In der Zeit vom 10. Juli bis 1. August, also innerhalb 22 Tagen, oder rund drei Wochen, war das in verschlossener Flasche exponirte Wasser nach dieser Richtung schon untrinkbar geworden, d. h. der Gehalt an organischer Substanz hatte bereits eine Höhe erlangt (circa 0,2 Grm. Sauerstoff verlangend), die das Wasser nicht mehr als Trinkwasser qualificirt.

Die bezüglichen Bestimmungen wurden genau nach der Methode von Kubel ausgeführt (Anleitung zur Untersuchung von Wasser etc. 2. Aufl. von Dr. F. Tiemann p. 105) nur mit dem Unterschiede, dass die Proben statt mit den bei dem citirten Verfahren vorgeschriebenen 5 CC. verdünnter Schwefelsäure mit 10 CC. angesäuert wurden.»

Zur Probirung von Blicksilber auf den Gold- und Silbergehalt bedient sich Otto Lindemann*) eines Verfahrens, bei welchem beide Metalle in ein und derselben abgewogenen Menge der Probesubstanz bestimmt werden. Die Silberbestimmung wird dabei nach der von Volhard angegebenen maassanalytischen Methode ausgeführt, über welche in dieser Zeitschrift 13, 171 und 16, 351 berichtet worden ist.

Das auf den Unterharzer Hüttenwerken zu Oker, Herzog Julius- und Frau Sophienhütte gewonnene Blicksilber ist vor seiner Weiterverarbeitung zum Zweck der Goldscheidung stets Gegenstand der Untersuchung auf den Gehalt an Gold und Silber und dienen die erhaltenen Resultate den Betriebsbeamten zur Controlirung des Metallausbringens im Grossen. Die Probenahme geschieht in der üblichen Weise auf der Hütte, auch wird das Granuliren der Proben unter Vermeidung des Feinbrennens von Seiten der Hütte besorgt. Es ist also das dem Laboratorium in versiegelten Büchsen zugehende Probematerial jederzeit zur Untersuchung geeignet und bedarf keiner weiteren Vorbereitung.

Auf einer chemischen Wage werden etwa 10 Grm. Blicksilbergranalien von Linsengrösse genau abgewogen und in einem Digerirkölbchen von 200—250 CC. Inhalt und schlanker, birnförmiger Gestalt mit etwa 50 CC. reiner, chlorfreier Salpetersäure von 1,2 spec. Gew. auf dem Sandbade so lange erwärmt, bis die Einwirkung der Säure beendet ist und keine rothen Dämpfe mehr entweichen. Hierauf verdünnt man mit destillirtem Wasser, wartet bis sämmtliches Gold sich vollständig am Boden des Kölbchens angesammelt hat und giesst die klare Silbernitratlösung vorsichtig unter Vermeidung jeglichen Verlustes in eine bereit ge-

*) Berg- u. Hüttenmänn. Ztg. 35, 333.

haltene Literflasche. Das im Lösegefäss zurückbleibende Gold wird noch einige Male in derselben Weise wie zuvor, jedoch mit geringeren Mengen Salpetersäure, digerirt und durch vorsichtiges Decantiren, zuletzt mit destillirtem Wasser, so lange ausgewaschen, bis der Literkolben fast bis zur Marke angefüllt ist und in einer Probe der abgegossenen Flüssigkeit kein Silber mehr nachgewiesen werden kann. Jetzt füllt man das Kölbchen vollständig mit Wasser bis zum Rande, der, wenn er mit Fett bestrichen war, zuvor wieder gereinigt werden muss, deckt einen Porcellantiegel mittlerer Grösse über die Oeffnung des Kölbchens und dreht beide über einer flachen Porcellanschale rasch um, so dass zunächst der Tiegel bis zu einer bestimmten Höhe mit Wasser gefüllt wird, nach und nach aber auch sämmtliches Gold vermöge seiner Schwere langsam durch den Hals des Kölbchens in den Tiegel gelangt. Ist letzteres vollständig erreicht, so kommt es darauf an, mit einiger Geschicklichkeit durch eine rasche seitliche Bewegung das mit Wasser fast gefüllte Kölbchen vom Tiegel zu entfernen, ohne dass durch stürmischen Wasserausfluss Goldtheilchen aus dem Tiegel geschleudert werden, die sich jedoch zunächst in der geräumigen Porcellanschale wiederfinden würden. Die richtige Form des Kölbchens, die richtige Länge und Weite seines Halses sowie vor allem die geschickte Manipulation des Probirers helfen über diese geringe Schwierigkeit rasch hinweg. Das im Tiegel befindliche Gold wird nun, nachdem das Wasser vorsichtig abgegossen ist, bei mässiger Wärme getrocknet, über der Spiritusflamme erhitzt und im Exsiccator erkalten gelassen. Alsdann bestimmt man mit Hülfe einer chemischen Wage sein Gewicht bis auf 0,0002 Grm. genau. *)

Hierauf bringt man die Silberlösung genau auf 1 Liter und ermittelt in abgemessenen Mengen den Silbergehalt mit einer titrirten Lösung von Rhodankalium (statt der von Volhard empfohlenen Lösung von Rhodan ammonium) unter Benutzung einer Lösung von schwefelsaurem Eisenoxyd (1:10) zur Erkennung des Endpunktes. **) Bei der grossen Ueberein-

*) Bezüglich der Reinheit des abgeschiedenen Goldes ist zu bemerken, dass trotz dreimaliger Behandlung desselben mit kochender, chlorfreier Salpetersäure ein geringer Rückhalt an Silber nicht umgangen werden konnte.

**) Um sich von etwaigen Fehlern der Messgefässe unabhängig zu machen, zieht der Verfasser es vor, die Verdünnung der Silberlösung stets in derselben Literflasche vorzunehmen, welche auch zur Darstellung der Normal-Silberlösung gedient hatte und, falls mehrere Bestimmungen gleichzeitig neben einander auszuführen sind, die Lösungen sofort, nachdem sie auf 1 Liter gebracht und durch

stimmung der in Wiederholungsfällen verbrauchten Mengen Rhodankaliumlösung, welche besonders unter Benutzung eines Erdmann'schen Schwimmers an der Bürette mit grosser Schärfe abgelesen werden können, ist es kaum nöthig noch eine $\frac{1}{10}$ verdünnte Lösung anzuwenden, da durch Anwendung derselben die Genauigkeit der Resultate nicht wesentlich erhöht wird.

Ueber den Nachweis des Selens im Feinsilber. H. Rössler*) und H. Debray**) machen auf das Vorkommen von Selen im Scheidesilber und im Feinsilber aufmerksam. Solches Silber eignet sich trotz seines hohen Feingehaltes (998—999 Tausendstel) sehr schlecht zur Herstellung der Legirungen für industrielle Zwecke. Besonders tritt bei der Herstellung der zu Schmucksachen und Medaillen verwandten Legirung von 950 Tausendstel Feingehalt die schlechte Beschaffenheit des Silbers dadurch hervor, dass Zaine dieser Legirung brüchig und blasig sind. Nur mit Mühe verarbeitet, zeigt diese Legirung eine mit grauen Flecken bedeckte Oberfläche. Diese Flecken sind durch Politur schwer zu entfernen und erscheinen bei der Vergoldung stets wieder. Bei der Herstellung einer Legirung durch Zusammenschmelzen des Silbers mit Kupfer zeigt sich ein ziemlich lebhaftes Aufkochen mit Herausschleudern von Substanz, selbst wenn man, wie üblich, unter einer Kohlenstaubdecke operirt.***)

Um die Gegenwart von Selen im Silber zu constatiren bedient sich Debray†) des folgenden Verfahrens. Man löst 100 Grm. des Silbers in Salpetersäure von 34° B. in der Wärme auf, trennt die Lösung des Silbernitrats von dem sich in Flocken abscheidenden Gold, fällt das Silber mit Chlorwasserstoffsäure und dampft die filtrirte Lösung auf dem Wasserbade zur Trockne. Das Selen findet sich im Rückstande als

Umschütteln gemischt sind, wieder in andere völlig trockene oder mit der betreffenden Silberlösung zuvor ausgespülte Glaskolben zu giessen. Ebenso benutzt er stets ein und dieselbe Bürette und Pipette.

*) Liebig's Ann. d. Chem. **180**, 240 u. Berg- u. Hüttenmänn. Ztg. **35**, 332.

) Compt. rend. **82, 1156.

***) Das Aufkochen erklärt sich durch das Entstehen von seleniger Säure in Folge der Einwirkung des Sauerstoffes des stets in Form von Rosettenkupfer angewandten Kupfers auf das Selen. Die Kohlendecke verhindert diese Reaction im Inneren nicht und giesst man vor Beendigung derselben die Legirung aus, so erhält man blasige Zaine. Die Flecken auf der Oberfläche rühren von Lamellen Selsilber her, welche durch die ganze Masse vertheilt sind.

†) a. a. O.