

## Neue Methode zur Bestimmung des Phosphors in Roheisen und Stahl.

Von **Wilhelm Kalmann.**

(Aus dem Laboratorium der k. k. Staatsgewerbeschule in Bielitz.)

(Vorgelegt in der Sitzung am 8. October 1885.)

Zur Bestimmung des Phosphors in Roheisen und Stahl ist in allen Laboratorien die Molybdänmethode in Anwendung, da die bisher bekannt gegebenen anderen Methoden erstere weder durch Einfachheit und schnelle Ausführung übertreffen, noch auch den gleichen Grad der Genauigkeit für sich haben. Wenngleich nun die Molybdänmethode bei correcter Durchführung zu sehr genauen Resultaten führt, so muss ihr doch der Vorwurf gemacht werden, dass sie umständlich und zeitraubend ist, weshalb in technischen Laboratorien diese Methode nicht zu den beliebtesten zählt.

Ich habe nun eine Methode zur Bestimmung des Phosphors in Roheisen und Stahl ausgearbeitet, die bei gleicher Genauigkeit rascher zum Ziele führt und leichter auszuführen ist als die Molybdänmethode.

Man wägt je nach dem Phosphorgehalte der Probe 1—10 Grm. derselben in einem Platintiegel ab, mengt mit circa der ein- bis zweifachen Menge eines Gemisches aus zwei Theilen gebrannter Magnesia und einem Theile kohlen-sauren Natronkalis, erhitzt auf einem Bunsenbrenner zuerst im geschlossenen, sodann im schief gelegten offenen Tiegel durch eine Stunde und rührt hiebei mehrere Male (beiläufig alle 10 Minuten) mit einem Platinspatel um.

Nach dem Erkalten bringt man die pulverige Masse aus dem Tiegel in ein Becherglas und laugt mit Citronensäurelösung unter Erwärmen aus.

Man muss soviel Citronensäure nehmen, dass die Flüssigkeit auch nach dem Erwärmen eine saure Reaction zeigt.

Man filtrirt nun ab und wäscht zuerst durch Decantiren, dann auf dem Filter mit einer circa einprocentigen Citronensäurelösung aus, bis eine Probe des Filtrates mit Chlorammonium und Ammoniak auch nach einigem Stehen keine Trübung mehr zeigt.

Die allererste Partie des Filtrates geht gewöhnlich etwas trübe durchs Filter, weshalb man dieselbe nochmals aufgiessen muss. Der Niederschlag wäscht sich leicht aus und es filtrirt die Flüssigkeit ziemlich rasch.

Nach dem Auswaschen versetzt man das Filtrat mit Chlorammoniumlösung, sodann mit circa ein Viertel des Volumens concentrirter Ammoniakflüssigkeit und rührt einige Zeit mit dem Glasstabe um, wobei der Niederschlag von phosphorsaurer Ammonmagnesia ausfällt.

Man lässt nun so lange stehen, bis sich der Niederschlag klar abgesetzt hat, giesst die klare Flüssigkeit möglichst sorgfältig von dem Niederschlage durch ein Filter ab, löst letzteren in Salzsäure und fällt neuerdings mit Ammoniak. Es fällt hiebei die phosphorsaure Ammonmagnesia grobkrySTALLINISCH und kann schon nach einer halben bis einer Stunde abfiltrirt werden.

Man unterlasse nicht die Vorsichtsmassregel, den ersten Niederschlag nochmals zu lösen und auszufällen, da man sonst häufig zu hohe Resultate erhält.

Der Niederschlag von  $\text{NH}_4\text{MgPO}_4$  wird nun auf bekannte Art weiter behandelt und sodann die Phosphorsäure in Form von pyrophosphorsaurer Magnesia gewogen.

Diese Methode beruht demnach darauf, dass sich beim Glühen von Eisen mit  $\text{MgO}$  und  $\text{KNaCO}_3$  der Phosphor ganz oxydirt, das entstandene Phosphat in Citronensäure löslich ist, und das in Lösung gegangene Eisen bei Gegenwart von Citronensäure durch Ammoniak nicht gefällt wird.

In folgender Tabelle führe ich noch die Beleganalysen an:

	Methode	Substanz	$Mg_2P_2O_7$	P	P %
		G r a m m			
Thomas- Roheisen aus Hörde	Molybdän	0·8646	0·0800	0·02234234	2·584
	Neue	0·9712	0·0873	0·02438108	2·510
	Neue	1·1215	0·0974	0·02720180	2·425
Thomas- Roheisen aus Witkowitz	Molybdän	2·4845	0·3005	0·08392342	3·378
	Neue	2·0395	0·2535	0·07079730	3·471
	Neue	2·8782	0·3569	0·09967477	3·463
Graues Bessemer- Roheisen aus Königshütte	Molybdän	7·8638	0·0259	0·00723333	0·092
	Neue	4·4724	0·0139	0·00388198	0·087
	Neue	8·3010	0·0276	0·00770811	0·093