Schon früher hat M. Websky*) auf die Umsetzung der Schwefelmetalle mit salpetersaurem Silberoxyd ein Verfahren zur quantitativen Bestimmung von Metallen vor dem Löthrohr gegründet, indem er das Schwefelsilber abtrieb und aus dem erfolgenden Silberkorn die Menge des betreffenden Metalls berechnete.

Zur volumetrischen Bestimmung des Kupfers und des Bleies. Die Methode von Pelouze,**) welche das Kupfer in ammoniakalischer Lösung mit einer Schwefelnatriumlösung von bekanntem Wirkungswerth zu fällen vorschreibt, leidet an dem Uebelstande, dass es nur schwierig gelingt, den Endpunkt zu erkennen. Diesem Missstande suchten bereits Fr. Mohr***) und C. Künzel†) abzuhelpfen, indem sie das ursprüngliche Verfahren modificirten.

Neuerdings empfiehlt nun Paul Casamajor, ††) die Grundlage Pelouze's beibehaltend, die Titration des Kupfers folgendermaassen auszuführen: Er versetzt die Kupferlösung in einer Porzellanschale mit überschüssiger alkalischer Seignettesalzlösung, †††) erhitzt beinahe zum Sieden und fügt so lange Schwefelnatrium zu, bis ein Tropfen keine Trübung mehr erzeugt. Bei kräftigem, wiederholtem Umrühren soll sich der Niederschlag von Schwefelkupfer zusammenballen und so vollständig zu Boden setzen, dass die überstehende Flüssigkeit klar erscheint und selbst die zuletzt eintretende, sehr schwache Trübung sich auf dem weissen Untergrund der vom Niederschlag frei bleibenden Seitenwand der Porzellanschale sicher erkennen lässt. Dasselbe Verfahren ist zu der Bestimmung des Bleies anwendbar, da schwefelsaures Bleioxyd in der alkalischen Seignettesalzlösung leicht löslich ist.

Zur Bestimmung des Kupfers als Kupferoxyd. Um das Kupfer als feinkörnigen, sich gut auswaschenden Niederschlag abzuscheiden, hat früher W. Gibbs§) empfohlen, die verdünnte, im Liter nicht mehr als 1 g Kupfer enthaltende Lösung mit kohlensaurem Alkali in geringem Ueberschuss zu versetzen und zur Erreichung vollständiger Fällung eine halbe Stunde lang zu kochen.

*) Bergwerksfr. [N. F.] **1**, Liefgr. 1.

**) Vergl. R. Fresenius, quantitative Analyse 6. Aufl., Bd. I., p. 338.

***) Dessen Lehrbuch der Titrimethode, 3. Aufl., p. 429.

†) Journ. f. prakt. Chem., **88**, 486. — Diese Zeitschrift **2**, 373.

††) Ann. de chim. et de phys. [5. sér.] **26**, 141.

†††) Bereitet durch Auflösen von 173 g Seignettesalz in 480 cc Natronlauge von 1,14 spec. Gew. und Auffüllen der resultirenden Lösung auf ein Liter.

§) Sillim. americ. Journ. [II] **44**, 213. — Diese Zeitschrift **7**, 258.

Um nun das andauernde Kochen wegen des damit verbundenen Zeitverlustes und unangenehmen Stossens der Flüssigkeit zu umgehen, fügt F. P. Dunnington*) zu der kochenden, verdünnten Kupferlösung nach und nach einen geringen Ueberschuss einer Lösung von kohlensaurem Natron und hierauf eine verdünnte Lösung von Aetznatron, bis der Niederschlag eine schwarze Farbe angenommen hat. Der so gefällte Niederschlag soll sich rasch zu Boden setzen und durch 5 bis 6malige Decantation mit kochendem Wasser vollkommen auswaschen lassen.

Dem Verfasser gelang es 2,5 g Kupferoxyd, welches nach dem besprochenen Verfahren gefällt worden war, unter Anwendung von 2 l Wasser in 70 Minuten auszuwaschen. Die mitgetheilten Analysen ergaben, auf den Gehalt an Kupfer berechnet, 100,13 und 100,16 %. Das Filtrat enthielt in keinem Fall mehr als 0,0002 g Cu.

Das spezifische Gewicht des Quecksilbers ist nach den Versuchen von P. Volkmann**) bei 0° zu 13,5953 anzunehmen.

Einen Nachweis sehr kleiner Mengen Platin gründet Frederick Field***) auf die bekannte Thatsache, dass sich eine Lösung von Platinchlorid, mit Jodkalium im Ueberschuss versetzt, tief dunkelroth färbt. Der Verfasser hat die Empfindlichkeit dieser Reaction geprüft und gefunden, dass eine 0,0001 g Platin enthaltende Platinchloridlösung nach Zufügen eines Tropfens Jodkalium eine dunkel rosaroth Färbung annimmt. Bei einem Gehalt von 0,000001 g Platin brachte Jodkalium sofort keine Färbung hervor; nach einigen Minuten trat jedoch eine schwach rosaroth Färbung ein, die beim Stehen an Intensität zunahm. Als äusserste, mit Hülfe dieser Reaction nach mehrstündigem Stehen noch nachweisbare Menge bezeichnet Field 0,0000005 g Platin. Schwefelsäure schien bei starker Verdünnung keinen nachtheiligen Einfluss auszuüben, im Gegentheil ein Zusatz von ein bis zwei Tropfen Säure das Eintreten der Reaction zu befördern. Schwefelwasserstoff, schwefligsaures und unterschwefligsaures Natron, schweflige Säure und Quecksilberchlorid zerstören die Färbung; ganz in derselben Weise wirkt Erhitzen der Flüssigkeit.

Zur quantitativen Bestimmung des Antimons benutzt A. Weller†)

*) Proceedings of the american chem. Society Bd. II., No. 4. — Berg- und Hüttenmännische Zeitung **38**, 411.

) Ann. d. Phys. u. Chemie **13, 221.

***) Chem. News **43**, 75.

†) Liebig's Annalen **213**, 364.