

Überschuss von Natriumthiosulfat anzuwenden, in möglichst neutraler Lösung zu arbeiten und nach Zusatz der Reagenzien 20—30 Minuten zu erhitzen.

Brzeziner.

**Aluminiummetall und Aluminiumlegierungen.** Infolge der immer grösser werdenden Verwendungsmöglichkeit der Aluminiumlegierungen hat sich im Laufe der letzten Jahre deren Zahl bedeutend vermehrt. Für die chemische Zusammensetzung der Legierungen bestimmend ist einerseits der Zweck derselben, andererseits vielfach das Bestreben, für die sogenannten Sparmetalle durch andere, weniger schwer erreichbare Ersatz zu schaffen. So kommt es, dass man zur Zeit auch mit dem Vorhandensein von Kalzium, Magnesium und Natrium als Bestandteil solcher Legierungen rechnen muss.

Eine genaue Analysenmethode zur Untersuchung des Aluminiums, bezw. seiner Legierungen wird von H. P. Bhattacharyya<sup>1)</sup> angegeben. Bei derselben erfolgt die Bestimmung des Aluminiums und Zinks in Form der Phosphate.

**Silizium.** Man löst 1 g des Metalls in einer bedeckten Porzellanschale mittels 20 ccm Salpetersäure (D. 1,45), indem man das Lösen durch Erwärmen fördert. Nun dampft man zur Trockne ein, wiederholt dies nach Zusatz von 15 ccm Salzsäure und erhitzt schliesslich stärker. Der Rückstand wird mit 15 ccm Salzsäure in Lösung gebracht und, wenn diese klar ist, mit ebensoviel Wasser verdünnt und zum Kochen erhitzt. Die erkaltete Lösung wird filtriert, mit warmer verd. Salzsäure, hierauf mit kaltem und endlich mit heissem Wasser bis zum Verschwinden der sauren Reaktion gewaschen. Die gewogene Kieselsäure wird mit Flusssäure und Schwefelsäure zwecks Prüfung auf Reinheit behandelt.

**Eisen.** In einem Becherglase wird 1 g der Späne in 30 ccm einer 25 % igen chemisch reinen Natronlauge gelöst. Sobald eine vollkommene Lösung erfolgt ist, wird filtriert und bis zur Verdrängung des Alkalis ausgewaschen. Das auf dem Filter verbleibende Eisenhydroxyd löst man in warmer Salzsäure (1:1), fällt mit Ammoniak und bringt als Oxyd zur Wägung.

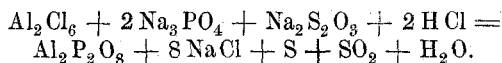
**Kupfer.** Sind beträchtliche Kupfermengen anwesend, so ist es beim Lösen des Eisenhydroxydes notwendig, dieses zuerst mit warmer Salpetersäure zu behandeln. Die Bestimmung des Kupfers erfolgt im Filtrate von der Kieselsäure. Man leitet in dieses Schwefelwasserstoff ein und führt das Kupfersulfid ins Oxyd über.

**Aluminium.** Nach der Filtration des Kupfersulfides kocht man die Lösung zwecks Vertreibung des Schwefelwasserstoffs und verdünnt auf ein Liter. Davon werden 100 ccm entnommen, mit der gleichen Menge Wasser verdünnt und mit 1 g Natriumphosphat versetzt. Hierauf fügt man Ammoniak bis zur Bildung eines Niederschlages zu, den man mit 1—2 Tropfen Salzsäure wieder in Lösung bringt. Man kocht nun

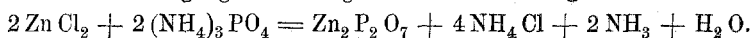
<sup>1)</sup> Chem. News 109, 38 (1914).

auf, gibt Natriumthiosulfat im Überschuss hinzu und hält so lange im Kochen, als noch schweflige Säure wahrnehmbar ist. Der abgesetzte Niederschlag wird rasch filtriert und mit heissem Wasser phosphorsäurefrei gewaschen (mit Silbernitratlösung zu prüfen) und als  $\text{AlPO}_4$  gewogen. Faktor: 0,2222.

Die Reaktion kann zusammengefasst durch folgende Gleichung veranschaulicht werden:



Zink. Das von der Aluminiumfällung erhaltene Filtrat wird mit Ammoniak alkalisch gemacht und bis zur neutralen Reaktion (auf Lackmuspapier) gekocht. Der Niederschlag wird filtriert, mit heissem Wasser gewaschen, gegläht und als  $\text{Zn}_2\text{P}_2\text{O}_7$  gewogen. Faktor: 0,4291. Der Vorgang verläuft gemäß der Gleichung:



Natrium. Man löst in konz. Salpetersäure (D. 1,45), bringt zur Trockne, erhitzt den Rückstand auf dem Sandbade, nimmt mit 5 ccm Salpetersäure auf, dampft abermals ein und glüht zur Vertreibung der Salpetersäure. Der Rückstand wird zu Pulver zerrieben und mit kochendem Wasser ausgezogen. Die erhaltene Lösung wird eingedampft, in 25 ccm Wasser aufgenommen und mit Ammoniak auf die Gegenwart von Aluminium geprüft. Nach der Überführung in Natriumchlorid wird dieses zur Wägung gebracht.

Eine leicht ausführbare Methode zur Analyse einer Aluminiumlegierung, welche die Abscheidung der verhältnismäßig grossen Aluminiummengen vermeidet, beschreibt W. E. v. John<sup>1)</sup>. Danach wird 1 g der Späne in Salzsäure gelöst und die Abscheidung der Kieselsäure in bekannter Weise vorgenommen. Bei Anwesenheit von Zinn und Blei ermittelt man diese durch Eindampfen mit Salpeter-, bezw. Schwefelsäure. Zum Filtrate setzt man Bromwasser und Alkali im Überschuss, kocht auf und lässt längere Zeit stehen, wenn möglich über Nacht. Der sich bildende, gegebenenfalls Kupfer, Eisen, Mangan, Magnesium enthaltende Niederschlag wird filtriert und gut ausgewaschen. Man löst ihn in verd. Schwefelsäure, fällt mittels Schwefelwasserstoffs daraus Kupfersulfid, im Filtrat davon kocht man den Schwefelwasserstoff weg, oxydiert mit Bromwasser und fällt das Eisen mit Ammoniak. In der eisenfreien Lösung scheidet man mit Hilfe von Brom oder Wasserstoffsuperoxyd das Mangan und im Filtrat davon das Magnesium mit Natrium-Ammoniumphosphat ab. Im Filtrat von der ursprünglichen Alkalifällung wird etwa vorhandenes Zink mit Schwefelammonium als Sulfid gefällt und als solches gewogen. Oder man giesst die alkalische Lösung in überschüssige Essigsäure und fällt das Zink mit Schwefelwasserstoff. In beiden Fällen muss man sich von der Abwesenheit von

<sup>1)</sup> Chem. Ztg. **37**, 363 (1913).

Aluminium in dem gewogenen Zinksulfid überzeugen. Man kann dann in der reinen Zinklösung die Fällung des Zinks beispielsweise als Triphosphat wiederholen.

A. W. Willis<sup>1)</sup> beschreibt eine einfache und schnell ausführbare Methode zur Bestimmung von Mangan und Nickel in Aluminiumlegierungen. Für die Manganbestimmung wird 1 g der Legierung in 25—30 ccm Salpetersäure (D. 1,2) leicht gelöst, wenn man der Säure einen einzigen Tropfen Flusssäure zusetzt, der ein Aufbrausen und leichtes Lösen bewirkt. Die Lösung wird dann mit Natriumwismutat oxydiert, gekühlt und durch ein Asbestfilter filtriert. Die Flusssäure hat keinen schädlichen Einfluss auf das Ergebnis und gestattet es, in kleinerem Volumen zu arbeiten, was hinsichtlich der Oxydation ein Vorteil ist.

Für die Nickelbestimmung löst man die Legierung in verd. Salzsäure unter Hinzufügen von 1—2 Tropfen Salpetersäure. Zur verd. Lösung gibt man ungefähr 10 g Weinsäure, bringt diese in Lösung, fügt eine genügende Menge Dimethylglyoxim zu und macht ammoniakalisch. Nach einigem Stehen wird der Niederschlag auf ein tariertes Filter gebracht, wie üblich behandelt und gewogen. Brzeziner.

### III. Chemische Analyse organischer Körper.

#### 1. Elementaranalyse.

Eine Bemerkung zur Halogenbestimmung in organischen Verbindungen macht D. Vorländer<sup>2)</sup>. Er weist auf die Arbeit von H. Emde<sup>3)</sup> hin, in welcher das von Baubigny und Chavanne<sup>4)</sup> angegebene Verfahren empfohlen wird. Dies beruht darauf, dass man die Substanz in Gegenwart von Silbersulfat oder Silbernitrat mit einem Gemisch von Kaliumdichromat und konzentrierter Schwefelsäure bei 130—140° verbrennt, das entweichende Chlor oder Brom in Sulfatlösung auffängt und als Halogenwasserstoff nach Volhard titriert, während Jod als Jodsäure zurückbleibt. Nach Vorländer ist bei Abwesenheit von Jod die Zugabe von Silbersalz unnötig; bei Chlor- und Brombestimmungen kann man Quecksilberoxydul- oder -oxydnitrat zusetzen, indem man auf etwa 0,4 g Substanz 1 g  $\text{HgNO}_3$ , 6—8 g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  und 400 ccm reine konzentrierte Schwefelsäure anwendet. Am Apparat ist an Stelle des von Emde angegebenen Verschlusses des Rohres o (Fig. 31, Bd. 47, 518) mit Gummischlauch und Glasstab das Anschmelzen eines senkrecht stehenden kleinen Bulkschen Trichters empfehlenswert. In dieser Form und unter Verwendung von Quecksilbersalz hat sich das Verfahren bewährt und ist dem Cariusverfahren vorzuziehen. Oswald.

1) Journ. Soc. Chem. Ind. 37, T. 142 (1918). — 2) Ber. Deutsch. Chem. Ges. 52, 308 (1919). — 3) Vergl. diese Ztschrft. 51, 686 (1912). — 4) Vergl. diese Ztschrft. 43, 56 (1904) und 47, 518 (1908).