Arbeitet man in dieser Weise, so bleibt schon bei der ersten Fällung fast alles Eisen als Oxydulsalz in Lösung. Den Niederschlag filtrirt man, wenn nöthig, mittelst einer automatischen Filtrirvorrichtung durch doppeltes Filter ab und wäscht denselben mit etwa 4-procentiger Essigsäure aus. Das Filtrat muss absolut klar sein.

Dasselbe wird nun nochmals mit Ammoniak abgestumpft, mit wässriger schwefliger Säure versetzt und zur Controle der vollständigen Ausfällung eine Stunde gekocht.

Der erste, noch eisenhaltige Niederschlag von Metatitansäurehydrat wird nun verascht, mit Bisulfat aufgeschlossen und ebenso behandelt wie die Lösung nach dem ersten Aufschlusse. Wenn richtig gearbeitet wird, ergibt die zweite Fällung einen rein weissen, Eisen nur noch in Spuren enthaltenden Titansäureniederschlag. Ist Eisen in erheblicherer Menge zugegen, so hat man Aufschluss und Fällung zu wiederholen. Der so erhaltene Niederschlag ist nach dem Veraschen, Behandeln mit Ammoniumcarbonat und ausreichendem Glühen eine hellgraubräunliche Titansäure, welche während des Glühens tief citronengelb, fast orange aussieht.

Bei der Bestimmung der Titansäure werden von dem Verfasser noch folgende Punkte hervorgehoben: Bei trübem Filtriren kann man sich durch Zusatz von verdünnter Chlorammoniumlösung oder durch Vermischen des Niederschlags mit der aufgeschlämmten Papiermasse eines Filters von bekanntem Aschengehalte helfen. Titansäurehydrat hält hartnäckig Schwefelsäure zurück, daher ist vorsichtiges Erwärmen des veraschenen Niederschlags mit Ammoniumcarbonat vorgeschrieben.

$\frac{1}{2}$ g Ferrotitan zersetzt sich mit wässriger Flusssäure bei gelinder Wärme in etwa zwei Stunden.

Schmelzender Natronsalpeter nimmt kein Titan aus Ferrotitan auf. Die genannte Legirung zersetzt sich unvollständig mit Salzsäure, Salpetersäure und Königswasser.

Zur Analyse von Bleiglanz und Bleisulfat. Nach Rudolf Benedikt¹⁾ lässt sich die Zersetzung des Bleiglanzes durch Erhitzen mit Jodwasserstoffsäure leicht und vollständig bewirken. Man übergiesst das gepulverte Mineral in einer halbkugelförmigen Porzellanschale mit etwas Wasser und sodann mit einigen Cubikcentimetern Jodwasserstoffsäure des Handels von 1,7 specifischem Gewicht. Wird das Anfeuchten

¹⁾ Chemiker-Zeitung 16, 43.

mit Wasser unterlassen, so tritt bei dem Uebergiessen der Substanz mit der concentrirten Jodwasserstoffsäure heftiges Aufbrausen ein. Man bedeckt die Schale mit einem Uhrglase und erwärmt auf dem Wasserbade. Nach wenigen Minuten ist die Umwandlung des Bleisulfids in Bleijodid beendet; man entfernt das Uhrglas, spült dasselbe ab und verdampft zur Trockne. Der Rückstand wird nach dem Erkalten mit fünf- bis zehnfach verdünnter Salpetersäure übergossen, die Schale bedeckt und auf dem Wasserbade erwärmt. Die Salpetersäure zerlegt das Bleijodid unter Abscheidung von Jod.

Sobald die Oxydation beendet ist, entfernt man das Uhrglas, verdampft zur Trockne, befeuchtet den Rückstand mit verdünnter Salpetersäure, filtrirt ab, wäscht aus und hat nun das gesammte Blei als Nitrat in Lösung, aus welcher man es in gewohnter Weise mit Schwefelsäure abscheidet. Bei ganz genauen Analysen kann eine nochmalige Behandlung des Rückstands mit Jodwasserstoffsäure vorgenommen werden; dieselbe wird sich jedoch nur in seltenen Fällen als nöthig erweisen.

Eben so leicht gelingt die Umwandlung von Bleisulfat in Bleinitrat. Dabei wirkt die Jodwasserstoffsäure reducirend nach der Gleichung:

Man übergiesst die Substanz in einem kleinen Becherglase mit etwas Wasser, fügt Jodwasserstoffsäure hinzu und erwärmt mässig. Nach wenigen Minuten ist alles gelöst. Gleichzeitig scheidet sich aber durch die Einwirkung des frei werdenden Jods auf den Schwefelwasserstoff an den Wänden des Gefässes Schwefel aus. Nach dem Erkalten spült man den Inhalt des Becherglases mit kaltem Wasser in eine Schale, verdampft zur Trockne und verfährt wie bei der Analyse des Bleiglanzes. Sollte nach dem Verdampfen mit Salpetersäure Jod im Rückstande verbleiben, so übergiesst man nach völligem Vertreiben der Salpetersäure mit einigen Cubikcentimetern Alkohol, verdampft auf dem Wasserbade zur Trockne, befeuchtet mit Salpetersäure, verdünnt und filtrirt. Will man die Ausscheidung von Jod während der Lösung, namentlich aber die Abscheidung von Schwefel an den Gefässwänden vermeiden, so übergiesst man die Substanz, sei sie nun Bleiglanz oder Bleisulfat, von Anfang an nicht mit reinem Wasser, sondern mit einer in Wasser aufgeschlämmten geringen Menge rothen Phosphors, welcher das Jod sofort in Jodwasserstoffsäure zurückverwandelt. Der Phosphor wird bei der Oxydation mit Salpetersäure in Phosphorsäure übergeführt, welche die Bestimmung nicht weiter beeinflusst.

Nach den von dem Verfasser mitgetheilten Versuchen ergibt die Methode sowohl bei der Analyse von Bleiglanz als auch von Bleisulfat sehr befriedigende Resultate.

Der Verfasser hält es nicht für unmöglich, dass sich die Jodwasserstoffsäure auch bei der Analyse anderer Sulfide vorthellhaft zur Anwendung bringen lässt.

Ein Verfahren zur quantitativen Trennung von Silber und Blei gründen R. Benedikt und L. Gans¹⁾ auf das verschiedene Verhalten der Jodide des Silbers und Bleis gegen verdünnte Salpetersäure.

Man verdünnt die Lösung, welche salpetersaures Silberoxyd und salpetersaures Bleioxyd, und zwar in Summa etwa 0,5 g Metall enthält, in einer geräumigen Glasschale mit kaltem Wasser auf 200 bis 300 cc und lässt eine zur vollständigen Ausfällung des Silbers mehr als hinreichende, aber nicht gar zu grosse Menge Jodkaliumlösung zufließen. Bei Anwendung von 0,5 g Metall genügen für alle Fälle 10 cc einer 10procentigen Jodkaliumlösung. Man versetzt sodann mit 10 cc chlorfreier Salpetersäure, welche man vorher mit 10 bis 20 cc Wasser verdünnt hat, bedeckt mit einem Uhrglase und erhitzt auf dem Wasserbade, wobei die gelbe Farbe des Niederschlags anfänglich meist in orangeroth übergeht. Sobald die Flüssigkeit heiss geworden ist, löst sich das Bleijodid auf, die Flüssigkeit wird dunkelbraun und entwickelt Joddämpfe. Nun entfernt man das Uhrglas, spült dasselbe in die Schale ab, fügt siedendes Wasser hinzu und lässt unter Ersatz des verdampften Wassers so lange auf dem Wasserbade, bis die Flüssigkeit farblos oder hellgelb geworden, somit das Jod entfernt ist. Das Jodsilber wird jetzt abfiltrirt und zur Wägung gebracht. Die Verfasser sammeln dasselbe in einem mit Glaswolle gefüllten, bei 110° C. getrockneten und gewogenen Glasröhrchen, waschen erst mit heissem salpetersäurehaltigem, dann mit wenigen Cubikcentimetern heissem Wasser aus, trocknen bei 110° C. und wägen.

Die Gegenwart anderer Metalle derselben Gruppe, mit Ausnahme des Quecksilbers, stört nicht. Kupferjodür, Wismuth- und Cadmiumjodid verhalten sich gegen Salpetersäure wie Bleijodid, dagegen wird Quecksilberjodür in rothes Jodid verwandelt, welches nicht weiter angegriffen wird.

¹⁾ Chemiker-Zeitung 16, 181 und 219.