

Zur Antimonbestimmung.

(Briefliche Mittheilung.)

Von

Franz Becker.

In letzter Zeit wurde ich öfters veranlasst, Antimonerze auf ihren Antimongehalt in kürzester Zeit zu untersuchen. Der bekannte Weg, das Erz mit Salpetersalzsäure zu lösen, die Lösung mit Schwefelammonium zu digeriren, das Filtrat mit Salzsäure zu zersetzen etc., währte mir zu lange; ich schlug daher mit bestem Erfolg folgenden Gang der Analyse ein:

1 Theil Erz wurde mit 3 Theilen kohlsaurem Natronkali und 3 Theilen Schwefel gemischt, im Porzellantiegel geschmolzen, die Schmelze mit heissem Wasser ausgezogen, das Filtrat mit Salzsäure zersetzt und das ausgeschiedene Schwefelantimon auf bekannte Art in Antimonoxyd-antimoniat übergeführt und als solches gewogen.

Die ausgelaugte Schmelze enthielt keine nachweisbare Spur Antimon mehr; diese Bestimmungsweise ermöglicht demnach in wenigen Stunden mit genügender Genauigkeit eine Bestimmung des Antimons in seinen Erzen vorzunehmen.

Bei der Ausführung dieser Untersuchungen wurde ich von meinem Assistenten Herrn Theodor Malsch unterstützt.

Zur Aufsuchung des Morphins.

(Briefliche Mittheilung.)

Von

Dr. Eugen Buri.

Bei der Aufsuchung der Alkaloide nach dem Stas-Otto'schen Verfahren dient bekanntlich Amylalkohol zum Ausschütteln des Morphins. Verdampft man den abgehobenen Amylalkohol im Wasserbade, wie das gewöhnlich geschieht, so erhält man das Morphin als amorphen Rückstand, gemengt mit den in den Amylalkohol übergegangenen Verunreinigungen. Es ist aber leicht, das Morphin in gut ausgebildeten Krystallen zu erhalten. Statt den Amylalkohol im Wasserbade zu verdampfen, lässt man denselben in einem Uhrglase bei gewöhnlicher Temperatur

freiwillig verdunsten. Auf diese Weise erhält man das Morphin in gut ausgebildeten Krystallen. Ist die Menge des Amylalkohols zu beträchtlich, so verdampft man zunächst im Wasserbade zur Trockne, behandelt den Rückstand mit wenig (1—2 cc) angesäuertem Wasser, giesst vom Ungelösten ab, übersättigt mit Ammon und schüttelt nun von neuem mit wenig Amylalkohol (2—3 cc) aus. Lässt man den abgehobenen Amylalkohol, wie angegeben, freiwillig im Uhrglase verdunsten, was allerdings 1—2 Tage dauert, so erhält man vollkommen ausgebildete, sehr reine Krystalle von Morphin, welche alle Reactionen ausgezeichnet geben. Die noch vorhandenen Verunreinigungen befinden sich zum grössten Theile als amorpher Ring am Rande des Uhrglases. Der Versuch gelingt mit äusserst geringen Mengen des Alkaloides.

Das freiwillige Verdunsten der Amylalkohollösung liefert weit sicherer das Morphin in Krystallen, als die von Dragendorff*) angegebenen Methoden.

Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie.

I. Allgemeine analytische Methoden, analytische Operationen, Apparate und Reagentien.

Von

H. Fresenius.

Gasanalyse. In dieser Zeitschrift 16, 216 berichtete ich über Clemens Winkler's Anleitung zur chemischen Untersuchung der Industriegase und zwar über die erste Abtheilung, welche die qualitative Gasanalyse umfasst. Seitdem hat Winkler**) den ersten Abschnitt der zweiten Abtheilung veröffentlicht und darin die bei quantitativen Gasanalysen in Betracht kommenden Operationen, Apparate und Geräthschaften

*) Beiträge zur gerichtlichen Chemie einzelner organischer Gifte. Petersburg 1872; S. 126.

**) Anleitung zur chemischen Untersuchung der Industriegase von Dr. Clemens Winkler, Bergrath, Professor der Chemie an der K. S. Bergakademie Freiberg. Zweite Abtheilung: Quantitative Analyse. Erste Lieferung. (Erster Abschnitt: Operationen, Apparate und Geräthschaften.) Mit 85 in den Text eingedruckten Holzschnitten und einer lithographirten Tafel. Freiberg, J. G. Engelhardt'sche Buchhandlung (M. Isensee) 1877.