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

welche Zahlen der Gleichung: $2 (\text{PbO}, \text{SO}_3) + 7\text{H} = 2\text{Pb} + \text{SO}^2 + \text{HS} + 6\text{HO}$ sehr genau entsprechen. Man erkennt, dass $\frac{3}{4}$ des Sauerstoffs mit Wasserstoff Wasser bilden, während das letzte $\frac{1}{4}$ mit der Hälfte des Schwefels als schweflige Säure austritt. Die andere Hälfte des Schwefels verbindet sich mit Wasserstoff zu Schwefelwasserstoff.

Der Verfasser hat die Beobachtung von H. Rose, dass auf nassem Wege dargestelltes Schwefelblei beim Trocknen Sauerstoff aufnimmt, auch bei Temperaturen unter 100°C . bestätigt gefunden. Folgendes Tabelchen enthält die von ihm gefundenen Resultate:

100 Theile Schwefelblei nehmen in einer Stunde folgende Mengen Sauerstoff auf:

	I.	II.
Bei 50°C . .	0,0060	— 0,0086
„ 55° „ . .	0,0089	— 0,0120
„ 60° „ . .	0,0134	— 0,0180
„ 70° „ . .	0,0316	— 0,0405
„ 80° „ . .	0,1017	— 0,1035
„ 100° „ . .	0,1058	— 0,1082
„ 110° „ . .	0,1260	
„ 120° „ . .	0,1319	
„ 125° „ . .		— 0,0295
„ 130° „ . .	0,1400	
„ 150° „ . .	0,1213	

Das Erhitzen wurde unterbrochen, sobald schweflige Säure aufzutreten anfang, was beim Versuch I. in der Nähe von 150° , bei dem Versuch II. in der Nähe von 125° der Fall war. Der Rückstand lieferte beim gelinden Erwärmen mit einer verdünnten Lösung von Salzsäure, Essigsäure oder Weinsäure schweflige Säure und eine Bleioxyd enthaltende Lösung, zum Beweis, dass bei der Sauerstoffaufnahme schwefligsaures, nicht schwefelsaures Bleioxyd gebildet wird. — Der Verfasser fand ferner, dass der beim Einleiten von Schwefelwasserstoff in eine Lösung von essigsaurem Bleioxyd entstehende Niederschlag von Schwefelblei essigsaures Bleioxyd mit niederreißt. In Folge dieses Umstandes ist die über dem Niederschlage stehende Flüssigkeit anfangs frei von Blei, beim Auswaschen aber geht essigsaures Bleioxyd in das Waschwasser über. — Zur Darstellung reinen Schwefelbleis fällte er eine verdünnte Lösung von essigsaurem Bleioxyd mit Schwefelwasserstoff, vertheilte den gut ausgewaschenen Niederschlag in kaltem Wasser, sättigte diess mit Schwefelwasserstoff,

liess absetzen, trocknete den wiederum gut ausgewaschenen Niederschlag unter 100° und erhitzte ihn erst in Schwefelwasserstoffgas, zuletzt in reinem und trockenem Wasserstoffgas, um jede Spur von Schwefelwasserstoff und freiem Schwefel zu entfernen. — Wird bei 100° getrocknetes Schwefelblei in Wasserstoff, Kohlenoxyd oder Kohlensäure fast zum Rothglühen erhitzt, so zieht es sich auf etwa $\frac{2}{3}$ seines anfänglichen Umfangs zusammen, das schwarze Pulver geht in eine lichtgraue dichte Masse über. Setzt man das Erhitzen fort, so wird die ganze Masse krystallinisch. Der Verfasser fand, dass diess beim Erhitzen von reinem Schwefelblei in Wasserstoff der Fall war, wenn 1,2 bis 1,4 Proc. Schwefel entwichen waren, erklärt aber, dass der Verlust an Schwefel in keinem Zusammenhang stehe mit dem Krystallinischwerden des Schwefelbleis. Die Kryställchen waren schimmernd, kubisch, oktaëdrisch und tafelförmig mit oft abgerundeten Enden. Eben solche fanden sich auch in der Röhre sublimirt.

Ich habe auf diese Sache namentlich auch deshalb geglaubt aufmerksam machen zu müssen, weil H. Rose (Pogg. Ann. 110. 134) das Blei auf die Art zu bestimmen räth, dass man das mit Schwefelpulver gemengte trockne Schwefelblei in einem Strome von Wasserstoffgas bei starker Rothglühhitze glüht, bis zwei Behandlungen der Art dasselbe Gewicht zeigen. Er sagt: „Es verflüchtigt sich bei der Rothglühhitze in der Wasserstoff-Atmosphäre kein Schwefelblei. Wendet man eine schwache Rothglühhitze an, so enthält das Schwefelblei mehr Blei als der Zusammensetzung PbS entspricht. Das erhaltene Schwefelblei muss ganz krystallinisch sein.“ Diese Angabe steht mit der Rodwell's nicht im Einklang, und es ist nach den Angaben des Letzteren zu fürchten, dass die Bleibestimmung nach H. Rose's Methode durch Schwefelverlust und Verflüchtigung von Schwefelblei leicht zu niedrig ausfallen kann. Ich werde darauf im nächsten Hefte zurückkommen.

In Betreff des Verhaltens, welches das schwefelsaure Bleioxyd und Schwefelblei, beim Glühen in Kohlenoxydgas zeigen, verweise ich, da die Resultate auf analytische Bestimmungen keinen unmittelbaren Einfluss ausüben, auf die Originalabhandlung.

Maassanalytische Bestimmung des Bleies. H. Schwarz *) empfiehlt zur Bestimmung des Bleies, dasselbe mittelst einer titrirten Auflösung von zweifach chromsaurem Kali auszufällen und das

*) Dingler's polyt. Journ. 169. 251.