

man etwa 50 cc Salzsäure hinzu, erhitzt bis alles Zinn in Lösung gegangen ist, lässt im Kohlensäurestrom erkalten und titriert. Die Eisenchloridlösung muss unbedingt nach demselben Reduktionsverfahren eingestellt werden, indem man von chemisch reinem Zinn oder von einem Zinn von bekanntem Gehalt 10 g zu 1 l löst und 50 cc in gleicher Weise wie bei dem zu untersuchenden Zinn mit Eisen oder Aluminium reduziert und titriert.

Die Urheberschaft der vorstehenden Bestimmungsmethode des Zinns wird von Th. Goldschmidt¹⁾ in Anspruch genommen, in dessen Laboratorium diese Methode schon vor längerer Zeit ausgearbeitet worden ist. Die Methode ist zwar bisher nicht veröffentlicht, wohl aber von Goldschmidt verschiedentlich weitergegeben worden.

Zur Trennung und Bestimmung des Antimons auf elektrolytischem Wege. Die elektrolytische Abscheidung des Antimons nach dem Verfahren von Classen ist mit verschiedenen Übelständen behaftet. Bei Anwendung konzentrierter Natriumsulphydratlösung, wie sie Classen vorschreibt, werden auch merkliche Mengen von Kupfer gelöst, welche mit dem Antimon auf der Kathode niedergeschlagen werden. Dieser Übelstand lässt sich nach A. Hollard²⁾ vermeiden, wenn man die Natriumsulphydratlösung mit Cyankalium versetzt. Andererseits haben H. Ost und W. Klapproth³⁾ bemerkt, dass die im Verlaufe der Elektrolyse sich vermehrenden Polysulfide nach der Kathode diffundieren und dabei auf das bereits abgeschiedene Antimon lösend wirken können. Ost und Klapproth suchten diese Diffusion durch Anwendung eines Diaphragmas zu hindern, während Hollard diese Schwierigkeit auch ohne Diaphragma durch Zusatz von Cyankalium überwindet. Nach der von Hollard gegebenen Vorschrift löst man das als Sulfid vorhandene Antimon oder auch vorhandenes Oxyd nach Zufügen von etwas Alkali in 200 cc einer Natriumsulphydratlösung von 1,220 bis 1,225 spezifischem Gewicht und 40 cc einer 20-prozentigen Cyankaliumlösung und elektrolysiert unter Anwendung eines Stromes von etwa 0,1 Ampère. Die Gegenwart von Zinn ist ohne Nachteil, wenn dessen Menge 1 g nicht überschreitet, ebensowenig schadet Kupfer bis zu 0,05 g und Arsen, sofern es als Arsensäure vorhanden ist.

1) Chemiker-Zeitung **29**, 276.

2) Chem. News **87**, 282.

3) Zeitschrift f. angew. Chemie 1900, S. 827.

Zur Herstellung der Natriumsulphhydratlösung leitet man in 500 cc arsenfreier Natronlauge von 1,3 spezifischem Gewicht Schwefelwasserstoff in so raschem Strome ein, dass durch die stattfindende Wärmeentwicklung eine Abscheidung von neutralem Natriumsulfid verhindert wird. Nach beendeter Sättigung gibt man 500 cc derselben Natronlauge hinzu und bringt das sich hierbei ausscheidende Natriumsulfid in Lösung, indem man sofort einen raschen Strom von Schwefelwasserstoff einleitet. Die Lösung wird alsdann 20 Minuten zum Kochen erhitzt, heiss filtriert und nach dem Erkalten bis zu einem spezifischen Gewicht von 1,220 bis 1,225 verdünnt. Sie ist vor Licht und Luft geschützt in kleinen, wohlgefüllten Flaschen aufzubewahren.

Bei den mitgetheilten Analysen wurden gewogene Mengen von Antimon (0,1—0,5 g), Zinn und Kupfer mit Salpetersäure oxydiert, zur Trockne verdampft und die Rückstände unter Zufügen von etwas Alkali nach obiger Angabe mit einem Gemenge von Natriumsulphhydrat- und Cyankaliumlösung aufgenommen.

Zur Bestimmung des Quecksilbers in Erzen hat A. Eschka¹⁾ eine nach ihm benannte Quecksilberprobe beschrieben, welche darin besteht, dass das mit Eisenfeilspänen gemischte und mit denselben bedeckte Erz in einem Porzellantiegel allmählich bis zum Glühen erhitzt und das entweichende Quecksilber von einem aufgelegten, mit destilliertem Wasser gefüllten Goldtiegel aufgenommen wird.

Dieses einfache und rasch ausführbare Verfahren ist von R. Biewend²⁾ wesentlich verbessert worden, so dass es nunmehr auch gesteigerten Ansprüchen vollkommen genügt. Der Verfasser gibt die folgende Beschreibung des Verfahrens: Die Goldschälchen lassen sich aus einem zu Blech ausgewalzten Goldregulus durch Treiben über einen halbkugelförmigen Kopf mittels eines Hammers unter wiederholtem Ausglühen herstellen. Dieselben können so lange gebraucht werden, bis sie infolge zunehmender Porosität Wasser durchlassen. In diesem Falle müssen sie nach vorherigem starkem Ausglühen durch nochmaliges Treiben wieder gedichtet werden. Man gibt ihnen bei einem Gewicht von 10—12 g eine flache Höhlung von $3\frac{1}{2}$ bis 4 cm Durchmesser und 0,75 cm Tiefe und versieht sie mit einem horizontalen Rande von 0,5 cm Breite, der auf dem Porzellantiegel ruhen und über diesen hinaus etwas vorstehen soll. An diesem überstehenden Rand sollen sich durch die

¹⁾ Diese Zeitschrift **11**, 344 (1872).

²⁾ Berg. und Hüttenmänn. Zeitung **61**, 441.