

Salzsäure auf einen Theil Wasser) hinzu. Der Hals des Kolbens ist durch einen Stopfen verschlossen, welcher, wie die Abbildung 1 zeigt, ein Sicherheitsrohr und ein mit einer Winklerschen Schlange verbundenes Ausgangsrohr trägt. Die Schlange ist zu ungefähr einem Drittel ihrer Länge mit gesättigter Bromlösung in Wasser gefüllt, in welche man noch etwa $\frac{1}{2}$ cc freies Brom zum Ersatz des sich verflüchtigenden Broms gebracht hat.

Man erwärmt nun allmählich zu einem solchen Grade, dass ein stetiger, aber nicht allzu rascher, Gasstrom durch die Bromlösung hindurchgeht. Erst wenn die Lösung beendigt und keine Wasserstoffentwicklung mehr wahrnehmbar ist, erhitzt man bis zum Sieden, um alles noch im Kolben befindliche Gas durch die Bromlösung hindurchzutreiben. Die Bromlösung, welche alles mit dem Gase übergegangene Arsen enthält, wird nun in ein Becherglas von etwa 100 cc Inhalt gebracht und, bis alles Brom entwichen ist, gekocht, worauf man die nunmehr farblose Flüssigkeit zu der im Kolben befindlichen Lösung bringt. Hierauf fügt man ungefähr $\frac{1}{2}$ g Schwefelzink hinzu und schüttelt ungefähr drei Minuten lang heftig, wodurch alles Arsen theils als Sulphid, theils als schwarzer ungelöst gebliebener Rückstand zur Abscheidung gebracht wird. Man filtrirt rasch und spült den Kolben mit kaltem Wasser aus. Hierauf spritzt man den Niederschlag in ein Becherglas, löst ihn in Bromwasser unter Zusatz von 1 bis 2 Tropfen Salzsäure, verjagt durch gelindes Sieden das Brom und bringt alsdann die Lösung in die etwa 300 cc fassende Retorte des in Abbildung 2 dargestellten Apparats. Der lange Hals der Retorte ist unter einem Winkel von etwa 150° gebogen und an einen Liebig'schen Kühler angeschlossen; durch die Stellung, welche die Retorte hierbei erhält, erreicht man, dass alles Eisenchlorür, welches etwa durch die Dämpfe fortgerissen sein sollte, wieder in die Retorte zurückfließt.

Zu der Arsenlösung in der Retorte fügt man arsenfreie Eisenchlorürlösung, und zwar eignet sich hierzu die von dem Arsenniederschlag abfiltrirte Eisenlösung, nachdem man durch Kochen den Schwefelwasserstoff verjagt hat. 5 cc hier-

von genügen. Man kocht nun, nachdem der Kühler vorgelegt worden ist, bis auf etwa 20 cc ein, fügt 20 cc Salzsäure hinzu, fährt mit Destilliren fort, bis nur noch etwa 10 cc Flüssigkeit sich in der Retorte befinden, setzt abermals 20 cc Salzsäure nebst 5 cc Wasser hinzu und destillirt wiederum. Zur vollkommenen Sicherheit kann man das Verfahren noch ein drittes Mal wiederholen.

Zu dem Destillat fügt man Ammoniak bis zur alkalischen Reaction, dann wieder vorsichtig Salzsäure, bis die Flüssigkeit schwach sauer ist, hierauf festes Natriumcarbonat in geringem Ueberschuss. Nunmehr kühlt man die Lösung ab, fügt Stärkelösung hinzu und titrirt mit der Jodlösung.

Beim Auflösen des Eisens in Salzsäure pflegt etwa ein Zehntel des Arsengehalts mit den Gasen überzugehen und in der Winklerschen Schlange (Abbild. 1) aufgefangen zu werden; bewirkt man jedoch das Auflösen, ohne die Flüssigkeit zu erhitzen, so ist die Menge des übergehenden Arsens erheblich geringer. Beim

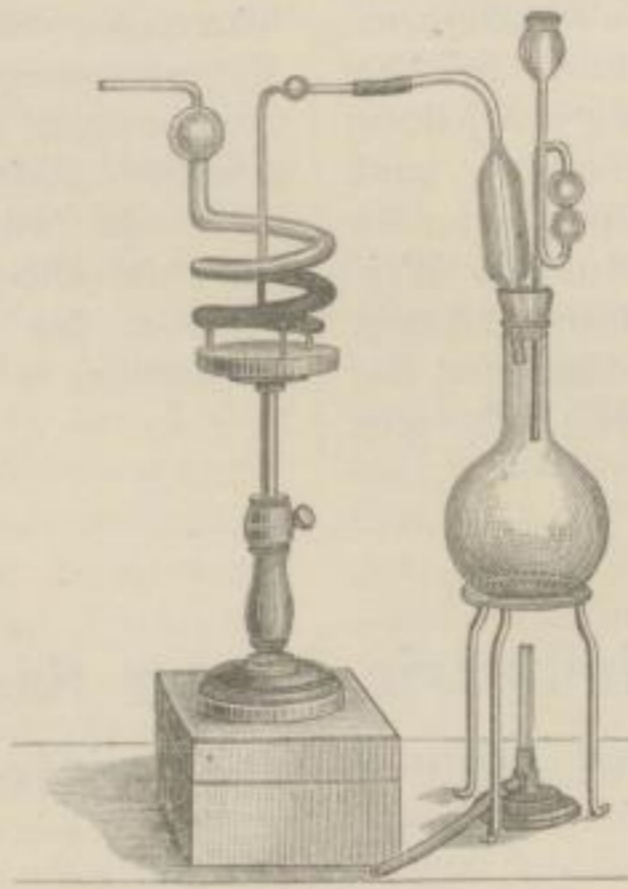
Auflösen einer Eisenprobe mit 4,125 % Arsen ohne Erwärmung erhielt man beispielsweise den Arsengehalt

in dem Gase	0,035 %
mit dem Eisen gelöst	0,125 "
in dem ungelösten schwarzen Rückstande	3,965 "
	<u>4,125 %</u>

Liegt ein sehr arsenreiches Eisen zur Untersuchung vor, so kann man auch in der Weise verfahren, dass man 1 bis 2 g in Salpetersäure löst, eindampft, den Rückstand in Salzsäure löst und nun nach Zusatz von Eisenchlorür ohne weiteres destillirt. Auch bei Roh-eisenuntersuchungen kann man in dieser Weise verfahren, jedoch ist es empfehlenswerth, vor dem De-

stilliren den ungelösten, aus Kieselsäure und Graphit bestehenden Rückstand abzufiltriren.

Zur Arsenbestimmung in Erzen soll man das Erz unmittelbar in die Retorte bringen und mit Salzsäure und Eisenchlorür behandeln; um das Stoßen beim Sieden zu vermeiden, werden einige Stückchen von feuerfesten Ziegeln mit in die Retorte gegeben. Hierzu ist jedoch zu bemerken, dass nach verschiedenen, von mir selbst angestellten Versuchen der Arsengehalt der Erze



Abbild. 1.



Abbild. 2.