

Die niedrigmolekularen Säuren lösen sich in Alkohol, ihre Bariumsalze sind in Äther schwer löslich.

Eine genaue Trennung der einzelnen Polyricinusölsäuren gelingt nicht.

Von den verwendeten Katalysatoren haben Neutralsalze wenig Einfluß, wenn sie nicht Säuren abspalten; ebenso wenig organische Säurechloride. Organische Basen wirken als negative Katalysatoren.

W. H. Perkin: „Die Herstellung des Kautschuks aus Isopren.“ Das große Auditorium des chemischen Instituts -- Havemeyer-Hall -- der Columbia-Universität war bis auf den letzten Platz von einer sehr aufmerksamen Zuhörerschaft gefüllt. Der Redner hob zuerst die Verdienste von Tilden um die Untersuchung des Kautschuks und seinen Abbau zu Isopren, sowie die Synthese des Kautschuks aus Isopren hervor; er demonstrierte auch Originalpräparate von Tilden aus den 80er und 90er Jahren und Präparate, die nach Tildens Methode hergestellt waren. Perkin ging aber nicht darauf ein, daß Tilden nie den Beweis geführt hat, daß die elastischen Polymerisationsprodukte, die er erhielt, wirklich Kautschuk waren, und daß dieser Beweis auch erst geführt werden konnte, nachdem Harries zu Beginn dieses Jahrhunderts die Methoden zur Identifizierung von Kautschuk ausgearbeitet hatte. Ebenso wie die Konstitution des Isoprens erst durch W. Eulers Synthese festgestellt wurde.

Perkin besprach dann die Methoden zur Herstellung von Isopren und seinen Homologen aus Aceton und Isoamylalkohol und die Gewinnung dieser beiden Stoffe nach Fernbach durch bestimmte Gärungserreger. Schließlich ging er zur Darstellung des Kautschuks aus Isopren mit Hilfe von Natrium über, ohne jedoch zu erwähnen, daß Natriumkautschuk ein ander Ding als Parakautschuk ist. Der Vortrag hielt sich im wesentlichen im Rahmen dessen, was Perkin kürzlich in der Society of chemical Industrie berichtet hatte.

Da der Vortrag als „General Lecture“ betrachtet wurde, fand eine Diskussion nicht statt. R.

[Weitere Berichte über die Abteilungssitzungen folgen in einem der nächsten Hefte unserer Zeitschrift. Red.]

Das Cottrellsche Verfahren, feine Stoffteilchen mittels des elektrischen Stromes niederzuschlagen.

(Nach eigenen Mitteilungen des Erfinders.)

(Eingeg. 29./4. 1912)

Bei der Verwendung des elektrischen Stromes zum Niederschlagen feiner schwebender Stoffteilchen aus Gasen oder Flüssigkeiten üben Gleichströme und Wechselströme sehr verschiedene Wirkungen aus. Diejenige der Wechselströme besteht zumeist darin, die winzigen Schwebekörper zu größeren Massen zu vereinigen, die infolge ihrer größeren Schwere schneller ausfallen. Hierauf beruhen die in Frankreich und England ausgeführten

Versuche, Nebel mit Hilfe kräftiger elektrischer Wellen zu beseitigen. Ebenso haben F. G. Cottrell und Buckner Speed davon für ein Verfahren Gebrauch gemacht, das seit zwei Jahren auf den californischen Ölfeldern zur Abscheidung von Wasser aus Rohöl benutzt wird. Für die Behandlung der großen Mengen von Hüttenrauchgasen, die sich rasch durch die Züge hindurchbewegen, ist dieses Zusammenballungsverfahren indessen, auch bei Verwendung möglichst großer Staubkammern, zu langsam. Für derartige Zwecke ist Gleichstrom zu benutzen.

Bringt man eine Nadelspitze, die mit einem Pol verbunden ist, gegenüber einer mit dem entgegengesetzten Pol verbundenen ebenen Platte, so wird der dazwischen befindliche Luftraum mit der gleichen Elektrizität wie die Nadelspitze geladen, ebenso wie alle durch den Luftraum hindurchgehenden isolierten Gas- oder sonstigen Partikel, die infolgedessen von der Platte angezogen werden.

Bei der praktischen Anwendung dieser bekannten Tatsache auf die Behandlung von Rauchgasen bot die Herstellung der ebenen Elektrode keine Schwierigkeit, da jede glatte, leitende Fläche sich dafür eignet. Auch für die spitzen oder Entladungselektroden lassen sich bei Laboratoriumsversuchen feine Nähnadeln, selbst Drahtborsten benutzen. Schwierig aber wird die Sache, wenn es sich darum handelt, eine große Menge von sich rasch bewegenden Gasen bei mäßigen Temperaturen mit einer großen Zahl von Entladungsspitzen zu behandeln und dabei einen starken Strom in wirksamer Weise zu verteilen.

Die Lösung dieser Schwierigkeit, auf welcher die bisherigen mit dem Verfahren erzielten Erfolge größtenteils beruhen, wurde durch die zufällige Beobachtung ermöglicht, daß beim Dämmerlicht unter den besonderen Versuchsverhältnissen die Entladungen der spitzen Elektroden auch nur dann schwach sichtbar wurden, wenn diese sich den ebenen Elektroden bis nahe zu dem Punkte der Funkenentladung genähert hatten, während gleichzeitig ein mit Baumwolle umwickelter Draht, der den Strom den spitzen Elektroden zuführte und von irgendeinem mit entgegengesetzter Elektrizität geladenen Leiter weit entfernt war, auf seiner ganzen Länge ein schönes gleichförmiges, purpurnes Leuchten zeigte. Die Erklärung hierfür bestand darin, daß jede einzelne lose Baumwollfaser infolge ihrer hyroskopischen Natur genügende Leitfähigkeit für den starken Strom besaß, und natürlich eine viel feinere und schärfere Spitze hatte als die dünnste Metallnadel.

Die damaligen Versuche zielten auf die Niederschlagung von Schwefelsäuredämpfen hin. Die Verwendung eines solchen mit Baumwolle umwundenen Drahtes als Entladungselektrode bei gewöhnlicher Temperatur lieferte weit bessere Ergebnisse als jedes vorher hergestellte System von Metallspitzen. Als ganz besonderer Vorzug ergab sich dabei ferner, daß die entgegengesetzten Elektroden nicht genau gleichen Abstand zu haben brauchen, um eine ziemlich gleichmäßige Entladung zu erzielen.

Die Behandlung heißer Säuregase erforderte jedoch ein haltbareres Material als Baumwolle, und

dies hat man in Asbest und Glimmer gefunden. Bei ersterem liefern die feinen Fäden, bei letzterem die dünnen Schuppenränder die Entladungsspitzen. Sie werden um Drähte gewunden oder sonstwie auf geeigneten metallischen Unterlagen so befestigt, daß der elektrische Strom nur eine geringe Strecke auf ihnen durch oberflächliche Ausbreitung zurückzulegen hat, wobei ihre natürliche Befeuchtung mit Wasser oder Säuredampf für die Leitung hinreicht. Ist letzteres nicht der Fall, so werden die Elektroden, bevor sie in den Zug eingestellt werden, noch einer besonderen Behandlung unterworfen.

Natürlich richten sich die Einzelheiten der praktischen Durchführung des Verfahrens nach den sehr verschiedenartigen Zwecken. Die allgemeinen Grundzüge des Verfahrens sind in den Vereinigten Staaten und anderen Ländern bereits patentrechtlich geschützt, während für Zusätze und Abänderungen darauf bezügliche Gesuche noch schweben.

Der erste praktische Versuch mit der Durchführung des Verfahrens wurde im Sommer 1906 auf dem Herkuleswerk der E. J. Du Pont de Nemours Powder Co. in Pinole an der Bai von San Francisco mit den Gasen ihrer Mannheimer Kontaktschwefelsäureanlage gemacht. Die Gase enthielten an dem dafür ausgesuchten Punkte ungefähr 4% (dem Volumen nach) trockenes SO_3 , für dessen Umwandlung in H_2SO_4 -Nebel sie in Kontakt mit Wasser gebracht wurden. Unter diesen Verhältnissen wird sehr wenig SO_3 von dem Wasser absorbiert, letzteres verdampft vielmehr und bildet mit dem SO_3 die weit weniger flüchtige H_2SO_4 , die sich alsbald als dichte weiße Wolke von feinsten schwebenden Tröpfchen abscheidet, — einer der allerschwerigsten Stoffe für die Filterbehandlung.

Der Apparat bestand aus zwei konzentrischen Zylindern aus geflochtenem Eisendraht, die mit Asbest umwunden waren und die Entladungselektroden bildeten. Mitten zwischen diesen Zylindern befand sich ein dritter Zylinder, gleichfalls aus Eisendraht, aber ohne Asbest, der auf der aus Blei hergestellten Bodenpfanne des Apparates ruhte und mit einem äußeren Zylinder aus mit Blei überzogenem Glas die Sammelelektrode darstellte. Der Abstand der einzelnen Zylinder betrug 3,125 cm. Der Rauch wurde von unten in der Mitte der Fällungskammer eingeführt und bewegte sich durch die drei Drahtzylinder und schließlich an dem äußeren Glaszylinder hinauf, wobei er also durch drei elektrische Felder nacheinander hindurchzugehen hatte. Die niedergeschlagene Säure lief aus der Fällungskammer in ein darunter befindliches Gefäß ab. Der Strom wurde von drei 1 Kilowatt = 110—2200 V.-Umformern geliefert, die serienweise an ihrer 2200-V.-Seite verbunden waren, um einen Strom von 6600 V. zu erhalten. Der Kraftverbrauch stellte sich auf ungefähr $\frac{1}{5}$ Kilowatt, und in 1 Minute ließen sich 100—200 Kubikfuß (= 2,83—5,66 cbm) Gas behandeln.

Die mit diesem Versuchsapparat erzielten Erfolge haben dazu geführt, daß seitdem eine größere Anlage für beständigen Betrieb eingerichtet worden ist, in welcher das gesamte Gas einer Mannheimer Arbeitseinheit behandelt wird.

Die Versuche in Pinole lenkten die Aufmerksamkeit der Selby Smelting & Lead Co.

auf sich, gegen deren in Vallejo Junction, einige Meilen mehr nördlich an der Bai von San Francisco gelegene Schmelzerei die umwohnenden Landwirte Rauchschadenprozesse angestrengt hatten. An dem Schaden hatten sich drei Essen beteiligt. Am stärksten die Esse für die Bleigebäldeöfen, die täglich mehrere Tonnen Bleirauch in die Luft entsandte, was durch Errichtung eines Sackhauses beseitigt wurde. Außerdem aber war noch eine Esse für die Röstöfen da, die neben dem unsichtbaren SO_2 dichte weiße Dämpfe, hauptsächlich von Schwefelsäure, Arsenik und Bleisalzen, ausstieß, für die sich die Sackfilter nicht benutzen ließen, sowie ferner die Raffinerieesse, welche die Dämpfe der für die Lösung von Silber verwendeten siedenden Schwefelsäure fortführte. Die beiden ersterwähnten Essen gaben je über 1416 cbm Gas in der Minute an die Luft ab, die Raffinerieesse kaum ein Zehntel dieser Menge.

Für letztere wurde nach monatelangen Versuchen eine Anlage geschaffen, bei der in einem Bleizuge von $1,2 \times 1,2$ m mehrere Reihen Bleiplatten von 10 cm Breite und 1,2 m Länge in Abständen von ungefähr 10 cm aufgestellt waren. Zwischen jedem Bleiplattenpaar hing eine mit Blei überzogene Eisenstange, die den Asbest oder den Glimmer hielt. Letzterer erwies sich späterhin in dieser starksauren Atmosphäre als geeigneter. Die einzelnen Stangen wurden von Leitstangen über den Platten getragen, die an der Außenseite des Zuges isoliert waren. Der von der Kraftanlage der Hütte gelieferte Strom von 460 Volt wurde in einen Strom von 1700 Volt umgeformt, und sodann durch einen synchronen Gleichrichter den Elektroden zugeführt. Der Kraftverbrauch stellt sich auf ungefähr 2 Kilowatt. Die Anlage ist jetzt über 3 Jahre täglich im Gebrauch gewesen, hat sich bewährt und für Arbeit, Beaufsichtigung und Reparaturen monatlich noch keine 20 Doll. Kosten verursacht. Tatsächlich hat die Verwertung der dabei ausgebrachten schwachen Säure für die Erzeugung von Vitriol die Ausgaben mehr als fünfmal gedeckt.

Die Behandlung der Rauchgase aus den Röstöfen für Pyrit und Stein war eine insofern schwierigere Aufgabe, als die abzuscheidenden Stoffe in einem Gemenge von festem Rauch und Staub mit Schwefelsäure bestanden. In kleinem Maßstabe ausgeführte Experimente ließen es anfangs möglich erscheinen, die Stoffe in ziemlich trockenem Zustande niederzuschlagen und von den Elektroden abzuschütteln. Es wurden daher vier parallele Kammern aus Ziegeln von je 6,6 m Länge, 2,1 m Breite und 2,7 m Höhe gebaut, in denen mehrere Reihen Eisenplatten als Sammelelektroden und Entladungselektroden aus Draht und Asbest ähnlich wie in der Raffinerieanlage angeordnet wurden, nur liefen die Isolierträger über die Züge hinweg.

Die Gase enthielten aber, wie sich herausstellte, eine weit größere Menge freier Schwefelsäure, als man nach den Versuchen angenommen hatte, tatsächlich betrug ihr Gewicht häufig mehr als dasjenige aller in dem Gas enthaltenen festen Stoffe zusammen. Außerdem waren sie stark mit Wasserdampf sowohl von dem nassen Erz wie von dem dampferstäubten Heizöl geladen, so daß sie einen schlammigen Niederschlag lieferten, der sich aus den Kammern nicht auswaschen ließ, da die Gase

weiter abgekühlt und noch in einem Bleizug, wie bei der Raffinerie, behandelt werden sollten. Die Anlage wurde daher durch einen Zug aus Bleiblech von $1,8 \times 1,8$ m Querschnitt und 9,6 m Länge ersetzt, der 38 Reihen von je 16 Bleiplatten von 1,8 m Länge und 10 cm Breite enthielt, zwischen denen sich die Entladungselektroden befanden. Die Wirkung der Behandlung auf die Gase läßt sich an dem veränderten Aussehen des Essenrauches deutlich erkennen. Wenn man berücksichtigt, daß in diesem verhältnismäßig kleinen Zuge die gleiche Gasmenge behandelt wird, wie in dem Sackhaus, das ungefähr $29,4 \times 37,5$ m \times 16,5 mißt, und daß sogar die in letzterem benutzten Wollwäcke von diesen Röstgasen in weniger als einer halben Stunde vollständig zerfressen werden, so erhält man einen besseren Begriff von den Möglichkeiten, welche dieses Verfahren eröffnet. Der Kraftverbrauch hielt sich zwischen 10 und 15 KW. Der Niederschlag auf den Platten bildete einen graulichen Schlamm, der sich leicht abwaschen und durch den Boden des Zuges in darunter befindliche Absitzkästen abziehen ließ. Zu letzterem Zwecke mußten alle 4–6 Stunden die Gase am Zuge vorbeigeleitet, und der elektrische Strom abgestellt werden. Für einen fortlaufenden Betrieb würden natürlich zwei oder mehr Züge erforderlich sein, um die Gase während der Reinigung des einen Zuges in den anderen zu leiten.

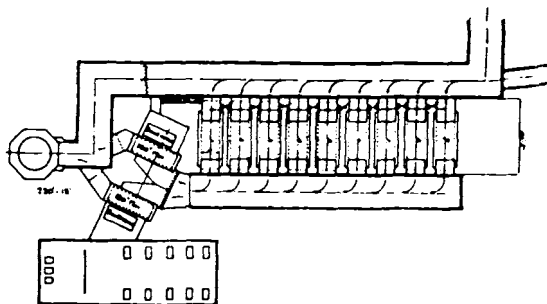


Abb. 1.

Um die freie Schwefelsäure und den Arsenik aus ihrer Gasform in diejenige von schwebenden Teilchen überzuführen — denn nur auf die Behandlung solcher erstreckt sich das Verfahren —, ferner auch, um den Bleizug gegen Wärme zu schützen, war es notwendig, die Röstgase auf unter 150° abzukühlen. Anfangs erzielte man dies durch feine Wasserbräusen am Eingange des Zuges, dicht vor den Elektroden, indessen verstopften sich die Bräusen durch das aus dem Sacramentofluß bezogene, häufig schmutzige Wasser. Man hat sich deshalb dahin entschieden, die Kühlung durch Strahlung in einer vor dem Bleizug eingebauten Kammer auszuführen.

Die Balaklalschmelzerei in Coram (Shasta County, Calif.) verhüttet täglich 700 bis 1000 t 2,5–3%iges Kupfererz, das über 3% S, sowie erhebliche, aber schwankende Mengen Zn enthält. Zum größeren Teile wird es in Gebläseöfen behandelt. Das Erzfeine von weniger als 2,5 cm Korngröße, das noch nicht 10% der ganzen Erzmenge ausmacht, geht dagegen durch McDougal-Röstöfen und einen mit Ölheizung ausgerüsteten Flammofen. Ferner besitzt die Hütte zwei Konverter. Die sämtlichen Gase aus allen diesen An-

lagen entweichen durch einen gemeinsamen Zug von $5,4 \times 6$ m Querschnitt. Ihre Menge stellt sich je nach den Arbeitsverhältnissen auf 7080–14 160 Kubikmeter in der Minute, was in runden Zahlen einer durchschnittlichen Durchgangsgeschwindigkeit in dem Zuge von 3–6 m für die Sekunde entspricht.

Nachdem in einer kleinen Versuchsfällungskammer ungefähr 1% aller Gase behandelt worden war, wurde im März 1910 mit dem Bau einer großen Anlage nach diesem Muster begonnen, die im September 1910 in Betrieb gesetzt worden ist. Abb. 1 veranschaulicht eine der 9 Fällungskammern in ihrer Beziehung zum Zugsystem und zur Esse. Die darin angegebenen großen Ventilatoren sind nicht für die Fällungskammer bestimmt, noch durch diese notwendig gemacht, sondern bezwecken ausschließlich, in Gemäßheit einer gerichtlichen Verfügung den Gehalt der Gase an Schwefeldioxyd auf 0,75% herabzubringen. Sie arbeiten also nur, wenn sehr schwefelhaltiges Erz verhüttet wird, so daß die Gase mit frischer Luft zu verdünnen sind, und der Essenzug verringert werden muß. Sonst bleiben

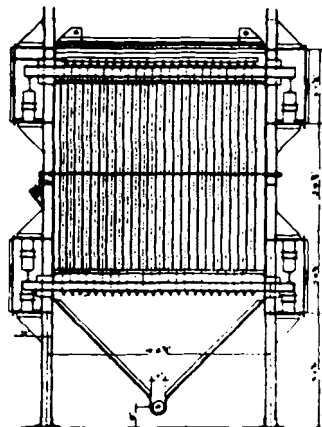


Abb. 2.

nie außer Tätigkeit, obwohl die Ofengase auch dann durch sie hindurchgehen. Abb. 2 zeigt eine Fällkammer im Querschnitt. Die senkrechten dicken Linien stellen die Sammelelektroden aus Eisenblech Nr. 10 vor, die je 15 cm breit und 25 cm hoch sind, während die punktierten Linien die Entladungselektroden bilden. Letztere bestehen aus zwei Eisendrahtseilen, zwischen welche die Asbest- und Glimmerteile — beide Arten werden benutzt — eingeflochten sind. Jede Kammer enthält 24 Elektroden jeder Art. Die Sammelelektroden werden von Stangen getragen, die direkt mit dem Kammergerüst verbunden sind, während die Entladungselektroden an Federn zwischen Leitungsstäben gespannt sind, die auf Isolatoren außerhalb der Kammern ruhen. In die diese Isolatoren umgebenden Hilfskammern wird etwas Luft zugelassen, um das Eindringen oder Absitzen von leitfähigem Staub oder Rauch zu verhindern. Der quer über die Mitte der Kammer laufende Schüttelarm hat sich als überflüssig erwiesen, da sich die Elektroden leicht von oben mit der Hand vollkommen frei schütteln lassen. Die ganze Arbeit, die alle 6–8 Stunden, je nach dem Staubgehalt der Gase, vorgenommen werden muß, erfordert, einschließlich der Ausschal-

tung der Kammer aus dem System und der Abnahme und Wiederaufsetzung der Deckel, nur ungefähr 10 Minuten. Der von den Elektroden abfallende Staub wird von einem Förderwerk einer gemeinsamen, an den neun Kammern vorbeiführenden Förderschnecke zugeleitet, die sich in Wagen entleert.

Filterproben haben gezeigt, daß unter günstigen Arbeitsverhältnissen die Anlage 80—90% der in dem Gas schwebenden Stoffe niederschlägt. Für die ganze Zeit, während welcher sie in Tätigkeit gewesen ist, hat sich der Durchschnitt etwas niedriger gestellt. Im vergangenen Frühjahr wurden 6—8 t in 24 Stunden niedergeschlagen. Die Menge der zu behandelnden Gase betrug zu jener Zeit 5660 bis 8495 cbm in der Minute; sie traten bei 100—150° in die Fällkammer ein.

Eine der größten Schwierigkeiten dieser Anlage bestand darin, die feinen Asbestfasern und Glimmerpartikelchen der Entladungselektroden leitfähig zu erhalten. Bei gewöhnlicher Zimmertemperatur nehmen sie genügend Feuchtigkeit aus der Luft auf und auch bei höheren Temperaturen, wenn die Gase Spuren von Schwefelsäure oder anderen leitfähigen Stoffen enthalten. Den hier zu behandelnden Gasen werden aber bisweilen durch ihren hohen und wechselnden Zinkoxydgehalt alle leitfähigen Stoffe entzogen, wodurch die Leitfähigkeit und Wirksamkeit der Elektrodenfasern stark beeinträchtigt wird. An der Beseitigung dieses Übelstandes wurde im vergangenen Frühjahr gearbeitet.

Die Balaklalahütte hat im letzten Sommer den Betrieb bis auf weiteres einstellen müssen, da sie der oben erwähnten gerichtsseitigen Verfügung, nämlich sämtliche festen Stoffe aus dem Hüttenrauch abzuscheiden, den Gehalt von Schwefeldioxyd nie über 0,75% steigen zu lassen und keinerlei Schaden zu verursachen, nicht buchstäblich hat nachkommen können. Die Hauptschuld trifft das Schwefeldioxyd. Die Cottrellsche Anlage hat sich dagegen durchaus bewährt. Sie hat ungefähr 135 000 Doll. gekostet.

Eine weitere Verwertung hat das Verfahren in den Riverside Portland Cement Works in Riverside im südlichen Californien gefunden, um den Staub aus den Ofengasen niederzuschlagen, der auf die benachbarten Orangengärten sehr schädlich wirkte. Die Anlage, die 100 000 Doll. gekostet hat, arbeitet zur Zufriedenheit und liefert als Nebenprodukt aus dem niedergeschlagenen Staub Kalidünger.

Auch zum Ausbringen von Blei aus Kupferkonvertergasen wird das Verfahren neuerdings angewendet. Zum Auffangen des Staubes werden dabei keine ebenen Platten benutzt, sondern Röhren, in deren Mitte sich die Entladungselektroden befinden. K. Pietrusky. [A. 101.]

Über einen qualitativen Nachweis des Zirkoniums

VON WILHELM BILTZ UND WERNER MECKLENBURG.

(Eingeg. 29./7. 1912.)

In der älteren Literatur findet sich zum Nachweis des Zirkoniums in saurer Lösung Wasserstoffsuperoxyd vorgeschlagen¹⁾. Eine Nachprüfung dieses

¹⁾ Bailey, Liebigs Ann. **232**, 352 (1886).

Verfahrens führte schon vor längerer Zeit den einen der Vf. dieser Notiz zu der Erkenntnis, daß die Fällbarkeit des Zirkoniums durch dieses Reagens nicht dem Wasserstoffsuperoxyd als solchem, sondern der den älteren Handelspräparaten von Wasserstoffsuperoxyd meist beigemengten Phosphorsäure eigentümlich sei. Wie gelegentlich gesprächsweise konstatiert wurde, deckte sich diese Erfahrung mit der von Hillebrand, der zur Bestimmung geringer Mengen Zirkoniums in Gesteinen die Natriumphosphatfällung in saurer Lösung benutzte²⁾. Aber merkwürdigerweise scheint diese Hillebrandsche Methode der Phosphatfällung für andere, z. B. qualitative Zwecke wenig bekannt und benutzt zu sein, obgleich sie in ganz spezifischer Weise eine schnelle und eindeutige Ermittlung kleiner Zirkonmengen gestattet³⁾. Auch in dem soeben erschienenen, ausgezeichneten Werke von R. J. Meyer und O. Hauser⁴⁾ findet man sie in diesem Sinne nicht zitiert.

Säuert man eine zirkoniumhaltige Lösung mit Salpetersäure oder Salzsäure stark an, fügt einige Tropfen Natriumphosphatlösung hinzu und erwärmt, so fällt ein weißes Hydrogel, das Zirkon und Phosphorsäure enthält. Über die Empfindlichkeit der Probe geben folgende Versuche einen Anhalt:

5 ccm der Lösung wurden mit 5 ccm konz. Salzsäure oder 5 ccm konz. Salpetersäure zum Sieden erhitzt und mit 2 ccm Natriumphosphatlösung (0,4 molar.) versetzt und nochmals aufgeköcht

Molarität von ZrO_2

0,00050 deutlicher Niederschlag,

0,00025 Reaktion unsicher.

Ohne Säurezusatz hörte die Nachweisbarkeit schon bei 0,002 molar auf. Anwesenheit von Schwefelsäure verlangsamte die Reaktion sehr wesentlich.

Uns ist kein anderes an dieser Stelle der Analyse in Frage kommendes Element bekannt, das in stark saurer Lösung unter diesen Umständen einen Niederschlag gäbe. Eisen, Aluminium, die seltenen Erden, Thorium, Beryllium, Titan und Kieselsäure sind unwirksam.

Sehr bequem läßt sich der Nachweis im Maßstabe der Lötrohrprobierkunst führen: Man schmilzt die auf Zirkonium zu prüfende Substanz in einer an einer Platindrahtspirale gehaltenen Sodaperle mit der oxydierenden Lötrohrflamme bei möglichst

²⁾ W. F. Hillebrand, Analyse der Silicat- und Carbonatgesteine. Deutsche Ausgabe von Ernst Wilke - Dörfurt. Leipzig 1910, S. 144. „Meine eigenen Versuche und diejenigen anderer, mit Wasserstoffsuperoxyd allein das Zirkon aus der Lösung seiner Sulfate niederzuschlagen, waren erfolglos bis auf Fälle, wo in sehr starken Lösungen und mit 30%igem Wasserstoffsuperoxyd gearbeitet wurde.“

³⁾ Arthur A. Noyes, William C. Bray und Ellwood B. Spear (J. Am. Chem. Soc. **30**, 516 [1908]) empfehlen den Nachweis des Zirkons neben Titan mittels Phosphorsalzes in schwefelsaurer Lösung. Nach unserer Erfahrung ist die Empfindlichkeit der Reaktion in salz- oder salpetersaurer Lösung wesentlich größer. (Anmerk. bei der Korrektur.)

⁴⁾ R. J. Meyer u. O. Hauser. Die Analyse der seltenen Erden und der Erdsäuren, Stuttgart 1912, S. 147 und 174—177.