Stück Filtrierpapier auflegt. Die zusammenhängenden Späne werden dann zerkleinert und 5 g derselben zur Bestimmung benutzt. Man löst in 50 cc Salzsäure (1:1) und fängt den sich entwickelnden Schwefelwasserstoff in 17 cc Kalilauge (175 g reines Ätzkali im Liter) in einer Will-Varrentrapp'schen Vorlage auf. Nach dem Verdünnen der Lösung auf 400 cc säuert man mit 20 cc starker Salzsäure an und titriert mit Jodlösung. Der bei Ausführung eines blinden Versuchs sich ergebende Wert ist in Abzug zu bringen. Man kann den Schwefelwasserstoff in der Vorlage auch durch Bromwasser oxydieren und den Schwefel gewichtsanalytisch bestimmen. Wie die mitgeteilten Beleganalysen zeigen, lassen sich auf diesem Wege auch nach der Schwefelwasserstoffmethode gute Resultate erzielen.

Zur Bestimmung von Zirkon neben Titan, insbesondere in Gesteinen, bringen M. Dittrich und R. Pohl¹⁾ Titansäure und Zirkonerde zusammen in reiner Form zur Wägung und ermitteln alsdann die in dem Gemenge enthaltene Zirkonerde durch Differenzberechnung, indem sie die Titansäure auf kolorimetrischem Wege bestimmen. Zunächst müssen jedoch in den allermeisten Fällen Titan und Zirkon von einer Reihe anderer Elemente getrennt werden. Der bei Gesteinsanalysen im Filtrate von der Kieselsäure durch Fällung mit Ammoniak erhaltene Niederschlag enthält neben Eisen, Aluminium, Titan und Zirkon eventuell Mangan und Phosphate. Zur Trennung wird der veraschte Niederschlag am besten mit Ätznatron im Silbertiegel geschmolzen und die erhaltene Schmelze mit Wasser ausgelaugt. Dadurch gehen Aluminium und Phosphorsäure, an Natrium gebunden, in Lösung, während Eisen, Mangan, Titan und Zirkon als unlösliche Oxyde zurückbleiben. Dieselben werden durch Schmelzen mit Kaliumhydrosulfat in wasserlösliche Sulfate übergeführt, die Schmelze wird in kaltem Wasser gelöst und das Ferrisalz durch Einleiten von Schwefelwasserstoff reduziert, damit bei der darauf folgenden Abscheidung des Eisens keine Titansäure mitgerissen wird. Zu der von Schwefel und Platinsulfid abfiltrierten Lösung fügt man sodann eine etwa dem dreifachen Gewicht der Summe der Oxyde entsprechende Menge. Weinsteinsäure hinzu, macht mit Ammoniak schwach alkalisch und bringt, wenn noch erforderlich, durch Zusatz von farblosem Schwefelammonium das Eisen vollständig zur Abscheidung. Nach einer viertel bis halben Stunde

1) Zeitschrift f. anorg. Chemie **43**, 236.

kann der Niederschlag abfiltriert und ausgewaschen werden. In dem schwefelammoniumhaltigen Filtrat, in welchem Titan und Zirkon vorhanden sind, muss zuuächst die Weinsteinsäure zerstört werden, was am besten durch Erwärmen mit schwach angesäuerter Persulfatlösung geschieht. Man verfährt dabei am besten so, dass man das Filtrat in einer Platinschale eindampft, den Rückstand schwach mit Schwefelsäure ansäuert und unter Bedecken mit einem Uhrglase in mehreren Portionen eine konzentrierte Lösung von einigen (3—5) Gramm Kaliumpersulfat zufügt; nach dem letzten Zugeben erwärmt man noch einige Zeit weiter und dampft zur Trockne. Man erhitzt die Schale unter Umrühren erst auf dem Asbestdrahtnetz ganz allmählich, dann auf freier Flamme und schliesslich stärker bis die meiste Schwefelsäure verjagt ist. Nach dem Erkalten löst man die erstarrte Masse in Wasser und etwas Salzsäure und fällt bei Siedhitze mit überschüssigem Ammoniak. Um den Niederschlag vollkommen frei von Alkalisulfat zu erhalten, löst man denselben zweckmässig nochmals in Salzsäure und fällt von neuem mit Ammoniak, worauf dann Titansäure und Zirkonerde nach scharfem Glühen im Platintiegel gewogen werden. Zur kolorimetrischen Bestimmung der Titansäure schmilzt man den Glührückstand wieder mit Kaliumhydrosulfat, löst die Schmelze in kaltem Wasser und bestimmt nach Zufügen von Schwefelsäure, um der Bildung von Metatitansäure vorzubeugen, und nach Oxydation mit Wasserstoffsuperoxyd das Titan nach den Angaben von A. Weller¹⁾. Die Menge der vorhandenen Zirkonerde ergibt sich nun durch einfache Differenzberechnung.

Die Verfasser bestätigten die Zuverlässigkeit des Verfahrens durch Versuche mit Mischungen reiner Substanzen von bekanntem Gehalt; zur Verwendung kamen reinstes Mohr'sches Salz und Lösungen von reinem Titan- und Zirkonnitrat. Neuere, noch nicht abgeschlossene Versuche lassen es möglich erscheinen, dass sich Titan gemeinsam mit Zirkon bei Gegenwart von Natriumazetat aus eisen- und manganhaltigen Lösungen durch Kochen ausfällen lässt.

Über die Bestimmung und Trennung des Zinks auf elektrolytischem Wege liegt von A. Hollard²⁾ eine Mitteilung vor, in welcher die Bedingungen schärfer festgestellt sind, unter denen bei der Elektrolyse des Doppelcyanids eine Trennung des Zinks von Aluminium

1) Vergl. diese Zeitschrift **23**, 410 (1884).

2) Bull. de la soc. chim. de Paris [3] **29**, 266.