

Eine Notiz von T. Eggleston\*) über Tellur im Kupfer kann hier nur erwähnt werden, da dieselbe Analytisches nicht enthält.

Zur Sauerstoffbestimmung im Kupfer verwendet O. Pufahl\*\*) 10—20 g nicht über 1 mm starker blanker Drehspäne nach sorgfältiger Entfettung mit wasserfreiem Aether. Dieselben werden in einem Porzellanschiffchen gewogen und 1 Stunde lang bei ungefähr 500° im Glas- oder Porzellanrohr in einem Strom reinen Wasserstoffes erhitzt. Der Gewichtsverlust entspricht dem Sauerstoff-Gehalte. Zur Controle kann das gebildete, wie bei Elementaranalysen aufgefangene Wasser gewogen werden. Enthält das untersuchte Raffinadkupfer Arsen in erheblicher Menge, so verflüchtigt sich ein beträchtlicher Theil des letzteren, kann jedoch durch einen 10 cm langen Pfropfen von Glaswolle oder Asbest im kühleren Theile des Glührohres zurückgehalten werden; in diesem Falle ist der Sauerstoffgehalt aus dem Gewichte des entstandenen Wassers zu berechnen. Die Angaben Pufahl's über die galvanische Ausfällung des Kupfers müssen im Original nachgelesen werden. Dasselbe gilt bezüglich der von K. A. Åkerblom\*\*\*) gemachten Mittheilung über eine modificirte elektrolytische Kupferprobe für arsenhaltige Erze, Schlacken u. s. w.

**Eisenanalyse.** Bei Bestimmung des Siliciums in Eisensorten nach der Methode von Drown und Shimer†) erhält man, wie H. von Jüptner††) auf Grund vergleichender Versuche angibt, nur dann gute Resultate, wenn die Salpetersäure vollständig verflüchtigt wurde; war letzteres nicht der Fall, so blieb Kieselsäure gelöst und die Resultate fielen zu niedrig aus. Zur Lösung des Eisens kann man statt Salpetersäure von vorn herein eine Mischung von 3 Vol. Schwefelsäure (1,13 specif. Gewicht) und 1 Vol. Salpetersäure (1,4 specif. Gewicht) anwenden.

Die Analyse von Eisen und Stahl hat Francis Watts†††) unter specieller Berücksichtigung einer getrennten Bestimmung des mit Eisen verbundenen und des als Schlacke im Eisen vorhandenen Siliciums bearbeitet. Er empfiehlt, zuerst den Ge-

\*) Chemical News 47, 51.

\*\*) Berg- u. Hüttenm. Ztg. 43, 310.

\*\*\*) Berg- u. Hüttenm. Ztg. 43, 280.

†) Diese Zeitschrift 20, 299.

††) Chemiker-Ztg. 6, 1285.

†††) Chemical News 45, 279.

sammit-Kohlenstoff nach Wöhler\*) zu bestimmen. Eine andere gewogene Portion des Eisens wird analog im Chlorstrom erhitzt, wobei Eisen, Silicium, wahrscheinlich auch Schwefel und Phosphor, als Chloride verflüchtigt werden. Die Gase werden durch Wasser geleitet, welches das aus dem an Eisen gebundenen Silicium entstandene Siliciumchlorid sofort in Kieselsäure umwandelt. Letztere wird wie gewöhnlich bestimmt. Im Schiffchen des Verbrennungsrohres bleibt der Gesamt-Kohlenstoff und die Schlacke, bei manganhaltigem Eisen auch etwas Mangan, welches durch Waschen entfernt werden muss. Zieht man vom Gewicht des Kohlenstoffs plus Schlacke das durch besonderen Versuch bestimmte Gewicht des ersteren ab, so erhält man die Menge der vorhandenen Schlacke. Betreffs der Einzelheiten des Verfahrens kann hier wohl auf das Original Bezug genommen werden.

Bezüglich der colorimetrischen Bestimmung des Kohlenstoffs im Stahl hat A. E. Hunt\*\*) die von ihm bei Ausführung dieser Methode beobachteten Vorsichtsmaassregeln beschrieben, und verfehle ich nicht, auf diese Veröffentlichung aufmerksam zu machen.

Der Umstand, dass alle Methoden zur Bestimmung des Kohlenstoffs im Stahl, bei welchen eine Lösung der betreffenden Probe stattfindet, an dem Uebelstand leiden, dass eine mehr oder weniger geringe Entwicklung von Kohlenwasserstoffen statt hat, durch welche das Resultat zu niedrig ausfällt, veranlasste Särnström\*\*\*), den entwickelten Kohlenwasserstoff in geeigneter Weise zu verbrennen, die gebildete Kohlensäure in einem Kaliapparat aufzufangen, zu bestimmen, und aus dem Gewicht derselben die Menge des in Form von Kohlenwasserstoffen verflüchtigten Kohlenstoffs zu berechnen.

Zur Bestimmung von Schwefel in Eisen und Stahl lässt George Craig†) das aus etwa 100 grains (rund 6g) Untersuchungsmaterial mit Salzsäure entwickelte Gas in bekannter Weise durch ammoniakalisches Wasserstoffsuperoxyd ††) streichen und bestimmt die aus dem entwickelten Schwefelwasserstoffgas gebildete Schwefelsäure wie gewöhnlich. Bei seinen Versuchen wurde fast stets der gesammte Schwefelgehalt des Objectes als Schwefelwasserstoff entwickelt, denn die im

\*) Siehe diese Zeitschrift 8, 401.

\*\*) Berg- u. Hüttenm. Ztg. 43, 499.

\*\*\*) Berg- u. Hüttenm. Ztg. 44, 82.

†) Chemical News 46, 199 u. 272.

††) Vergl. diese Zeitschrift 23, 213.

Entwicklungskolben zurückgebliebene Lösung gab nach Oxydation mit chlorsaurem Kali nur bei einem 8 % Silicium enthaltenden Roheisen mit Chlorbaryum noch einen Niederschlag. (Ich verfehle jedoch nicht, auf das Lösungsvermögen gerade dieser sauren EisenoxydLösung für Baryumsulfat noch speciell aufmerksam zu machen. W. L.)

Während nach einem Versuche Craig's sich auch bei kupferhaltigem Eisen aller Schwefel durch Säuren in Form von Schwefelwasserstoff entwickelt, zeigt H. Rocholl\*) in längerer Versuchsreihe, dass der Schwefelgehalt von gewöhnlichem Roheisen und Bessemer-Eisen durch Säure fast vollständig als Schwefelwasserstoff entwickelt wird, dass jedoch bei kupferhaltigem Eisen das Gleiche nicht der Fall ist, so dass bei solchem Eisen um so mehr Schwefel in dem sauren Rückstand zurückbleibt, je mehr Kupfer die Probe enthält.

Bezüglich des Schwefelgehaltes von Eisenerzen macht V. Eggertz\*\*) darauf aufmerksam, dass der Gehalt mancher Erze an schwefelsaurem Baryt bei der Analyse leicht übersehen wird, während doch der Schwefelgehalt auch dieser Verbindung bei der Verarbeitung in das Eisen eintreten kann. Er hat deshalb den Schwefelgehalt der Eisenerze bis in die letzten Jahre durch Analyse der Eisenreguli bestimmt, welche bei der Tiegelprobe mit Emailsclacke erhalten waren.

Zur Bestimmung des Phosphors im Eisen empfiehlt A. Tamm\*\*\*) 1 g Eisen in 12 cc Salpetersäure (1,2 specif. Gewicht) siedend heiss zu lösen, die Lösung auf einer etwa 1 cm dicken Gusseisenplatte zur Trockne abzudampfen, den Rückstand etwa 1 Stunde lang auf mindestens 200° C. zu erhitzen, alsdann 6 cc Salzsäure (1,19 specif. Gewicht) zuzusetzen, wieder einzukochen und wie das erste mal zu erhitzen. Die trockene Masse löst man unter Kochen in 6 cc Salzsäure (1,19 specif. Gewicht), dampft den Salzsäure-Ueberschuss vorsichtig ab, fügt circa 5 cc Wasser zu, filtrirt und fällt mit Molybdänlösung. Nach dieser Methode hat Tamm stets mehr Phosphor erhalten, als ohne Erhitzen des trockenen Rückstandes; er glaubt, dass durch letzteres die die Fällung der Phosphorsäure bei der gewöhnlichen Methode beeinträchtigenden Humusverbindungen zerstört werden, welche aus dem Kohlenstoffgehalt der Eisencarburete

---

\*) Chemical News 46, 236.

\*\*) Berg- u. Hüttenm. Ztg. 42, 353.

\*\*\*) Berg- u. Hüttenm. Ztg. 42, 333. Vergleiche auch die weitere Abhandlung desselben Autors, Chemical News 49, 208.

durch Salpetersäure entstehen. Die Wahrnehmung Tamm's ist durch V. Eggertz\*) bestätigt, doch glaubt Letzterer, dass der Phosphor des Eisens durch Salpetersäure in eine neue Modification der Phosphorsäure umgewandelt wird, welche erst beim Erhitzen in die durch Molybdänsäure fällbare Phosphorsäure übergeht. Bei Proben schlackehaltigen Eisens ist zu bedenken, dass die Schlacke auch Phosphorsäure enthält, welche zwar nicht auf die Qualität des Eisens einwirkt, bei Lösung desselben in der Wärme aber frei wird und den Phosphorgehalt vermehrt. Wird die Lösung mit solcher Schlacke bei 200° C. eingetrocknet, so wird eine grössere Menge der Schlacke aufgeschlossen, als bei 100° C. Bei Mineralien und Erzen, in denen die Phosphorsäure fertig gebildet vorkommt, erhält man nach dem Eintrocknen der Lösungen bei 100° C. dieselben Resultate, wie nach dem Erhitzen auf 200° C. Die Mittheilungen von J. Oliver Arnold\*\*) und J. Lawrence Smith\*\*\*) über die Bestimmung von Phosphor, sowie eine solche von Magnus Troilius†) über die Bestimmung des Mangans und Phosphors in Eisen, schliesslich eine Besprechung analytischer Methoden aus den Vereinigten Staaten von dem letztgenannten Autor ††) bringen keine neuen analytischen Methoden und können daher hier nur erwähnt werden.

Arsen bestimmt Eug. Lundin†††) in Eisen und Stahl, indem er 6 g des Untersuchungsobjectes in 70 cc Salpetersäure (1,2 specif. Gewicht) löst, die Lösung mit 40—45 cc Schwefelsäure (1,83 specif. Gewicht) versetzt, bis zur Austreibung der letzten Spur Salpetersäure unter gutem Umrühren verdampft, wobei zuletzt soweit erhitzt wird, dass ein Theil der Schwefelsäure mit fortgeht und in der Masse keine Blasen mehr erscheinen. Der Rückstand wird in einem 300 cc fassenden Setzkolben mit 8—12 g schwefelsaurem Eisenoxydul versetzt und mit 70 cc Salzsäure (1,19 specif. Gewicht) destillirt. Das Destillat wird in 300 cc warmem destillirtem Wasser aufgefangen und im Uebrigen in bekannter Weise verfahren. Von Eisenerzen werden 4 g fein gepulvert, bei

\*) Berg- u. Hüttenm. Ztg. **42**, 353. Vergleiche übrigens auch die Mittheilungen von Eggertz in Chemical News **42**, 87.

\*\*) Chemical News **43**, 148.

\*\*\*) American Journal of science **23**, 316; Chemical News **45**, 195.

†) Berg- u. Hüttenm. Ztg. **43**, 284.

††) Berg- u. Hüttenm. Ztg. **42**, 254. Vergl. auch Watts, Analysis of iron and Steel (Chemical News **45**, 279) und Albano Brand, Verfahren zur Analyse von Eisen und Stahl (Dissertation; Berg- u. Hüttenm. Ztg. **43**, 347).

†††) Berg- u. Hüttenm. Ztg. **43**, 465.

mässiger Wärme 12 Stunden lang mit 40 cc Salpetersäure (1,4 specif. Gewicht) behandelt, worauf das Digeriren unter allmählichem Zusatz von Salpetersäure von 1,19 specif. Gewicht noch eben so lange Zeit fortgesetzt wird. Hierauf wird bis nahe zur Trockne eingedampft, Schwefelsäure (1,83 specif. Gewicht) zugesetzt und verfahren wie vorher.

Neue Experimental-Untersuchungen über den Gasgehalt von Eisen und Stahl, welche Friedrich C. G. Müller\*) ausgeführt hat, bieten analytisch nichts Neues und können daher im Anschluss an die frühere Mittheilung\*\*) desselben Autors hier nur erwähnt werden. Dasselbe gilt von den an die Arbeiten Müller's sich anschliessenden Mittheilungen von A. Pourcel\*\*\*), Brustlein†), und H. Wedding††).

Zur Unterscheidung von Eisen und Stahl taucht D. Sevoz†††) die Probe etwa 1 Minute lang in eine mit Schwefelsäure versetzte Lösung von Kaliumdichromat, spült ab und trocknet. Nach dem Verfasser erhalten hierbei Gusseisen und weicher Stahl eine gleichmässige, aschgraue Färbung; harter Stahl wird fast schwarz ohne jeden metallischen Schein, die Puddel- und Frischeisen bleiben beinahe weiss und haben immer metallischen Reflex an dem Theile der Oberfläche, welcher vorher durch Feilen blossgelegt wurde, während die übrige Oberfläche unregelmässige schwarze Flecken zeigt.

**Erkennung leichter Vergoldung und Versilberung.** Bekanntlich erkennt man eine leichte Vergoldung am einfachsten, wenn man den mit einer breiten Fläche (nicht mit einer Ecke oder Kante) des zu untersuchenden Gegenstandes auf einem sorgfältig gereinigten Probirstein gezogenen Strich mit reiner Salpetersäure von 1,3—1,35 specif. Gewicht behandelt, wobei vorhandenes Gold ungelöst zurückbleibt. Lässt sich hierdurch Gold nicht erkennen und ist die Vermuthung begründet, dass eine leichte Vergoldung dennoch vorliegt, so fasst man nach Finkener§) den zu untersuchenden Gegenstand mit einer Federzange, spritzt den-

\*) Berg- u. Hüttenm. Ztg. **43**, 42.

\*\*) Diese Zeitschrift **20**, 300.

\*\*\*) Dingler's pol. Journ. **251**, 83.

†) Annales industrielles; Dingler's pol. Journ. **251**, 91.

††) Stahl und Eisen; Dingler's pol. Journ. **251**, 91.

†††) Journ. Pharm. Chim.; Jahresbericht über die Fortschritte der chem. Technologie **30**, 10.

§) Mittheilungen aus den Kgl. technischen Versuchsanstalten zu Berlin; Dingler's pol. Journ. **254**, 270.