

phorsäure mit Strychninphosphormolybdat. Das Verhältnis von Phosphor zum Niederschlag ist hier noch günstiger als bei der Ammonmolybdatfällung, es beträgt 1 : 98. Die besondere Eignung für Phosphorsäurebestimmung im physiologischen Material ergibt sich aus dem Umstande, daß die Fällung der Phosphorsäure in der Kälte erfolgen kann, schon nach wenigen Minuten praktisch quantitativ ist und nach einer halben Stunde filtriert werden kann. Die Gefahr der Abscheidung freier Phosphorsäure aus organisch gebundener Phosphorsäure während der Bestimmung ist dadurch auf ein Mindestmaß herabgesetzt.

## Die quantitative Bestimmung von Arsen.

### Methode von H. Lieb.<sup>2)</sup>

Prinzip: Die organische Substanz wird mit Salpetersäure zerstört, das Arsen zu Arsensäure oxydiert. Die Arsensäure kann entweder gravimetrisch durch Fällung mit Magnesiummischung oder maßanalytisch durch Umsetzung mit Kaliumjodid und Titration des ausgeschiedenen Jods erfolgen.

#### Ausführung der Bestimmung.

Die Zersetzung der organischen Substanz kann entweder im Mikro-Bombenrohr oder im Kjeldahl-Kölbchen erfolgen.

**Oxydation im Bombenrohr.** Die Oxydation im Bombenrohr wird nach der auf S. 85 beschriebenen Art durchgeführt. In das Bombenrohr werden 5 bis 10 mg Substanz eingewogen und 0,5 ccm konzentrierte Salpetersäure zugefügt. Der Bombeninhalt wird nach dem Erhitzen in eine 30 bis 40 ccm fassende Glasschale mit rundem Boden überleert, dann auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft.

**Nasse Verbrennung.** Zur Verbrennung im Kjeldahl-Kölbchen setzt man zur eingewogenen Substanz 1 ccm 30%ige Schwefelsäure und 4 bis 5 Tropfen konzentrierte Salpetersäure. Man erhitzt das in eine Stativklammer gespannte Kölbchen mit dem klein gedrehten Bunsenbrenner bis zum Auftreten der Schwefeltrioxydschwaden. Der Siedering der Schwefelsäure soll eine Minute lang sichtbar sein. Dann gibt man neuerlich einige Tropfen Salpetersäure zu und erhitzt wie vorher. Nach diesem zweiten

<sup>2)</sup> H. Lieb, F. Pregl, l. c., S. 175. — H. Lieb und O. Wintersteiner, Mikrochemie II, 80 (1924).

Abrauchen gibt man 3 Tropfen Perhydrol zu, erhitzt abermals bis zum Auftreten der Schwefeltrioxyddämpfe und wiederholt auch diese Oxydation ein zweites Mal.

Schließlich fügt man zur Zerstörung des Wasserstoffsperoxydes und der Sulfomonopersäure 1 ccm Wasser zu und kocht wieder bis zum Auftreten der Schwefeltrioxydschwaden. Auch das Erhitzen nach Zufügen von 1 ccm Wasser muß zweimal wiederholt werden.

Für die maßanalytische Bestimmung kann diese Lösung direkt der weiteren Behandlung zugeführt werden. Für die gravimetrische Bestimmung wird der Kölbcheninhalt in eine 40 ccm fassende Glasschale mit rundem Boden überspült, mit konzentriertem Ammoniak im Überschuß versetzt und auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft.

### Fällung mit Magnesiummixture.

Der nach Abdampfen der Lösung in der Glasschale verbleibende Rückstand wird auf dem Wasserbade in 3 bis 4 ccm Ammoniak gelöst und in der Hitze mit einem Kubikzentimeter Magnesiummixture (5,5 g kristallisiertes Magnesiumchlorid und 10,5 g Ammoniumchlorid in 100 ccm Wasser) versetzt. Den amorphen Niederschlag läßt man 6 bis 12 Stunden bei Zimmertemperatur stehen, bis er kristallinisch geworden ist.

### Filtration, Glühen und Wägen.

Die Filtration des Niederschlages erfolgt in dem Mikro-Filtertiegel nach der auf S. 105 beschriebenen Methode entweder direkt oder mit Hilfe der Absaugvorrichtung von Wintersteiner. Zum Nachspülen dient 3%iges Ammoniak; die letzten Reste werden durch abwechselndes Aufspritzen von 3%igem Ammoniak und 95%igem Alkohol gesammelt.

Nach der Filtration wird der Niederschlag kräftig geglüht (Platintiegel mit Bodenkappe, Porzellantiegel mit Glühschale); nach dem Abkühlen mit ganz schwach ammoniakalischem Wasser einige Male gewaschen, dann neuerlich kräftig geglüht und nach dem Abkühlen gewogen.

Fehlergrenze 0,2%.

Berechnung:  $\log. \% \text{ As} = \log. \text{ Faktor} (= 68368) + \log. (\text{gefundenes } \text{Mg}_2\text{As}_2\text{O}_7) + (1 - \log. \text{ Einwaage}).$