

Über die Verwendung der Elektrolyse zur Identifizierung von Legierungen hat C. GOLDBERG¹ Untersuchungen angestellt. Er weist insbesondere auf folgende Testversuche hin. *Zn in Al.* 1 g der Legierung wird in Natronlauge gelöst und verdünnt mit 2 A an Cu-plattierter Kathode elektrolysiert. Die silbrige Zn-Abscheidung dient als Indicator. — *Mn in Bronze oder Cu.* 1 g Probe wird in 10 ml 50%iger Salpetersäure gelöst, die Lösung wird auf 100 ml verdünnt und mit 5 A elektrolysiert. Bei einem Gehalt von über 0,25% Mn wird in kurzer Zeit die Permanganatbildung an der Anode erkennbar, bei hohen Mn-Gehalten ist alsbald die gesamte Lösung violett gefärbt. — *Pb in Messing, Bronze, Lagermetall, Zn usw.* Bei einer Probe von 1 g in 10 ml 50%iger Salpetersäure und 140 ml Wasser kann bereits nach 5 min Elektrolyse mit 5 A und unter Rühren ein Gehalt von 0,2% Pb an dem anodischen PbO₂-Niederschlag erkannt werden. Geringere Gehalte bis zu 0,02% erkennt man bei Elektrolyse von 10 g gelöster Probe, die mit Ammoniak neutralisiert, mit 5 ml Salpetersäure versetzt und schließlich auf 150 ml verdünnt ist. — *Fe in Cu-Legierungen.* 1 g der Probe wird in 10 ml 50%iger Salpetersäure gelöst und (auf 100 ml verdünnt) mit 5 A elektrolysiert. Bei Eisengehalten über 70% findet man nach wenigen Minuten nur die Kathodenränder mit Cu bedeckt. — Die elektrolytische Abscheidung aus salpetersaurer Lösung eignet sich sehr gut dazu, kleine Mengen Cu und Pb zu entfernen, bevor man auf andere Metalle, z. B. Be, Al, Fe, Ni oder Zn, prüft. Spuren Cu (0,1%) in Ni sind durch eine Elektrolyse in salpetersaurer Lösung leicht erkennbar.

K. CRUSE

Für die mikroheterometrische Bestimmung von Spuren von Eisen(III) in Legierungen und Salzen eignet sich nach M. BOBTELSKY und E. JUNGREIS² α -Nitroso- β -Naphthol. Zu 20 ml einer Lösung mit 0,07—0,2 mg Fe^{III} gibt man 2 ml 0,1 n Salzsäure und titriert bei 20° C unter Verwendung eines Rotfilters heterometrisch³ mit einer 0,01—0,005 m alkoholischen Lösung von α -Nitroso- β -Naphthol. Es können damit noch Konzentrationen von $2 \cdot 10^{-4}$ bis $6 \cdot 10^{-5}$ m erfaßt werden. Der Fehler beträgt bis zu 4%. Das Maximum der Extinktion ist nur von der Konzentration an Eisen abhängig und wird durch andere Kationen, wie Ca, Ba, Mg, Al, Cr, Mn, Ni, Cd und Pb nicht beeinflusst. Phosphat-, Citrat- und Tartrat-Ionen stören.

G. DENK

Die Methode zur Bestimmung von Kohlenstoff in Metallen mit Hilfe von Leitfähigkeitsmessungen wurde in den Forschungslabors der *General Electric Co.*⁴ so vervollkommenet, daß sie allen derzeitigen Anforderungen genügt. 0,1—3 g der zu untersuchenden Probe werden in einer MULLIT-Verbrennungsröhre bei Temperaturen zwischen 1100—1300° C (abhängig vom zu analysierenden Material) in einem konstantem Strom von gereinigtem Sauerstoff verbrannt. Gußeisen, Eisenpulver, Kohlenstoffstähle verbrennen ohne Zuschlag vollständig und genügend rasch. Bei legierten Stählen hat sich der Zusatz von Blei, bei Ni-, Co- oder W-reichen Legierungen der Zusatz von Zinn als nützlich erwiesen. Die das Verbrennungsrohr verlassenden Gase werden zur Entfernung von Schwefeloxyden durch granuliertes Mangandioxyd geleitet und gelangen dann durch eine wirksame Spiral-Gaswaschflasche in die besonders konstruierte Perspex-Leitfähigkeitszelle (siehe Original). Die Zelle enthält Natriumhydroxyd- oder Bariumhydroxydlösung mit einer Spur eines nichtionisierten Netzmittels, wobei die Temperatur mit Hilfe eines Thermo-

¹ Metallurgia (Manchester) 51, 160 (1955). Smelting Works, Inc., West Springfield, Mass. (USA).

² Anal. chim. Acta (Amsterdam) 12, 351—357 (1955). Hebrew. Univ., Jerusalem.

³ Heterometrische Titrationen nach M. BOBTELSKY u. Mitarb. Vgl. u. a. diese Z. 144, 123—126, 384 (1954); 145, 42 (1955); 148, 281 (1955).

⁴ Metallurgia (Manchester) 51, 159—160 (1955). The General Electric Co. Ltd.