

kommenden Objekte kritisch gesichtet, zum grössten Teil selbst geprüft und die bekannteren und bewährten Verfahren in seinem Buche zusammengestellt. Ein vorangehender allgemeiner Teil behandelt die Kohlenstoff- und Schwefelbestimmung in den Metallen, insbesondere in deren Ferrolegierungen und in den Spezialstählen. In dem sich anschliessenden speziellen Teil ist einem jeden Metall ein besonderer Abschnitt gewidmet. Zunächst werden die gewichtsanalytischen und die maßanalytischen Methoden beschrieben, dann folgen die elektrolytischen und kolorimetrischen Methoden, welche wegen ihrer geringen praktischen Bedeutung nur kurz behandelt werden. Hieran reihen sich die Trennungsmethoden und schliesslich die speziellen Untersuchungsmethoden der einzelnen Rohprodukte und Fertigfabrikate. Die letzteren Methoden sind wegen ihrer Wichtigkeit besonders eingehend wiedergegeben.

Da sich in dem Handbuch alle hauptsächlichen, als zuverlässig erkannten Methoden in übersichtlicher Zusammenstellung und ausführlicher Beschreibung finden, kann es für den praktischen Gebrauch als durchaus geeignet empfohlen werden.

**Die Bestimmung von Phosphor in Vanadiumstählen** bot bisher gewisse Schwierigkeiten und war nicht genau. E. W. Hagmaier<sup>1)</sup> verfährt daher in folgender Weise: Die Stahlprobe wird in Königswasser gelöst, die Lösung zur Trockne verdampft und die Säure verjagt. Nach dem Aufnehmen mit starker Salzsäure wird die Kieselsäure abfiltriert, das Filtrat mit schwefliger Säure reduziert und darauf mit 5 ccm 90-prozentiger Essigsäure und 10 ccm gesättigter Cerchloridlösung versetzt. Man gibt nun tropfenweise und unter stetem Umrühren verdünntes Ammoniak (1:3) bis zur eintretenden Trübung hinzu, erhitzt zum Kochen, lässt absitzen und filtriert. Das Cerphosphat wird 5 bis 6 mal mit heissem Wasser ausgewaschen, in heisser Salpetersäure (1:1) gelöst und die Phosphorsäure mit Ammoniummolybdat gefällt. Von grosser Wichtigkeit ist der langsame Zusatz von Ammoniak. Bei einem Gehalt von 0,5 bis 1 % Vanadium ist die Fällung des Cerphosphats zu wiederholen, bei 1 bis 5 % ist eine doppelte Wiederholung notwendig.

J. R. Cain und F. H. Tucker<sup>2)</sup> reduzieren bei der Bestimmung des Phosphors in Vanadium enthaltendem Stahl das Vanadium durch

<sup>1)</sup> Metall and Chem. Eng. **11**, 28; durch Chemiker-Zeitung **37**, R. 261.

<sup>2)</sup> Journ. Franklin Inst. **175**, 531; durch Chem. Zentralblatt **84**, II, 174.

Ferrosulfat. Die Abscheidung des Ammoniumphosphormolybdat soll bei 15 bis 20° C. vorgenommen werden. Das vielfach übliche Abstumpfen der Lösung mit Ammoniak muss vor der Reduktion der Vanadinsäure stattfinden, und es ist die Einwirkung der sich bildenden Stickoxyde auf das reduzierte Vanadium zu vermeiden.

**Die Bestimmung des Phosphors in Ferrowolfram, Wolframpulver, Wolframoxyd und Wolframsäure durch direkte Lösung** hat C. M. Johnson<sup>1)</sup> empfohlen. Der Verfasser hat gefunden, dass die Phosphorbestimmung in wolframhaltigen Substanzen durch Schmelzen mit einem Gemisch von Alkalikarbonat und Alkalinitrat viel zu niedrige Resultate ergibt. Für technische Zwecke ist die folgende Methode hinreichend genau. 1 g Ferrowolfram wird in einer bedeckten Platinschale mit 30 ccm konzentrierter Salpetersäure und 3 ccm Flusssäure erwärmt; die Lösung wird bis gerade zur Trockne gebracht und dann wieder mit 50 ccm konzentrierter Salzsäure verdampft. Der Rückstand wird mit 20 ccm konzentrierter Salzsäure aufgenommen, die Lösung nach Zusatz von 50 ccm Wasser erhitzt, filtriert und der Niederschlag mit verdünnter Salzsäure (1:20) ausgewaschen. Filtrat und Waschflüssigkeit werden auf 10 ccm eingengt, mit Wasser verdünnt und wiederum filtriert. Die nochmals auf 10 ccm eingengte Lösung wird in einer bedeckten Schale mit 75 ccm konzentrierter Salpetersäure erhitzt, auf 20 ccm eingedampft, wieder mit 50 ccm Salpetersäure versetzt und nach dem Einengen auf 15 ccm unter Zufügen von 20 ccm Wasser erhitzt und filtriert. Der Niederschlag wird mit verdünnter Salpetersäure (2:100) gewaschen, die Lösung auf 40 ccm eingengt und mit einem geringen Überschuss einer 5-prozentigen Kaliumpermanganatlösung 3 bis 4 Minuten gekocht. Das abgeschiedene Mangandioxyd bringt man mit etwas Ferrosulfat in Lösung und fällt dann die Phosphorsäure mit Molybdänlösung. Wolframerze werden mit Salzsäure unter Zusatz von Kaliumchlorat aufgeschlossen, die Lösung wird verdampft und in der oben beschriebenen Weise weiter behandelt. Wolframpulver wird durch Erhitzen auf Rotglut in gelbes Oxyd übergeführt und dieses wie die Erze verarbeitet. Wolframoxyd und Wolframsäure sind direkt wie die Erze zu behandeln.

**Auf eine Gefahr bei der Trennung von Mineralien mittels schwerer Lösungen** wird von W. F. Hillebrand<sup>2)</sup> hingewiesen. Es

<sup>1)</sup> Journ. of Ind. and Eng. Chem. 5, 297; durch Journ. of the Soc. of Chem. Ind. 32, 509.

<sup>2)</sup> American Journ. of Science 35, 439; vom Verfasser eingesandt.