

Nachweis von Arsen mittels der Marshschen Probe

Dieser Nachweis dient zum Nachweis von Arsen. Analog dazu können mit diesem Verfahren aber auch Antimon und Germanium nachgewiesen werden.

Geräte:

großes Reagenzglas mit seitlichem Ansatz und aufsitzendem Tropftrichter bzw. ein vergleichbarer *in situ*-Gasentwickler, Schlauch, Pipettenspitze aus Glas, Rückschlagsicherung (hier aus Cu-Draht), Glasscheibe (z.B. ein Uhrglas/Schalendeckgläser u.ä.)

Chemikalien:

Salzsäure (C)



Zink (F, N)



arsen-, antimon-, germaniumhaltige Probe
evtl. eingestuft als:



Wasserstoff (F+)



Arsenwasserstoff (F+, N, T+)



und/oder

Antimonwasserstoff (F+, T+)



und/oder

Germaniumwasserstoff (F+, T+)



Hinweis:

Bei der Reaktion entsteht unter Umständen sehr giftiger Arsen-/Antimon-/Germaniumwasserstoff. Daher unbedingt unter einem Abzug/im Freien arbeiten.

Durchführung:

In dem mittels Stativ befestigten Reagenzglas mit seitlichem Ansatz werden etwa 5-10 g Zink in Form von Spänen oder Staub vorgelegt. Anschließend wird die vermeintlich arsen-/antimon-/germaniumhaltige Substanz als wässrige Lösung (etwa 5 ml) hinzugegeben.

Das Reagenzglas wird mit einem Einlochstopfen und Tropftrichter versehen und der Schlauch, samt Pipettenspitze mit Rückschlagsicherung, am seitlichen Ansatz befestigt. Nun füllt man bei geschlossenem Hahn etwa 25 ml konzentrierte Salzsäure in den Tropftrichter. Ein Brenner oder Feuerzeug wird vorbereitet, der Hahn des Tropftrichters vorsichtig, unter Kontrolle der Gasentwicklung, geöffnet und nach kurzem Warten, bis das entstehende Gas die Apparatur ausgefüllt hat, eine Flamme an das Ende der Pipettenspitze gehalten um den Gasstrom zu entzünden.

Nun wird eine Glasscheibe in die Flamme gehalten damit sich entsprechende Metalle an der Scheibe abscheiden können.

Besteht der Spiegel lediglich aus Arsen kann dieser mit ammoniakalischer Wasserstoffperoxidlösung, Thiosulfatlösung oder Hypochloritlösung aufgelöst werden, was als eindeutiger Nachweis von Arsen angesehen werden kann.

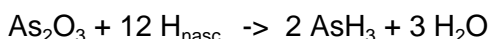
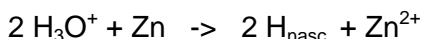
Entsorgung:

Abgeschiedene Antimon-/Germaniumreste gibt man zu den anorganischen Abfällen. Arsen wird mit ammoniakalischer Wasserstoffperoxidlösung abgewaschen und die Abfalllösung dann als arsenhaltiger Abfall entsorgt.

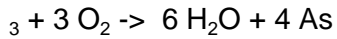
Der Rest der Lösung im Gasentwickler wird neutralisiert. Im Falle des Vorhandenseins von Arsen sollte der Rückstand als arsenhaltig entsorgt werden.

Erklärung:

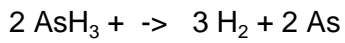
Die Reaktion von Zink mit Salzsäure setzt naszierenden Wasserstoff frei, welcher mit den Metallverbindungen unter Bildung des entsprechenden Metallwasserstoffs und Wasser reagiert (hier am Beispiel von Arsentrioxid):



Dieser entsprechende Metallwasserstoff ist hitzeempfindlich und zersetzt sich bei Verbrennung an der Luft innerhalb der Flamme zum reinen Metall.



Aufgrund der Hitzeempfindlichkeit des Metallwasserstoffes ist es weiterhin auch möglich, diesen bereits in einem mit einem Brenner erhitzten Glasrohr zum entsprechenden Metallspiegel zu zersetzen. Dies könnte durch das einfache Einbauen eines Glasrohrzwischenstückes in den Schlauch erfolgen. Bei der Zersetzung des Metallwasserstoffes würde Wasserstoff freigesetzt.



Bilder:



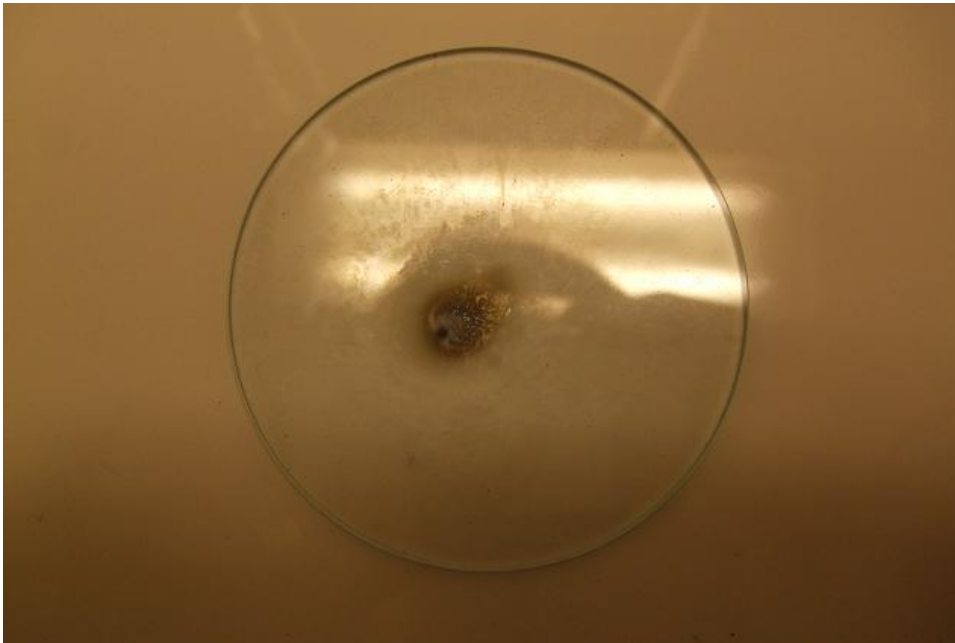
Der Versuchsaufbau (hier noch ohne Rückschlagsicherung in der Pipettenspitze)



Das Reaktionsgemisch bei der Zugabe von Salzsäure



Flamme des abbrennenden Wasserstoffs, Rückschlagsicherung aus Cu-Draht, ebenfalls gut erkennbare Arsenabscheidung an der Glasinnenseite der Pipettenspitze



Der Arsenspiegel

Link zum Video: <http://www.youtube.com/watch?v=-vUZdAwgl2g>