

No.	Salz	K Mn O ₄	Procente Mo O ₃
1	0.05025	9.1	81.73
2	0.1005	18.1	81.28
3	0.05025	9.1	81.73
4	0.1005	18.2	81.73
5	0.15075	27.2	81.43
6	0.2010	36.2	81.28
7	0.2205	39.8	81.46
8	0.1565	28.2	81.32
9	0.1142	20.6	81.40
10	0.3453	62.4	81.56
11	0.2713	48.9	81.35
12	0.3125	56.5	81.60
13	0.3289	59.6	81.78
14	0.2868	51.9	81.67

Berechnet 81.55 pCt. Mo O₃.

384. Otto Freih. v. d. Pfordten: Methode zur Bestimmung der Phosphorsäure.

(Eingegangen am 7. August.)

Auf die in der vorigen Mittheilung besprochene Methode der maassanalytischen Bestimmung der Molybdänsäure lässt sich ein Verfahren zur Phosphorsäurebestimmung gründen. Zu diesem Zweck empfahl schon Macagno¹⁾ die Reduktion der Molybdänsäure; seine Versuche wurden jedoch als ungenau von Schiff²⁾ zurückgewiesen. Ueber eine praktische Anwendung dieses Verfahrens ist nichts bekannt geworden. Nachdem nun jetzt die Bedingungen der Reduktion der Molybdänsäure genau festgestellt sind, lässt sich auch eine sichere Methode auf dieselbe gründen. Man verfährt so, dass man den auf bekannte Weise erhaltenen, von beigemengter Molybdänsäure freien Niederschlag von phosphormolybdänsaurem Ammonium mit einer nahezu gesättigten Lösung von Ammoniumsulfat auswäscht. Man löst denselben alsdann in Ammoniak, verdünnt auf ein bestimmtes Volumen, und verwendet von dieser Lösung so viel Cubikcentimeter zur Re-

¹⁾ l. c.

²⁾ l. c.

duktion, dass darin höchstens 0.3 Mo O₃ enthalten sind. Alsdann reducirt man mit Zink und Salzsäure auf die oben angegebene Weise. Aus der zur Oxydation verbrauchten Anzahl Cubikcentimeter Permanganat berechnet sich zunächst die vorhandene Molybdänsäure und weiterhin die Phosphorsäure. Meine Resultate weisen auf eine solche Zusammensetzung des gelben Niederschlags hin, wie sie Finkener¹⁾ und Pemberton²⁾ angegeben haben und lassen ein constantes Verhältniss von 24 Mo O₃ auf 1 Phosphorsäureanhydrid darin annehmen, welches auch den folgenden Berechnungen zu Grunde gelegt wurde.

$$1 \text{ ccm KMnO}_4 = 0.0007585 \text{ Sauerstoff}$$

$$1 \text{ » » } = 0.004551 \text{ Mo O}_3$$

$$1 \text{ » » } = 0.0001869 \text{ P}_2 \text{ O}_5.$$

Angew. Na ₂ HPO ₄	Gebr. ccm K Mn O ₄	Gefunden P ₂ O ₅	Gefunden P ₂ O ₅ in pCt.	Berechnet P ₂ O ₅ in pCt.
0.5848	30.8	0.1152	19.71	19.83
—	31.1	0.1160	19.83	—
—	31.3	0.1167	19.95	—
—	31.0	0.1156	19.77	—
0.3902	20.5	0.0766	19.66	—
0.7804	41.6	0.1555	19.92	—
0.1951	20.6	0.0385	19.73	—

Die Lösung wurde stets auf 500 ccm, nur im letzten Falle auf 250 ccm verdünnt, und davon jedesmal 25 ccm zu einer Reduktion angewendet. Die gewichtsanalytische Bestimmung ergab genau das theoretisch berechnete Resultat.

Ein Ferriphosphat enthielt nach gewichtsanalytischer Bestimmung 35.99 pCt. Phosphorsäureanhydrid; maassanalytisch 35.85—97 pCt.

Ein Guanosuperphosphat enthielt gewichtsanalytisch 21.85 pCt. Phosphorsäureanhydrid; maassanalytisch 21.79—21.88 pCt.

Die Methode, welche in allen Fällen anwendbar ist, in denen die Abscheidung der Phosphorsäure mit molybdänsaurem Ammonium stattfinden kann, unterscheidet sich von der bei Gegenwart von Eisen, Aluminium u. s. w. üblichen Sonnenschein'schen nur in ihrem zweiten Theile. Sie besitzt vor derselben den Vorzug grosser Raschheit der Ausführung.

¹⁾ Diese Berichte XI, 1638.

²⁾ Chemical News 46, 4.