchem die Kohle getränkt worden, beim Veraschen, schon bevor er zur Wirkung kam, in Carbonat übergegangen war. Diese Pyrophosphate entgingen nun der directen, sowie der ersten Ausfällung bei der indirecten Bestimmung, während sie durch die anhaltende Einwirkung der Salpetersäure allmählich in dreibasische Phosphate übergeführt wurden. Hierfür spricht auch der Umstand, dass die aus der Analyse berechneten Basicitäten der Säuren, incl. Kohlensäure, die der Oxyde, incl. Baryt, um ein merkliches übertrafen.

Um jedoch die Sache sicher zu entscheiden, veraschten wir eine zweite Partie in der gleichen Weise und theilten die Flüssigkeit, welche die Phosphate enthielt, in zwei Hälften. In der einen wurde die Phosphorsäure direct bestimmt, die andere dagegen vorher eingedampft und

*) Annal. der Chem. u. Pharm. **73**, 369.

mit kohlensaurem Natronkali anhaltend geschmolzen, dann aber in der gleichen Weise wie die erste behandelt. Dort ergaben sich 0,2197 g P_2O_5 , hier 0,2377 g. Das Filtrat vom ersten Niederschlag, bis auf ein kleines Volum eingedampft, stellten wir mit Salpetersäure 6 Stunden auf's Wasserbad und erhielten dann aus der entsprechend verdünnten Flüssigkeit mit Ammoniak einen Niederschlag entsprechend 0,0123 g P_2O_5 , resp. bei Wiederholung der Manipulation 0,0022 g. Diese drei Mengen ergeben in Summa 0,2342 g, was der in der anderen Hälfte gefundenen Quantität bereits sehr nahe kommt.

Hieraus ergibt sich, dass die oben ausgesprochene Erklärung in der That die zutreffende ist. Da es nun immer leicht eintreten kann, dass beim Verkohlen der Substanz die Temperatur etwas zu hoch steigt, versuchten wir, ob der Uebelstand nicht einfach zu umgehen sei, indem das Barytwasser schon der unverkohnten Substanz zugesetzt würde. 30 g desselben Materials, mit der entsprechenden Menge Barytwasser getränkt und dann getrocknet, veraschten sehr rasch und gut. Die directe Phosphorsäurebestimmung ergab 0,2475 g, was auf 60 g berechnet = 0,4950 g ergibt und mit den oben gefundenen 0,4912 g sehr wohl stimmt, da Salpetersäure die Pyrophosphate ja so schwer völlig in dreibasische überführt. Diese Beobachtung scheint wohl dafür zu sprechen, das Barytwasser am besten schon vor dem Verkohlen der zu veraschenden Pflanzensubstanz zuzusetzen.

Versuchsstation Poppelsdorf, 7. Februar 1881.

Ueber eine Verbesserung bei der aräometrischen Ablesung, zumal in ihrer Anwendung auf die Bestimmung des specifischen Gewichtes von ausgelassenem Butterfett.

Von

Adolf Mayer.

Mit der Ausarbeitung einer Methode der Bestimmung des specifischen Gewichtes von ausgelassenem Butterfette bei dem Kochpunkte des Wassers mit Hülfe eines besonders hierfür construirten Aräometers beschäftigt, habe ich die folgenden Wahrnehmungen gemacht, die zum Theil eine allgemeinere analytische Bedeutung haben dürften und darum in dieser Zeitschrift niedergelegt sein mögen.