

Zur Bestimmung des Phenols wurde die Blechprobe mit 40 cm³ 1%iger alkoholischer Kalilauge am Rückflußkühler gekocht, die Seifenlösung nach Entfernung des Blechs mit Schwefelsäure angesäuert und dann mit Wasserdampf destilliert, bis etwa 1000 cm³ übergegangen waren. Im Destillat wurden die Phenole nach den von Hilpert und Gille angegebenen Vorschriften colorimetrisch bestimmt, wobei man je nach ihrer Menge 5—50 cm³ nehmen muß.

Als Beispiel einer Versuchsreihe geben wir die folgenden Zahlen¹²⁾:

Leinöl, 0,1% Kobalt (Resinat), 5% Thymol.

Zeit in h	Angew. Subst.	Th y m o l			%
		Berechnet	Gefunden		
0	0,1276 g	6,38 mg	6,30 mg	98,8	
6	0,1933 g	9,66 mg	7,20 mg	74,5	
12	0,1654 g	8,27 mg	4,56 mg	55,1	
24	0,1266 g	6,33 mg	1,62 mg	25,6	
72	0,1966 g	9,83 mg	0,78 mg	7,9	
126	0,1580 g	7,90 mg	0,16 mg	2,0	

Leinöl, 5% Phenol.

Zeit in h	Angew. Subst.	Ph e n o l			%
		Berechnet	Gefunden		
0	0,2085 g	10,43 mg	10,50 mg	100	
6	0,1462 g	7,31 mg	1,50 mg	20,5	
25	0,1353 g	6,77 mg	0,18 mg	2,6	
50	0,1408 g	7,04 mg	0,12 mg	1,7	

¹²⁾ Die Zahlenangaben werden vollständig in der Diss. Cl. Niehaus abgedruckt werden.

Zeit in h	Holzöl, 5% β -Naphthol.			
	Angew. Subst.	Berechnet	Gefunden	%
0	0,1539 g	7,69 mg	7,58 mg	99
24	0,2169 g	10,85 mg	5,30 mg	48,9
140	0,1960 g	9,80 mg	1,35 mg	13,8
519	0,1362 g	6,81 mg	0,40 mg	5,9

Den Einfluß der Verdunstung ersieht man aus folgenden Beispielen:

1. 2,645 mg Thymol wurden in einem Porzellanschiffchen mit einigen Tropfen Alkohol gelöst und in einem Glasrohr einem mäßigen Luftstrom ausgesetzt, der zur Absorption des Thymoldampfes durch mit Natronlauge befeuchtete Glaswolle geleitet wurde. Angew. 2,64 mg Thymol. Versuchsdauer 41 h bei 21°. Gef. in der Vorlage 2,4 mg Thymol, im Rückstand 0,192 mg. Also insgesamt 2,59 mg.

2. 0,138 g mit Sikkativ versetztes Holzöl-Standöl, enthaltend 6,9 mg Thymol, wurden auf einem Weißblechstreifen im Glasrohr unter Durchleiten von Luft aufgetrocknet. Dauer 52 h. Aus der Luft absorbiert 0,36 mg = 5,2%, im Rückstand 2,04 mg Thymol, insgesamt 2,4 mg Thymol.

3. Angew. 0,2108 g Leinölstandöl mit 0,1% Kobaltnonoleat, enthaltend 10,54 mg Thymol, wurden auf ein Weißblech vom Format 88×19 mm aufgetragen. Versuchsdauer betrug 11 h, Temperatur 24°. In der Natronlauge konnte Thymol nur noch qualitativ nachgewiesen werden. Der Rückstand wurde verseift, er enthielt 2,65 mg Thymol, d. h. 25,1%.

Der Verdunstungsverlust des Thymols beim Trocknen betrug demnach maximal etwa 5%, war also gegen den gesamten Verlust gering. [A. 3.]

Analytisch-technische Untersuchungen

Colorimetrische Bestimmung von Blei und Kupfer mit Dithizon.

Von Dr. HELLMUT FISCHER und GRETE LEOPOLDI, Berlin-Siemensstadt. (Eingeg. 12. Dezember 1933.)

Das Dithizon (Diphenylthiocarbazon) hat bisher in der qualitativen Analyse als Reagens auf verschiedene Schwermetalle, z. B. Blei, Kupfer, Silber, Cadmium usw., Verwendung gefunden, welche damit noch in Spuren spezifisch nachgewiesen werden können¹⁾. Inzwischen konnten mit Hilfe des Dithizons auch Methoden zur quantitativen Bestimmung von Schwermetallen, zunächst von Blei und Kupfer, ausgearbeitet werden, über die im folgenden berichtet werden soll.

1. Bleibestimmung.

Der qualitative Nachweis des Bleis mit Dithizon ist bekanntlich nicht nur außerordentlich empfindlich, sondern bei Ausführung in Gegenwart von Kaliumcyanid auch sehr spezifisch. Außer der Ziegelrot-Färbung, wie sie beim Schütteln der grünen Dithizonlösung in Tetrachlorkohlenstoff mit einer Blei und KCN enthaltenden Lösung sofort auftritt, kann ein Farbumschlag nur durch Wismut (Orangerot), einwertiges Thallium und zweiwertiges Zinn (Karminrot) hervorgerufen werden. Der Nachweis von Blei ist trotzdem noch neben Wismut möglich, da selbst kleine Pb-Mengen (2,5 γ) noch vor dem Wismut reagieren. Zinn und Thallium können vor Ausführung des Nachweises in eine indifferente, höhere Wertigkeitsstufe übergeführt werden.

Die quantitative Bestimmung besteht im Prinzip in einer Extraktion des vorhandenen Bleis mit der grünen Lösung von Dithizon im CCl_4 und Entfernung des Reagensüberschusses durch Waschen der gebildeten roten Bleilösung mit 1%iger KCN-Lösung. Durch anschließendes Waschen mit Mineralsäure schlägt das Rot in eine Grünfärbung um, die nunmehr colorimetriert wird.

¹⁾ Vgl. H. Fischer, diese Ztschr. 42, 1025 [1929]; 46, 442 [1932]; Mikrochemie 8, 325 [1930].

Bei den Untersuchungen wurde das Keilcolorimeter von Hellige-Authenrieth benutzt. Selbstverständlich ist auch jedes andere Colorimeter verwendbar. Für die Durchführung der Bleibestimmung ist im einzelnen folgendes zu beachten:

Reagenslösung: Etwa 6 mg Dithizon auf 100 cm³ CCl_4 . Man bereitet zweckmäßig zunächst eine stärkere Lösung (z. B. 20 mg auf 100 cm³ CCl_4), die noch von einem im handelsüblichen Dithizon enthaltenen, gelb gefärbten Oxydationsprodukt gereinigt werden muß. Dies geschieht durch Schütteln mit sehr verdünnter NH_3 -Lösung (1 Teil konz. NH_3 -Lösung auf 200 Teile H_2O), wobei alles Dithizon in die wäßrige Phase übergeht, während das gelbe Oxydationsprodukt im CCl_4 zurückbleibt. Die wäßrige Lösung wird nach dem Abtrennen vom CCl_4 im Scheidetrichter erneut mit reinem CCl_4 unterschichtet, angesäuert und sogleich geschüttelt. Die mehrfach mit destilliertem Wasser gewaschene Dithizonlösung im CCl_4 ist nunmehr rein und kann unter einer Schicht schwefliger Säure in einer braunen Vorratsflasche im Dunkeln aufbewahrt werden. Sie ist unter diesen Bedingungen monatelang haltbar. Vor Gebrauch wird ein zur Analyse notwendiges Quantum nach Abtrennung von der schwefligen Säure und Waschen mit destilliertem Wasser auf das etwa dreifache Volumen mit CCl_4 verdünnt.

Reinheit der übrigen Chemikalien: Sie müssen selbstverständlich frei von Pb²⁺, Sn²⁺, Tl⁺ und Bi³⁺ sein. Bei Bestimmung sehr kleiner Pb-Mengen (unter 20 γ) verwendet man zweckmäßig doppelt destilliertes Wasser. Oxydierende Stoffe sind, auch in Spuren, möglichst zu vermeiden. Sie ergeben beim Ausschütteln in Gegenwart von KCN eine störende Gelbstoff-Braunfärbung des CCl_4 . Sind Spuren unvermeidlich, so kann die Bestimmung in Gegenwart von Hydroxylaminchlorid (etwa 0,1—0,2 g festes Salz) ohne Beeinträchtigung ausgeführt werden.

Ausführung der Bestimmung: Die bleihaltige Lösung wird mit verd. NH_3 -Lösung versetzt. Der zu bestimmende Pb-Gehalt kann etwa zwischen 6 und 120 γ liegen. Besteht die Möglichkeit, daß bei der vorhandenen geringen Alkalität bereits

Hydroxyde der Begleitmetalle ausfallen können, so wird dies durch Zusatz einer ausreichenden Menge Seignettesalz verhindert. Die Lösung wird im Scheidetrichter mit etwa 5 cm³ der grünen Reagenslösung versetzt und gut durchgeschüttelt. Die in Gegenwart von Blei rot gefärbte Dithizonlösung wird in einen Zylinder mit Glasschliffstopfen abgelassen. Die wäßrige Lösung wird dann wiederholt mit kleinen Portionen Reagenslösung behandelt, bis der Tetrachlorkohlenstoff nicht mehr rot gefärbt ist. Die Dithizonlösungen werden sämtlich im Glaszylinder vereinigt. Die letzten Reste Dithizon werden von der wäßrigen Lösung durch Waschen mit reinem CCl₄ abgetrennt.

Zur Entfernung des noch vorhandenen geringen Dithizonüberschusses wird die Blei-Dithizon-Lösung im Scheidetrichter ein- bis zweimal mit etwa 5 cm³ einer 1%igen KCN-Lösung gewaschen, wobei das freie Dithizon mit gelber Färbung in die wäßrige Phase übergeht. Bei vollständiger Reinigung muß die wäßrige Lösung nach dem Waschen farblos sein. Anschließend wird einmal mit destilliertem Wasser gewaschen. Nach dem Abtrennen vom Waschwasser (restlose Entfernung durch Nachspülen mit reinem CCl₄) wird die Blei-Dithizon-Lösung auf z. B. 10 bzw. 20 cm³ aufgefüllt und im Glaszylinder mit verdünnter HCl 1:1 durchgeschüttelt, wobei die Rottfärbung in Grün umschlägt. Die Intensität der grünen, zur Befreiung von der Säure zweckmäßig durch ein (trockenes) Filter filtrierten Lösung wird im Colorimeter gegen eine Vergleichslösung gemessen.

Vergleichslösung: Sie kann aus einer vorrätig gehaltenen, bekannten Pb-Lösung (12 γ Pb/cm³) in genau der gleichen Weise hergestellt werden wie die zu colorimetrierende Versuchslösung. Man kann sich auch ein größeres Quantum der fertigen Vergleichslösung in einer dunklen Flasche unter verd. schwefliger Säure vorrätig halten. Die Lösung ist auf diese Weise gut längere Zeit haltbar; es empfiehlt sich aber, ihre Konstanz von Zeit zu Zeit durch Vergleich mit einer frisch angesetzten Lösung zu kontrollieren.

Mit der angegebenen Methode durchgeführte Beleganalysen ergaben folgende Zahlen:

Tabelle 1.

Angewandt γ Pb	Gefunden γ Pb	Fehler γ Pb	Angewandt γ Pb	Gefunden γ Pb	Fehler γ Pb
121,5	118,0	-3,5	24,3	24,0	-0,3
121,5	120,0	-1,5	24,3	25,5	+1,2
121,5	121,0	-0,5	24,3	25,5	+1,2
85,0	84,0	-1,0	12,1	12,5	+0,4
85,0	85,0	±0,0	12,1	11,1	-1,0
85,0	83,5	-1,5	12,1	11,1	-1,0
36,5	35,5	-1,0	12,1	11,1	-1,0
36,5	36,5	±0,0	6	5,5	-0,5
36,5	38,0	+1,5	6	5,3	-0,7

Selbst die kleinsten, in der Tabelle angeführten Pb-Mengen können aus einem relativ großen Volumen, z. B. 100 cm³, extrahiert werden, so daß somit z. B. noch eine Pb-Konzentration von 0,06 mg/l ohne Eindampfen der Lösung bestimmt werden kann.

Mit einer Genauigkeit von etwa 10% kann man noch kleinere Pb-Mengen, z. B. zwischen 2 und 0,3 γ, schätzen, wenn man mit 1 cm³ Reagenslösung extrahiert und die Färbung in Probiergläschchen mit den Färbungen parallel angesetzter Testlösungen bekannten Pb-Gehaltes (z. B. in Abstufungen von je 0,2 γ) vergleicht. Die gesuchte Färbung liegt also dann etwa zwischen zwei benachbarten Farbstufen.

Die Bleibestimmung ist möglich nicht nur in Gegenwart solcher Elemente, die mit Dithizon keine Komplexverbindungen ergeben (Alkalien, Erdalkalien, Aluminium, Beryllium, Arsen, Antimon usw.), sondern auch mit gleicher Genauigkeit und ohne Abänderung der Methode neben außerordentlich großen Mengen derjenigen Metalle, die zwar an sich mit Dithizon reagieren würden, jedoch durch Komplexbildung mit KCN daran gehindert werden (Zink, Cadmium, Nickel, Eisen, Kupfer, Silber, Gold, Quecksilber usw.).

In allen erwähnten Elementen und ihren Verbindungen, ferner in Wasser, in organischen Verbindungen usw. können ohne weiteres noch Tausendstel-Prozente Blei schnell und sicher ermittelt werden²⁾. Andererseits kann man das Verfahren auch noch zur Bestimmung von Bleigehalten in der Größenordnung von Prozenten mit Vorteil verwenden.

Auch neben den ähnlich reagierenden Elementen Zinn (2) und Wismut (s. Tab. 2) ist die Bleibestimmung ohne Trennung möglich, wenn die vorhandene Menge dieser Elemente das Zwei- bis Dreifache des Bleigehaltes nicht übersteigt.

Tabelle 2.

Angewandt γ Pb	Neben Sn bzw. Bi in γ	Gefunden γ Pb	Fehler γ
48,6	91 (Sn)	50,5	+1,9
48,6	52 "	50,0	+1,4
48,6	26 "	49,0	+0,4
48,6	13 "	49,0	+0,4
48,6	109 (Bi)	50,5	+1,9
48,6	85 "	49,0	+0,4
48,6	51 "	48,0	-0,6
24,3	109 "	25,5	+1,2
24,3	85 "	24,0	-0,3
24,3	81 "	25,5	+1,2

In Gegenwart von Sn wird wie in allen anderen Fällen bis zum Verschwinden der Rottfärbung extrahiert; bei Anwesenheit von Bi ist es nur nötig, bis zum Auftreten der Wismutfärbung (orange), die sich deutlich von der Bleifärbung unterscheidet, auszuschütteln, da sich das Blei quantitativ vor dem Wismut extrahieren läßt. Die gefärbten CCl₄-Lösungen werden drei- bis viermal mit der 1%igen KCN-Lösung (bis zur Farblosigkeit der wäßrigen Phase), dann mit dest. H₂O gewaschen. Die Verbindungen des Sn bzw. Bi mit Dithizon werden durch die KCN-Lösung zersetzt.

Ein großer Zinnüberschuß kann durch Abrauchen mit einem Gemisch von Brom und Bromwasserstoffsäure (Br₂ : HBr-Lösung [d : 1,38] = 1 : 4) auf dem Wasserbad verflüchtigt werden, wobei das Blei im Rückstand bleibt. Der Rückstand wird mit einigen Kubikzentimetern Königswasser zur Trockne abgeraucht und mit 1 bis 2 cm³ einer 10%igen Seignettesalz-Lösung gelöst. Die mit KCN versetzte Lösung kann dann colorimetriert werden.

Für die vielseitigen Anwendungsmöglichkeiten der colorimetrischen Pb-Bestimmung sind in der folgenden Tabelle noch einige Beispiele aus der Praxis angeführt³⁾:

Tabelle 3.

Untersuchter Stoff	Pb-Gehalt in %		Erforderliche Einwaage in g	
	gravimetrisch	colorimetrisch	gravimetrisch	colorimetrisch
Weißmetall (76% Sn, 19% Sb, 5% Cu)	1,72	1,67	1	0,1—0,2 ⁴⁾
Raffiniertes Al (Neuhausen-Verf.)	0,27	0,28	5	0,1—0,2 ⁴⁾
Al-Spritzguß	0,11	0,13	10	0,1—0,2 ⁴⁾
Banka-Zinn	0,016	0,022	50	0,1—0,2
Berylliumfluorid	0,006 ₃	0,007	100	0,3
Elektrolytzink	0,002 ₃	0,002 ₈ ⁵⁾	200	0,5
Leitungswasser	nicht mehr bestimmbar	6,10 ⁻⁷	—	100 cm ³

²⁾ Vgl. das ausführliche Zahlenmaterial in den Wissenschaftl. Veröffentl. Siemens-Konzern 12, I, 44 [1933].

³⁾ Das Dithizonverfahren hat neuerdings z. B. auch in die Gewerbehygiene zur Ermittlung von Bleispuren in den Ausscheidungen des menschlichen Organismus Eingang gefunden. Vgl. H. Bohnenkamp u. W. Linneweh, Dtsch. Arch. klin. Med. 175, 157 [1933]. ⁴⁾ Davon aliquoter Teil.

⁵⁾ In Übereinstimmung auch mit spektralanalytisch gefundenen Werten.

Die Übereinstimmung der Werte ist sehr befriedigend. Die Ergebnisse der gravimetrischen Bestimmung (als $PbSO_4$) liegen im allgemeinen etwas niedriger als die colorimetrisch gefundenen Zahlen, übereinstimmend mit der bekannten Tatsache, daß bei der gravimetrischen Bestimmung kleiner Pb -Mengen merkliche Verluste auftreten können. Die Einwaagen, mit denen man bei der colorimetrischen Methode auskommen kann, sind wesentlich geringer und die Durchführung des Verfahrens erfordert nur einen Bruchteil der für die gravimetrische Bestimmung aufzuwendenden Zeit. Es ist in seiner Leistungsfähigkeit den Methoden der quantitativen Spektralanalyse gleichzusetzen.

2. Kupferbestimmung.

Kupfer kann qualitativ mit Dithizon bekanntlich auf zweifache Weise noch in geringsten Mengen nachgewiesen werden: In neutraler oder alkalischer Lösung durch einen Farbumschlag der grünen Reagenslösung nach Braun⁶⁾ in saurer Lösung durch eine Violettfärbung. Die Reaktion in saurer Lösung ist empfindlicher, da die violette Komplexverbindung im Vergleich zur braunen die doppelte Menge Dithizon (2 D. auf 1 Cu) enthält. Die Violettfärbung ist deshalb zur quantitativen colorimetrischen Kupferbestimmung besonders geeignet. Das Kupfer wird aus saurer Lösung mit der Reagenslösung extrahiert und die gebildete Kupfer-Dithizon-Lösung durch Waschen mit sehr verdünnter, wäßriger NH_3 -Lösung vom Reagensüberschuss befreit. Die reine Violettfärbung wird colorimetriert.

Reinheit der Reagenzien. Bezuglich Zusammensetzung und Reinheit der Reagenslösung sei auf das beim Blei Gesagte verwiesen. Alle verwendeten Chemikalien sind auf Abwesenheit von Kupfer zu prüfen (vgl. im übrigen unter Pb). Die verwendete Waschlösung (1 Teil konz. NH_3 : 200 Teile H_2O) muß bei Prüfung mit Dithizon praktisch schwermetallfrei sein. (Geringfügige Verunreinigungen können evtl. mit wenig Reagenslösung extrahiert werden.)

Ausführung der Bestimmung. Die annähernd neutrale kupferhaltige Lösung wird auf je 10 cm^3 mit etwa 2 cm^3 10%iger H_2SO_4 -Lösung versetzt. Der zu bestimmende Cu-Gehalt kann zwischen etwa 4 und 50γ liegen. Wie bei der Pb-Bestimmung wird mit der Reagenslösung mehrmals extrahiert. Es geschieht dies solange, bis statt der violetten Farbe die Grünfärbung auftritt⁷⁾. Die Dithizonlösungen werden sämtlich in einem Glaszylinder vereinigt. Das Abtrennen der letzten Reste Dithizonlösung von der wäßrigen Lösung geschieht durch Nachwaschen mit reinem CCl_4 .

Zur Entfernung des Reagensüberschusses werden die vereinigten CCl_4 -Extrakte zwei- bis dreimal mit etwa 5 cm^3 einer sehr verdünnten wäßrigen NH_3 -Lösung (1 Teil konz. NH_3 -Lösung auf 200 Teile H_2O) durchgeschüttelt und vom Waschwasser im Scheiderichter getrennt. Nachdem die violette Dithizonlösung anschließend einmal mit 1%iger H_2SO_4 nachgewaschen und durch ein trockenes Filter filtriert wurde, ist sie zum Colorimetrieren gebrauchsfertig; sie wird zu diesem Zwecke auf ein bestimmtes Volumen (z. B. 10 oder 20 cm^3) aufgefüllt.

Vergleichslösung. Hierfür gilt das beim Blei Gesagte.

In der folgenden Tabelle sind die Ergebnisse einer Anzahl Beleganalysen zusammengestellt:

Tabelle 4.

Angewandt γ Cu	Gefunden γ Cu	Fehler γ	Angewandt γ Cu	Gefunden γ Cu	Fehler γ
41,8	42,0	+0,2	12,5	12,0	-0,5
41,8	41,4	-0,4	12,5	12,5	±0,0
20,9	20,4	-0,5	8,3	8,0	-0,3
20,9	20,9	±0,0	8,3	8,0	-0,3

⁶⁾ H. Fischer, diese Ztschr., 1. c.

⁷⁾ Bei sehr kleinen Cu-Mengen sorgfältig schütteln, etwa 1 bis 2 Minuten.

Die Kupferbestimmung ist ohne vorherige Trennung neben allen Elementen außer Quecksilber, Silber und Gold durchführbar. Cu-Gehalte von $10^{-3}\%$ können in den die Bestimmung nicht hindernden Elementen bequem und hinreichend genau bestimmt werden⁸⁾. Große $Fe^{(III)}$ -Mengen (über 50 mg) stören wegen ihrer oxydierenden Wirkung auf das Dithizon und müssen zuvor entfernt werden (z. B. durch Ausäthern von $FeCl_3$). In Gegenwart von größeren Sn-Mengen verfährt man zweckmäßig wie bei der Pb-Bestimmung (Abdampfen mit Br_2/HBr).

Auch neben Hg ist eine direkte Cu-Bestimmung möglich, wenn dieses in einen mit Dithizon nicht reagierenden Jodid-Komplex übergeführt wird.

Zu diesem Zwecke setzt man zu der schwach sauren, Hg und Cu enthaltenden Lösung vor der Bestimmung auf je 10 cm^3 etwa 2 cm^3 5%ige, frisch bereitete KJ-Lösung hinzu. Die abgetrennte Cu-Dithizon-Lösung wird zunächst zweimal mit 1%iger H_2SO_4 , dann zwei- bis dreimal mit verd. NH_3 -Lösung (1 Teil konz. NH_3 : 200 Teile H_2O) gewaschen. Da größere Mengen KJ bereits die Cu-Dithizon-Verbindung etwas angreifen, ist die Bestimmung nur bei kleinen Hg-Mengen (unter 1,5 mg), die keinen allzu großen KJ-Überschuß zur Komplexbildung erfordern, sicher durchführbar.

Tabelle 5 enthält die Ergebnisse einiger Beleganalysen, die neben 1100γ Hg ausgeführt wurden.

Tabelle 5.

Angewandt γ Cu	Gefunden γ Cu	Fehler γ	Angewandt γ Cu	Gefunden γ Cu	Fehler γ
21,0	21,4	+0,4	8,4	9,2	+0,8
21,0	20,8	-0,2	8,4	8,8	+0,4
21,0	21,8	+0,8	8,4	9,2	+0,8
21,0	21,4	+0,4	8,4	8,8	+0,4

Für einige der Anwendungsmöglichkeiten des Cu-Bestimmungsverfahrens seien in folgender Tabelle noch kurz eine Anzahl Beispiele gegeben:

Tabelle 6.

Untersuchter Stoff	Cu-Gehalt in %		Erforderliche Einwaage in g	
	elektrolytisch	colorimetrisch	elektrolytisch	colorimetrisch
Aluminium (Cu-haltig) . . .	0,64	0,64	1	0,1
Zink („Kahlbaum“)	0,002 ₁	0,002	200	0,5
Elektrolytzink (Anaconda) . . .	0,003	0,0028	200	0,5
Zinn („Kahlbaum“)	0,003	0,003 ₈	200	0,5
Bankazinn	0,022	0,020	50	0,1—0,2
Mondnickel	0,003 ₇	0,003 ₄	200	0,5
Elektrolyteisen	0,007	0,008	100	0,5
Aluminium (99,5%ig)	0,019	0,020	30	0,1—0,2
Elektronlegierung	0,0045	0,005	100	0,5
Zinkoxyd	0,015	0,014 ₄	20	0,1
Schwefel subl.	nicht bestimmbar	0,0004	—	5
Dest. Wasser	nicht bestimmbar	0,00003 ₈	—	50

Cu-Bestimmung in großen Konzentrationen.

Die elektrolytisch und colorimetrisch ermittelten Werte stimmen sehr gut überein. Von besonderer Vorteil sind wieder die geringen Einwaagen. Übrigens kann das Verfahren nicht bloß zur Bestimmung von Cu-Spuren, sondern z. B. auch zur Ermittlung größerer Cu-Gehalte (bis etwa 1%) dienen. Die Anwendung des Verfahrens empfiehlt sich bei der Spurensuche besonders dort, wo eine Einrichtung zur Ausführung quantitativer Spektralanalysen nicht zur Verfügung steht. [A. 132.]

⁸⁾ Vgl. die Beleganalysen in Wissenschl. Veröffentl. Siemens-Konzern, 1. c.