

## Maßanalytische Bestimmung nach O. Wintersteiner.<sup>1)</sup>

Für die maßanalytische Bestimmung des Arsens wird die Zersetzung der organischen Substanz im Kjeldahl-Kölbchen mit Schwefelsäure, Salpetersäure und Perhydrol durchgeführt (s. S. 120). Der Kolbeninhalt wird mit 1 ccm Wasser versetzt, aufgekocht und in ein 150 ccm fassendes Pulvergläschen (mit eingeschliffenem Glasstopfen) überleert. Zum Nachspülen verwendet man reinste konzentrierte Salzsäure, welche durch 2 Minuten langes mäßiges Sieden vom Chlor und gelöster Luft befreit und unter luftdichtem Verschuß im Wasserstrahl gekühlt wurde. Um den Luftzutritt auch späterhin möglichst fernzuhalten, gibt man die ausgekühlte Säure in eine Bürette und entnimmt daraus nach Bedarf. Zum quantitativen Ausspülen des Kjeldahl-Kölbchens benützt man insgesamt 5 ccm Salzsäure.

Dann gibt man 2 ccm einer 4%igen Kaliumjodidlösung zu, verschließt das Pulverglas, schwenkt um und läßt 10 Minuten stehen. Anschließend titriert man das ausgeschiedene Jod mit  $n/100$  Thiosulfatlösung. Sobald die Lösung nur mehr schwach gelb gefärbt ist, ergänzt man mit ausgekochtem Wasser auf 20 ccm, fügt 5 Tropfen 1%iger Stärkelösung zu und titriert zu Ende. Als Endpunkt gilt ein ganz schwach rötlicher Farbton.

Bei brom- und jodhaltigen Arsenverbindungen werden nach der maßanalytischen Methode zu hohe Werte erhalten. Um solchen Fehlresultaten vorzubeugen, gibt man nach der Oxydation 0,3 ccm 4%ige Jodidlösung und 1 ccm Wasser in den Kjeldahlkolben und vertreibt das ausgeschiedene Jod durch Erhitzen. Anschließend muß man jedoch neuerlich mit Perhydrol versetzen und bis zum Auftreten der Schwefeldioxyddämpfe erhitzen, um die teilweise reduzierte Arsensäure wieder zu oxydieren. Zur Zerstörung des Perhydroles bzw. der Sulfomonopersäure wird der Kolbeninhalt zweimal mit je 1 ccm Wasser versetzt und bis zum Auftreten der Schwefeltrioxydschwaden erhitzt.

Bei der maßanalytischen Bestimmung ist es unbedingt ratsam einen Blindversuch anzustellen. Man nimmt dazu 1 ccm Schwefelsäure und 1 ccm Wasser, kocht auf, fügt zur erkalteten Lösung 5 ccm der verwendeten Salzsäure und 2 ccm 4%ige Kaliumjodidlösung. Dann läßt man 10 Minuten im geschlossenen Gefäß stehen. Man titriert wie bei der Analyse zunächst auf Gelbfärbung, dann nach Verdünnen mit ausgekochtem Wasser auf 20 ccm und nach Zusatz von Stärkelösung auf schwach-

<sup>1)</sup> Mikrochemie IV, 155 (1926).

rötliche Färbung. Der erhaltene Blindwert ist von der bei der Analyse verbrauchten Thiosulfatmenge zu subtrahieren.

Berechnung: 1 ccm n/100 Thiosulfat entspricht 0,3748 mg Arsen.  $\log. \% \text{ As} = \log. (0,3748) + \log. (\text{ccm Thiosulfat}) + (1 - \log. \text{Einwaage}).$

## Bestimmung von Metallen in Salzen nach F. Pregl.

(Rückstandsbestimmung.)

Die Bestimmung der Metalle in Salzen erfolgt dem Charakter des Metalles entsprechend entweder direkt durch Verbrennung der Substanz und Bestimmung des Glührückstandes oder durch Abrauchen mit Schwefelsäure. Die Veraschung erfolgt in Mikro- tiegeln aus Porzellan oder Platin, welche eine Höhe von 14 mm, eine obere Weite von 12 mm, eine untere Weite von 10 mm haben, oder im Mikro-Platinschiffchen bzw. Porzellanschiffchen.

**Behandlung der Tiegel.** Das Erhitzen der Tiegel kann auf einem runden, stärkeren Platindeckel oder auf einem kleinen Quarzdreieck erfolgen. Jeder Tiegel wird vor Gebrauch gegläht, dann auf einen Kupfer- oder Aluminiumblock<sup>1)</sup> gestellt und damit in den Exsikkator gebracht. Bei Platintiegeln verwendet man zum Anfassen eine Platinspitzenpinzette. Nach 5 Minuten stellt man den Tiegel auf einen zweiten Metallblock, um das Abkühlen zu beschleunigen; nach weiteren 5 Minuten kann er gewogen werden. Bei Porzellantiegeln dauert das Abkühlen 20 bis 30 Minuten.

**Veraschen der Substanz.** Handelt es sich nur um die Veraschung einer Substanz, stellt man den Tiegel am besten schräg, mit angelehntem Deckel in das Quarzdreieck. Man erhitzt mit der entleuchteten Flamme des Bunsenbrenners zunächst den Deckel und erst nach dem Verkohlen der Substanz beginnt man, damit kein Verlust eintritt (Flugasche), *vorsichtig* von unten zu heizen. Das Veraschen der Substanz läßt sich beschleunigen, wenn man vorübergehend die Flamme zur Seite stellt, nach dem Abkühlen des Tiegels den Rückstand mit *einem* Tropfen Salpetersäure befeuchtet und nach vorsichtigem Erhitzen wieder glüht. Das Anfeuchten mit Salpetersäure kann wiederholt ausgeführt werden. Die Behandlung des Tiegels vor der Wägung ist die gleiche wie früher beschrieben.

**Zufügen von Säure.** Zum Auftropfen von Säure auf die ein-

<sup>1)</sup> Siehe S. 41.