mit, dass man Kupfersulfür 30 bis 40 Minuten einem starken Gebläsefeuer aussetzen könne, ohne dass Verflüchtigung eintrete, dass aber bei noch längerer Dauer des Glühens eine geringe Gewichtsabnahme stattfindet. — In Betreff der Bestimmung des Kupfers als Metall theilt er *) Versuche mit, bei denen die Fällung statt durch Zink durch Cadmium bewirkt wurde. Die Resultate fielen, wie nicht anders zu erwarten, recht genau aus. Das Cadmium bietet nach dem Verf. den Vortheil grösserer Reinheit und löst sich nicht so stürmisch in Säuren als das Zink. Es soll in Stangenform, nicht aber gewalzt, angewendet werden, weil das gewalzte, besonders wenn die Lösung stark sauer ist, leicht in kleine Stückchen zerfällt und dann schwieriger zu entfernen ist.

Bestimmung des Bleies als Schwefelblei. A. Souchay hat in dieser Zeitschr. Bd. 3, p. 63, eine Reihe von Versuchen mitgetheilt, welche zur Entscheidung der Frage angestellt wurden, unter welchen Umständen die H. Rose'sche Methode das Blei als Schwefelblei zu bestimmen falsche, und unter welchen sie brauchbare Resultate liefert. A. Classen **) hat später über denselben Gegenstand nochmals Versuche angestellt und ist dabei ganz zu denselben Resultaten gelangt wie Souchay, so dass ich darüber nicht weiter zu berichten brauche.

Volumetrische Bestimmung des Bleies und Zinns. Gräger ***) empfiehlt zur maassanalytischen Bestimmung des Bleies wie des Zinns, wenn solches als Chlorid vorhanden, Ausfällung durch eine titrirte Lösung von Ferrocyankalium. — Das Ferrocyanblei ist auch in sauren Flüssigkeiten so gut wie unlöslich. 0,001 Grm. Blei in 100 CC. Lösung wird durch Ferrocyankalium noch durch stark milchige Trübung angezeigt. Zur Entscheidung der Frage, ob nicht die vollständige Abscheidung des Bleies durch einen Ueberschuss von Blutlaugensalz bedingt sei, wurden 10 CC. einer $\frac{1}{10}$ Normallösung von salpetersaurem Bleioxyd nach Verdünnen mit Wasser und Ansäuern mit Essigsäure mit $\frac{1}{10}$ Blutlaugensalzlösung versetzt, bis sich durch Eisenchlorid ein Ueberschuss von Ferrocyankalium nachweisen liess. Es waren verbraucht worden 5,05 CC., während der Theorie nach 5 CC. der Bleimenge entsprachen. Die abfiltrirte Flüssigkeit wurde durch Schwefelwasserstoff

*) Journ. f. prakt. Chem. 96. 259.

**) Journ. f. prakt. Chem. 96. 257.

***) Ebendasselbst 96. 330.

kaum gebräunt. Es war demnach alles Blei und zwar durch die entsprechende Menge Ferrocyankalium gefällt worden. — Zur Bestätigung wurde der abfiltrirte und ausgewaschene Niederschlag sammt dem Filter mit angesäuertem Wasser übergossen, aufgeführt und mit titrirter Chamäleonlösung bis zu bleibender Röthung versetzt. Man verbrauchte 2,76 CC., während in Folge directer Stellung der Chamäleonlösung auf die Blutlaugensalzlösung 2,80 CC. hätten verbraucht werden müssen.

Zur Constatirung der Thatsache, dass mit dem Ferrocyanblei kein Ferrocyankalium niedergefallen werde, fällte der Verf. 3 CC. $\frac{1}{10}$ salpetersaurer Bleilösung durch 20 CC. $\frac{1}{10}$ Blutlaugensalz, also durch einen grossen Ueberschuss, verdünnte auf 50 CC., filtrirte durch ein trocknes Filter und bestimmte das in das Filtrat übergegangene Ferrocyankalium in je 10 CC. mittelst Chamäleonlösung. Er fand so, dass 1,6 CC. Blutlaugensalzlösung zur Bleifällung verbraucht worden waren, statt 1,5, welche die Theorie erforderte.

Dieser Versuch ist mit viel zu geringen Mengen angestellt worden, um ein entscheidendes Resultat zu liefern; denn wenn auch die Differenz von 0,01659 (dem gefundenen Blei) und 0,01553 (dem berechneten Blei), nämlich 0,00106 nicht gross erscheint, so ist andererseits zu bedenken, dass, wenn 1,6 statt 1,5 gefunden wird, diess eine Differenz von 6,6 Proc. ist. Der Versuch wurde nicht wiederholt, obgleich er es gewiss verdient hätte, denn die Angabe von Gay-Lussac, wonach das Ferrocyanblei stets Ferrocyankalium mit niederreiss und die von Berzelius, wonach diess nicht der Fall ist, stehen sich bekanntlich entgegen.

Der Verf. zieht aus seinen Resultaten den Schluss, dass man mit Ferrocyankaliumlösung das Blei zunächst direct bestimmen und dabei das Ende der Reaction durch eine Tüpfelprobe feststellen könne, und dass man zur Controle sowohl die Titrirung des ausgewaschenen Ferrocyanbleies durch Chamäleon, als die Bestimmung des überschüssigen, in das Filtrat übergehenden Restes der Chamäleonlösung benutzen könne.

Zur Bestimmung des als Zinnchlorür in Lösung befindlichen Zinns erwies sich die Methode nicht als brauchbar, da das Zinnferrocyanür nicht so unlöslich ist, als das Ferrocyanblei.

Als der Verf. 10 CC. $\frac{1}{10}$ Zinnchlorür mit Salzsäure und chloresaurem Kali in Chlorid verwandelte, mit 150 CC. Wasser verdünnte und mit 20 CC. $\frac{1}{10}$ Blutlaugensalz (also einem grossen Ueberschuss) versetzte, entstand ein gelatinöser Niederschlag, der jedoch nicht hinderte, dass sich die Flüssigkeit nach dem Umschütteln ziemlich schnell

klärte, so dass man, nach Angabe des Verfassers, an der ausbleibenden Trübung das Ende der Reaction recht wohl würde beobachten können. — Das Ganze wurde auf 200 CC. verdünnt, durch ein trocknes Filter filtrirt und je 50 CC. nach Zusatz von Salzsäure mit Chamäleon titrirt. Man verbrauchte 2,2, — 2,1, — 2,2 CC. Der Verf. berechnet aus dem Mittel 2,17 oder für die 200 CC. 8,67 CC., und auf der Grundlage 5,6 CC. Chamäleon = 10 CC. Blutlaugensalz, dass 4,51 CC. Blutlaugensalz zur Fällung des Zinns verbraucht wurden, während der Theorie nach 4,45 CC. hätten verbraucht werden sollen. Nimmt man aber nicht das Mittel, sondern einmal 2,2 und das andere Mal 2,1 (d. h. die bei den verschiedenen Titrirungen wirklich gefundenen Zahlen), so erhält man für 200 CC. 8,8 und 8,4 CC. Chamäleon, entsprechend 15,7 und 15,0 CC. Blutlaugensalz, und somit durch Abziehen dieser Zahlen von 20 CC. 4,3 beziehungsweise 5,0 CC. statt 4,45 CC., also recht bedeutende Unterschiede.

Man erkennt daraus deutlich, dass auch hier in Folge des Titrirens mit viel zu kleinen Mengen der Beweis der Genauigkeit noch keineswegs genügend erbracht ist.

Nachweisung von Chrom-Spuren in Eisen und Eisenerzen.

A. Terreil *) empfiehlt zur Nachweisung des Chroms in Eisen etc. die nach Abscheidung der Kieselsäure erhaltene, alles Eisen als Oxyd enthaltende Lösung mit überschüssiger sehr concentrirter Kalilauge zu fällen, auf 80—90° C. zu erhitzen und tropfenweise eine sehr verdünnte Lösung von übermangansaurem Kali hinzuzufügen, so lange dieses sich noch entfärbt. Die Reaction ist beendet, wenn die Flüssigkeit durch mangansaures Kali schwach grün gefärbt erscheint. Man filtrirt und sättigt das Filtrat mit Essigsäure. Die geringe Menge mangan-sauren Natrons wird hierdurch reducirt und die filtrirte, oft schon gelb erscheinende Lösung wird alsdann mit essigsäurem Bleioxyd auf Chromsäure geprüft. — Die Methode soll Chrom auch dann noch finden lassen, wenn Schmelzen mit Salpeter und Kali kein genügendes Resultat liefert.

Trennung des Zinns von Antimon. W. L. Clasen **) hat die von Tookey ***) empfohlene Methode zur Trennung des Zinns von

*) Bull. de la soc. chim. 1865. 30.

**) Journ. f. prakt. Chem. 92. 477.

***) Journ. of the Chem. Soc. 15. 462.