

Blei. Über die Bestimmung von Blei in Bleischlacken macht J. G. Fairchild¹⁾ folgende Angaben. 5 g der Schlacke werden im Kjeldahl-Kolben in einem Gemisch von Salpeter- und Schwefelsäure gelöst und bis nach dem Entfernen aller Salpetersäure erwärmt. Der Niederschlag von Bleisulfat wird nach dem Erkalten abfiltriert, in einen Kolben gespült und in Ammoniumazetat gelöst. Von dem Filtrat, welches auf 500 *ccm* verdünnt wird, werden 100 *ccm* zur Elektrolyse verwandt und mit Wasser und 30 *ccm* Salpetersäure (D. 1,42) auf 200 *ccm* verdünnt. Bei einer Anodenoberfläche von 25 *gem* schied der Verfasser bei einer Temperatur von 50—60° in 2 Stunden alles Blei an der Anode ab, wobei er zunächst 1½ Stunde mit 0,25 Amp. und 2—2,5 Volt, sodann ½ Stunde mit 0,5 Amp. elektrolysierte. Bei Gegenwart von viel Kupfer ist weniger Salpetersäure zu nehmen.

L. Bertiaux²⁾ hat zur Trennung von Blei und Zinn in Schlacken folgende Vorschrift gegeben: Man schmelzt 5 g Substanz mit der dreifachen Gewichtsmenge Soda und Schwefel zusammen, nimmt die Schmelze nach dem Erkalten mit Wasser auf, filtriert und bestimmt in dem 1 g Substanz entsprechenden Teile des Filtrates das Zinn nach dem Oxalatverfahren. Zu diesem Zwecke versetzt man die abgemessene Menge des Filtrates zunächst mit 15 g Ammoniumsulfat, verdampft im Sandbade zur Trockne, zersetzt die Sulfide durch tropfenweisen Zusatz von Salpetersäure und erhitzt nach Zugabe von 3 *ccm* konzentrierter Schwefelsäure bis zum Verschwinden der Schwefelsäuredämpfe. Die so erhaltenen Sulfate werden nach Zugabe von Wasser, 30 *ccm* Salzsäure und 30 g Ammonoxalat in der Hitze gelöst und das Zinn bei mindestens 80° mit einer Stromstärke von 1—3 Amp. abgeschieden.

Das als PbS auf dem Filter verbliebene Blei wird nach Auswaschen mit Schwefelwasserstoffwasser samt dem Filter mit einem Gemisch von 100 *ccm* Kupfernitrat, 4 *ccm* Ammoniak (D. 0,92) und 40 *ccm* Salpetersäure (D. 1,32) behandelt, eine halbe Stunde zum gelinden Sieden erhitzt, filtriert, mit heissem Wasser ausgewaschen und, nach Verdünnen des Filtrates auf 300 *ccm*, in gewöhnlicher Weise anodisch abgeschieden.

Über die elektrolytische Thalliumbestimmung hat G. W. Morden³⁾ Versuche angestellt und gefunden, dass Abscheidung an einer Zinkamalgamkathode zu befriedigenden Werten führt, während bei Abscheidung an der gewöhnlichen Quecksilberkathode⁴⁾ beim Auswaschen des gebildeten Thalliumamalgams stets Verluste eintreten. Man hat also zur Thalliumbestimmung so zu verfahren, dass man zunächst eine kleine Menge Zinksulfat in das Elektrolysiergefäß bringt und das Zink kathodisch abscheidet. An der so hergestellten Zinkamalgamkathode

1) Journ. Ind. Eng. Chem. **3**, 302 (1911); vergl. auch diese Ztschrft. **51**, 763 (1912). — 2) Ann. Chim. analyt. appl. **18**, 217 (1913); durch Chem. Zentrbl. **84**, II, 618 (1913). — 3) Journ. Americ. Chem. Soc. **31**, 1045 (1909). — 4) Vergl. diese Ztschrft. **50**, 445 (1911).