durch Kalziumkarbonat nur unvollständig neutralisiert wird, die Sesquioxide dagegen einen Teil der Borsäure mit niederreißen, hat Lindgren festgestellt, dass die von ihm angegebene Arbeitsweise vollkommen brauchbare Ergebnisse liefert.

Die Trennung des Zirkoniums von Eisen und Aluminium mit Hilfe des Ammoniumsalzes von Nitrosophenylhydroxylamin (Kupferron) haben W. M. Thornton jr. und E. M. Hayden jr.¹⁾ vorgeschlagen. Die Arbeitsweise ist die gleiche, wie sie Thornton²⁾ zur Trennung des Titans von Eisen, Aluminium und Phosphorsäure beschrieben hat. Die Phosphorsäure kann jedoch auf dem angegebenen Wege nicht von Zirkon getrennt werden. Bei der Analyse phosphathaltiger Materialien mit Zirkon wird man zweckmässig in der Weise verfahren, dass man mit Natriumkarbonat und etwas Natriumnitrat schmelzt und die Schmelze mit Wasser auslaugt, wobei die Phosphorsäure in Lösung geht, während das Natriumzirkonat zurückbleibt und in Schwefelsäure gelöst werden kann.

Zur Titration kleiner Mengen von Haloiden teilen F. C. McLean und D. D. Van Slyke³⁾ eine Methode mit, bei welcher die Jodstärkefärbung als Endreaktion dient. Das Haloid wird bei Gegenwart einer bekannten Menge freier Salpetersäure, etwa 1 g, mit einem Überschuss von $\frac{n}{25}$ oder $\frac{n}{50}$ AgNO_3 gefällt. Im Falle Bromide oder Chloride vorliegen, bringt man den kolloidalen Niederschlag durch kurzes Schütteln mit einem oder zwei Tropfen Kaprylalkohol zum Ausflocken und filtriert das Silberhaloid ab. Wird die Flüssigkeit vor der Filtration auf ein bestimmtes Volumen gebracht und durch ein trockenes Filter filtriert, so sind die ersten Tropfen zurückzugießen, damit ein vollkommen klares Filtrat erhalten wird. Das überschüssige Silbernitrat wird entweder in dem ganzen Filtrat oder in einem aliquoten Teil mit $\frac{n}{50}$ oder $\frac{n}{100}$ KJ titriert, das man auf die Silberlösung eingestellt hat. Unmittelbar vor der Titration gibt man für jedes g freier Salpetersäure (annähernd 1 g ist in 1 ccm Salpetersäure von 1,42 D. enthalten) 4 ccm einer Lösung hinzu, welche im Liter 446 g Trinatriumzitat ($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 + 5\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$), 19 g Natriumnitrit und 2,5 g lösliche Stärke enthält. Das Nitrit dient zum Freimachen des Jods, während durch das Zitat die Azidität der Lösung herabgesetzt wird. Unter den angegebenen Bedingungen ergibt sich mit einem Tropfen der Jodidlösung ein sehr scharfer Umschlag, der selbst in einer Verdünnung von 150 ccm deutlich zu erkennen ist. Zweckmäßiger ist es jedoch, ein Volumen von 50 ccm nicht zu überschreiten. Silberchlorid und -bromid müssen vor dem Zurücktitrieren mit Kaliumjodid durch Filtration entfernt werden, weil sie mit der äusserst geringen Jodmenge, welche die Endreaktion anzeigt, unter Bildung des schwerer löslichen Silberjodids reagieren würden. Bei der Bestimmung der Jodide ist die Filtration natürlich

¹⁾ Ztschrft. f. anorg. Chem. **89**, 877 (1914). — ²⁾ Vergl. diese Ztschrft. **54**, 615 (1915). — ³⁾ Journ. Americ. Chem. Soc. **37**, 1128 (1915).