

Über eine neue Trennung von Titan und Zirkonium.

Von

M. DITTRICH und S. FREUND.

Versetzt man eine nahezu neutrale Lösung von Titannitrat in der Kälte mit einer Lösung von Natrium- oder Ammoniumsalicylat, so scheidet sich ein gelber Körper ab, welcher sich in heißem Wasser leicht vollkommen löst; seine verdünnte Lösung bleibt auch bei längerem Kochen völlig klar. Setzt man zu der stark kochenden Flüssigkeit Ammoniak in größerem Überschufs, so fällt bei weiterem Kochen das Titan als flockige Titansäure aus. Der zuerst ausgefallene gelbe Körper entspricht in seinen Eigenschaften allem Anschein nach dem von L. LEVY¹ erhaltenen Titansalicylat von der Formel $\text{TiO}_4(\text{C}_6\text{H}_4\text{CO})_2$.

Eine neutrale Lösung von Zirkonnitrat wird dagegen vom Ammoniumsalicylat als ein im Überschufs des Fällungsmittels unlöslicher weißer Niederschlag gefällt. — Trotz dieses sehr verschiedenen Verhaltens dieser beiden Salicylate lassen sich Zirkonium und Titan nicht in einfacher Weise trennen, da das abgeschiedene Ammoniumzirkonsalicylat oft geringe Mengen Titan mitreißt und sich von diesem durch Waschen nur schwer befreien läßt. Am besten kann man diese Schwierigkeit nach folgender Arbeitsweise vermeiden:

In eine zum Kochen erhitzte, etwa 10 g Ammoniumsalicylat in 50 ccm Wasser enthaltende Lösung wurde mittels eines Tropftrichters das mit Natriumcarbonat vorsichtig neutralisierte Gemisch der Nitrate von Zirkon und Titan² so langsam tropfenweise einfließen

¹ *Ann. Chim. Phys.* 6 Ser. 25 (1892), 501.

² Bereitung der Lösungen siehe M. DITTRICH und POHL, Über Bestimmung von Zirkon neben Titan, insbesondere die in Gesteinen, *Z. anorg. Chem.* 43 (1905), 236—241.

lassen, daß die Lösung in starkem Kochen blieb. Es ist dabei besonders auf eine sorgfältige Neutralisation der Nitratlösung zu achten. Die Flüssigkeit wird nun einige Zeit gekocht und auf 150—200 ccm eingengt. Den Niederschlag filtriert man möglichst heiß, wäscht ihn mit einer starken, kochend heißen Ammoniumsalicylatlösung aus, bis er nur noch einen schwach gelblichen Schimmer zeigt oder weiß gefärbt erscheint. Nach dem Veraschen des Niederschlages und intensivem Glühen im Platintiegel vor dem Gebläse bis zur Gewichtskonstanz kann das Zirkonium als Zirkondioxyd bestimmt werden. Erweist sich der mit Natriumpyrosulfat geschmolzene Glührückstand bei der Prüfung mit Wasserstoffsuperoxyd noch titanhaltig, so ist die Fällung zu wiederholen. Zu diesem Zwecke stellt man sich die Nitrats durch Fällen mit Ammoniumhydroxyd und Lösen des Niederschlages in möglichst wenig Salpetersäure her und verfährt wie beschrieben.

Das gelb- bis orangegefärbte Filtrat wird zur Fällung der Titansäure zum Sieden erhitzt und mit Ammoniak in großem Überschuß längere Zeit gekocht. Unter Entfärbung der Lösung scheidet sich ein flockiger Niederschlag aus, der filtriert und nach dem Glühen vor dem Gebläse als TiO_2 gewogen wird. Dieses ist stets auf etwaigen Gehalt an Kieselsäure zu prüfen und letztere eventuell zu bestimmen und in Abzug zu bringen.

I.

0.0724 g TiO_2 u. 0.0453 g ZrO_2 gaben 0.0730 g TiO_2 u. 0.0456 g ZrO_2 .

II.

0.0686 g TiO_2 u. 0.0862 g ZrO_2 gaben 0.0690 g TiO_2 u. 0.0857 g ZrO_2 .

III.

0.1029 g TiO_2 u. 0.0862 g ZrO_2 gaben 0.1036 g TiO_2 u. 0.0855 g ZrO_2 .

Heidelberg, Privatlaboratorium von Prof. M. Dittrich.

Bei der Redaktion eingegangen am 7. November 1907.