

Erzeugung hoher Temperaturen, andererseits erlaubt er, den Inhalt des eingesetzten Schmelztiegels fortwährend und längere Zeit hindurch zu bearbeiten, ohne dass Luft einwirkt, Unreinigkeiten hinzukommen oder eine zu starke Abkühlung erfolgt. $\frac{1}{2}$ Pfd. Kupfer oder 6 Unzen Guss-eisen schmelzen darin in 15—30 Minuten. Der Ofen erfordert keinen besonderen luftzuführenden Apparat. — Charles Griffin's*) Oel-ofen wird mit Petroleum gespeist und eignet sich also namentlich für Laboratorien, denen Leuchtgas nicht zur Verfügung steht. Er erfordert ein Luftgebläse und gestattet je nach dessen Stärke grössere Mengen Gusseisen ohne Schwierigkeit zu schmelzen, z. B. 1 Pfd. in 25 Minuten, 5 Pfd. in 60 Minuten. Ich begnüge mich hier, auf diese Oefen und ihre Leistungsfähigkeit aufmerksam gemacht zu haben.

Reinigung arsenikhaltiger Schwefelsäure. Bussy und Buignet**) haben eine interessante Abhandlung über diesen oft bearbeiteten Gegenstand geliefert, deren wesentliche Resultate ich in folgenden Sätzen zusammenfasse.

1. Die Angabe von Dupasquier***), dass in arsenikhaltiger Schwefelsäure das Arsen als Arsensäure enthalten sei, fanden die Verf. in der Regel bestätigt, nur in einigen der untersuchten Schwefelsäuresorten des Handels war das Arsen als arsenige Säure zugegen.

2. Destillirt man unter den bekannten Vorsichtsmaassregeln concentrirte Schwefelsäure, welcher etwas Arseniksäure zugesetzt worden ist (die Verf. fügten zu 500 Grm. 0,5 Grm. Arseniksäure), so dass ein Viertel der Schwefelsäure in der Retorte zurückbleibt, so enthält das Destillat keine Spur von Arsen.

3. Destillirt man dagegen unter gleichen Umständen concentrirte Schwefelsäure, welcher arsenige Säure zugesetzt worden ist, so enthält das Destillat wenn auch sehr geringe, doch deutlich nachweisbare Spuren von Arsen.

4. Die Schwefelsäuren des Handels, in denen sich (mittels Eisen-vitriols oder Strychnins) Salpetersäure oder Untersalpetersäure nachweisen lässt, enthalten alles Arsen als Arsensäure und liefern somit, wenn man sie vorsichtig und in der Art destillirt, dass ein Viertel zurückbleibt, ein vollkommen arsenikfreies Destillat. Setzt man — wie man diess bisher schon zu thun pflegte — der Schwefelsäure vor dem

*) Chem. News Jan. 1864, p. 3. — Polytechn. Centralbl. 1864, p. 395.

**) Journ. de Pharm. et de Chim. 44, 177.

***) Compt. rend. 20, 794.

Erhitzen einige Tausendtheile schwefelsauren Ammons zu, um die Sauerstoffverbindungen des Stickstoffs zu zersetzen, so ist das Destillat auch von diesen frei.

5. Erweisen sich Schwefelsäuren bei Prüfung mit Eisenvitriol oder Strychnin als frei von Sauerstoffverbindungen des Stickstoffs, so bleibt es zweifelhaft, ob vorhandenes Arsen als Arsensäure oder als arsenige Säure zugegen ist. Es ist daher um diesen Zweifel zu heben, erforderlich, der zur Reinigung bestimmten Menge der Schwefelsäure zunächst eine kleine Quantität Salpetersäure zuzusetzen und sie damit zum Kochen zu erhitzen, um so etwa anwesende arsenige Säure in Arsensäure überzuführen. Bei der Destillation setzt man alsdann eine zur Zersetzung der Salpetersäure genügende Menge schwefelsauren Ammons zu.

6. Die Prüfung der Schwefelsäuren auf Arsenik vollführten die Verf. mit Hülfe eines gut construirten Marsh'schen Apparates und unter Verwendung von je 20 Grm. Schwefelsäure.

7. Bei Prüfung der früher empfohlenen Methoden zur Befreiung der Schwefelsäure von Arsen gelangten die Verf. nicht zu befriedigenden Resultaten, namentlich gelang es ihnen nicht das Arsen durch Behandlung der verdünnten Säure mit Schwefelwasserstoff oder Schwefelbaryum, oder der heissen concentrirten Säure mit Chlorwasserstoffgas (Methode von A. Buchner) vollkommen zu entfernen.

Die genannte Abhandlung hat Veranlassung zu zwei anderen gegeben. A. Buchner *) fand sogleich die Ursache, warum die Resultate von Bussy und Buignet von denen abweichen, welche er früher bei Aufstellung seiner Reinigungsmethode der Schwefelsäure erhalten hatte. Es handelt sich nämlich einfach darum, in welcher Oxydationsstufe das Arsen vorhanden ist. Kommt es in der Schwefelsäure als arsenige Säure vor, so lässt das Buchner'sche Verfahren den Zweck leicht und vollständig erreichen, ist dagegen Arsensäure vorhanden, so ist diess nicht der Fall. Fügt man aber in letzterem Falle zu der Schwefelsäure einige Stückchen Kohle, um die Bildung von schwefliger Säure zu veranlassen, so wird vorhandene Arsensäure zu arseniger Säure reducirt, und die Befreiung von dieser gelingt alsdann mittelst eines Stromes von Chlorwasserstoffgas, der durch die erhitzte Säure geleitet wird, leicht. Um sicher zu gehen, rath daher Buchner vor der Anwendung seines Verfahrens die concentrirte Schwefelsäure zuvor

*) Annal. d. Chem. u. Pharm. 130, 249.

mit einigen Stückchen Kohle zu erhitzen oder auch geradezu beim Durchleiten des Chlorwasserstoffgases durch die erhitzte Schwefelsäure einige Kohlestückchen in die Säure zu bringen. Eine Schwefelsäure, in welcher Arsensäure aufgelöst worden war, zeigte sich nach solcher Behandlung absolut arsenfrei.

Blondlot*) hält das von Bussy und Buignet vorgeschriebene Verfahren zur Ueberführung der in Schwefelsäure enthaltenen arsenigen Säure in Arsensäure — Erhitzen mit etwas Salpetersäure — nicht für zweckmässig, weil man dabei leicht eine Schwefelsäure erhalte, welche entweder von Sauerstoffverbindungen des Stickstoffs nicht frei sei oder — bei Anwendung einer zu grossen Menge von schwefelsaurem Ammonium diese zu zerstören — durch die reducirende Einwirkung des Ammoniaks auf Arsensäure wieder arsenige Säure enthalten könne. Er räth die durch Destillation zu reinigende Schwefelsäure in eine Porzellanschale zu bringen, auf je 1000 Grm. derselben 4—5 Grm. gröblich gepulverten Braunstein zuzusetzen und die Säure damit unter Umrühren zum Sieden zu erhitzen. Nach dem Erkalten bringt man die Säure sammt dem noch ungelösten Braunstein in die Retorte und destillirt unter den bekannten Vorsichtsmaassregeln. Schwefelsäure, welcher 1 Proc. arsenige Säure zugesetzt worden war, lieferte — so behandelt — ein arsenfreies Destillat, selbst wenn die Destillation fast bis zur Trockne fortgesetzt wurde.

Was schliesslich die Befreiung verdünnter Schwefelsäure von Arsen durch Schwefelwasserstoff betrifft, so bin ich überzeugt, dass sich auch auf diesem Wege alles Arsen entfernen lässt, wenn man nur dem Umstande Rechnung trägt, dass das Arsen in der Regel als Arsensäure zugegen ist. Man muss daher entweder der Einwirkung des Schwefelwasserstoffs auf die mit 4 Th. Wasser verdünnte Schwefelsäure bei gewöhnlicher Temperatur mehrere Tage Zeit gönnen oder das Schwefelwasserstoffgas einige Zeit hindurch in die auf 70° C. erhitzte verdünnte Säure leiten, diese unter Einleiten des Gases erkalten und dann 12 Stunden absitzen lassen.

Schwefeleisen als Löthrohrreagens. Franz Stolba**) empfiehlt zur deutlicheren und rascheren Erzeugung von Beschlägen auf Kohle einen Zusatz von Schwefeleisen, am besten des gesinterten, welches man durch Zusammenschmelzen von Eisenfeile und Schwefelblumen

*) Compt. rend. 58, 769.

**) Journ. f. prakt. Chem. 90, 461.