

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 Rehlleder 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.

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

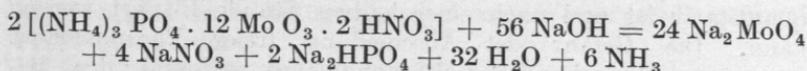
## Maßanalytische Bestimmung des Phosphors.

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%igen 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

Phenolphthalein oder Thymolphthaleinlösung versetzt, mit n/10 Säure auf saure Reaktion gebracht (einige Kubikzentimeter Überschuß), dann 10 bis 20 Sekunden lang gekocht und schließlich mit n/10 Lauge zurücktitriert.

**Berechnung.** Nach der Titrationsgleichung von P. Iversen. (Bioch. Ztschr. 104, 25, 1920)



entfallen auf 1 Atom Phosphor 28 äquivalente Lauge. Der Verbrauch an n/10 Lauge multipliziert mit dem Faktor 0,1107 ergibt die Menge Phosphor in Milligrammen.

### Erfahrungen aus der Praxis.

Die quantitative Bestimmung des Phosphors nach H. Lieb gibt ausgezeichnete Resultate. Die große Genauigkeit der Bestimmung ist darauf zurückzuführen, daß der zur Wägung gelangende Niederschlag das 68fache Gewicht des gesuchten Elementes aufweist.

Für das Gelingen der Bestimmung ist die strenge Beachtung der vorgeschriebenen Konzentrationen und die vollkommen gleichartige Behandlung des Filtrerröhrchens vor den Wägungen erforderlich.

Die maßanalytische Methode gibt ebenfalls infolge ihres günstigen Umrechnungsfaktors sehr gute Resultate, doch bietet sie wenig praktischen Vorteil. Das Auswaschen des Niederschlages und Zurückspülen der Niederschlagsteilchen vom Filter ist ziemlich langwierig. Da das Wägen der Filtrerröhrchen bzw. ihre Vorbehandlung nicht viel Mühe in Anspruch nimmt, empfiehlt es sich, auch Serienbestimmungen gravimetrisch durchzuführen. Bei Analysen von Substanzen, welche neben Phosphor Arsen enthalten, muß vor der Fällung der Phosphorsäure die Arsensäure entfernt werden. Entweder durch Fällung mit Schwefelwasserstoff als Sulfid oder durch Destillation mit Salzsäure, Hydrazinsulfat und Kaliumbromid.

### Methode von Gustav Embden.<sup>1)</sup>

Diese Methode ist besonders für die *Bestimmung des Phosphors in physiologischem Material* von Vorteil. Sie unterscheidet sich von der Methode nach H. Lieb durch die Fällung der Phos-

<sup>1)</sup> Ztschr. f. physiol. Chem. 113, 138 (1921).