

**Mitteilungen aus dem pharmaceutischen Institut
der Universität Königsberg.**

**Über den Nachweis von Zinn, Antimon und Arsen
im Gange der qualitativen Analyse.**

Von Dr. Ernst Pieszczyk,
Assistent am pharmaceutischen Institut.

(Eingegangen den 6. XII. 1891.)

Die meisten Anleitungen für die qualitative Analyse lassen bekanntlich die obengenannten drei Körper in folgender Art nachweisen:

Der durch Schwefelwasserstoff aus saurer Lösung erhaltene Niederschlag werde mit Schwefelammonium behandelt. Die Sulfide des Zinns, Antimons und Arsens lösen sich und werden nach geschehener Filtration aus dieser Lösung durch Ansäuern mit Salzsäure gefällt. Die ausgeschiedenen und wohl ausgewaschenen Sulfide behandle man mit Ammoniumkarbonat, wodurch Schwefelarsen gelöst wird, während die Sulfide des Antimons und Zinns zurückbleiben. Man bringt letztere hierauf durch Kochen mit Salzsäure — einige Anleitungen lassen derselben wenig Kaliumchlorat zufügen — in Lösung und prüft einen Tropfen der letzteren auf dem Platinbleche durch Hineinlegen eines Zinkkornes; Antimon scheidet sich als schwarzer Fleck, Zinn als grauer Metallschwamm aus. Erhitzt man diese ausgeschiedenen Metalle mit Salzsäure, so geht Zinn als Chlorür in Lösung, in welcher es durch Quecksilberchlorid nachgewiesen werden kann; Antimon bleibt zurück.

Diese Methode, obwohl sehr beliebt, hat doch manche Nachteile, welche sie, namentlich in der Hand des weniger Geübten, bisweilen unsicher machen. — Enthält eine Substanz z. B. Kupfer neben Zinn, so kann, namentlich wenn bei der Lösung des Schwefelzinn- + Schwefelantimonniederschlags auch Kaliumchlorat verwendet wurde, auf dem Platinbleche ein braunschwarzer für Antimon zu haltender Fleck entstehen, ohne daß dieser Körper vorhanden wäre; der Fleck rührte in diesem Falle von Kupfer her, dessen Schwefelverbindung, wie bekannt, nicht unerheblich in Schwefelammonium löslich ist. Wie direkte Versuche lehrten, werden in der That salzsaure, sehr verdünnte Kupferlösungen durch Zink auf Platin in ganz ähnlicher Weise gefällt wie verdünnte Antimonlösungen.

Enthält eine Substanz ferner neben viel Zinn wenig Antimon so kann der Antimonfleck auf dem Platin durch gleichzeitig ausgeschiedenen Zinnschwamm verdeckt, jedenfalls undeutlich gemacht werden, da das Zinn bei größeren Mengen sich nicht nur auf dem Zinkkorn, sondern auch auf dem Platinbleche niederschlägt. Die Trennung der durch das Zinn ausgeschiedenen Metalle Zinn + Antimon durch Salzsäure endlich ist unbequem und wegen des Bleigehaltes des meisten käuflichen Zinks auch unsicher.

Auf Grund vieler Versuche empfehle ich dieses Verfahren wie folgt abzuändern:

Die aus der Schwefelammoniumlösung durch Salzsäure gefällten Schwefelmetalle behandelt man wie oben zur Lösung etwaigen Schwefelarsens mit Ammoniumkarbonat. Die Lösung wird in bekannter Weise weiter auf Arsen geprüft.

Schwefelzinn und Schwefelantimon, welche ungelöst bleiben, werden unter Kochen in konzentrierter Salzsäure — ohne Zusatz von Kaliumchlorat — gelöst, und es wird nun ein größerer Tropfen dieser Lösung samt einem **Zinnkorn** auf einen Platintiegeldeckel gegeben. Das Antimon scheidet sich, wie bei Anwendung von Zink, auf dem Platin als braun- bis tiefschwarzer Fleck aus; Kupferspuren können hier niemals Anlaß zur Verwechselung geben, da dieses Metall, wie der Versuch lehrte, durch Zinn in salzsaurer Lösung in seiner charakteristischen Weise als fleischroter, glänzender Metallüberzug auf dem Platin niedergeschlagen wird. Übrigens löst die Salzsäure für sich allein kaum etwas Schwefelkupfer. Ferner erscheint es vorteilhaft, daß bei Anwesenheit von Zinn neben Antimon in der salzsaurer Lösung ersteres Metall durch das Zinnkorn natürlich nicht ausgefällt werden kann, eine Überlagerung des Antimonfleckes mithin hier unmöglich ist und dieser also in seiner ganzen Deutlichkeit hervortreten kann.

Für den Nachweis des Zinns digeriert man am besten einen anderen Teil der salzsaurer Lösung des Schwefelzinn- + Schwefelantimonniederschlages ca. 10 Minuten mit blankem Eisendraht; das als Chlorid vorhandene Zinn wird durch das Eisen zu Chlorür reduziert. Man filtriert und fügt wenig Quecksilberchloridlösung unter Erwärmen zu. Bei Anwesenheit von Zinn entsteht ein weißer, später grau werdender Niederschlag von Quecksilberchlorür bzw. Quecksilbermetall.

Antimon, welches durch das Eisen metallisch in Form schwarzer Flocken gefällt wird, kann, nachdem es in wenig Königswasser gelöst ist, durch Schwefelwasserstoffwasser nachgewiesen werden.

Bei der Analyse von Legierungen lassen einige Anleitungen die Legierung in Königswasser lösen, andere schreiben die Behandlung derselben mit Salpetersäure (spez. Gewicht 1,3) vor. Letzteres Verfahren ist meines Erachtens dem ersteren entschieden vorzuziehen. Enthält eine Legierung Blei oder Silber, so wirkt wegen der Schwer- bzw. Unlöslichkeit der Chloride dieser Metalle Königswasser nur schwierig ein, andererseits gestattet die Anwendung der Salpetersäure, Zinn, Antimon, sowie einen Teil des Arsens vorweg abzuscheiden. Die drei letztgenannten Metalle scheiden sich bekanntlich in Form eines weißen Pulvers als Metazinnsäure, Antimonoxyd bzw. Antimonsäure verbunden mit Arsensäure aus.

Als bestes Lösungsmittel dieses abfiltrierten und ausgewaschenen Gemenges erwies sich gelbes Schwefelkalium — hergestellt aus 20 proz. Kalilauge in der Art des Schwefelammoniums —, in welchem es sich unter Bildung von Sulfosalzen beim Erwärmen leicht löst. Säuert man diese Lösung mit Salzsäure an, so fallen die drei Metalle als Sulfide aus und können nun weiter, wie oben angegeben, unter Anwendung von Ammoniumkarbonat, Zinn, sowie metallischem Eisen näher gekennzeichnet werden.

Über die Alkaloide der Arekanufs.

Von E. Jahns, Apotheker in Göttingen.

Es kann einigermaßen befremdlich erscheinen, daß ein so wichtiges, Millionen von Menschen unentbehrliches Genußmittel, wie es die Arekanufs ist, nicht schon früher die Aufmerksamkeit der Chemiker auf sich zog und zu ebenso eingehenden Untersuchungen Veranlassung gegeben hat, wie sie uns bei anderen menschlichen Genußmitteln vorliegen. Während in jeder anderen Beziehung die Litteratur über die Arekanufs und das Betelkauen eine sehr reichhaltige ist, liegen aus früherer Zeit nur zwei Untersuchungen vor, welche über ihre Bestandteile Aufschluß geben. Erst in neuester Zeit, seitdem die Arekanufs auch bei uns, und zwar als Arzneimittel, Verwendung gefunden hat, sind von mehreren Seiten eingehendere Untersuchungen in Angriff genommen, die in erwünschter Weise die noch vorhandenen Lücken in der chemischen Kenntnis dieser Droge ausfüllen. Auch die vorliegende Mitteilung be-