

es ein vortreffliches Mittel zur Bereitung eines richtig beschaffenen, stets gleichförmigen, fein zertheilten *Aethiops martialis* darbieten. Man brauchte es zu diesem Endzweck nur in einer Retorte, oder sonst vor Luftzutritt geschützt, bis zur Austreibung des Wassers zu erhitzen.¹⁾

**Bemerkungen über die Bd. XIX dieser Annalen
angegebene Methode zur Darstellung eines
reinen Antimons;
von J. Liebig.**

Herr Hofrath Buchner hat bei der Darstellung von arsenfreiem Antimon nach der von mir beschriebenen Methode einige Erfahrungen gemacht (*Repert. n. R.* Bd. VIII S. 265), welche mich veranlassen, einige Vorsichtsmaßregeln zu berühren, ohne welche diese Methode die Vortheile nicht gewährt, die man erwarten kann.

Es ist nämlich Hrn. Hofrath Buchner erst nach dem vierten Schmelzen mit kohlensaurem Natron gelungen, das Antimon arsenfrei zu erhalten; sodann betrug der Gewichtsverlust bei seiner Reinigung nicht 6 — 7 pCt., wie in meinen Versuchen, sondern 14 pCt., zuletzt enthielt sein Regulus noch Blei, Spuren von Eisen und Kupfer. Wenn man das Antimon in 2 bis 3 Schmelzungen arsenfrei erhalten will, so ist die erste Bedingung, die man zu erfüllen hat, dass man das Hineinfallen von

¹⁾ Vergl. *Annal. d. Pharm.* XX. 8. 229 und 230.

Kohlenstaub oder Kohlenstückchen während des Schmelzens auf das sorgfältigste vermeide; ich habe erwähnt, dass das Arsenik in den Schlacken im oxydirten Zustande enthalten ist; durch die Kohle wird die Arsen- oder arsenige Säure reduzirt und der Regulus, wie sich von selbst versteht, auch wenn er schon frei von Arsenik wäre, wieder arsenikhaltig.

Der im Handel vorkommende Regulus ist entweder bei Gegenwart eines Ueberschusses von Eisen erhalten worden, oder die Menge des zugesetzten Eisens war zur Reduction nicht hinreichend.

In ersterem Fall enthält der Regulus eine Verbindung von Eisen mit Antimon, gemengt mit Schwefeleisen, welche sich mit dem übrigen Antimon mischen.

In dem anderen Fall enthält der Regulus eine gewisse Menge Schwefelantimon und Schwefeleisen.

Schwefeleisen und Antimon besitzen beinahe gleiches specifisches Gewicht, woher es kommt, dass sich beide bei der Darstellung des Regulus nicht vollkommen von einander trennen und dass das erstere in dem Regulus nie als Gemengtheil fehlt.

Die von mir beschriebene Methode ist vorzugsweise auf die Reinigung von Regulus Antimonii berechnet, welcher kein Antimoneisen enthält, wie man bei aufmerksamem Durchlesen meiner Abhandlung leicht bemerkt.

Ich habe seither die Erfahrung gemacht, dass der Antimoneisen enthaltende Regulus, eben so häufig im Handel vorkommt als der andere, den ich zufällig in Bearbeitung genommen habe.

Dasselbe ist der Fall gewesen mit dem käuflichen Regulus, den Hrn. Hofrath Buchner seinen Versuchen unterworfen hat, und der grössere Gewichtsverlust bei seiner Reinigung erklärt sich daraus leicht.

Reines Antimon verliert beim Schmelzen mit kohlen-saurem Natron nicht merklich an seinem Gewichte, je unreiner das Metall aber war, d. h. je mehr Schwefeleisen und Schwefelantimon es enthält, desto grösser ist der Gewichtsverlust bei dieser Behandlung.

Ich habe erwähnt, dass alles Schwefeleisen in die Schlacke einzieht. Enthält der rohe Regulus Eisen oder Schwefelantimon, so wird der Verlust zum Theil ersetzt, durch das Antimon, welches aus dem zugesetzten Schwefelantimon durch das vorhandene Eisen reducirt wird, oder durch Antimon, welches beim Schmelzen von überschüssigem kohlen-saurem Natron mit Schwefelantimon unter allen Umständen regulinisch abgeschieden wird. Diese Quantität beträgt 14—17 pCt. von dem Gewichte des Schwefelantimons. Bei der Beschreibung einer Methode zur Darstellung eines Präparates handelt es sich, wie sich von selbst versteht, vor allem um das Princip der Methode, und wenn die Zusammensetzung des Materials wechselt, welches verschiedene Bearbeiter zur Darstellung wählen, so weichen die erhaltenen Resultate ab, wenn die Methode nicht, nach der Einsicht des Bearbeiters, dem Material angepasst, d. h. modificirt wird.

Bei der Reinigung eines Regulus welcher Antimoneisen enthält, muss der Zusatz von Schwefelantimon vergrößert werden und zwar in dem nämlichen Verhältniss, als der Eisengehalt steigt. Es lässt sich darüber kein bestimmtes Maas angeben, da sich Niemand die Mühe geben wird, das rohe Antimon vor der Reinigung einer quantitativen Analyse zu unterwerfen. Ich habe ausdrücklich erwähnt, dass der Zusatz von Schwefelantimon wechseln muss, je nach dem Gehalt des Regulus an fremden Metallen. Hat man die Absicht, grössere Quantitäten von rohem Regulus zu reinigen, so ist es unter allen Umständen zweckmässig,

vorher eine Probe von einem halben Pfunde Metall nach der gegebenen Vorschrift zu behandeln, man wird alsdann leicht beurtheilen können, ob der Zusatz von Schwefelantimon vergrößert werden muss oder nicht. Auch wenn man mehr Schwefelantimon nimmt, als gerade nöthig ist, so ist dem Verlust an Antimon beizukommen, wenn man die antimonhaltige Schlacke sammelt und mit Zusatz von Kohle schmilzt, wodurch aber freilich ein sehr unreines an Arsenik sehr reiches Antimon gewonnen werden wird.

Bei der Prüfung des erhaltenen reinen Metalls auf Arsenik und fremde Metalle, muss man darauf bedacht seyn, Stücke aus dem Innern des Regulus zu wählen; es ist klar, dass man alle Unreinigkeiten wieder findet, wenn Theile von der Aussenseite, die nicht vollständig von der Schlacke befreit sind, einer Untersuchung unterworfen werden. So wird es sich denn auch mit den Spuren von Eisen etc. verhalten, welche Hr. Hofrath Buchner in seinem reinen Regulus gefunden hat: ich habe die angegebene Methode so oft und durch so verschiedene Hände prüfen lassen, dass ich nicht den mindesten Zweifel darüber habe. Was das Blei betrifft, so habe ich ganz besonders hervorzuheben, dass dieses niemals nach diesem Verfahren abgeschieden werden kann; diess beruht darauf, dass Bleioxyd von metallischem Antimon reducirt wird, indem sich Antimonoxyd bildet.

Wenn der Verlust an Metall wie in meinen Versuchen nur $6\frac{1}{4}$ pCt. beträgt und das Pfund Regulus zu seiner Reinigung nur 1 Unze Schwefelantimon und $4\frac{1}{2}$ Unze kohlensaures Natron erfordert, so betragen die Unkosten für das Pfund, Feuer, Tiegel und Arbeit ungerechnet, nicht über 6 Kr. Herr Hofrath Buchner zweifelt sehr, dass es irgend einem technischen Chemiker gelingen wird, bei Arbeiten mit grösseren Quantitäten mit einem so

kleinen Verluste wegzukommen, dass es ihm nicht gelungen sey, ergebe sich aus seinen Versuchen. Ich bin ganz mit ihm einverstanden, dass diess von der Qualität des zur Reinigung gewählten Regulus abhängig ist und nicht von der Geschicklichkeit des Chemikers.

Herr Hofrath Buchner sagt S. 270 seiner Notiz: «Ist das Schwefelantimon bleihaltig, so ist es am besten, den Regulus daraus nach Berthiers Methode darzustellen etc.» Ich bemerke hierzu, dass ein bleihaltiges Schwefelantimon unter allen Umständen einen bleihaltigen Regulus liefert.

J. L.

Ueber die Darstellung des Jodes und Bromes; von *Bussy*.

Das zur Gewinnung des Jodes gewöhnlich befolgte Verfahren, welches darin besteht, dass man die Mutterlaugen der Vasee-Soda durch concentrirte Schwefelsäure zersetzt, giebt wie man schon längst erfahren hat desshalb so veränderliche Resultate, weil bei der Destillation ein Theil des Jodes entweder als Jodwasserstoffsäure oder als Chlorjod übergeht, wodurch in beiden Fällen ein nicht unbedeutender Verlust des Productes entsteht.

Um diesem Uebelstande vorzubeugen, hat Soubeizan ¹⁾ vorgeschlagen, das Jod aus den Mutterlaugen,

¹⁾ *Journal de Pharmacie* t. XIII. n. 427.