

nach der Methode von Wyruboff und Verneuil¹⁾ durch doppelte Fällung mit Wasserstoffsuperoxyd abgeschieden wird. Man muss reines phosphorsäurefreies Wasserstoffsuperoxyd verwenden und etwas Ammoniumnitrat zugeben, namentlich bei der zweiten Fällung, da das Thoriumperoxyd leicht kolloidale Lösungen bildet.

Nach Abscheidung des Thoriums bringt man das Filtrat auf 500 *ccm* und bestimmt in 100 *ccm* die Gesamtmenge der seltenen Erden durch Fällung mit Ammoniak, in weiteren 100 *ccm* der Lösung bestimmt man das Cer maßanalytisch mit Bleisuperoxyd nach der Methode von Job²⁾ und in dem Rest der Lösung die Erden der Yttergruppe nach der Kaliumdoppelsulfat-Methode; die Oxyde des Lanthans und der beiden Didyme ergeben sich aus der Differenz.

Zur Bestimmung des Cers nach der Methode von Job verdampft man die salpetersaure Lösung in einem Becherglase auf dem Wasserbade fast zur Trockne, gibt 10 *ccm* Salpetersäure und 2 *g* Bleisuperoxyd hinzu und lässt unter zeitweiligem Umschwenken eine Stunde in der Kälte stehen. In derselben Weise behandelt man eine bekannte Menge von Ceroammoniumnitrat, welche möglichst die gleiche Menge Cer enthält wie die Versuchslösung. Man filtriert beide Flüssigkeiten durch Asbest in konische Flaschen und wäscht mit Salpetersäure aus, wobei darauf zu achten ist, dass nicht die geringste Spur Bleisuperoxyd in die Filtrate gelangt. Beide Lösungen titriert man sodann mit einer sehr verdünnten Wasserstoffsuperoxydlösung, bis die durch das Cerdioxid hervorgerufene Gelbfärbung eben verschwunden ist; aus den verbrauchten Mengen Wasserstoffsuperoxyd ergibt sich die Menge des vorhandenen Cers mit grosser Genauigkeit.

Zur Analyse des industriellen Ferrobers löst man nach G. Raulin³⁾ 0,1—0,5 *g* der fein gepulverten Probe in starker Salpetersäure, destilliert mit Methylalkohol und fängt das Destillat in 20 *ccm* 2-prozentiger Natronlauge auf. Nach dem Verjagen des Alkohols, säuert man schwach an, kocht die Kohlensäure weg und neutralisiert die abgekühlte und mit Methylorange versetzte Lösung genau mit Natronlauge. Hierauf vermischt man mit dem doppelten Volumen einer Glycerinlösung, welche 2 Teile Glycerin von 30° Baumé auf 1 Teil

1) Comptes rendus 126, 340.

2) Comptes rendus 128, 101.

3) Monit. Scient (5) 1, II, 434; Chemiker-Zeitung 35, R. 491.

95-prozentigen Alkohol enthält, gibt zwei Tropfen Phenolphthalein hinzu und titriert mit karbonatfreier Natronlauge; 1 Molekül B_2O_3 entspricht 1 Molekül Na_2O . Die Methode hat den Nachteil, dass sich die von der Salpetersäure herrührenden Stickstoffoxyde nicht völlig aus der Lösung entfernen lassen und die Färbung der Indikatoren beeinträchtigen. Raulin hat deshalb mit gutem Erfolg die Salpetersäure durch Schwefelsäure ersetzt. Zur Bestimmung der übrigen Bestandteile wurde 1 g gepulvertes Ferrobor in Salpetersäure gelöst, zum Kochen erhitzt, verdünnt und filtriert; der Rückstand wurde mit Soda und Salpeter geschmolzen, die Lösung der Schmelze der Hauptlösung zugefügt und in dieser Kieselsäure, Eisen, Aluminium, Mangan, Kalzium und Magnesium wie üblich bestimmt. Zur Schwefel- und Phosphorbestimmung wurden 2 g nur mit Salpetersäure aufgeschlossen; der Kohlenstoff wurde durch Verbrennung der Substanz mit Wismutoxyd im Sauerstoffstrom bei $1000^{\circ} C$. bestimmt.

S. Davis¹⁾ schmilzt bei der Analyse von Ferrobor 0,5 g mit Salpeter und Soda im Platintiegel, löst die ausgegossene Schmelze in heissem Wasser, setzt zur Fällung des Mangans etwas Natriumsuperoxyd hinzu und filtriert. Das Filtrat säuert man mit Salzsäure an, gibt einen Überschuss von Kalziumkarbonat hinzu, kocht 10 Minuten am Rückflusskühler, filtriert und titriert die abgekühlte Lösung nach Zusatz von Phenolphthalein mit $\frac{1}{10}$ -Normalnatronlauge bis zum Umschlag. Dann zerstört man die Färbung durch Zusatz von Mannit und titriert weiter bis zum bleibenden Farbumschlag. Den abfiltrierten Rückstand löst man in Salzsäure, raucht mit 15 ccm Schwefelsäure ab und bringt auf 250 ccm. Hiervon verwendet man 50 ccm zur Manganbestimmung nach der Wismutmethode und 50 bis 100 ccm zur Eisenbestimmung. Der Kohlenstoff wird durch direkte Verbrennung bestimmt.

Bei der Untersuchung des metallischen Zirkoniums haben E. Wedekind und S. J. Lewis²⁾ das in freiem Zustande vorhandene Zirkonium durch Verbrennen im Chlorstrom als Tetrachlorid von dem mit Sauerstoff verbundenen getrennt. Der Stickstoff wurde nach einem der Kjeldahl'schen Methode ähnlichen Verfahren bestimmt, der Kohlenstoff durch Verbrennen des Metalls im Sauerstoffstrom bei sehr geringem Druck.

1) Metall. and Chem. Eng. 9, 459; Chemiker-Zeitung 36, R. 67.

2) Proceed. of the Chem. Soc. 25, 60.