sowohl durch Schwefelsäure als auch durch Chlorkalzium getrocknet worden waren, in dem ersten der beiden Natronkalkabsorptionsröhren eine Gewichtsabnahme von 3 bis 5 *mg* verursachten, ohne dass dem eine entsprechende Gewichtszunahme des zweiten mit Natronkalk und Chlorkalzium beschickten Röhrchens gegenüberstand. Dagegen trat vollständige Kompensation der Gewichtsdivergenz beider Röhrchen ein, wenn der Sauerstoff nur durch Chlorkalzium getrocknet worden war.

Zur Graphitbestimmung wurde die möglichst fein gepulverte Substanz in ein Gemisch von 1 Teil Salpetersäure von 1,20 spezifischem Gewicht und 4 Teilen 40-prozentiger Flusssäure in kleinen Partien vorsichtig unter Wasserkühlung eingetragen und nach dem Aufhören der Reaktion auf dem Wasserbade digeriert, bis auch hier keine Reaktion mehr bemerkbar war. Dann wurde die Hauptmenge der Flüssigkeit verjagt, der Rest durch Eingiessen in überschüssiges verdünntes Ammoniak neutralisiert, der Graphit im Filtrerröhrchen auf ausgeglühtem Asbest gesammelt und mit Ammoniak, verdünnter Salzsäure und Wasser gewaschen. Nun wurde der noch feuchte Asbest samt dem Graphit in ein geräumiges Porzellanschiffchen gebracht, der an den Wänden des Röhrchens noch haftende Graphit mit feuchtem Asbest abgerieben, mit der Hauptmenge vereinigt und nach dem Trocknen bei 110° C. im Sauerstoffstrom, wie oben angegeben, verbrannt. Der Karbidkohlenstoff wurde aus der Differenz ermittelt.

Zur Wolframbestimmung wurde die feingepulverte Substanz im Porzellantiegel über dem Bunsenbrenner verglüht und erhitzt, bis der Gewichtsverlust in gleichen Zeiten gleich gross geworden war. Der gesamte Verlust während des Glühens, welcher durch die Flüchtigkeit der Wolframsäure bedingt war, wurde aus diesen Daten durch graphische Extrapolation ermittelt und bei der Berechnung in Rechnung gestellt.

Die Analyse der Legierungen von Blei, Zinn, Antimon und Kupfer wird von D. J. Demorest¹⁾ in folgender Weise ausgeführt. Man behandelt 1 *g* der Späne mit 20 *ccm* heisser konzentrierter Schwefelsäure, bis die Probe nahezu zersetzt und das Bleisulfat weiss geworden ist. Der sich abscheidende Schwefel wirkt nicht störend. Nachdem man die Mischung einige Minuten gekocht, abgekühlt und mit 50 *ccm* Wasser verdünnt hat, wird nochmals mehrere Minuten gekocht und die klare Lösung, bevor sie sich auf 60° C. abgekühlt hat, durch einen Gooch-

¹⁾ Journ. of Ind. and Engin. Chem. 5, 842; durch The Analyst 38, 584.

tiegel abgegossen. Das zurückbleibende Bleisulfat wird mit weiteren 10 *ccm* Schwefelsäure gekocht, die Mischung mit 30 *ccm* Wasser verdünnt und nach abermaligem Aufkochen durch den Goochtiegel filtriert, das Bleisulfat sodann mit heissem Wasser ausgewaschen und zur Wägung gebracht. Das Filtrat, dessen Volumen nicht mehr als 150 *ccm* betragen soll, wird auf 60 bis 80° C erhitzt und mit Permanganat bis zur tiefen Rotfärbung titriert, worauf noch mehr Permanganat (2 bis 3 *ccm*) hinzugegeben, die Lösung eine Minute geschüttelt und das überschüssige Permanganat mit Ferrosulfatlösung zurückbestimmt wird. Der Verbrauch an Permanganat ergibt die Menge des vorhandenen Antimons. Zu der titrierten Lösung gibt man nun 50 *ccm* Salzsäure und etwa 0,15 *g* Antimon, in 5 *ccm* konzentrierter Schwefelsäure gelöst, hinzu, sofern diese Antimonmenge nicht bereits vorhanden ist, und reduziert die kochende Lösung mittels Eisens im Kohlensäurestrom. Nachdem die Flüssigkeit farblos geworden ist, setzt man das Kochen noch 30 Minuten fort, kühlt im Kohlensäurestrom ab und titriert das Zinn mit Jodlösung.

Eine zweite Einwage wird in der gleichen Weise bis vor oder auch nach der Antimontitration behandelt, dann wird Weinsteinsäure (3 *g*) hinzugegeben, mit Ammoniak schwach alkalisch gemacht, mit 2 *ccm* Schwefelsäure wieder angesäuert und die bis fast zum Sieden erhitzte Lösung mit 2 *g* Natriumsulfat und 10 *ccm* einer 10-prozentigen Rhodanalkiumlösung versetzt. Man schüttelt, lässt 15 Minuten stehen, filtriert durch Asbest und wäscht den Kupferniederschlag aus. Das Kupfer kann, nachdem man den Niederschlag geglüht und das Oxyd in Salpetersäure gelöst hat, nach der Rhodan-Permanganatmethode oder der Jodidmethode bestimmt werden.

Die Resultate sind für Blei, Zinn und Antimon bis auf 0,2%, für Kupfer bis auf 0,1% genau.

Eine neue Methode zur Bestimmung des Schwefels in Pyriten hat E. Martin¹⁾ ausgearbeitet. Nachdem man den Schwefel wie unten näher angegeben in Natriumsulfat übergeführt hat, wird die vollkommen neutrale, das Natriumsulfat enthaltende Lösung mit einem geringen Überschuss von Barytwasser versetzt. Die gesamte Schwefelsäure wird hierbei gefällt, während in der Lösung eine äquivalente Menge Natron auftritt. Das überschüssige Barytwasser wird durch Einleiten von Kohlensäure gefällt, die alkalische Lösung filtriert und unter Anwendung von Methylorange als Indikator mit $\frac{1}{2}$ -Normalsalzsäure titriert.

¹⁾ Moniteur scient. (5) 3, II, 686; durch Chem. Zentralbl. 85, I, 424.