Filterinhalt schwach und ermittelt durch Wägung die Summe von Eisenoxyd, Thonerde, Manganoxyduloxyd, Phosphorsäure und Titansäure. Man löst die letzteren durch Behandlung mit heisser concentrirter Salzsäure und bringt den beim Verflüchtigen der Kieselsäure verbliebenen Rückstand durch Schmelzen mit Kaliumbisulfat in Lösung. Man neutralisirt die vereinigten Lösungen oder, im Falle nur Titan bestimmt werden soll, die ursprüngliche Lösung genau, setzt einige Tropfen überschüssige Schwefelsäure oder Salzsäure hinzu, reducirt das Eisenoxysalz mit schwefliger Säure, verdünnt stark und kocht mindestens eine Stunde. Die hierbei sich ausscheidende Titansäure ist durch Thonerde, Phosphorsäure und etwas Eisenoxyd verunreinigt. Man filtrirt durch ein doppeltes Filter und behandelt das Filtrat nochmals in gleicher Weise. Die unreine Titansäure schmilzt man mit Natriumcarbonat (nicht Kaliumcarbonat) längere Zeit über dem Gebläse und behandelt die Schmelze mit kaltem Wasser, wobei Thonerde und Phosphorsäure als Aluminate, beziehungsweise Phosphate, in Lösung gehen, während Natriumtitanat ungelöst zurückbleibt. Letzteres wird abfiltrirt, mit kaltem Wasser gewaschen, in Salzsäure gelöst und nach der Neutralisation und nach Zusatz von schwefliger Säure die Titansäure durch Kochen abgeschieden.

Zur Trennung des Kobalts und Nickels auf elektrolytischem Wege versetzt D. Balachowsky¹⁾ die essigsäure Lösung beider Metalle auf je 0,3 g Metall mit 3 g Rhodanammonium, 1 g Harnstoff und 1—2 cc Ammoniak, um die überschüssige Essigsäure zu neutralisiren. Die Lösung, deren Volumen 100 cc betragen soll, wird in einer Classen'schen Schale bei einer Temperatur von 70—80° C. der Einwirkung eines Stromes ausgesetzt, dessen Spannung höchstens 1 Volt und dessen Stromstärke mindestens 0,8 Ampère ND¹⁰⁰ beträgt.

Das Nickel wird hierbei an der Kathode in Verbindung mit Schwefel als Sulfid in einem Zeitraum von etwa 1½ Stunden vollständig niedergeschlagen, während das Kobalt erst bei einer Spannung von über 1,2 Volt in gleicher Form abgeschieden wird.

Zur erfolgreichen Trennung ist es absolut erforderlich, dass die Stromstärke 0,8—1,0 Ampère ND¹⁰⁰ beträgt, da sich bereits bei einer geringen Verminderung der Stromstärke, ja schon bei 0,8 Ampère

1) Comptes rendus 132, 1492.

Kobalt mit dem Nickel niederschlägt. Ebenso bewirken die kleinsten Mengen von Eisen, Mangan und Wismuth, dass bemerkenswerthe Mengen Kobalt mit niedergerissen werden.

Nach beendeter Ausfällung des Nickels löst man das Sulfid in 4—5 *cc* Salpetersäure, filtrirt den Schwefel ab, verdampft auf 100 *cc* und neutralisirt mit Ammoniak. Diese Lösung kann entweder nach Classen elektrolysirt werden oder unter Anwendung der nachstehenden Methode von Balachowsky.

Die essigsäure Lösung des Nickels oder Kobalts, welche etwa 0,3 *g* Metall enthält, wird mit Ammoniak neutralisirt, mit 1 *g* Bernsteinsäure und 1,5 *g* Harnstoff versetzt und die nun schwach saure Lösung unter Einwirkung eines Stroms von 3,5 Volt und 0,8—1 Ampère bei 70—80° C. elektrolysirt. Die Abscheidung des Nickels ist in vier Stunden, diejenige des Kobalts in 2—3 Stunden beendet.

Zur Bestimmung des Kobalts in der Lösung der Sulfocyanate nach der Abscheidung des Nickels verdampft man mit 5 *cc* Salpetersäure auf 100 *cc*, filtrirt, neutralisirt mit kohlensaurem Ammon und bestimmt das Kobalt auf elektrolytischem Wege nach Classen oder nach der oben mitgetheilten Methode des Verfassers. Die von dem Verfasser nach diesem Verfahren unter Anwendung von 0,3 *g* Nickel und 0,27 *g* Kobalt erhaltenen Resultate ergaben bei beiden Metallen ein Plus von 1—5 *mg*.

Zur Bestimmung des Wismuths durch Elektrolyse sind bisher mehrere Methoden in Vorschlag gebracht worden, ohne dass jedoch eine derselben allgemeinere Anwendung gefunden hätte. Sämmtliche Methoden bieten in der Ausführung mehr oder weniger grosse Schwierigkeiten und führen meist zu mangelhaften Resultaten. K. Wimmenauer¹⁾ theilt nun ein neues Verfahren mit, welches allerdings eine besondere Apparatur erfordert. Da bei der Elektrolyse der Wismuthsalze meist mit sehr geringen Stromstärken gearbeitet wird und die richtige Stromstärke sorgfältig eingehalten werden muss, so sind genaue Messinstrumente nöthig, welche das Ablesen von 0,01 Ampère noch gestatten²⁾. Als Einschaltungswiderstände eignen sich der schwachen Ströme wegen die sonst gebräuchlichen Drahtreostaten nicht. Der Verfasser empfiehlt einen einfachen Wasserwiderstand, der aus einem Glastrog mit verschiebbaren Bleiblechen besteht. Der Glastrog wird mit

¹⁾ Zeitschrift. f. anorgan. Chemie **27**, 1.

²⁾ Der Verfasser benutzte Präcisionsinstrumente von Siemens & Halske und Normalinstrumente von Hartmann & Braun.