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).

unnötig. Nach dem Verfahren lassen sich noch Haloidmengen bis zu 0,5 mg mit einer Genauigkeit von 1:1000 bestimmen.

Bei der Analyse des Ferrochroms löst H. Schilling¹⁾ das Material in Schwefelsäure und oxydiert mit Ammoniumpersulfat. Man übergiesst 0,5 g des aufs feinste zerriebenen Ferrochroms in einem kleinen Becherglase mit 10 ccm Schwefelsäure D. 1,84, bedeckt mit einem Uhrglase und spritzt langsam etwa 10 ccm Wasser hinzu, bis eine heftige Gasentwicklung eintritt. Nach fast beendeter Lösung versetzt man zur Entfernung der Kieselsäure mit zwei Tropfen Flusssäure und erwärmt nötigenfalls mit kleiner Flamme, bis sich das Ferrochrom vollständig gelöst hat. Hierauf bestimmt man das Chrom nach den Angaben von Knorre's²⁾.

Zur Bestimmung des Siliziums löst man das Ferrochrom in Schwefelsäure, verdampft bis zur gerade beginnenden Entwicklung von Schwefelsäuredämpfen, verdünnt mit Wasser und filtriert die Kieselsäure ab. Da diese noch chromhaltig ist, muss sie nach dem Wägen durch Abrauchen mit Flusssäure verflüchtigt werden.

Einen Beitrag zur quantitativen Bestimmung des Nickels mit Dimethylglyoxim liefert K. Wagenmann³⁾. Das in schwefelsaure oder salzsaure Lösung übergeführte Nickeldimethylglyoxim wird beim Kochen unter Bildung von Nickelsalz, Hydroxylamin und Diketon in 10 Minuten zersetzt; bei Zusatz von Salzsäure und Wasserstoffsuperoxyd erfolgt die Zersetzung bereits in 3—5 Minuten, wobei das Diketon in Essigsäure übergeht. Nach dieser Behandlung lässt sich das Nickel in ammoniakalischer Lösung durch Schnellelektrolyse bestimmen, wodurch die Zeitdauer der Nickelbestimmung erheblich abgekürzt wird. Der Verfasser bemerkt noch, dass das zur Fällung des Nickels benutzte Dimethylglyoxim in heissem Wasser statt in Alkohol gelöst werden kann. Bei Gegenwart von Mangan wird häufig ein etwas manganhaltiger Nickelniederschlag erhalten, doch wird die Genauigkeit der elektrolytischen Nickelbestimmung hierdurch nicht beeinträchtigt.

Die Anwendung der Jodidmethode zur Bestimmung des Kupfers bei Gegenwart von Zinn wird von R. W. Coltman⁴⁾ empfohlen. Von der zu untersuchenden Legierung wird eine Probe, welche nicht über 0,25 g Kupfer enthält, in einem 500 ccm fassenden Jenenser Erlenmeyer-Kolben mit 15 ccm Salpetersäure (2:1) gekocht. Nach beendeter Zersetzung gibt man verdünnte Schwefelsäure, entsprechend 3 ccm konzentrierter Säure, hinzu und verdampft über freier Flamme. Sobald die Salpetersäure vertrieben ist und die Schwefelsäure zu rauchen beginnt, scheidet sich das Stanni- und Kuprisulfat plötzlich aus. Man entfernt den Kolben dann sofort von der Flamme, bringt die kristallinische Masse nach dem Erkalten mit etwa 25 ccm Wasser in Lösung und ver-

¹⁾ Chem. Ztg. **39**, 466 (1915). — ²⁾ Vergl. diese Ztschrft. **48**, 307 (1909). — ³⁾ Ferrum, Neue Folge der „Metallurgie“ **12**, 126; durch Chem. Zentrbl. **86**, II, 632 (1915). — ⁴⁾ Journ. Ind. Eng. Chem. **7**, 764 (1915).