

und das Uran nach dem Veraschen in Porzellan als  $U_3O_8$  gewogen.

Den in der Legierung befindlichen Kohlenstoffgehalt ermittelt man wiederum durch Verbrennen im Sauerstoffstrom und Wägen der gebildeten  $\text{CO}_2$ .

Der Si-Gehalt wird bestimmt durch Lösen in Königswasser und mehrmaligem Eindampfen mit HCl wie normal. Aluminium, welches noch als Verunreinigung der Legierung öfters vorkommt, ermittelt man durch Schmelzen der gepulverten Legierung mit Natriumsuperoxyd. Man säuert das Filtrat des wässrigen Auszuges mit Salzsäure an und fällt Aluminium und Kieselsäure durch Ammoniak und trennt diese beiden mit Flusssäure oder durch Bisulfatschmelze. [A. 261a.]

[A. 261a.]

## Die Analyse des Ferrozirkons.

Von Dr. W. TRAUTMANN, Fürth i. B.

(Eingeg. 14./12. 1910.)

Es handelt sich hier um Legierungen, die für die Stahlindustrie Verwendung finden und wegen des spez. Gew. unter 20% Zr enthalten müssen.

Das Aufschließen der Legierung gelingt auf zwei Wegen.

1. Man oxydert das feinst gepulverte Metall durch Rösten im Platintiegel und schmilzt darauf mit Soda und wenig Salpeter. Das Rösten geht hier zum Gegensatz von Zirkonmetall spielend leicht vor sich. Die erkaltete Schmelze löst man aus dem Tiegel auf dem Wasserbade, eine sich dabei ausscheidende weiße Zirkonkaliumverbindung bringt man leicht durch einige Tropfen Salzsäure in Lösung. Man dampft nun, um die  $\text{SiO}_2$  abzuscheiden, mehrere Male wie üblich mit Salzsäure zur Trockne.

Die Kieseläsäure wird nach dem Filtrieren, Veraschen, Glühen und Wägen auf ihre Reinheit geprüft, indem sie mit Kalium bisulfat geschmolzen wird und die Schmelze mit Wasser und wenig Salzsäure aufgenommen wird. Das Filtrat von der so gereinigten  $\text{SiO}_2$  enthielt nach den Erfahrungen des Vf. 1,2—2,9% des vorhandenen Zirkons.

Die nun vereinigten Filtrate sind für die Abscheidung des Zirkons vorbereitet.

Mehrere gute Wege führen hier zum Ziel, doch sei hier nur die bereits beschriebene Abscheidung in ziemlich neutraler Lösung durch  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  erwähnt. Man neutralisiert zu diesem Zweck an nähernd, fügt genügend  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  hinzu, und nach der Entfärbung erhitzt man zum Kochen, wodurch Schwefel und Zirkon niederfallen. Da hier im Verhältnis zum Zirkon ungeheure Mengen Eisen zu bewältigen sind, muß man den nach dem Abfiltrieren geglühten Niederschlag noch einmal mit Bisulfat schmelzen und wie oben fällen, um das mitgerissene Eisen zu eliminieren. War Aluminium in der Legierung, so befindet es sich jetzt beim Zirkonoxyd und muß von diesem noch getrennt werden. Man schmilzt zu diesem Zwecke die eben gewogenen Oxyde  $\text{ZrO}_2 + \text{Al}_2\text{O}_3$  mit Natriumsuperoxyd, löst die Schmelze in heißem Wasser, filtriert, säuert mit  $\text{HCl}$  an und fällt die Tonerde durch Ammoniak und bringt sie vom Gesamtgewicht in Abzug.

## 2. Die zweite Methode zum Aufschließen der

Legierung beruht auf der Löslichkeit des metallischen Zirkons in Flußsäure, doch erleichtert auch hier namentlich bei höherem Kohlegehalt ein vorhergehendes Rösten die Ausführung.

0,4—0,6 g werden im Platiniegel geröstet, nach dem Erkalten mit reiner Flußsäure oder Ammoniumfluorid und Wasser und Schwefelsäure im bedeckten Tiegel erwärmt, bis Lösung eingetreten ist. Man verjagt wie üblich die überschüssige HF bis zum Auftreten von  $H_2SO_4$ -Nebeln, läßt erkalten und bringt Tiegel mit Lösung in ein Becherglas mit Wasser. Nach kurzem Erwärmen, nötigenfalls unter Hinzufügung einiger Tropfen Salzsäure ist die vollkommen Lösung eingetreten und kann der Zirkongehalt nach irgend einer Methode bestimmt werden. Beide Aufschlußmethoden gaben Resultate, die nur  $+0,1\%$  Abweichungen hatten.

Die Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes der Legierung gelingt durch Verbrennung im reinen Sauerstoffstrom, ein Hinzufügen von Bleisuperoxyd ist unnötig, da beide Methoden gleiche Werte liefern, die nur um Hundertstel Prozente varierten.

## Über das Verhalten der Cellulose-nitrate zu Dimethylanilin.

Von JOHANN WALTER, Genf.

(Eingeg. 8.12. 1910.)

Nachstehend will ich einige Beobachtungen über den im Titel genannten Gegenstand mitteilen, möglicherweise lassen sich brauchbare Anwendungen daraus ableiten. Wird Schießbaumwolle mit Dimethylanilin getränkt, so ist zunächst keine Veränderung bemerkbar, nach und nach folgende:

24	Stunden	grünliche Färbung,
48	"	einige Stellen bläulich,
60	"	stärker blauviolett,
84	"	stark blau,
132	"	blauviolett,
156	"	violett.

Die Muster lagen auf Porzellanschalen im Keller bei 13—14°. Gewöhnliche, doch gereinigte Baumwolle mit Dimethylanilin am gleichen Ort aufgestellt blieb weiß. Die Schießbaumwolle hatte ich nur etwa ein Jahr vorher nach einer Vorschrift für Hexanitrat (ich glaube aus dem „Muspratt“) hergestellt, ein Teil davon war 5 Tage in fließendem Wasser gewaschen, ein anderer noch anderthalb Stunden mit Wasser gekocht und beide unter Wasser aufbewahrt worden. Die Trocknung vor der Benutzung erfolgte bei 13—14°. Beide Qualitäten hatte ich gleichzeitig der Dimethylanilin-einwirkung unterworfen, die nicht gekochte schien in der Färbung etwas voraus zu eilen. Doch kann solches von der Tränkung abhängen, denn ein anderes Muster, das stärker mit Dimethylanilin befeuchtet worden, blieb in der Farbstoffbildung zurück, erst nach dem Verdunsten des Dimethylanilins und damit verbundener besserer Einwirkung des Luftsauerstoffes schritt dieselbe rascher voran. Bei 30—40° treten die Färbungen schneller, doch in dergleichen Reihenfolge auf. Stark violett gefärbte