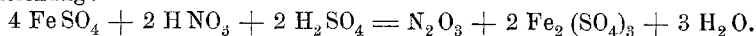


dampft wieder bis zum gerade beginnenden Abrauchen, um die letzten Spuren der niederen Sauerstoffverbindungen des Stickstoffs zu verjagen. Nach dem Erkalten nimmt man mit 50 *ccm* kaltem Wasser auf und gibt, wenn alles in Lösung gegangen ist, noch 25 *ccm* Wasser hinzu. Hierauf versetzt man mit 10 *ccm* einer 40%igen Jodkaliumlösung und titriert sofort mit einer $\frac{1}{10}$ Thiosulfatlösung. Enthält die Legierung geringe Mengen von Blei, so zeigt die Flüssigkeit bei der Endreaktion statt einer milchig weissen, eine gelbliche Färbung; das Ergebnis der Titration wird jedoch durch mässige Bleimengen nicht beeinflusst.

Zu beachten ist, dass ein zweimaliges Abrauchen der Lösung unbedingt nötig ist. Die Menge des Zinns soll nicht mehr als 0,1 *g* betragen, da sonst infolge Hydrolyse eine Abscheidung von Stannihydroxyd stattfindet. Metalle, deren Salze aus Kaliumjodid Jod in Freiheit setzen, wie Antimon und Eisen, dürfen natürlich nicht zugegen sein.

Zur Bestimmung von Chrom und Vanadin im Stahl benutzen C. H. Rich und G. C. Whittam¹⁾ eine Kombination der Methode von Walters²⁾ zur Bestimmung des Chroms und der Vanadinbestimmungsmethode von J. Kent Smith. 1 bis 2 *g* des Chromvanadinstahls werden in 40 bis 60 *ccm* verdünnter Schwefelsäure (1:5) gelöst, die Lösung wird mit 4 bis 6 *ccm* Salpetersäure 1,20 D. oxydiert, nach dem Verdünnen auf 170 bis 180 *ccm* mit 20 *ccm* Silbernitratlösung (1,33 *g* im Liter) versetzt und unter allmählichem Zufügen von Ammoniumpersulfat erhitzt, bis das Chrom vollständig oxydiert ist. Nach erfolgter Oxydation tritt entweder eine Abscheidung von Mangansuperoxyd oder bei grösserem Chromgehalt die Permanganatfärbung auf. Zur Zersetzung des überschüssigen Persulfats wird dann noch einige Minuten erhitzt und das Erhitzen nach Zusatz von einigen Kubikzentimetern Salzsäure bis zum völligen Vertreiben des Chlors fortgesetzt. Zu einem abgemessenen Volumen der auf 400 *ccm* gebrachten Lösung wird nun Ferrosulfatlösung zugesetzt und mit $\frac{1}{10}$ KMnO_4 zurücktitriert, wobei sich das Chrom ergibt³⁾. Nachdem man die geringe Permanganatfärbung durch Ferrosulfatlösung weggenommen hat, gibt man wieder eine gemessene Menge Ferrosulfatlösung hinzu und titriert mit Kaliumbichromatlösung zurück, wobei die Endreaktion durch Tüpfeln mit Ferricyanid festgestellt wird. Die letztere Titration ergibt das Vanadin.

Die Titration der Nitrate mit Ferrosulfat bei Gegenwart von konzentrierter Schwefelsäure haben F. C. Bowman und W. W. Scott⁴⁾ vorgeschlagen. Die Zersetzung der Nitrate erfolgt hierbei nach der Gleichung:



1) Metallurg. Chem. Eng. **13**, 238 (1915); durch Ztschrft. f. angew. Chem. **28**, II, 529 (1915). — 2) Vergl. diese Ztschrft. **48**, 304 (1909). — 3) Ein ganz ähnliches Verfahren hat auch H. Tusker als Schnellmethode für Chrombestimmungen in Eisen und Stahl vorgeschlagen (Chem. Ztg. **39**, 122 (1915). — 4) Journ. Ind. Eng. Chem. **7**, 766 (1915).