

Zeitschrift für angewandte Chemie.

1891. Heft 16.

Zur Werthbestimmung des Aluminiums und seiner Legirungen.

Von

Dr. F. Regelsberger.

[Schluss von S. 446.]

Annähernde Gehaltsermittlung mit Hilfe des specifischen Gewichts. Das spec. Gew. steht naturgemäss in einem bestimmten Zusammenhang mit der chemischen Zusammensetzung, wird aber auch durch physikalische Einflüsse, z. B. verschiedene Abkühlungsgeschwindigkeit und dadurch verursachte Ausscheidung vorher chemischgebundener Körper (Graphit) u. a. beeinflusst. Bei Anwendung gleichen Rohmaterials und gleichen Verfahrens werden in ein und demselben Werke die

scheidet sich der Graphit ganz aus der Masse aus und kann für sich abgeschöpft werden oder er bleibt in der Masse vertheilt: im ersteren Falle erhält man ein graphitfreies Product mit glänzend weissem, muschligem Bruch, im anderen Fall ein stark mit Graphit durchsetztes Product mit grauem bis schwarzem, körnigem Bruch. Das graphitfreie Product hat bei gleichem Aluminiumgehalt ein höheres spec. Gew. als das graphithaltige Product. Bei der Aufstellung einer empirischen Tabelle über spec. Gew. und Aluminiumgehalt oder bei der graphischen Darstellung des Zusammenhangs zwischen beiden sind diese Punkte wohl zu berücksichtigen.

Zur Bestimmung des spec. Gew. für technische Zwecke eignet sich sehr gut Jolly's

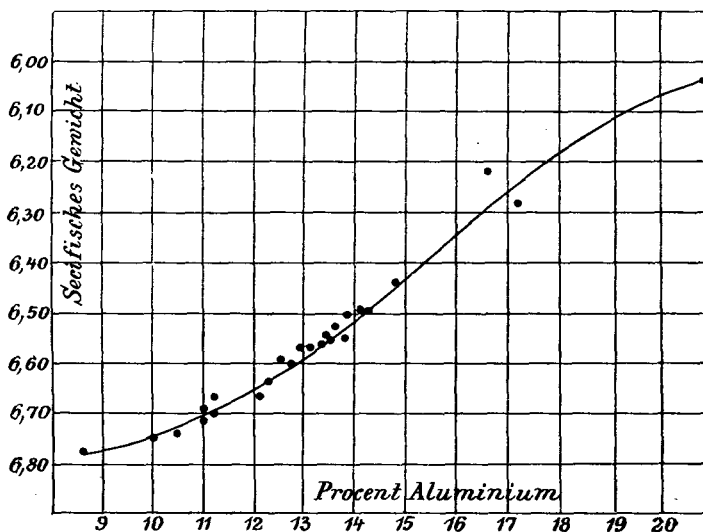


Fig. 201.

spec. Gew. der dargestellten Ferroaluminiummassen zu dem Aluminiumgehalte in einem einfachen Verhältniss stehen: die spec. Gew. werden dem Aluminiumgehalt (nahezu) umgekehrt proportional sein. Da das Rohmaterial sich verhältnissmässig selten ändern wird, so kommen für ein und dasselbe Werk nur Änderungen in den physikalischen Zuständen in Betracht. Diese zeigen sich schon in der äusseren Erscheinung der Producte, wie z. B. die Graphitausscheidung. Je nach dem Verfahren bei der Bereitung des Ferroaluminiums

Federwage, welche 1. eine genügend lange Stahlfeder (für 15 bis 20 g Substanz), 2. einen Maassstab mit Nonius und Ablesevorrichtung besitzen sollte.

Obenstehendes Diagramm, das dem Grossbetrieb entstammt, mag das Gesagte veranschaulichen und insbesondere über die erreichbare Genauigkeit Aufschluss geben¹⁰⁾.

¹⁰⁾ Bei der Zeichnung der Curve wurden möglichst diejenigen Punkte berücksichtigt, die bei der kritischen Musterung für die vertrauenswerthesten gehalten wurden.

Die benutzten Proben, im Zeitraum von etwa 1 Jahr dargestellt, erschienen dem äusseren Ansehen nach homogen, von meist glänzend-weissem, splittrigem bis muschligem Bruch. Ihre durchschnittliche Zusammensetzung war:

Fe + Al	= 97 bis 98 Proc.
Si	= 0,5 - 1,0 -
C	= 0,5 - 1,0 -
Mn	= 0,0 - 1,5 -

Bestimmung kleiner Mengen Aluminium im Eisen und Stahl.

Diese Bestimmung ist nach der Cyankaliummethode leichter und rascher auszuführen als nach anderen Methoden, da dieselbe gestattet, grosse Mengen Substanz (10 bis 15 g) in Arbeit zu nehmen und das Eisen in einer Operation ganz oder bis auf wenige Milligramm vom Aluminium zu trennen. (Hierbei ist zu beachten, dass man dem Eisen entsprechend grössere Mengen Cyankalium anwenden muss.) Jedoch hat die Methode für diesen Zweck einen grossen Nachtheil, dass nämlich bei den grossen Mengen der zu verbrauchenden Reagentien (z. B. 70 g Cyankalium auf 10 g Stahl) die Verunreinigungen der Reagentien zusammen mehr betragen können als die gesuchte Thonerde, so dass also Fehler in der Bestimmung dieser Verunreinigungen verhältnissmässig bedeutende Abweichungen im Resultat verursachen können.

Die Vorschläge von Stead, Thomson, Phillips, Carnot¹¹⁾ sind im Princip wenig verschieden von einander; sie haben vor allem den Nachtheil gemein, dass man zur völligen Trennung des Eisens und Aluminiums erst durch mehrfache Wiederholung der vorgeschriebenen Operationen gelangt.

Arbeitet man nach Stead oder Carnot, so möchte sich empfehlen, die vorgeschriebene Trennung nur je einmal auszuführen, den erhaltenen Niederschlag aber — nach seiner Lösung in Salzsäure — durch Eingiessen in kochende Kalilauge zu trennen. Dies kann hier wegen des geringen Eisengehalts ohne Fehler geschehen. Die alkalische Thonerdelösung wird entweder durch Kochen mit Ammonnitrat oder durch Übersäuern und nachheriges Ausfällen mit Ammoniak zersetzt.

Es wurden so beispielsweise folgende Zahlen erhalten:

a) nach der Cyankaliummethode	b) nach Stead	c) nach Carnot und zwar mit obiger Abänderung
a) 0,108	b) 0,093	c) 0,094 Proc. Al.

III. Aluminium und Kupfer. Die beiden Elemente bilden in verschiedenen Zusammensetzungsverhältnissen und theilweise unter Zutritt anderer Metalle eine Anzahl technisch werthvoller Legirungen. Dieselben lassen sich in drei Gruppen trennen:

a) in solche, die der Hauptsache nach aus Kupfer und Aluminium bestehen; sie gehen im Handel unter dem Namen „Aluminiumbronze“;

b) in solche, die noch als dritten Hauptbestandtheil Zink enthalten, also die Zusammensetzung des Messings haben und darum auch als „Aluminiummessing“ bezeichnet werden;

c) die dritte Gruppe endlich mögen alle diejenigen Legirungen mit Kupfer bilden, welche irgend welche anderen als die genannten Metalle noch in ihrer Zusammensetzung enthalten. Abgesehen von den zum Löthen angewandten Legirungen ist ihr technischer Gebrauch bis jetzt nicht nennenswerth.

Die gangbarsten Legirungsverhältnisse der Aluminiumbronze sind diejenigen mit 5 bis höchstens 12 Proc. Aluminium. Ein höherer Gehalt macht die Legirung spröde und zur mechanischen Bearbeitung unbrauchbar; solche Legirungen sind zwar dargestellt, finden aber nur beschränkte Anwendung zur Darstellung der Gebrauchslegirungen. Ausserdem enthält die Aluminiumbronze noch kleine Mengen Eisen, auch wohl durch Unachtsamkeit der Giesser oder da, wo Bronze aus Abfällen erschmolzen wird, Zinn, Blei, Zink und andere Metalle, die natürlich die Eigenschaften der Legirung stark beeinflussen können. Silicium wird häufig absichtlich zugesetzt, da es die Festigkeit erhöht (allerdings auf Kosten der Dehnung), was für bestimmte Zwecke wünschenswerth sein kann. Der zulässige Maximalgehalt ist etwa 2,5 Proc.

Aus der äusseren Erscheinung und den physikalischen Eigenschaften erhält der geübte Blick des Metallurgen schon werthvollen Aufschluss über die Güte der Legirung und ihre Brauchbarkeit zu einem bestimmten Zweck. Insbesondere sind es Farbe, Bruch, Verhalten beim Durchschlagen mit dem Meissel, die hier in Betracht kommen. Eine Legirung von weniger als 3 Proc. Al nähert sich in der Färbung schon sehr dem Kupfer, mit 3 bis 4 Proc. ist sie etwa wie rothes Gold, mit 5 Proc. schön goldgelb, höher hinauf wird das Gelb immer heller, eine Legirung mit 15 Proc. Al ist schon

¹¹⁾ Stead: J. Chem. Ind. 1889, 965; d. Z. 1890, 306.

Thomson: Chem. N. 54, 235 durch Berl. Ber. XX. 75 c.

Phillips: Chem. N. 61, 313.

Carnot: C. r. 111, 914.

weiss mit röthlichem Stich. Der Bruch ist ebenfalls sehr bezeichnend; doch ist es kaum möglich, denselben in kurzen Worten und ohne Augenschein fasslich zu beschreiben.

Aluminiummessing hat einen Gehalt bis zu 3,5 Proc. Aluminium. Schon der geringe Zusatz von $\frac{1}{4}$ Proc. Aluminium bewirkt merkliche Änderungen in den physikalischen Eigenschaften, insbesondere ist es die Zugfestigkeit, welche bedeutend erhöht wird. Der zulässige Gehalt an Zink ändert sich mit dem Aluminiumgehalt: eine Legirung mit 40 Proc. Zn und 2 Proc. Al hat sehr hohe Festigkeit, mit 3 Proc. Al und 40 Proc. Zn dagegen ist die Legirung schon spröde, wird aber wieder sehr fest, sobald der Zinkgehalt auf 33 bis 34 Proc. erniedrigt wird.

Von Verunreinigungen kommen vor allem neben Eisen noch Zinn und Blei in Betracht, da das Aluminiummessing in vielen Fällen von den Giessereien aus Messingabfällen erschmolzen wird.

Zu einer raschen, vorläufigen Orientirung über eine vorliegende Legirung kann man sich vortheilhaft des specifischen Gewichts bedienen. Dieses im Zusammenhalt mit den Ergebnissen der qualitativen Prüfung erlaubt den Ausspruch darüber, ob Aluminiummessing oder Aluminiumbronze vorliegt und wenn letztere, welchen Gehalt an Aluminium und Silicium man erwarten darf.

Die quantitative Analyse hat nicht viel Besonderes an sich. Als fördernd und sicher möchte ich folgendes Verfahren empfehlen.

I. Silicium. a) Man löst in mit Uhrglas bedeckter Porzellanschale 3 bis 5 g in Königswasser (allmählich zugesetzt), dampft zur Trockne ein und nimmt mit Salzsäure wieder auf oder raucht mit Schwefelsäure ab. Wenn der Rückstand nicht ganz weiss ist, so muss er durch Umschmelzen mit Na KCO_3 gereinigt werden; beigemengtes Eisen (und Kupfer) ist dann im salzsauren bez. salpetersauren Filtrat zu suchen, welches deshalb am besten mit der Hauptlösung vereinigt wird.

b) Hat man Zinn oder Blei zu bestimmen, so löst man blos in Salpetersäure und raucht mit Schwefelsäure ab. Der so erhaltene Niederschlag enthält nun ausser dem Silicium auch Zinn und Blei und muss, nach dem Schmelzen mit Na KCO_3 , mit Salpetersäure zur Trockne gebracht werden, wodurch Blei mit etwa mitgerissenem Eisen in Lösung geht, während der neue Niederschlag aus Si O_2 und Sn O_2 besteht, in welchem sich die Trennung durch Abrauchen mit Flusssäure und Schwefelsäure bewirken lässt. Für ganz genaue Prüfungen

muss Zinn und Silicium je in einer besonders abgewogenen Portion des Rückstands bestimmt werden unter Beobachtung der aus den Eigenschaften beider hervorgehenden Vorsichtsmaassregeln, worüber die bekannten Handbücher Aufschluss ertheilen.

II. Eisen und Aluminium. a) Bei Abwesenheit von Zink. Aus dem Hauptfiltrat von I fällt man (aus einer abgemessenen Menge) das Kupfer mit H_2S oder $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, entfernt im Filtrat das überschüssige Fällungsmittel und trennt Eisen vom Aluminium durch Eingiessen in kochende Kalilauge.

Auch lässt sich die für die Analyse des Ferroaluminiums befolgte Cyankaliummethode anwenden; der Thonerdeniederschlag hält jedoch meist etwas Kupfer zurück. Um ihn zu reinigen, kocht man ihn mit verdünnter Salpetersäure, neutralisirt mit Ammoniak und filtrirt ab; der neue Rückstand gibt geglüht reines Al_2O_3 . Die Eisenbestimmung muss hiebei in besonderer Portion der Lösung geschehen, indem man mit Ammoniak fällt und den erhaltenen Niederschlag in Säure löst, worauf die Lösung mit Zinnchlorür oder, nach Reduction mit Zink, mit Permanganat titirt wird.

b) Bei Anwesenheit von Zink müssen Eisen und Aluminium zuerst zusammen mit essigsaurem Natron oder Ammoniak ausgefällt und erst dann nach a) bestimmt werden.

III. Zink. Dessen Bestimmung geschieht im Filtrat von IIb oder einfacher in der nach IV elektrolysirten Lösung nach den bekannten Methoden; als verhältnissmässig rasch fördernd hat sich die Fällung als Phosphat erwiesen (Lösekann und Meyer: Chemzg. 1886, 729 u. 1605; 1891, 81). Sehr rasch und genügend genau ist die maassanalytische Bestimmung mit Ferrocyanalkium.

IV. Kupfer. Die Ausfällung und Bestimmung als Sulfür empfiehlt sich nur da, wo die Einrichtung zur Elektrolyse fehlt. Sonst ist die letztere wegen ihrer Reinlichkeit, Genauigkeit und geringen Beanspruchung der Aufmerksamkeit und nicht zum mindesten auch aus analytischen Gründen die empfehlenswerthe Methode.

Für die Elektrolyse löse ich 3 bis 5 g in Salpetersäure und dampfe unter Zusatz von etwas Schwefelsäure zur Syrupdicke ein. Die Probe wird aufgefüllt und eine abgemessene Menge (entsprechend 0,6 bis 1 g Substanz) in das Elektrolysegefäss (meist Becherglas mit eingehängten Elektroden) gegeben. Da ein grösserer Säuregehalt auf die vollständige Ausscheidung des Kupfers

verzögernd einwirkt, bei zu wenig Salpetersäure aber Wasserstoff entwickelt werden kann, wodurch der KupfERNIEDERSCHLAG schwammig wird, so ist es wichtig, im Säuregehalt die richtigen Grenzen einzuhalten. Man erreicht einen schönen Niederschlag stets, wenn man die saure Lösung mit Ammoniak neutralisirt und dann noch auf 200 cc Flüssigkeit 10 cc verdünnte Salpetersäure 1,2 spec. Gew. hinzugibt. Die Stromstärke bei etwa 80 qc der negativen Elektrode (einfach gerechnet) sei $= 0,3$ Amp. Eine ängstliche Einhaltung dieser Zahl ist jedoch nicht nöthig, so dass man, wenn man ungefähr die Stärke seiner Stromquelle kennt, auch ohne Mess- und Widerstandsvorrichtungen auskommt.

Erwärmt man, so ist die Elektrolyse in etwa 3 Stunden fertig; kann man es einrichten, so lässt man, ohne zu erwärmen, den Strom über Nacht durchgehen und findet am Morgen die Elektrolyse beendet. (Eine sehr einfache Prüfung auf die Vollständigkeit der KupfERAUSSCHIEDUNG lässt sich durch Tieferhängen der negativen Elektrode bewirken; sobald sich nämlich auf dem neu eingesenkten Theil des Drahtes innerhalb einer halben Stunde kein Anflug von Kupfer mehr zeigt, kann man sicher sein, dass alles ausgefällt ist.) Nimmt man nun die Kathode schnell heraus und spritzt mit Wasser ab, so bleibt der Niederschlag völlig unangegriffen und kann — nach Trocknen mit Alkohol und bei etwa 90° — nach dem Erkalten gewogen werden. Die elektrolysirte Flüssigkeit steht für die weitere Analyse bereit.

V. Mangan. Dasselbe findet sich zufällig oder absichtlich beigesetzt in manchen Bronzen. Bei der Trennung von Eisen und Aluminium mit Kalilauge fällt es mit dem Eisen nieder und kann da direct oder aus der Differenz bestimmt werden. Fällt man mit Ammoniak, so muss ein in alkalischer Lösung wirkendes Oxydationsmittel, am besten H_2O_2 , zugesetzt werden, wenn man das Mangan vollständig mit dem Eisen zusammen ausfällen will. Bei der Elektrolyse scheidet sich das Mangan als Mangansuperoxydhydrat zum Theil an der Anode, zum Theil in Flocken in der Flüssigkeit ab.

Ein abgekürztes Verfahren der Analyse, welches sich von dem vorstehenden nur in der Art der Aufschliessung und der Siliciumbestimmung unterscheidet und für sämtliche Bestimmungen nur eine Abwägung und Lösung erfordert, kann erst weiter unten bei der Bestimmung der Silicium-Modifikationen erörtert werden.

Gehaltsermittlung aus dem specifischen Gewicht. Wenn man nur reine

Legirungen aus Kupfer und Aluminium und von gleichartiger physikalischer Beschaffenheit vor sich hätte, so würde sich der Zusammenhang zwischen dem specifischen Gewicht und der chemischen Zusammensetzung graphisch als eine stetig verlaufende Curve, voraussichtlich als eine gerade Linie darstellen lassen d. h. der Al-Gehalt würde umgekehrt proportional dem specifischen Gewicht sein, und eine aus wenigen Bestimmungen ermittelte Tabelle oder Diagramm liesse für jedes specifische Gewicht auch den genauen, entsprechenden Gehalt ersehen.

Diese Bedingungen finden sich aber in der Technik nur selten erfüllt. Wie schon gesagt, enthalten die Aluminiumbronzen, sei es zufällig oder absichtlich, noch andere Elemente wie Si, Fe, Sn, Zn, Pb, Mn, welche naturgemäss das specifische Gewicht beeinflussen. Doch lassen sich diese sämtlichen Nebenbestandtheile in 2 Gruppen bringen:

a) in solche, welche das specifische Gewicht erniedrigen, ähnlich wie Aluminium selbst; hieher gehört Si.

b) in solche, welche das specifische Gewicht ähnlich dem Kupfer erhöhen wie Fe, Mn, Pb, Zn, Sn.

In jeder dieser Gruppen sind die specifischen Gewichte der Bestandtheile unter sich nicht sehr verschieden; es lässt sich deshalb die Summe derselben (zusammen mit dem Hauptbestandtheil der Gruppe) in Procenten ausgedrückt ohne beträchtliche Abweichung als massgebend für das specifische Gewicht der Legirung betrachten und für die graphische Darstellung als die variable Grösse x einführen.

Neben der chemischen Zusammensetzung muss aber auch die physikalische Beschaffenheit als wichtiger Factor bei der richtigen Ermittlung und Anwendung des spec. G. beachtet werden: das zu untersuchende Product kann ungleichartig sein durch ungenügendes Vermischen der legirten Metalle oder durch Saigererscheinungen, in welch' letzterem Falle sich eine höher procentige Legirung von einer niedriger haltigen gesondert hat. Die Dichtigkeit kann ferner direct verändert werden durch verschiedene Abkühlungsgeschwindigkeit, durch zu kaltes Giessen. Es kann sich ferner ein Theil oder das Ganze des vorhandenen Siliciums als graphitisches Silicium ausscheiden, ähnlich wie sich im Gusseisen der Kohlenstoff ausscheidet.

Was den Einfluss der ungleichartigen Beschaffenheit der Masse anlangt, so lässt sich dieser ausgleichen durch Bestimmen des spec. G. einer grossen Anzahl von Stücken. Über den Einfluss des graphitischen Siliciums

liegen noch zu wenig Erfahrungen vor, um ein Urtheil zu ermöglichen.

Soviel steht fest, dass bei der Menge der in Betracht kommenden Factoren eine Werthbestimmung aus dem spec. G. nur von untergeordneter Bedeutung sein kann — bei Fragen, die eine gewisse Genauigkeit in der Kenntniss der chemischen Zusammensetzung voraussetzen. Wenn es sich aber um technische Fragen handelt, die vor allem eine rasche Beantwortung verlangen, dann liegen die Abweichungen noch in Grenzen, welche gegenüber der leicht und schnell auszuführenden Dichtigkeitsbestimmung in der Regel nicht in's Gewicht fallen.

Nachstehendes, der Praxis entstammende Diagramm möge dem Leser ein Bild geben von der erreichbaren Genauigkeit, insbesondere in den für die Technik wichtigen Grenzen zwischen 5 und 12.5 Proc. Ge-

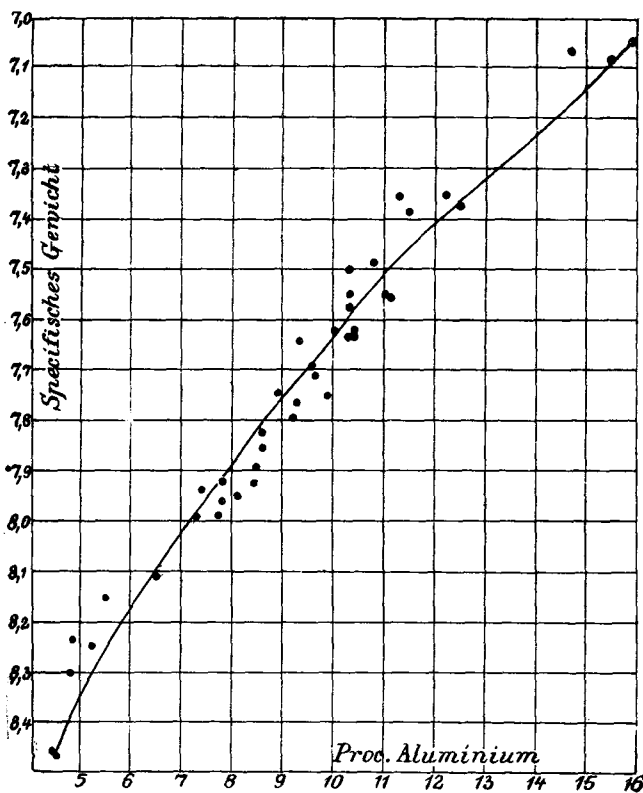


Fig. 202.

halt an (Al + Si). Von einer einzelnen Curve kann ja nach dem Gesagten im streng wissenschaftlichen Sinn nicht die Rede sein, doch wird die Mittellinie den Zwecken der Praxis am besten entsprechen, besonders wenn ihr Verlauf durch weitere Beobachtungspunkte noch mehr gesichert wird, wozu jeder Fachgenosse gelegentlich das Seinige beitragen möge.

Für Aluminiummessing lässt sich eine ähnliche graphische Darstellung nicht

machen, da man mindestens 3 veränderliche, von einander in weiten Grenzen unabhängige Grössen zu berücksichtigen hat, die den Verlauf der Curve bedingen. Das spec. G. des Aluminiummessings bewegt sich zwischen 8,0 und 8,5; so hat z. B. eine Legirung mit 3,5 Proc. Al das spec. G. 8,015 mit 1,3 Proc. Al und 41,4 Proc. Zn 8,297.

Über das Vorkommen mehrerer Modificationen des Siliciums in den Bronzen. Auch bei den siliciumhaltigen Bronzen zeigt sich wie beim Aluminium (und den siliciumhaltigen Legirungen überhaupt), dass unter Umständen das Silicium mindestens in zwei Formen vorhanden ist: in einer beim Lösen leicht oxydirbaren, und einer durch die Lösungsmittel nicht oxydirbaren Form. Die letztere Art scheidet sich bei hoch siliciumhaltigen Bronzen häufig in den für das graphitische Silicium charakteristischen schwarzen, glänzenden Nadelchen aus. Bei dem Versuch, die Mengen des in beiden Formen vorhandenen Siliciums zu bestimmen auf eine ähnliche Überlegung hin, wie sie bei „Aluminium“ näher dargelegt wurde, zeigte sich, dass die verschiedenen Lösungsmittel ungleiche Mengen oxydirten bez. unoxydirten Siliciums ergaben. So war bei der einfachen Lösung mit Salpetersäure meist mehr Si zu SiO_2 oxydirt, wie bei der Lösung in (verdünntem) Königswasser; am meisten unoxydirtes Silicium scheint zu bleiben beim Lösen in verdünnter Salpetersäure und darauf folgendem Abrauchen mit Schwefelsäure. Zahlreiche Versuche ergaben ferner für die Legirungen mit grösserem Gehalt an unoxydirbarem Silicium meist auch einen grösseren Eisengehalt im Rückstand; es wird Sache eingehenderer Untersuchungen sein, zu zeigen, ob diese Beobachtung nur äusseren Verhältnissen entspringt, oder in der Natur der Verbindung, etwa im Bestehen eines schwer zersetzlichen Eisen-Silicids, ihren Grund hat.

Man darf nun wohl annehmen, dass durch Salpetersäure auch wirklich alles chemisch gebundene (an Al) oder — vorläufig richtiger ausgedrückt — alles oxydirbare Silicium oxydirt wird; bedenkt man ferner, dass amorphes Silicium beim Glühen in krystallisiertes Silicium übergeht und dass dieses zwar nicht in Flusssäure, wohl aber in einem Gemenge von Flusssäure und Salpetersäure löslich ist, so ergibt sich folgender Weg für die Bestimmung der Si-Modificationen¹²⁾:

¹²⁾ Das ist zugleich ein kürzerer Weg für die Analyse überhaupt. In den meisten Fällen wird es genügen, den ersterhaltenen Rückstand als SiO_2 in Rechnung zu stellen (vergl. die Tabelle, Spalte e).

3 bis 5 g werden in Salpetersäure (1,2 spec. G.) in bedeckter Porzellanschale gelöst, zur Syrupdicke eingedampft, mit Wasser aufgenommen und filtrirt. Der Rückstand

Legirungszwecken verwandte — hochprocentige Legirung (mit 16 Proc. Al), die gerade wegen ihres hohen Siliciumgehaltes als geeignet für die vorliegenden Versuche erschien:

Probe A.

	a. oxydirtes Si Proc. Si	b. nicht oxydirtes Si Proc. Si	c. Si in Lösung Proc. Si	d. Ges.-Silicium Proc. Si	e. roh Proc. Si	f. Eisen beim Rück- stand Proc. Fe
1.	—	—	—	1,18	—	—
2.	1,12	0,13	0,03	1,25	1,28	0,19
3.	1,18	—	—	1,18	1,20	0,03
4.	1,15	—	—	1,15	1,20	0,08
5.	1,18	—	—	1,18	1,24	0,08

Probe B.

	a.	b.	c.	d.	e.	f.
1.	—	—	—	1,86	—	—
2.	1,95	0,06	0,0	2,01	2,23	0,40
3.	1,97	—	—	1,97	2,00	0,05
4.	1,81	0,06	—	1,87	2,01	0,27
5.	1,89	—	—	1,89	2,16	0,41

Probe C.

	a.	b.	c.	d.	e.	f.
1.	—	—	—	2,90	—	—
2.	0,29	2,63	0,03	2,89	2,34	1,28
3.	0,98	1,83	—	2,81	2,24	0,61
4.	0,48	2,39	—	2,87	2,21	0,93
5.	1,05	1,41	—	2,46	2,32	1,03

Bemerkungen. 1. Si-Bestimmung wie 4.

2. Lösung mit Salpetersäure nicht ganz eingedampft. Rückstand mit Na K CO_3 gereinigt.

3. Lösung mit HCl und KClO_3 zur Trockne eingedampft.

4. Lösung mit Königswasser (verdünnt) zur Trockne eingedampft.

5. Lösung mit Salpetersäure: oxydirtes Si mit Flusssäure, nicht oxydirtes Si mit Flusssäure und Salpetersäure ausgezogen.

Bei 2., 3. und 4. Bestimmung der Si-Modificationen indirect.

wird gegläht, gewogen, mit Flusssäure behandelt, gegläht und wieder gewogen: Differenz = SiO_2 . Hat der neue Rückstand nicht die rothe Farbe des Eisenoxyds, enthält er also noch Silicium, so wird mit Flusssäure — Salpetersäure abgeraucht, gegläht und gewogen. Die Differenz der letzten beiden Wägungen ist gleich dem Gehalt an unoxydirbarem Silicium; der Rest ist mitgefälltes Eisen als Oxyd.

Einen directen Beweis für die Richtigkeit vorstehender Annahmen zu erbringen, muss Sache weiterer Untersuchungen sein: als Wahrscheinlichkeitsbeweis mag es gelten, wenn bei einer grossen Anzahl von Legirungen der genau zu bestimmende Gesamtsiliciumgehalt (erhalten durch Schmelzen des rohen Rückstandes mit Na K CO_3 und Reindarstellung der SiO_2) übereinstimmt mit der nach Vorstehendem gefundenen Summe der Siliciumabarten.

In nachstehender Tabelle findet man für drei verschiedene Proben von Aluminiumbronze die durch verschiedene Lösemittel und Methoden erhaltenen Ergebnisse vergleichend gegenübergestellt. Probe A und B sind technische Legirungen mit je 6,4 Proc. Al; Probe C ist eine — ursprünglich zu

Die Lösung gestattet die Bestimmung der übrigen Bestandtheile.

Über Kali- und Ammonphosphat-Düngesalze.

Von

Dr. Th. Meyer.

In einem am 19. April in Stassfurt gehaltenen Vortrage bespricht Lierke (S. 355 d. Z.) unter den verschiedenen Kalidüngesalzen auch das phosphorsaure. Aus seiner Angabe, dass „die Herstellung von phosphorsauem Kali bisher noch viel zu schwierig sei, um ein entsprechend billiges Düngemittel zu liefern“, ist zu schliessen, dass ihm das vor etwa 5 Jahren von mir zuerst dargestellte und seither von der Firma Müller, Packard & Comp. fabrikmässig gewonnene und auf den Markt gebrachte phosphorsaure — richtiger sulfo-phosphorsaure — Kali nicht bekannt war. Ich nehme hieraus Veranlassung zu einigen Mittheilungen über dieses Düngesalz, sowie über das ihm seiner Zusammensetzung und Darstellungsweise nach entsprechende sulfo-phosphorsaure Ammoniak.

Diese beiden Salze bestehen allerdings nicht allein aus Kali bez. Ammoniak und Phosphorsäure, sondern enthalten noch eine wesentliche Menge von Schwefelsäure, welche