

wieder eine halbe Minute lang kräftig um und stellt das Gefäß zurück. Nun läßt man die Fällung mehrere Stunden lang absetzen, ehe man zur Filtration schreitet. Für sehr geringe Phosphormengen ist nach Untersuchungen von R. Kuhn¹⁾ die für die Abscheidung des Niederschlages erforderliche Zeit wesentlich. Niederschläge, welche weniger als 0,5 mg Phosphor enthalten, müssen 6 bis 18 Stunden, Niederschläge, welche weniger als 0,05 mg Phosphor enthalten, bis zu 36 Stunden stehen, ehe sie filtriert werden dürfen. *Es sei besonders hervorgehoben, daß es unzulässig ist, nach der Fällung die Lösung wieder in das Wasserbad zu stellen, da es sonst zu einer Ausscheidung von Molybdänsäure kommt.*

Filtration des Ammoniumphosphormolybdätniederschlages.

Die Filtration des Niederschlages erfolgt analog der Halogensilberfiltration auf Filterröhrchen mit Hilfe der automatischen Absaugvorrichtung (s. S. 89). Wesentlich ist die Trocknung und Wägung des Filterröhrchens. Das Filterröhrchen wird zuerst mit heißer, verdünnter Salpetersäure, dann mit Wasser gewaschen. Anschließend füllt man das Filterröhrchen mit Alkohol, ist dieser abgesaugt, zweimal mit Äther oder Aceton (Verdrängung des Wassers). Nach der Behandlung mit Aceton wischt man das Filterröhrchen mit Rehleder gründlichst ab und trocknet es in einem Vakuumexsikkator.

Als Exsikkator verwendet man entweder ein dickwandiges Reagenzrohr von 2 bis 3 cm Durchmesser, welches durch einen mit Glashahn versehenen Gummistopfen abgeschlossen wird oder man nimmt einen Revolverexsikkator. Der Exsikkator muß tadellos rein sein und *darf kein Trocknungsmittel enthalten*. Zum Trocknen genügt das durch eine Wasserstrahlpumpe erreichbare Vakuum.

Das Filterröhrchen wird eine halbe Stunde im Vakuumexsikkator belassen. Den richtigen Grad der Trocknung erkennt man am Verschwinden des Äther- bzw. Acetongeruches.

Das Filterröhrchen wird unmittelbar nach der Entnahme aus dem Exsikkator zur Wägung gebracht. Die Zeit, welche von der Entnahme des Filterröhrchens aus dem Exsikkator bis zur erfolgten Wägung verstreicht, wird genau notiert.

Für das gute Gelingen der Phosphorbestimmung ist es unerlässlich, die Bedingungen der Trocknung und Wägung des Filterröhrchens vor und nach der Filtration des Niederschlages

¹⁾ Ztschr. f. physiol. Chem. 129, 66 (1923).

vollkommen gleich einzuhalten. Die Filtration erfolgt immer auf ein leeres Filtrerröhrchen. Vorhandene Molybdatniederschläge werden vor der Reinigung des Filtrerröhrchens mit Ammoniak entfernt.

Die Filtration erfolgt mit Hilfe der auf S. 90 beschriebenen Vorrichtung. Zuerst saugt man die Flüssigkeit ab, dann wäscht man den Niederschlag mit der 2%igen Ammoniumnitratlösung und bringt ihn auf den Filter. Zur Erfassung der letzten Niederschlagsreste spritzt man die Gefäßwandung abwechselnd mit 95%igem Alkohol und der 2%igen Ammoniumnitratlösung ab. Nach der Filtration wird das Heberrohr abgenommen, das Filtrerröhrchen mit Alkohol gefüllt und nach Absaugen desselben mit Äther oder Aceton zweimal gewaschen, wobei man jedesmal das Filtrerröhrchen voll füllt.

Das Filtrerröhrchen wird dann abgenommen, mit Rehleder gereinigt, in den Vakuumexsikkator gelegt, nach einer halben Stunde auf die Waage gebracht und in der gleichen Zeit gewogen, wie vor der Filtration ohne Niederschlag.

Berechnung. Der für die Berechnung des Phosphors aus dem Molybdatniederschlag dienende Faktor ist für die vorliegenden Fällungsbedingungen empirisch ermittelt. Der Faktor ist 0,014525.

$$\log. \% P = \log. (\text{Faktor}) + \log. (\text{Molybdatniederschlag}) + (1 - \log. \text{Einwaage}).$$

Maßanalytische Bestimmung des Phosphors.

Diese Methode ist nach dem Vorbild der alkalimetrischen Bestimmung der Phosphorsäure in Eisen und Stahl von Blair (Analysis of Iron and Steel) geschaffen. Die Bestimmung ist in Bezug auf Oxydation der Substanz und der Molybdatfällung gleich wie die gravimetrische Methode. Die Fällung nimmt man zweckmäßigerweise nicht in einem Reagenzglas, sondern in einem 100 ccm fassenden Jenaer Becherglas vor. Die Fällung läßt man über Nacht stehen, dekantiert dann die überstehende Flüssigkeit durch ein Hartfilter (5 bis 7 cm Durchmesser), wäscht die Fällung mit wenig eiskaltem 50%igem Alkohol nach. Die auf das Filter gelangten Niederschlagsteilchen müssen wieder quantitativ in das Becherglas zurückgespült werden.

Zum Niederschlag läßt man zunächst soviel n/10 Lauge zufließen, bis er gelöst ist, dann fügt man nochmals die gleiche Menge zu und kocht 30 Minuten zur Vertreibung des Ammoniaks. Nach Ablauf dieser Zeit soll das Volumen der Lösung nur 10 ccm betragen. Die alkalische Lösung wird mit 5 Tropfen