

verleimtes Natrium hinzu und mischt unter Zusatz von etwas Wasser, so daß eine gleichartige, breiige Masse entsteht. Die Masse wird in dem Schmelz getrocknet und verflüchtigt bis zum Einleiten ober liegenden Schwefels erhitzt. Eine weitere Steigerung der Temperatur ist zu vermeiden. Man erhält so eine farblose oder weiße Masse. Sollte dies ausnahmsweise nicht der Fall sein, so läßt man noch etwas salpetersaures Natrium hinzu, bis der Jodtest erreicht ist.<sup>\*)</sup>

6. Die Schwärze mischt man in gelinder Wärme mit Wasser auf und filtrirt durch ein nasses Filter. Ist Jod zu wegen, so befindet sich dieses nun im Rückstande auf dem Filter in Gestalt weißen Jinnoxyds, während das Arsen als arsenicaures Natrium im Filtrat enthalten ist. Wenn ein Rückstand auf dem Filter verbleiben ist, so muß berücksichtigt werden, daß auch in das Filtrat keine Mengen Jinn übergegangen sein können. Man wäscht den Rückstand einmal mit kaltem Wasser, dann dreimal mit einer Mischung von gleichen Theilen Wasser und Alkohol aus, dampft die Flüssigkeit soweit ein, daß das mit dieser vermischte Filtrat etwa 10 ccm beträgt und fügt verdünnte Salpetersäure tropfenweise hinzu, bis die Flüssigkeit oben sauer reagirt. Sollte hierbei ein geringer Niederschlag von Jinnoxydhydrat entstehen, so filtrirt man denselben ab und wäscht ihn wie oben angegeben aus. Wegen der weiteren Behandlung zum Nachweise des Jinn vgl. Nr. 10.

7. Zum Nachweise des Arsen wird dasselbe zunächst in arsenmothoxydarsensaures Ammonium übergeführt. Zu diesem Zwecke versetzt man die nach obiger Beschreibung mit Salpetersäure angesäuerte, durch Erhitzen von Kohlenstaub und salpetriger Säure befreite, darauf wieder abgekühlte, klare (möglichst farblose) Lösung, welche etwa 10 ccm betragen wird, in einem Kochfläschchen mit etwa gleichem Wasservolumen einer Auflösung von arsenoxydarsensauren Ammonium in Salpetersäure<sup>\*\*)</sup> und läßt zunächst 3 Stunden ohne Erhitzen stehen. Enthielt nämlich die Flüssigkeit in Folge mangelhaften Auswaschens des Schwefelwasserstoff-Niederschlags etwas Phosphorsäure, so würde sich diese als phosphormoethoxydarsensaures Ammonium abscheiden, während bei richtiger Ausführung der Operationen ein Niederschlag nicht entsteht.

8. Die klare blassgelbe Flüssigkeit verdunstet man auf dem Wasserbade, bis sie etwa 5 Ccmmen lang die Temperatur des Wasserbades angenommen hat.<sup>\*\*\*)</sup> Ist Arsen vorhanden, so entsteht ein gelber Niederschlag von arsenmothoxydarsensauren Ammonium, neben welchem sich noch auch weiße Mothoxydarsäure ausscheidet. Man gießt die Flüssigkeit nach einflüßigen Erhitzen durch ein Filterchen von dem der Haupttheil nach in der kleinen Kochflasche verbleibenden Niederschlage ab, wäscht diesen nochmal mit kleinen Mengen einer Mischung von 100 Theilen Mothoxydarsäure, 20 Theilen Salpetersäure von 1,2 spez. Gewicht und 80 Theilen Wasser aus, läßt ihn dann unter Erhitzen in 2 bis 4 ccm wässriger Ammoniumflüssigkeit von etwa 0,20 spez. Gewicht, fügt etwa 4 ccm Wasser hinzu, gießt, wenn erforderlich, nochmals durch das Filterchen, läßt  $\frac{1}{2}$  Stundlang stehen und dann 2 Tropfen Chlorammonium-Chromatiumlösung hinzu. Das Arsen scheidet sich gelblich oder beim Erhitzen in der Kälte als weißes, mehr oder weniger kristallinisch arsenicaures Ammonium-Natrium ab, welches abfiltrirt und mit einer möglichst geringen Menge einer Mischung von 1 Theil Ammoniak, 2 Theilen Wasser und 1 Theil Alkohol auszuwaschen ist.

9. Man läßt wiederum den Niederschlag in einer möglichst kleinen Menge verdünnter Salpetersäure, verdampt die Lösung bis auf einen ganz kleinen Rest und bringt einen Tropfen auf ein Bergkristallfläschchen, einen andern auf ein Objektivglas. Zu erhitzen läßt man einen Tropfen einer Lösung von salpetersaurem Silber, dann vom Rande aus einen Tropfen wässriger Ammoniumflüssigkeit von 0,20 spez. Gewicht; ist Arsen vorhanden, so muß sich in der Berührungsgangne ein rothbrauner Streifen von arsenicauren Silber bilden. Den Tropfen auf dem Objektivglas macht man mit einer möglichst kleinen Menge wässriger Ammoniumflüssigkeit allmählich; ist Arsen vorhanden, so entsteht gelblich oder sehr bald ein Niederschlag von arsenicauren Ammonium-Natrium, der, unter dem Mikroskope betrachtet, sich als aus spitzigen Kryställchen bestehend erweist.

\*) Sollte die Schwärze trotzdem wenig Kalken, so läßt sich in der Regel von einer geringen Menge Kupfer her, die Schwefelkalken in Schwefelammonium nicht ganz vollständig ist.

\*\*) Die oben beschriebene Flüssigkeit wird erhalten, indem man 1 Theil Mothoxydarsäure in 4 Theilen Ammoniak von etwa 0,20 spez. Gewicht löst und die Lösung in 15 Theile Salpetersäure von 1,2 spez. Gewicht gießt. Man läßt die Flüssigkeit dann einige Tage in wässriger Wärme stehen und zieht sie, wenn möglich, klar ab.

\*\*\*) Bei Erhitzen ist es, bei Erhitzen je länger fortgesetzt, bis sich Mothoxydarsäure abscheidet beginnt.