Die potentiometrische Bestimmung von vierwertigem Osmium mit Chromsulfat beschreiben W. R. Crowell und H. L. Baumbach¹⁾. Hinsichtlich der Einzelheiten der Ausführung und der Apparatur sei auf das Original verwiesen.

D. Brzeziner.

Methoden zur Trennung und Bestimmung der Platinmetalle. In einem dem Internationalen Chemikerkongreß im April 1934 in Madrid vorgelegten Bericht haben R. Gilchrist und E. Wichers²⁾ neue Wege zur Untersuchung von Platinmetallen gewiesen. Von einigen bisherigen Methoden (Fällung mit Ammoniumchlorid, Pyrosulfatschmelze, Säurebehandlung) gehen die Verfasser ab, dagegen wird zum Beispiel die Hydrolyse zur Trennung des Palladiums, Rhodiums und Iridiums vom Platin durch Kochen einer ungefähr auf den p_H -Wert 7 neutralisierten, Natriumbromat enthaltenden Lösung verwendet.

Das Osmium wird als erstes durch Destillation des flüchtigen Tetroxydes aus salpetersaurer Lösung abgetrennt. Ein dazu vorgeschlagener Apparat besteht aus einem 700 *ccm* fassenden Kochkolben mit dreifach durchbohrtem Stopfen, der Zu- und Ableitung sowie ein Trichterrohr trägt, und drei Waschflaschen. Das Einfetten der Schliffteile ist zu vermeiden. Die erste Waschflasche beschickt man mit 150 *ccm* Salzsäure (1:1), die beiden folgenden mit je 50 *ccm* derselben Säure, die mit schwefliger Säure gesättigt ist. Im Destillierkolben befindet sich die Lösung der Platinmetalle (höchstens auf 100 *ccm* verdünnt), zu der durch das Trichterrohr 40 *ccm* Salpetersäure (1:1) eingelassen werden. Sodann leitet man einen mäßigen Luftstrom durch und kocht 1 Stde. Ist dagegen das Osmium als Chlorosmat vorhanden, so erfordert die Destillation 7—8 Stdn. Um die Zeit abzukürzen, destilliert man aus konz. Schwefelsäure oder, wenn kein Ruthenium anwesend ist, aus konz. Schwefelsäure, der einige *ccm* Salpetersäure zugefügt worden sind. Den Inhalt der Waschflaschen bringt man in ein ganz glattes Becherglas, dampft den Inhalt ein, wiederholt dieses zwecks Zersetzung etwaiger Sulfite mit je 10 *ccm* Salzsäure noch zweimal, löst den Rückstand in 150 *ccm* Wasser, kocht auf, gibt filtrierte 10%ige Bicarbonatlösung hinzu bis ein Niederschlag und plötzliches Gerinnen auftreten. Nun fügt man einige Tropfen Bromphenolblaulösung zu, einen Indikator, der beim p_H -Wert 4 aus Gelb in Blau übergeht. Es wird Bicarbonatlösung tropfenweise zugesetzt, bis ein bläulicher Farbton entsteht. Endlich wird zur Ausfällung des Osmiumdioxys 5—6 min gekocht. Danach filtriert man durch einen Platin-Gooch tiegel, bringt den Niederschlag mit einem angefeuchteten Gummiwischer in den Tiegel, wäscht mit 10%iger Salmiaklösung nach, bedeckt mit festem Salmiak, saugt nach geringem Anfeuchten ab und stellt den Gooch tiegel in einen etwas größeren Porzellantiegel. Auf den Gooch tiegel legt man einen Rosedeckel mit zugehörigem Rohr (am besten aus Quarz) und leitet einen schwachen Wasserstoffstrom durch den Tiegel. Nach anfänglichem Vortrocknen wird zweckmäßig 5 min schwach geblüht; dadurch

¹⁾ Journ. Americ. Chem. Soc. **57**, 2607 (1935). — ²⁾ Journ. Americ. Chem. Soc. **57**, 2565 (1935).