

1. Messung:

Einwage: 2,2 mg. Temperatur: 65—75°. Titrationszeit: 100 Min.

cm <sup>3</sup> AuCl <sub>3</sub> -Lsg.	Millivolt
0,0	040
1,0	380
2,0	400
3,0	418

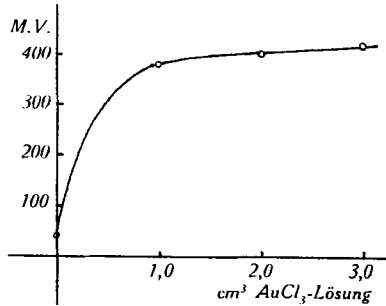


Fig. 15.

2. Messung:

Einwage: 2,0 mg. Temperatur: 65—75°. Titrationszeit: 120 Min.

cm <sup>3</sup> AuCl <sub>3</sub> -Lsg.	Millivolt
0,00	016
0,25	108
0,50	221
0,75	302
1,00	377
1,25	395
1,50	410

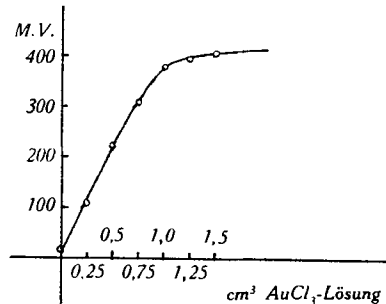


Fig. 16.

Beide Kurvenbilder zeigen, dass keine Oxydation eingetreten ist.

Zürich, Chemisches Institut der Universität.

## 42. Kolorimetrische Titration und ihre Anwendung in der Metallurgie des Aluminiums I

von P. Urech.

(7. II. 39.)

Auf Grund der technischen Entwicklung auf dem Gebiete des Aluminiums und seiner Legierungen hat die Untersuchung der Rohstoffe, der Zwischenprodukte, des Metalls selbst und seiner Legierungen auf kleinste Verunreinigungen stark an Interesse gewonnen.

In Fortführung der Arbeiten über die kolorimetrische Bestimmung der Phosphorsäure in Tonerdeprodukten<sup>1)</sup> wurde versucht, auch andere Elemente auf kolorimetrischer Grundlage zu erfassen.

<sup>1)</sup> Z. anal. Ch. **92**, 81 (1933).

Der Vorteil der kolorimetrischen Analyse ist im allgemeinen die schnelle Durchführbarkeit, der Fortfall sonst erforderlicher Operationen, wie Trennungen, Filtrationen, Glühungen, Wägungen usw., sowie ein geringerer Chemikalien-Verbrauch. Demzufolge eignen sie sich besonders als Betriebsanalysen-Methoden für Reihenuntersuchungen und haben daher in den letzten Jahren mit Erfolg Eingang gefunden. An kolorimetrischen Methoden für die Bestimmung der verschiedenen Elemente fehlt es nicht, und es kann hier nicht über ausgesprochen neue Methoden berichtet werden. Es ist aber von Interesse, einmal über die Ergebnisse der praktischen Verwendung der kolorimetrischer Methoden, bei Benützung des einfachsten Messverfahrens, genannt Kolorimetrische Titration, zusammenfassend zu berichten.

Das Grundprinzip der kolorimetrischen Analyse gründet sich auf das *Beer'sche* Absorptionsgesetz, wonach die Farbtiefe zweier verschiedener Lösungen im durchfallenden weissen Licht dann gleich ist, wenn für jede Lösung das Produkt aus Konzentration und Dichte der durchstrahlten, absorbierenden Flüssigkeitsschicht gleich gross ist. Die Messmethodik der kolorimetrischen Analyse ist verschieden; vom einfachen Vergleich von Typlösungen von bekanntem Gehalt mit der, auf gleiche Weise vorbereiteten Probelösung nach *Nessler*, ging die Entwicklung weiter zum Kolorimeter und schliesslich zur photometrischen Messung. Über einen neuen Kolorimetertyp, die Vor- und Nachteile desselben, hat *A. L. Bernoulli*<sup>1)</sup> berichtet. Über das photometrische bzw. absolutkolorimetrische Messverfahren liegen eine grosse Anzahl von Veröffentlichungen vor, von welchen uns hier speziell diejenigen von *H. Pinsl*<sup>2)</sup> und *H. Ginsberg*<sup>3)</sup> interessieren.

Für alle diese Messverfahren sind mehr oder weniger teure Apparate notwendig, mit Glasgefässen, die zum Instrument abgepasst sind, Gefässen mit planparallelen geschliffenen Böden und Wänden, die oft schwer zu reinigen sind und bei denen passender Ersatz oft nicht leicht und schnell zu beschaffen ist. Dies ist eines der grössten Hindernisse für die Einführung der kolorimetrischen Methode in kleinere Industrie- und Betriebslaboratorien.

Wir haben deshalb auf eine Methode zurückgegriffen, die unseres Wissens zuerst von *L. W. Winkler*<sup>4)</sup> „Über den Nachweis und die kolorimetrische Bestimmung des Blei's, Kupfers und Zinks im Leitungswasser“, beschrieben wurde. Die Methode wurde später von *Schoorl*<sup>5)</sup> übernommen und als Kolorimetrische Titration bezeichnet. Das Prinzip ist folgendes:

<sup>1)</sup> *Helv.* **9**, 827 (1926).

<sup>2)</sup> *Z. Metallkunde* **5**, 107 (1935) und *Aluminium* **7**, 439 (1937).

<sup>3)</sup> *Metallwirtschaft* **43**, 1107 (1937) und *Z. anorg. Ch.* **226**, 57 (1936).

<sup>4)</sup> *Z. angew. Ch.* **26**, I, 38 (1913).

<sup>5)</sup> *Z. anal. Ch.* **88**, 225 (1932).

Zwei Becher von 150 cm<sup>3</sup> Inhalt, von möglichst gleicher optischer Beschaffenheit, füllt man zur Hälfte mit destilliertem Wasser. In den einen Becher bringt man z. B. 5 cm<sup>3</sup> der zu prüfenden Lösung und in der entsprechenden Reihenfolge, die zur Erzeugung der Färbung notwendigen Reagenzien; gleichzeitig wird der zweite Becher in gleicher Weise mit den entsprechenden Reagenzien versetzt. Man lässt nun aus einer Mikrobürette so viel einer Typlösung von bekanntem Gehalt des gesuchten Stoffes zutropfen, bis die Farbtintensitäten in den beiden Bechern gleich sind. Die Bestimmung ist natürlich nur in einem begrenzten Konzentrationsbereich verwendbar, da bei zu intensiver Färbung ein Vergleich mit unbewaffnetem Auge nicht mehr möglich ist. Durch Verwendung eines aliquoten Teiles hat man es jedoch in der Hand, in dem zulässigen Konzentrationsbereich zu arbeiten.

### Die Bestimmung des Eisens.

Die Bestimmung des Eisens ist eine der wichtigsten Anwendungen der Kolorimetrie, weil es nicht gelingt, kleine und kleinste Mengen dieses Metalls gravimetrisch oder titrimetrisch zu erfassen. Das Spezialwerk über Kolorimetrie von *Snell*<sup>1)</sup> gibt sieben verschiedene Methoden zur kolorimetrischen Bestimmung des Eisens an. Dazu kommen noch einige neue Methoden mit Brenzcatechin<sup>2)</sup> und Sulfosalicylsäure<sup>3)</sup>.

Von diesen Methoden ist die Rhodanid-Methode eine der ältesten und bestuntersuchten. Es ist allgemein bekannt, dass die rote Farbe des Eisen(III)-rhodanids mehr oder weniger rasch verblasst. Um diese Schwierigkeit zu überwinden, schreibt schon *Lunge-Berl*<sup>4)</sup> vor, den Farbkörper mit Äther auszuschütteln. *Steinhäuser* und *Ginsberg*<sup>5)</sup> geben an, dass die Farbe sich rasch unter dem Einfluss der verschiedensten Reagenzien und mit der Zeit ändere, auch bei Äther-Auszügen. Diese Autoren fanden, dass der Eisenrhodanidkomplex beständig bleibt, wenn man ihn mit Schwefeldioxydhaltigem Äther ausschüttelt. Eine Erklärung dafür konnte nicht gegeben werden; es ist jedoch anzunehmen, dass es sich hierbei um den Peroxyd-gehalt des Äthers handelt und dass das Peroxyd bzw. Dioxy-äthylperoxyd durch die schweflige Säure reduziert wird. Nachteile dieser Methode sind darin zu erblicken, dass mit Äther gearbeitet werden muss<sup>6)</sup>. Ferner greift der schwefeldioxydhaltige Äther die Haut an, und Schwefeldioxyd-Dämpfe können beim Photometrieren die Metall-

<sup>1)</sup> *F. Snell*, *Colorimetric Analysis*, New-York (1921).

<sup>2)</sup> *Bernoulli*, *Helv.* **9**, 827 (1926).

<sup>3)</sup> *Lorbeer*, *C.* **1927**, I, 2673.

<sup>4)</sup> *Chemisch-technische Untersuchungs-Methoden*, VIII. Auflage, II, 646 (1932).

<sup>5)</sup> *Z. anal. Ch.* **104**, 385 (1936).

<sup>6)</sup> *J. Tandberg*, „Warnung vor Äther-Explosionen“, *Ch. Z.* **62**, No. 81, S. 731 (1938).

teile des optischen Gerätes korrodieren. Wir haben die Beobachtung gemacht, dass die Farbkonstanz des Eisenrhodanidkomplexes bei Abwesenheit störender Elemente und bei Gegenwart von genügend Salzsäure gross genug ist, dass eine kolorimetrische Titration durchgeführt werden kann.

Der Analysengang für  $\text{Fe}^{+++}$  bei Mengen unter 0,05% bei sehr reinem Hüttenaluminium und Raffinal (durch Schmelzelektrolyse raffiniertes Aluminium) ist folgender:

1—2 g Metallspäne werden in bedecktem Becherglas von 200  $\text{cm}^3$  Inhalt mittelst Salzsäure 1:1 + 1—2 Tropfen Sublimatlösung aufgeschlossen. Nach vollständiger Lösung versetzt man mit 5 Tropfen verdünnter Salpetersäure und dampft ein bis zur Hälfte des ursprünglichen Volumens. Man nimmt mit 50  $\text{cm}^3$  Wasser auf, bringt die klare Lösung in einen Messkolben von 100  $\text{cm}^3$  Inhalt und füllt bei Raumtemperatur zur Marke auf.

### Kolorimetrische Titration.

In zwei Bechergläser von 150  $\text{cm}^3$  Inhalt mit möglichst gleichen Dimensionen und optischen Eigenschaften, werden je 50  $\text{cm}^3$  10-proz. Salzsäure abgemessen. In den einen Becher wird ein aliquoter Teil der Probelösung je nach  $\text{Fe}^{+++}$ -Gehalt abgemessen. Dann gibt man in beide Becher je 5  $\text{cm}^3$  30-proz. Kaliumrhodanidlösung und verdünnt auf ca. 100  $\text{cm}^3$ , so, dass die Flüssigkeitsoberflächen in beiden Bechern gleich hoch stehen. In die ungefärbte Flüssigkeit lässt man nun  $\text{Fe}^{+++}$ -Typlösung zutropfen (1  $\text{cm}^3 = 0,01$  mg  $\text{Fe}^{+++}$ ), bis die Färbung in beiden Flüssigkeiten die gleiche ist.

Zur Prüfung der Reagenzien auf Eisenverbindungen ist eine Blindprobe nach gleicher Vorschrift auszuführen und evtl. gefundenes  $\text{Fe}^{+++}$  in Abzug zu bringen. Die Genauigkeit beträgt  $\pm 5\%$  vom Resultat, die Dauer der Bestimmung ca. 1 Stunde.

Bemerkung. Die Typlösung und die Analysenlösung sind so gleichmässig anzusetzen, dass bis zum Messen ein möglichst kleiner zeitlicher Unterschied, von der Eisenrhodanidfarbe an gerechnet, entsteht.

Im Bestreben, die Eisenkolorimetrie unabhängig vom Einfluss anderer Ionen zu machen und die etwas labile Rhodanidfärbung durch eine etwas ständige Farbreaktion zu ersetzen, stiessen wir auf die bereits erwähnte Sulfosalicylsäuremethode. In saurer Lösung ausgeführt, ist die Methode für unsere Zwecke zu wenig empfindlich, in ammoniakalischer Lösung dagegen entsteht schon bei Mengen unter 0,005 mg/100  $\text{cm}^3$  eine deutlich sichtbare Gelbfärbung. Für die kolorimetrische Titration erwies sich eine Konzentrationsgrenze von 0,005—0,035 mg/100  $\text{cm}^3$  als gangbar.

Die absolutkolorimetrische Bestimmung des Ferriions mittelst Sulfosalicylsäure wurde von *A. Thiel* und *O. Peter*<sup>1)</sup> ausführlich beschrieben.

<sup>1)</sup> Z. anal. Ch. **103**, 161 (1935).

Versuche mit reinen Eisensalzlösungen und mit Lösungen, mit den in der Aluminiumhüttenpraxis in Betracht kommenden Lösungsgenossen, ergaben folgende Werte:

**Tabelle I.**  
Versuche mit reiner Eisensalzlösung.

Vorgelegt		Gefunden		Fehler in %
cm <sup>3</sup> Lösung	mg Fe <sup>+++</sup>	cm <sup>3</sup> Typlösung	mg Fe <sup>+++</sup>	
0,5	0,005	0,45	0,0045	+ 10
0,75	0,0075	0,80	0,0080	+ 6,65
1,0	0,01	1,0	0,01	0
1,25	0,0125	1,20	0,0120	- 4
1,50	0,0150	1,60	0,0160	+ 7,3
2,0	0,020	2,1	0,0210	+ 5
3,0	0,03	2,9	0,0290	- 3,3
3,0	0,030	3,2	0,0320	+ 6,5
3,5	0,035	3,35	0,0335	- 4,2

**Tabelle II.**  
Prüfung des Verhaltens von Lösungsgenossen. Lösung mit 93,07 g KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> + 12 H<sub>2</sub>O im Liter, entsprechend 5 g Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in 500 cm<sup>3</sup>.

Vorgelegt		Gefunden		Fehler in %
cm <sup>3</sup> Lösung	mg Fe <sup>+++</sup>	cm <sup>3</sup> Typlösung	mg Fe <sup>+++</sup>	
0,5	0,005	0,55	0,0055	+ 10
0,75	0,0075	0,75	0,0075	—
1,00	0,01	1,10	0,011	+ 10
1,50	0,015	1,60	0,016	+ 7,3
2,0	0,02	1,95	0,0195	+ 2,5
2,5	0,025	2,55	0,0255	+ 2
3,0	0,03	2,95	0,0295	+ 1,4

**Tabelle III.**  
Prüfung des Verhaltens von Lösungsgenossen. 93,07 g KAl(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> + 12 H<sub>2</sub>O + 1 g NaF/Liter.

Vorgelegt		Gefunden		Fehler in %
cm <sup>3</sup> Lösung	mg Fe <sup>+++</sup>	cm <sup>3</sup> Typlösung	mg Fe <sup>+++</sup>	
0,5	0,005	0,55	0,0055	+ 10
1,0	0,01	1,05	0,0105	+ 5
1,5	0,015	1,65	0,0165	+ 10
2,0	0,02	2,10	0,0210	+ 5
2,5	0,025	2,5	0,025	—
3,0	0,03	3,0	0,03	—

Zur weiteren Beurteilung der kolorimetrischen Titration wurde das absolutkolorimetrische Verfahren mit dem *Pulfrich*-Photometer herangezogen. Eine einwandfreie Messung der Gelbfärbung war nur möglich bei Verwendung des violetten Spektralfilters S 43 (Filterschwerpunkt 434 m $\mu$ ). Das Filter S 47 (Filterschwerpunkt 463 m $\mu$ ) erwies sich als weniger geeignet, da nicht mit monochromatischem Licht gemessen werden konnte (es stand nämlich keine Quecksilberlampe zur Verfügung). Beim *Pulfrich*-Photometer wird, zum Unterschied vom gewöhnlichen Kolorimetrieren, in eine Küvette Untersuchungslösung, in die andere destilliertes Wasser gebracht. Nach Vorschaltung des passenden Spektralfilters wird die Messstrommel auf der Seite der Untersuchungslösung ganz geöffnet (Ablesung 100%), während auf der anderen Seite die Messstrommel derart eingestellt wird, dass beim Einblick in das Okular die beiden Hälften des Gesichtsfeldes gleiche Farbe und Helligkeit haben. Es wird somit unmittelbar die Intensität des durchgehenden Lichtes und damit die Grösse der Lichtabsorption der zu untersuchenden Lösung gemessen, während beim kolorimetrischen Vergleichsverfahren die Einstellung auf Farbgleichheit in dem Sinne erfolgt, dass die Gesamtabsorption von Untersuchungs- und Vergleichslösung übereinstimmt, ohne dass man ihre absolute Grösse kennt.

Aus den zu den Trommelwerten des *Pulfrich*-Photometers gehörenden Extinktionskoeffizienten lassen sich Kurven zeichnen, die eine Gerade ergeben müssen, wenn das *Beer*'sche Verdünnungsgesetz zutrifft.

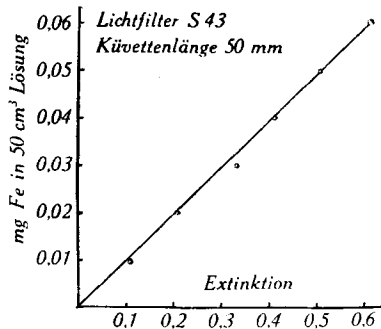


Fig. 1.

Eichkurve zur absolutkolorimetrischen Bestimmung von Eisen in Aluminium mit Sulfosalicylsäure.

Die Benützung empirischer Eichkurven ist besonders von Vorteil, wenn das Verdünnungsgesetz nicht genau eingehalten worden ist. Die mit Eisensalzlösungen von bekanntem Gehalt aufgestellte

Eichkurve ist aus Fig. 1 ersichtlich. Mit Proben von Hütten-Aluminium wurden, nach den verschiedenen Methoden, folgende Werte gefunden:

Tabelle IV.

Bezeichnung der Probe	Gefunden % Eisen			
	Kolor.-Titration KCNS	Sulfosalicyl- säure	Titration mit KMnO <sub>4</sub>	Sulfosalicylsäure absolutkolorimetr. mit dem Pulfrich- Photometer
308 2 D	0,41*	0,44*	0,46	0,45**
308 1 A	0,24	0,24	0,26	0,25
308 2 C	0,12	0,14	0,15	0,14
308 4 D	0,25	0,25	0,25	0,26
308 1 H	0,18	0,17	0,16	0,17
308 1 M	0,18	0,20	0,22	0,21

\* Mittel aus 2 Bestimmungen.

\*\* Mittel aus 6 Ablesungen.

Zur Ausführung der kolorimetrischen Titration wurde wie folgt verfahren:

0,5 g Späne wurden in einer kleinen Porzellanschale mittelst 10 cm<sup>3</sup> 20-proz. Natronlauge gelöst. Nach vollständiger Lösung wurde mit Schwefelsäure angesäuert und erwärmt, bis die Lösung vollständig klar war. Die Entfernung der geringen Mengen Kieselsäure, die das Metall enthielt, war nicht notwendig und gab zu keiner Störung Anlass. Die Flüssigkeit wurde bei Raumtemperatur auf 500 cm<sup>3</sup> gebracht.

#### Kolorimetrische Titration.

Dieselbe wird in genau gleicher Weise, wie bei der Rhodanid-Methode beschrieben wurde, ausgeführt. Von der Probelösung werden 5 cm<sup>3</sup> abgemessen. An Stelle des Kaliumrhodanids verwendet man 5 cm<sup>3</sup> 10-proz. Sulfosalicylsäure-Lösung; alsdann lässt man noch 3 cm<sup>3</sup> Ammoniak (25-proz.) zufließen. Die Sulfosalicylsäure dient nicht nur als Farbreagenz, sondern gleichzeitig zur komplexen Bindung des Aluminiumions, um dasselbe in Lösung zu halten. Die von der Sulfosalicylsäure und dem Eisen(III)-ion in ammoniakalischer Lösung erzeugte Gelbfärbung ist so beständig, dass innerhalb einiger Stunden keine Veränderung der Farbintensität bemerkbar ist. Nach den Beobachtungen von *Thiel* und *Peter* ist selbst nach 24 Stunden kein Abklingen der Farbe festzustellen.

Bei den in Tabelle IV angeführten Werten können diejenigen unter „Titration mit KMnO<sub>4</sub>“ als massgebend angesehen werden, da erfahrungsgemäss mit dieser Methode die höchste Genauigkeit erzielt wird. Die Abweichungen bei der kolorimetrischen Titration liegen bei der Sulfosalicylsäure-Methode innerhalb der zulässigen

Fehlergrenzen. Die bei der absolutkolorimetrischen Methode aufgetretenen Schwankungen sind auf die Schwierigkeit zurückzuführen, die beiden Hälften des Gesichtsfeldes auf gleiche Farbe und Helligkeit einzustellen.

Für die Bestimmung des Eisenions in Tonerde, Kryolith und Aluminiumfluorid benützten wir folgende Arbeitsweise:

### Aufschluss.

#### 1. Tonerde.

5 g Substanz werden in einer kleinen Platinschale mittelst 50 g Natriumpyrosulfat „zur Analyse“ aufgeschlossen; die Schale ist bedeckt zu halten. Man steigert die Hitze allmählich, unter öfterem Lüften des Deckels und Umrühren mit einem Platinspatel. Am Ende müssen noch 10—20 g Natriumpyrosulfat zugegeben werden, um eine vollständig klare Schmelze zu erhalten. Man lässt erkalten, nimmt die Schmelze mit Wasser, unter Zugabe von 65 cm<sup>3</sup> Schwefelsäure (spez. Gewicht 1,6), auf und erhitzt bis zur vollständigen Lösung. Zur Abscheidung und Bestimmung der Kieselsäure wird diese Lösung in einer Porzellanschale eingedampft bis zum starken Rauchen der Schwefelsäure. Nach dem Erkalten wird mit heissem Wasser aufgenommen und vom ausgeschiedenen Siliciumdioxid in einen 500 cm<sup>3</sup> fassenden Messkolben abfiltriert. Diese Lösung dient zur Bestimmung des Eisenions.

#### 2. Aluminiumfluorid.

0,5 g Substanz werden wie oben mit einer entsprechend kleineren Menge Natriumpyrosulfat aufgeschlossen, in Wasser und Schwefelsäure gelöst und auf 500 cm<sup>3</sup> gebracht.

#### 3. Kryolith.

Da sich der Kryolith mit Schwefelsäure in Lösung bringen lässt, wird 1 g desselben mit 20 cm<sup>3</sup> Schwefelsäure ( $d = 1,6$ ) in einer Platinschale erhitzt bis zur vollständigen Lösung und Entbindung des Fluorwasserstoffs. Man nimmt mit Wasser auf und erhitzt, bis alle Salze gelöst sind. Hierauf bringt man die Lösung bei Raumtemperatur auf 500 cm<sup>3</sup>.

### Kolorimetrische Titration.

Die Ausführung der kolorimetrischen Titration geschieht ähnlich wie bereits beschrieben. Man verwendet zwei Becher mit möglichst gleichen Dimensionen und optischen Eigenschaften von 150 cm<sup>3</sup> Inhalt. In den einen Becher misst man 5 cm<sup>3</sup> Probelösung ab, gibt 5 cm<sup>3</sup> 10-proz. Sulfosalicylsäure dazu, verdünnt etwas und versetzt mit 3 cm<sup>3</sup> konz. Ammoniak. Die Lösung wird bis auf ca. die Hälfte des Becherinhalts verdünnt; dann gibt man in den zweiten Becher ebenfalls 5 cm<sup>3</sup> Sulfosalicylsäure-Lösung, 3 cm<sup>3</sup> Ammoniak und verdünnt auf das gleiche Niveau der Probelösung. Man lässt jetzt in die noch farblose Lösung so lange Eisentyp-Lösung (1 cm<sup>3</sup> = 0,01 mg Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) zutropfen, bis die Farbintensitäten in beiden Bechern gleich sind. Aus der verbrauchten Menge Eisentyp-Lösung berechnet man den Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-gehalt der Tonerde oder des Fluorides. Bestimmungen in Tonerdeproben verschiedener Herkunft ergaben folgende Werte:



Tabelle V.

Tonerde (1938) Bezeichnung	Gefunden $\text{Fe}_2\text{O}_3$ in %	
	Rhodanid-Methode mit Äther	Kolor.-Titration mittelst Sulfo- salicylsäure
P. S. 73	0,060	0,060
P. Ch. 64	0,035	0,035
P. Ch. 65	0,035	0,035
M. 14	0,045	0,045
T. 5	0,050	0,045
P. Ch. 68	0,062	0,058
P. Ch. 69	0,030	0,026
P. Ch. 70	0,030	0,027
P. Ch. 156	0,060	0,056
Bi. 32	0,030	0,028

Wie aus Tabelle III und IV hervorgeht, stimmen die mit Sulfo-salicylsäure erhaltenen Werte mit den übrigen Methoden befriedigend überein. Leider lässt sich die Methode bei Aluminium nur bis zu Gehalten von 0,05 % Fe verwenden, weil eben am Schluss in ammoniakalischer Lösung gearbeitet und bei sinkendem Eisengehalt die Einwage vergrößert werden muss. Die Sulfosalicylsäure ist dann nicht mehr imstande, die grosse Menge Aluminiumion komplex zu binden und in Lösung zu halten. Für Raffinal wird daher die Rhodanidmethode beibehalten.

Dass bei extrem kleinen Eisengehalten mit der Rhodanidmethode befriedigende Werte erhalten werden können, beweist die gemeinsame Untersuchung einer Raffinal-Probe von verschiedenen Laboratorien.

Es wurde gefunden:

Tabelle VI.

Bezeichnung der Probe	Laboratorium N	Laboratorium B	Laboratorium V
	kolorimetrische Titration KCNS % Fe	kolorimetrische Titration KCNS % Fe	absolutkolorim. KCNS-Methode mit Äther
Raffiniertes Aluminium $\text{A}_3$ , 307/99,9946%	0,0017	0,0019	0,0020
	0,0019		0,0021

Neuhausen am Rheinflall, den 17. Januar 1939.

Forschungslaboratorium der A. I. A. G.