

Arbeitsvorschrift: 1 g der Legierung wird mit einer Mischung von 20 ml 10 n Schwefelsäure, 5 ml Salpetersäure (D 1,42), 5 ml Salzsäure (D 1,16) und 20 ml Wasser in Lösung gebracht. Man raucht ab, läßt 5 min lang Schwefelsäuredämpfe weggehen, verdünnt nach dem Erkalten mit Wasser auf etwa 60 ml, kocht, bis alles Lösliche gelöst ist und filtriert an der Saugpumpe. Nach Auswaschen mit heißem Wasser leitet man 5 min Schwefelwasserstoff ein, filtriert und wäscht mit schwefelsäure- und schwefelwasserstoffhaltigem Wasser aus. Das auf 80 ml eingedampfte Filtrat wird in einem 100 ml-Meßkolben mit Wasser zur Marke aufgefüllt. 5 ml dieser Lösung werden in einem 100 ml-Meßkolben mit 5 ml Hydroxylaminhydrochloridlösung (20 g/l) sowie 5 ml Natriumacetatlösung (84 g wasserfreies Salz/l) versetzt und mit Wasser auf 80 ml verdünnt. Dann fügt man entweder die für Eisen und Zink oder die für Eisen, Zink und Nickel berechnete Menge o-Phenanthrolin als 0,2% ige Lösung zu. Die zuzusetzenden ml Phenanthrolinlösung ergeben sich aus den Formeln: $([\text{Fe}] \times 9,6 \times 1,5) + ([\text{Zn}] \times 2,0)$ und $([\text{Fe}] \times 9,6 \times 1,5) + ([\text{Zn}] \times 2,0) + ([\text{Ni}] \times 9,2)$. In diesen Formeln sind die Metallkonzentrationen in Teilen/Million angegeben. In Abwesenheit von Nickel ermittelt man nach 10 min langem Stehen bei 18°, in Anwesenheit von Nickel nach mindestens 10 min langem Stehen zwischen Raumtemperatur und 31° die Extinktion.

A. EICHLER.

Den Gehalt von Aluminiumoxyd in Reinaluminium und seinen Legierungen bestimmt O. WERNER¹ in der Weise, daß die Auflösung der grob zerkleinerten Probestücke mit Brom in methyalkoholischer Lösung vorgenommen wird, in der Aluminiumoxyd ungelöst bleibt.

Je nach dem zu erwartenden Oxydgehalt werden 0,5–5 g Aluminiumblech, -draht, eloxiertes Aluminium usw. in eine Mischung von 200–300 ml Methylalkohol und 20 ml reinstem Brom in einem bedeckten l-l-ERLENMEYER eingetragen. Die Zersetzung beginnt sofort und wird, falls zu stürmisch, unter fließendem Wasser gemäßig. Man läßt über Nacht ausreagieren oder bringt durch Erwärmen nach 1–2 Std zu Ende. Es ist notwendig, Oxydhäute mit dem Glasstab zu zerdrücken, um Einschlüsse, die zu hohen Oxydwert vortäuschen können, zu verhindern. Man filtriert durch Blaubandfilter, wenn nötig unter Verdünnung mit Methanol, wäscht mit Methanol bis zur Farblosigkeit und verascht im Platintiegel. Zur Zerstörung der Kieselsäure wird mit Flußsäure-Schwefelsäure und etwas Salpetersäure abgeraucht. Das im Rückstand vorhandene Al_2O_3 wird gravimetrisch oder zweckmäßiger nach Bisulfatschmelze colorimetrisch mit Eriochromcyanin R im PULFRICH-Photometer gemessen². Wie weit bei Legierungen im Unlöslichen neben Al_2O_3 noch weitere Rückstände, wie Hydrolysenprodukte, Mg_2Si usw. vorkommen, bedarf noch der Klärung.

H. ZELLNER.

Zur Bestimmung des Aluminiumoxydes in Aluminium und seinen Legierungen teilt M. TOURNAIRE³ nach Besprechung der bekannten Methoden ein durch Einfachheit und Billigkeit ausgezeichnetes Verfahren mit:

Man löst ohne zu erwärmen 5 g Aluminium-(Legierung-)Schnitzel in 250 ml einer Mischung von 1 Teil Wasser und 2 Teilen 32% iger Salzsäure (D 1,16). Wenn sich das Metall nach 2–4 Std gelöst hat — bei Gegenwart von Kupfer gibt man gegen Ende etwas Kaliumchlorat zu —, filtriert man durch ein mit Filterschleim

¹ Metall (Berlin) 4, 9 (1950).

² vgl. O. WERNER, diese Z. 121, 385 (1941).

³ Rev. Métall. 46, 294 (1949).