mittels NH_3 , auch für die Bestimmung von Titan und Tantal verwenden lassen, vielleicht auch zur Bestimmung kleiner Mengen von Kupfer und Nickel. Weber.

Zur Analyse von Ferrozirkon und zirkonhaltigem Stahl schlägt J. D. Ferguson¹⁾ die folgende Methode vor. Man löst 1 g Ferrozirkon, bzw. 3 g Stahl in 25, bzw. 50 ccm einer Mischung von 2 Vol. Wasser, 1 Vol. konz. HNO_3 und 1 Vol. konz. HCl , verdampft zur Trockne und erhitzt den Rückstand mit 30 ccm heissem Wasser und 1 ccm konz. H_2SO_4 . Die ungelöst bleibende SiO_2 filtriert man ab, wäscht mit Wasser, hierauf mit kochender verdünnter H_2SO_4 (1:20) und wieder einige Male mit Wasser aus. Die SiO_2 wird dann im Platintiegel geglüht; wenn sie dunkelgrau gefärbt ist und Zirkonsilikat enthalten kann, wird nach dem Wägen mit 3 ccm konz. H_2SO_4 und 3 ccm HF bis zum Auftreten von weissen Dämpfen abgeraucht, das Abrauchen nach nochmaligem Zufügen von HF wiederholt und schliesslich zur Trockne gebracht. Ein etwa verbleibender Rückstand wird mit überschüssigem Na_2CO_3 $\frac{1}{2}$ Stde. geschmolzen, die Schmelze mit heissem Wasser behandelt, das ungelöst bleibende Natriumzirkonat, Fe_2O_3 etc., abfiltriert, eingeäschert und mit KHSO_4 aufgeschlossen. Die Schmelze löst man in heissem Wasser und filtriert zur Hauptlösung. Man erhitzt nun die auf 400 ccm verdünnte Flüssigkeit zum Kochen und versetzt unter Umrühren mit einer kochenden konz. Lösung von $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (6 g für je 1 g der Legierung). Wenn die Flüssigkeit fast farblos geworden ist und bei erneutem Zusatz von Thiosulfat etwas Schwefel ausfällt, gibt man unter Umrühren eine kochende, möglichst konz. Lösung von 1 g Na_2HPO_4 hinzu, wodurch das Zirkon als weisser oder grünlicher, flockiger Niederschlag gefällt wird. Nachdem man das Kochen einige Minuten fortgesetzt hat, lässt man $\frac{1}{2}$ Stde. stehen, filtriert, wäscht wiederholt mit heissem Wasser aus, trennt den getrockneten Niederschlag vom Filter, das für sich verascht wird, und bringt das Zirkonphosphat zur Wägung. Es ist zu beachten, dass das Eisen zur Ferrostufe reduziert werden muss und die Lösung vor der Fällung etwa 1% H_2SO_4 enthalten soll, damit die Fällung von Fe und Al verhütet wird. Bei Gegenwart von Ti zeigt das Zirkonphosphat eine rötliche Färbung, in solchem Falle wird der geglühte Niederschlag mit dem 30fachen Gewicht an Na_2CO_3 $\frac{1}{2}$ —1 Stde. geschmolzen, das beim Lösen der Schmelze in heissem Wasser zurückbleibende Natriumzirkonat und -titanat geglüht und mit KHSO_4 aufgeschlossen. Die Schmelze löst man in kochendem Wasser, versetzt mit 1% H_2SO_4 , erhitzt zum Sieden und gibt 20 ccm 3%iges H_2O_2 hinzu, um das Ti zu oxydieren, worauf das Zr wieder als Phosphat gefällt wird. Das Abrauchen von SiO_2 mittels HF muss bei Gegenwart von wenigstens der gleichen Menge H_2SO_4 vorgenommen werden, damit die Verflüchtigung von Zirkonfluorid vermieden wird. Weber.

¹⁾ Engin. Min. Journ. 106, 356 (1918); durch Chem. Zentrbl. 90, II, 320 (1919).