Silberlösung an*). Die Titrirung der Lösung ist dann richtig, wenn man aus dem mit Kupfer gefundenen Titer der Schwefelnatriumlösung durch Berechnung für Nickel oder Zink fast genau denselben Titer erhält, als man ihn durch Versuche mit letzteren Metallen gefunden hat.

Um nun mittelst der in Betreff ihres Wirkungswerthes bekannten Schwefelnatriumlösung in einem Erze, einer Legirung etc. das Kupfer und Nickel zu bestimmen, löst man die Substanz unter Zusatz von Salpetersäure in Salzsäure auf, verdampft zur Trockne und erhitzt zur Abscheidung der Kieselsäure auf etwa 120—150° C. Die Masse wird dann mit salzsäurehaltigem Wasser aufgenommen, das Eisen mit essigsaurem Natron entfernt, und die eisenfreie, stark mit Ammoniak versetzte Lösung zum Kochen erhitzt. Von der Schwefelnatriumlösung wird jetzt so viel hinzugesetzt, dass ein Tropfen der Flüssigkeit auf Schwefelzink keine Veränderung hervorbringt. Aus dem verbrauchten Volum der Schwefelnatriumlösung lässt sich dann leicht das Kupfer berechnen. Ein weiterer Zusatz von Schwefelnatriumlösung bis zur vollständigen Ausfällung des Nickels, wovon man sich mittelst der ammoniakalischen Silberlösung auf oben angegebene Weise überzeugt, lässt dann den Gehalt an Nickel erkennen.

Zur Kupfer und Zinkbestimmung verfährt man auf ganz analoge Weise, nur dass man sich als Indicator für die Ausfällung des Zinks, wie angegeben, besser des Nickelchlorürs bedient. Der Verfasser gibt an, dass bei genauem Arbeiten für Kupfer Fehlerdifferenzen von höchstens $\frac{1}{4}$ p. C., für Nickel von höchstens $\frac{3}{4}$ und für Zink von höchstens $\frac{1}{2}$ p. C. nach dieser Methode erhalten würden.

Bestimmung des Kupfers. E. Millon und Commaille (Compt. rend. 57. 145) machen auf die bekannten Thatsachen aufmerksam, dass die Bestimmung des Kupfers durch Glühen des durch Kali gefällten schwarzen Kupferoxydhydrates leicht zu niedrige Resultate liefere, sofern durch den Einfluss der Filterkohle Oxydul oder Metall entstehe und man bei dessen Oxydation durch Salpetersäure durch Spritzen Verlust erleide. Es will mir scheinen, als ob sie letztere Gefahr etwas zu stark betonten. Verbrennt man das Filter mit den kleinen Mengen anhaftenden Oxyds zuerst in dem Tiegel, verdampft wiederholt sehr geringe Mengen Salpetersäure über dem Rückstand, fügt dann die Hauptmenge des Niederschlags hinzu, und glüht mit der Vorsicht, reducirenden Gasen den Eingang in den Tiegel zu verwehren, so ist der Verlust sehr gering, und nicht zu vergleichen mit dem, welchen man erleidet, wenn man — wie es die Verfasser gethan — 1 bis

*) Vergl. Bd. 1. S. 22 dieser Zeitschrift.

2 Grm. metallisches Kupfer in Salpetersäure löst, die Lösung zur Trockne verdampft, und das Nitrat durch Glühen zersetzt. Die Verf. erlitten so einen Verlust von $\frac{1}{238}$.

Nimmt man aber selbst einen solchen Verlust an und geht von der gewiss genügenden Voraussetzung aus, dass an dem Filter 0,1 Grm. Kupferoxyd hängen geblieben sei, so berechnet sich der Verlust doch nur zu 0,0004 Grm.

Die Verfasser ziehen es vor, das Oxyd sammt dem Filter in einer geräumigen Platinschale einzuäschern, den aus dieser leicht entfernbaren Rückstand in ein Platinschiffchen zu bringen, dieses — eingeschoben in eine Glasröhre — in einem Strom reinen Wasserstoffgases zu glühen, und das metallische Kupfer zu wägen. Leichter als auf die genannte Art lässt sich derselbe Zweck mit der bekannten Vorrichtung von H. Rose (einem Tiegel, durch dessen Deckelöffnung vor, während und nach dem Glühen Wasserstoff eingeleitet wird) erreichen; man erspart dabei das Herausbringen des Oxyds aus der Schale in das Schiffchen, bei welchem man offenbar leicht einen kleinen Verlust erleiden kann.

Verhalten des schwefelsauren Bleioxyds und des Schwefelbleis beim Glühen im Wasserstoff- und in Kohlenoxydgas. Erhitzt man reines schwefelsaures Bleioxyd in einem Strome reinen und trockenen Wasserstoffgases, so treten nach G. F. Rodwell (Journ. of the Chem. Soc. Ser. 2, Vol. 1, p. 42) zuerst Wasser und schweflige Säure auf, aller Sauerstoff und die Hälfte des Schwefels werden entfernt, ein Gemenge von Blei und Schwefelblei, in welchem man die Bleikügelchen deutlich wahrnehmen kann, bleibt zurück. Ein fünf Minuten lang fortgesetztes ganz gelindes Glühen genügt, um diese Reaction zu Ende zu bringen. Steigert man die Temperatur bis zur Rothglühhitze und lässt die Einwirkung des Wasserstoffstromes fort dauern, so beginnt nach einem deutlich wahrnehmbaren Zwischenraume die Zersetzung des Schwefelbleies, und es entweicht Schwefelwasserstoff. Soll diese Reaction zu Ende gebracht werden, so muss das Erhitzen $1\frac{1}{2}$ Stunden lang fortgesetzt werden. Im Mittel mehrerer Versuche erhielt der Verfasser von 100 Th. schwefelsauren Bleioxyds

Blei	66,8186
Wasser	17,3630
Schweflige Säure . . .	10,3416
Schwefelwasserstoff . . .	5,4712
	<hr/>
	99,9944