

**Zur polarographischen Bestimmung von Eisen und Kupfer in Rein- und in Reinst-Aluminium** (99,9—99,99%) gibt R. NEUMANN<sup>1</sup> folgende *Arbeitsvorschrift* an: 3 g Aluminium werden mit 50 ml Wasser und 35 ml konz. Salzsäure übergossen und unter Zudecken mit einem Uhrglas gelöst. Die Lösung wird erforderlichenfalls auf etwa 80 ml gebracht, mit 0,5 ml gesättigtem Bromwasser versetzt und zugedeckt 5 min neben einer Heizplatte gehalten. Dann wird bis auf 40 ml (für Zn-Bestimmungen auf 35 ml) eingedampft. Die Lösung wird nach Zusatz von 2,5 ml 2%iger Gelatinelösung (2 ml konz. Salzsäure in 250 ml enthaltend) auf 50 ml aufgefüllt. 10 ml der Lösung werden nun mit Kohlendioxyd 5 min lang durchperlt und unmittelbar in Kohlendioxydatmosphäre polarographiert. Die Auswertung ist erleichtert (Grundstrom!), wenn unter das Analysenpolarogramm ein zweites einer weiteren, mit 0,5 g Hydroxylaminhydrochlorid reduzierten Probe gesetzt wird. Für die Bestimmung des Kupfers wird seine 2. Stufe ausgewertet. Ihre mit 0,9 multiplizierte Höhe wird von der ersten Stufe als einer Cu-Fe-Doppelstufe zur Feststellung des Eisengehaltes abgezogen. Höhen von 1 mm sollen noch gut auswertbar sein. Es wird ohne Kompensation des Kapazitätsstroms gearbeitet, so daß dessen Einfluß unberücksichtigt bleibt.

K. CRUSE

**Die photometrische Bestimmung von Kupfer in Aluminium und Blei-Zinn-Loten mit Neocuproin** führen J. W. FULTON und J. HASTINGS<sup>2</sup> durch Absorptionsmessungen des mit Chloroform extrahierten Cu<sup>I</sup>-Komplexes bei 454 m $\mu$  durch. Für Konzentrationen zwischen 0,002 und 1% Cu in Aluminium bzw. 0,004 und 0,4% Cu in Blei-Zinnloten ist die Methode genau und die Absorption gehorcht dem LAMBERT-BEERSchen Gesetz. — *Bestimmung von Cu in Blei-Zinnloten*. 0,500 g Legierung werden in 25 ml 48%iger Bromwasserstoffsäure gelöst und nach beendeter Reaktion tropfenweise bis zur Bildung einer klaren Lösung mit Brom-Bromwasserstoffsäuremischung (20 ml Br + 180 ml 48%ige HBr-Lösung) versetzt. Nach dem Abkühlen verdünnt man auf 100 ml, entnimmt einen aliquoten Teil mit 0,04 bis 0,20 mg Cu und verdünnt diesen auf 50 ml mit Wasser. Nach Zugabe von 5 ml 10%iger Hydroxylaminhydrochloridlösung und 10 ml Na-Citratlösung (75 g in 250 ml Wasser) stellt man einen p<sub>H</sub>-Wert zwischen 4 und 6 ein und vermischt mit 10 ml 0,1%iger Neocuproinlösung (2,9-Dimethyl-1,10-phenanthrolin) in Alkohol. Den Komplex extrahiert man durch 30 min langes Schütteln mit einmal 10 ml und einmal 6 ml Chloroform und Nachspülen mit jeweils 2 mal 1 ml Chloroform. Nach Auffüllen der Chloroformextrakte mit Alkohol auf 50 ml mißt man die Absorption bei 454 m $\mu$  gegen eine Lösung von Alkohol-Chloroform (3 : 2). Die Durchführung einer Blindprobe wird empfohlen. — *Verfahren zur Bestimmung von Cu in Aluminium*. 0,500 g Al werden in 5 ml Salzsäure (1 : 1) und wenig Salpetersäure gelöst und eingedampft. Nach Zugabe von sehr wenig Salpetersäure und 2 ml Flußsäure löst man vorhandenes Silicium durch Erhitzen. Dann wird verdünnt, notfalls filtriert und gut mit heißem Wasser und verdünnter Salzsäure (1 : 20) gewaschen. Nach Auffüllen wird in einem aliquoten Teil mit 0,04—0,2 mg Cu der Komplex mit Neocuproin, wie oben beschrieben, erzeugt.

HILDEGARD PLUSKAL

**Zur Bestimmung von Zink in Aluminiumlegierungen** wird von K. KODAMA und T. KANIE<sup>3</sup> das von CH. C. MILLER und J. A. HUNTER<sup>4</sup> wie auch von R. M. RUSH und J. H. YOE<sup>5</sup> angegebene Verfahren der Abtrennung des Zinks vom Aluminium durch

<sup>1</sup> Z. anorg. allg. Chem. **279**, 234—240 (1955). VEB Leichtmetallwerk Rackwitz.

<sup>2</sup> Analyt. Chemistry **28**, 174—175 (1956). General Electric Co., Pittsfield, Mass.

<sup>3</sup> Jap. Analyst. **4**, 627—629 (1955) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. refer.) Municipal Industrial Res. Inst. Nagoya (Japan).

<sup>4</sup> Analyst **79**, 483 (1954); vgl. diese Z. **147**, 77 (1955).

<sup>5</sup> Analyst. Chemistry **26**, 1345 (1954); vgl. diese Z. **145**, 47 (1955).