nach schwefliger Säure verschwunden ist, etwas Natriumbisulfidlösung hinzu, um die Oxydation des Eisens zu hindern. Alle Titansäure fällt hierbei aus, mit derselben Phosphorsäure und etwas Eisen. Man lässt absitzen, filtrirt, prüft das Filtrat durch noch längeres Kochen, ob noch Titansäure ausfällt, und wäscht den Niederschlag mit Wasser aus. Derselbe wird getrocknet, mit Natriumkaliumcarbonat geschmolzen und die Schmelze mit Wasser behandelt. In Lösung geht alle Phosphorsäure, während Natriumtitanat, sowie Eisenoxyd zurückbleiben. Durch Filtriren und Auswaschen trennt man die Lösung von dem Rückstande, behandelt alsdann den letzteren mit mässig starker Schwefelsäure unter Erwärmen bis zur völligen Lösung, verdünnt mit einer reichlichen Menge Wasser, reducirt wieder durch schweflige Säure, neutralisirt mit Natriumcarbonat und fällt die Titansäure wiederum durch zweistündiges Kochen aus. Dieselbe, welche nunmehr vollständig weiss sein muss, wird filtrirt, ausgewaschen, gegläht und gewogen.

Zur Titanbestimmung im Roheisen löst man 15 g in Salpetersäure, dampft ein, glüht zur Zerstörung der Kohlenstoffverbindungen und Austreibung der Salpetersäure, löst den Rückstand in concentrirter Salzsäure, verdünnt mit Wasser und filtrirt. Der auf dem Filter bleibende Rückstand wird nach dem Auswaschen und Trocknen mit Natriumcarbonat und Salpeter aufgeschlossen und die Kieselsäure durch Eindampfen der Schmelze mit Salzsäure abgeschieden; man verfährt alsdann wie bei der Erzuntersuchung und prüft auch hier die erhaltene Kieselsäure auf ihre Reinheit.

Ueber die qualitative Trennung von Zinn und Quecksilber. Th. Wilm*) theilt mit, dass, wenn man ein Gemisch von Quecksilberchlorid und Zinntetrachlorid mit gelbem Schwefelammonium versetzt, das Quecksilber nicht ausgefällt wird, sondern der grösste Theil desselben mit dem Zinn in Lösung bleibt. Es bildet sich hierbei, aller Wahrscheinlichkeit nach, eine Doppelverbindung der beiden Schwefelmetalle, welche in Vielfach-Schwefelammonium löslich ist.

Eine Methode zur Trennung des Zinnoxys von der Wolframsäure theilen E. Donath und F. Müllner**) mit.

*) Journ. d. russ. phys.-chem. Gesellsch. 1887, [I], 60. — Ber. d. deutsch chem. Gesellsch. zu Berlin 20, 232.

**) Oesterr. Zeitschrift f. Berg- und Hüttenwesen 35, 614. — Chem. Centralblatt 59, 199.

Das geglühte und gewogene Gemisch beider Körper, wie es sich bei der Analyse der betreffenden Legierungen durch Zersetzen mit Salpetersäure ergibt, wird in einer Achatschale mit dem doppelten Volum von Zinkstaub, Zinkpulver oder Zinkfeile zerrieben und etwa $\frac{1}{4}$ Stunde im bedeckten Tiegel geglüht. Die durch Reduction des Zinns schwammig gewordene Masse wird nun mit verdünnter Salzsäure (1 Volumen Salzsäure und 2 Volumina Wasser) im bedeckten Becherglase behandelt, bis keine Wasserstoffentwicklung mehr stattfindet. Nach dem Abkühlen trägt man in die Flüssigkeit Kaliumchlorat ein, bis das Wolframoxyd zu gelber Wolframsäure oxydirt ist, verdünnt mit dem $1\frac{1}{2}$ fachen Volumen Wasser und lässt 24 Stunden stehen. Die abgeschiedene Wolframsäure wird zuerst mit Salpetersäure enthaltendem Wasser und schliesslich mit einer verdünnten Lösung von Ammoniumnitrat ausgewaschen und gewogen.

Das Zinn kann aus der Differenz oder direct in dem Filtrate durch Fällen mit Schwefelwasserstoff bestimmt werden.

Eine maassanalytische, rasch ausführbare Methode zur Bestimmung der Borsäure gründet Hans Will*) auf folgende Reaction :

Versetzt man eine wässrige Borsäurelösung mit Barytwasser, so bleibt die Flüssigkeit anfangs klar und gibt dann einen starken Niederschlag, welcher, nach Erreichung eines Maximums, bei weiterem Zusatz von Barytwasser allmählich wieder an Intensität abnimmt, bis schliesslich die Flüssigkeit klar wird. Da man diesen Punkt des Verschwindens der Trübung sehr gut treffen kann, so versuchte der Verfasser, ob es nicht möglich wäre, unter Anwendung von Lösungen von bekanntem Borsäuregehalte wenigstens einen empirischen Verbrauch von Baryt auf bestimmte Mengen von Borsäure zu constatiren.

1. Es wurde eine zweiprocentige Borsäurelösung angewandt und 10 cc derselben, entsprechend 0,2 g H_3BO_3 , zur Titration mit Barytwasser (38,5 cc = 10 cc Normalsäure) benutzt. Die zuerst klar bleibende Lösung trübte sich bei weiterem Zusatze von Barytwasser stark; die Trübung nahm ab und verschwand völlig, nachdem 13 cc Barytwasser verbraucht worden waren.

2. Zu dieser klar gewordenen Mischung wurden noch 10 cc zweiprocentiger Borsäurelösung hinzugefügt und nun wieder, wie vorher, mit Barytwasser titirt. Nach dem Zusatze von 1,9 cc des letzteren

*) Archiv der Pharmacie 225, 1101.