Das beschriebene Aufschliessungsverfahren gewährt weiter den Vortheil, dass es eine Trennung des Zinnsteins von unlöslichen Silicaten, Aluminaten u. s. w. gestattet, so dass diese aus einem derartigen Mineralgemenge gesondert und für sich untersucht werden können.

Scharfer Nachweis von Arsen. O. Schlickum*) gelangte zu einer eigenartigen Arsenreaction, welche $\frac{1}{20}$ mg arsenige Säure, wie Arsensäure, noch deutlich anzeigt.

Gibt man nämlich ein winziges Kryställchen schwefligsaures Natron (0,01—0,02 g) in eine Lösung von 0,3—0,4 g Zinnchlorür in 3—4 g reiner Salzsäure (specifisches Gewicht 1,124), so entsteht nicht allein schweflige Säure, sondern auch Schwefelwasserstoff, und zwar letzterer durch die reducirende Einwirkung des Zinnchlorürs auf die schweflige Säure. Schichtet man nun darüber vorsichtig eine arsenhaltige Salzsäure, so entsteht bei $\frac{1}{20}$ mg arseniger Säure sofort auf der Grenzlinie beider Schichten ein gelber Ring von Schwefelarsen, der sich allmählich nach oben zu verstärkt und bei $\frac{1}{2}$ mg in wenigen Minuten die ganze obere Säureschicht gelb färbt. Bei Arsensäure erfordert die Reaction einige Minuten Frist, tritt aber selbst bei $\frac{1}{20}$ mg Arsensäure sofort ein, wenn man den Probircylinder in warmes Wasser stellt, oder mehrmals vorsichtig durch die Flamme zieht. Dieser Nachweis des Arsens gelingt auch in Wismuth- und Antimonsalzen, weil in der stark salzsauren Lösung Schwefelwismuth, sowie Schwefelantimon nicht zur Ausscheidung gelangen.

Die einzigen Erfordernisse zum Gelingen der Reaction sind Anwendung starker Salzsäure und Zusatz nur eines Minimums von schwefligsaurem Natron. Nimmt man etwas zu viel von letzterem, so scheidet sich allmählich in der unteren salzsauren Zinnchlorürlösung gelbes Schwefelzinn aus. Man kann nun zwar dasselbe, bevor man die zu prüfende Flüssigkeit aufschichtet, durch Erwärmen wieder in Lösung bringen, jedoch scheidet sich dann später, nach dem Erkalten, häufig am Boden des Reagenscylinders gelbes Schwefelzinn wieder aus, was aber nicht leicht Veranlassung zu Verwechslungen geben dürfte, da die Bildung des gelben Schwefelarsens in der oberen Flüssigkeitsschicht vor sich gehen muss.

Ueber Arsenpentasulfid macht Leroy W. Mc. Cay**) eine vorläufige Mittheilung.

*) Pharm. Zeit. **30**, 465. — Archiv d. Pharmacie **223**, 710.

) Chem. News **54, 287.

Erhitzt man eine stark salzsaure Lösung von arsensaurem Alkali, welche mit Schwefelwasserstoffgas gesättigt ist, in einer gut verstopften Flasche eine Stunde lang im lebhaft kochenden Wasserbade, so wird die Arsensäure vollständig als Arsenpentasulfid gefällt. Der gelbe Niederschlag enthält keine Beimengung von Arsentrisulfid und ist chemisch reines Pentasulfid, abgesehen von einer unbedeutenden Menge Schwefel, die aus dem überschüssigen Schwefelwasserstoff durch Einwirkung der in der Flüssigkeit gelösten oder in dem oberen Theil der Flasche verbliebenen Luft entstanden ist. Diese geringe Schwefelabscheidung lässt sich jedoch so gut wie vollständig vermeiden, wenn man vor dem Einleiten des Schwefelwasserstoffs die Lösung auskocht und die Flasche mit frisch ausgekochtem Wasser möglichst anfüllt.

Das auf diese Weise erhaltene Arsenpentasulfid zeigt folgende Eigenschaften:

Schwefelkohlenstoff entzieht demselben keinen Schwefel; es löst sich in starkem Ammoniak ohne Abscheidung von Schwefel auf; die ammoniakalische Lösung, nach dem Verdünnen mit überschüssigem salpetersaurem Silberoxyd geschüttelt und filtrirt, gibt ein klares Filtrat, aus welchem durch vorsichtigen Zusatz von Salpetersäure rothbraunes arsensaures Silberoxyd gefällt wird.

Diese Darstellung des Arsenpentasulfids bestätigt die Arbeit von R. Bunsen*), welcher bereits früher nachgewiesen hatte, dass die Arsensäure durch Schwefelwasserstoff in Pentasulfid verwandelt wird, wenn man Schwefelwasserstoff in grossem Ueberschusse und längere Zeit in die erwärmte Lösung einleitet.

Zur Bestimmung der Phosphorsäure. Eine abgekürzte Methode der Phosphorsäurebestimmung durch Molybdänfällung empfiehlt C. Meineke.**)

Wird der bekannte gelbe Niederschlag, welcher bei der Fällung der Phosphorsäure durch molybdänsaures Ammoniak entsteht, auf 400 bis 500° C. erhitzt, so hinterbleibt, unter vollständiger Abscheidung von Wasser und Ammoniak und unter theilweiser Reduction der Molybdänsäure, phosphormolybdänsaures Molybdänoxyd als ein dunkel, fast schwarz gefärbter Rückstand. Diese Verbindung ist innerhalb gewisser Temperaturgrenzen von grosser Beständigkeit und kann, weil nur wenig hygroskopisch, mit Sicherheit gewogen werden.

*) Liebig's Ann. d. Chemie **192**, 305. — Diese Zeitschrift **18**, 264.

) Repertorium der analytischen Chemie **5, 153.