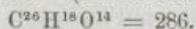


**) Im chemischen Apothekerbuch (1867) S. 230 habe ich den in Aether unlöslichen wesentlichen Bestandtheil des offic. Jalapenharzes Jalapin, den in Aether löslichen Convolvulin genannt. Es konnte mir nicht unbekannt sein, dass diese Namen gegenwärtig fast allgemein in umgekehrter Bedeutung gebraucht werden. Ich kann aber dem nicht beipflichten, denn so lange die officinelle Droge den officinellen Namen Jalapa führt, halte ich es auch für folgerecht den Hauptbestandtheil derselben Jalapin zu nennen (vgl. Flückiger in seinem klassischen Lehrbuche der Pharmakognosie S. 252. Anm.). — Der Name Convolvulin scheint mir überhaupt übel gewählt, denn der also bezeichnete Stoff, gleichviel nach welcher Richtung hin, ist ja kein Gemeingut aller Convolvulaceen. Für das in Aether lösliche Harz dürfte der von Flückiger (a. a. O. 247) vorgeschlagene Name Orizabin, oder auch der schon anderweitig gebrauchte Name Scammonin (von Scammonium abgeleitet, wovon dieser harzige Körper einen wesentlichen Bestandtheil ausmacht) passender sein.

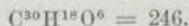
Salicinum. (Salicina. Salicin.)



Farblose glänzende feine prismatische Krystalle, geruchlos, von sehr bitterm, weidenrindeähnlichem Geschmacke; auf Platinblech oder einem dünnen Porzellanschälchen mässig erwärmt, zu einer farblosen Flüssigkeit schmelzend, welche bei stärkerem Erhitzen weisse Dämpfe vom Geruche nach salicyliger Säure ausstösst. Noch mehr tritt dieser charakteristische Geruch hervor, wenn etwas (etwa 1 Decigrmm.) von dem Präparate in einem Kölbchen mit einem Gemisch aus gleichen Volumen einer kalt gesättigten Lösung von rothem chromsauren Kali und officineller verdünnter Schwefelsäure übergossen und gekocht wird. Hat man bei diesem Versuche gleichzeitig einen mit einer stark verdünnten Lösung von schwefelsaurem Eisenoxyd oder Eisenchlorid getränkten Streifen ungeleimten Papiers in die Mündung des Kölbchens eingelassen, so färbt sich das Papier violett. — In einem Reagircylinder mit reiner concentrirter Schwefelsäure übergossen, färbt sich Salicin schön roth. — Wird in einem Reagircylinder etwa 1 Decigrmm. davon mit nahehin 2 Grmm. officineller reiner Salpetersäure übergossen, so löst es sich ohne besondere Färbung auf; wird das Gemisch über der Weingeistflamme erwärmt, so tritt sofort eine heftige Reaction ein, es entwickeln sich reichliche Dämpfe von Untersalpetersäure und die Flüssigkeit färbt sich gelb. Wird mit der Erwärmung fortgefahren bis die Entwicklung der gelben Dämpfe nachgelassen und die Flüssigkeit eine blassgelbe Farbe angenommen hat, letztere dann in eine concentrirte Lösung von essigsurem Natron eingetragen, so nimmt die Mischung sofort eine tiefe orangegelbe Farbe an und ein damit kurze Zeit digerirter Faden weisser Wolle färbt sich dauernd citrongelb (vgl. S. 42). — In Wasser und Weingeist ist Salicin reichlich löslich. Werden in einem Reagircylinder etwa 3 Decigrmm. davon mit 4 C. C. Wasser übergossen, darauf erwärmt, ein wenig officinelle reine Salzsäure zugefügt und mit dem Erwärmen fortgefahren, so tritt bald eine weisse Trübung (Seliretin) ein. Wird nun die trübe Mischung mit Aetznatronlösung bis zur alkalischen Reaction versetzt, darauf ein Tropfen Kupfervitriollösung zugefügt, so findet bei abermaligem Erwärmen Abscheidung von rothem Kupferoxydul statt.

Erkennung
und
Prüfung.

Santoninum. (Acidum santonicum. Santonin, Santoninsäure.)



Kleine, farblose oder durch Einwirkung des Lichtes etwas gelblich gefärbte, glänzende flache prismatische Krystalle; geruchlos und von

Charakteri-
stische Kenn-
zeichen

Charakteristische Kennzeichen.

schwach bitterm Geschmacke. Bei allmählichem Erwärmen auf Platinblech oder einem flachen Porzellanschälchen, zunächst schmelzend, dann in Dämpfe übergehend, welche bei Annäherung der Flamme Feuer fangen und mit stark russender Flamme verbrennen, wobei nichts zurück bleiben darf. Mit reiner concentrirter Schwefelsäure in einem trockenen Reagircylinder übergossen färbt es sich sogleich nicht (Abwesenheit von Salicin u. s. w.), ebenso tritt auch bei nachträglichem Einstreuen von etwas zerriebenem chromsauren Kali keine blaue Färbung ein (Abwesenheit von Strychnin). Officinelle Salpetersäure bewirkt ebenfalls keine Färbung, weder bald noch beim Eintauchen des Cylinders in heisses Wasser. In kaltem Wasser ist Santonin kaum löslich, und auch bei nachträglichem Zusatze einiger Tropfen verdünnter Schwefelsäure findet eine reichlichere Lösung nicht statt. Die abfiltrirte Flüssigkeit schmeckt daher kaum bitter, wird auch durch Gerbsäure- und Pikrinsäurelösung nicht getrübt, weder vor noch bei nachträglichem Zusatze von aufgelöstem essigsäuren Natron (weiterer Beweis für die Abwesenheit von Salicin und bitteren Alkaloiden). Siedendes Wasser nimmt nahehin $\frac{1}{250}$ davon auf. Sehr reichlich wird es von alkalischem Wasser aufgenommen, und aus solcher Lösung durch Zusatz einer verdünnten Säure wieder ausgefällt. Auch in Weingeist, Aether, Chloroform (1 : 3) und Benzin ist das Santonin reichlich löslich, doch wird es durch diese letzteren Lösungsmittel einer alkalischen Lösung nicht entzogen. Die weingeistige Santoninlösung besitzt keine blasenziehende Eigenschaft, zeigt entzündet keine grüne Färbung der Flamme (Abwesenheit von Borsäure), wird aber beim Zusatze von etwas concentrirter Kalilauge vorübergehend carmoisinroth gefärbt.

Nachweis.

Die grosse Löslichkeit des Santonins in Chloroform kann zur Nachweisung und event. auch zur quantitativen Bestimmung desselben in den sogenannten Santoninzelchen benutzt werden. Man verfährt zu diesem Behufe folgendermaassen: in eine etwa 1 Fuss lange, 60 C. C. fassende und vollkommen trockene Glasröhre, deren untere spitz verlaufende Oeffnung durch etwas Baumwolle lose verstopft ist, schüttet man eine abgewogene Menge des getrockneten und zerriebenen Präparats (welche man sehr zweckmässig vorher noch mit einem gleichen Volum groben Glaspulvers vermischen kann), verbindet die so vorbereitete Röhre in zweckmässiger Weise mit einem tarirten kleinen Kolben und giebt 15–20 C. C. Chloroform in dieselbe. Nachdem das Chloroform in den Kolben abgeflossen, giesst man von Neuem etwas davon auf und lässt abermals vollständig abfliessen. Man versieht hierauf das Kölbchen mittelst eines durchbohrten Korks mit einem dreischenkeligen Dampfabführungsrohre und destillirt das Chloroform aus dem Wasserbade ab (vgl. S. 2 Fig. 2). Durch nachträgliche Wägung des Kölbchens, worin das Santonin zurückgeblieben, erfährt man nun dessen Gewicht (Rieckher).

Sapo medicatus. (Medicinische Seife.)

Charakteristische Kennzeichen.

Reinweisses Pulver, frei von ranzigem Geruche, von sehr mildem Geschmacke, in höchst rectificirtem Weingeiste in der Wärme leicht und vollständig oder doch nur mit sehr geringem Rückstande löslich zu einer beim Erkalten sehr bald gelatinirenden (wesentlicher Unterschied von Sapo venetus) Flüssigkeit. Die heisse geistige Lösung zunächst mit gleichviel heissem Wasser und dann mit gutem Schwefelwasserstoffwasser versetzt, darf hierdurch keinerlei farbige Trübung erleiden, welche auf Verunreinigung durch metallische Substanzen hinweisen würde.

Das Zutreffen dieser Verhältnisse bekundet in hinreichendem Maasse die gute Beschaffenheit des zur innern arzneilichen Anwendung bestimmten Seifenpulvers.

Die gemeine Handelsseife oder sogenannte Hausseife unterscheidet sich von der reinen Seife zunächst wesentlich darin, dass zu deren Bereitung weniger reine und auch gemengtere Materialien benutzt werden, ausserdem ist dieselbe mehr oder weniger wasserreich und wohl auch mit Zusätzen sehr verschiedener Art (sogenannte Füllungen) versetzt und verfälscht, wodurch deren Nutzwert nicht selten in sehr hohem Grade beeinträchtigt und der anscheinend niedrige Handelspreis im weitesten Maasse ausgeglichen wird. Derartige Beimengungen sind wesentlich solche organische Substanzen, welche in wohlfeiler Weise die Ausbeute erhöhen und ausserdem die Seife zur Aufnahme einer übergrossen Wassermenge befähigen (Kartoffelstärke, Knochenleim, Harz), und ebenso in gleicher Weise wirksame Mineralstoffe (kohlensaures Alkali, Kochsalz, Knochenerde, Thon, Kieselerde). Behufs der chemischen Untersuchung einer Handelsseife nach dieser Richtung hin wird man am zweckmässigsten folgendermaassen verfahren.

Eine beliebige Menge von der fraglichen Seife wird möglichst fein geschabt, hiervon werden 10 Grmm. abgewogen und diese auf einem tarirten Blatte glatten Fliesspapiers zunächst in gelinder Wärme, dann bei der Temperatur des kochenden Wassers so lange getrocknet, als noch bei wiederholter Wägung eine Gewichtsabnahme sich wahrnehmen lässt. Der gesammte Gewichtsverlust entspricht dem Wassergehalt, welcher bei einer guten Hausseife nicht über 20% betragen sollte, nicht selten aber 70% und wohl noch darüber beträgt (Leimseife, Schwindelseife). — Die trockene Seife wird hierauf fein zerrieben, in einem Setzkolben von passender Grösse mit 80–100 C. C. Weingeist von mindestens 95% Gehalt (sogenannter absoluter Alkohol des Handels) übergossen und im Wasserbade unter öfterem Umschütteln damit gekocht. Die Lösung wird nach kurzer Ruhe noch heiss in einen zweiten Kolben abfiltrirt, der etwaige Rückstand nochmals mit 40–50 C. C. desselben Weingeistes in gleicher Weise behandelt, das Ganze nun auf das tarirte Filter gegeben, Kolben und Filter nochmals mit etwas heissem Weingeist von gleicher Stärke gespült und der Kolben mit den vereinigten spiritösen Flüssigkeiten (a) bei Seite gestellt. Das Mehrgewicht des gut ausgetrockneten Filters nebst Inhalt ergibt den Gehalt der fraglichen Seife an fremden in Weingeist unlöslichen Einnengungen.

Von dem eben bezeichneten Rückstande erhitzt man zunächst eine kleine Probe in einem dünnen Porzellanschälchen allmähig bis zum Glühen. Tritt hierbei keine Verkohlung ein, so sind organische Gemengtheile nicht vorhanden, wohl aber im entgegengesetzten Falle, und der in diesem Falle bei der Verkohlung auftretende Geruch lässt leicht erkennen, ob dieser Gemengtheil thierischer (Leimsubstanz) oder pflanzlicher (Kartoffelstärke) Abkunft ist. Man kann auch etwas von dem unverkohlten und mit heissem Wasser aufgenommenen Rückstande mittelst Jodlösung speciell auf Stärke und mittelst Gerbsäurelösung speciell auf Leim prüfen. — Hatte keine Verkohlung stattgefunden, so besteht der in starkem Weingeist unlösliche Antheil der fraglichen Seife nur aus Mineralstoffen. Man süsst, behufs näherer Prüfung, das Filter zunächst mit heissem Wasser aus und prüft das Filtrat mit Curcupapier und Kalkwasser auf kohlensaures Alkali, mit Höllesteinlösung und Salpetersäure auf Chloralkalimetall, mit Chlorbaryumlösung und Salzsäure auf Schwefelsäuresalze. Ist aber jener Rückstand in heissem Wasser nicht löslich, so kann derselbe nur erdiger Art (Thon, Knochenerde, Kieselerde u. dgl.) sein. Die Kieselerde kann von der Verwendung von sogenanntem Wasserglase (lösliches kiesel-saures Alkali) bei der Seifenbereitung herrühren; in solchem Falle ist die Kieselerde in einer kochenden Lösung von kohlensaurem Alkali löslich und bleibt nach Uebersättigung der alkalischen Flüssigkeit mit Salzsäure, Eintrocknen und Wiederaufnehmen mit Wasser zurück.

Die Prüfung einer für harzfrei ausgegebenen Seife auf einen Gehalt an Harzseife ist schwierig und umständlich, es sei denn dieser Gehalt ein ziemlich bedeutender, in welchem Falle derselbe mehrentheils schon durch den Geruch, die Farbe und die Klebrigkeit beim Waschen der Hände damit sich erkennen lässt. Zur Ermittlung geringer Harzzusätze verfährt man noch am sichersten folgendermaassen. Die erstarrte weingeistige Lösung (a) wird durch Erwärmen verflüssigt, darauf mit gleichviel oder mehr Wasser vermischt und der Weingeist aus dem Wasserbade abdestillirt oder auch mit der nöthigen Vorsicht abdunsten gelassen. Die rückständige wässrige Seifenlösung oder ein Theil davon wird nach weiterer

Hausseife.

Deren
Prüfung.Ermittlung
von Harz,

Verdünnung mit Wasser durch eine Auflösung von schwefelsaurer Magnesia ausgefällt, die abgeschiedene Magnesiaseife wird in einem Filter gesammelt, gut ausgesüsst und auf einer Thonplatte in der Luft getrocknet. Man erwärmt hierauf in einem etwas weiten Reagircylinder 10—15 Grmm. Amylalkohol bis nahe zum Siedpunkt des Wassers durch Eintauchen des Cylinders in eine siedende Kochsalzlösung und trägt von der oben erwähnten Magnesiaseife allmählig ein, bis nach längerem Schütteln eine Lösung nicht mehr stattfindet. Man lässt erkalten, fügt ein gleiches Volum oder auch etwas mehr Wasser zu und stellt den Cylinder bedeckt durch mehrere Tage an einem kalten Orte bei Seite. Die aufgelöste fettsaure Magnesiaseife scheidet sich währenddem zum allergrössten Theil aus, während alle Harzseife, wenn solche vorhanden, gelöst bleibt. Man giesst nun das Ganze in ein Filter, bedeckt dieses mit einer Glasscheibe und stellt bis zum Abflusse aller Flüssigkeit bei Seite. Man giesst diese dann in ein Porzellanschälchen, fügt noch etwas Wasser zu, erwärmt über der Weingeistlampe, bis aller Amylalkohol abgedunstet ist, säuert dann mit verdünnter Schwefelsäure an, erwärmt von Neuem, lässt erkalten, giesst die saure wässerige Flüssigkeit ab und wäscht das Abgeschiedene wiederholt mit Wasser aus, um die Säure zu entfernen. Aus der Quantität dieses Abgeschiedenen, dessen äusserer Beschaffenheit und Verhalten beim Erhitzen ist es nun leicht zu erkennen, ob es Harz ist oder nicht.

von unverseiftemFette

Um in einer Seife unverseifte Fettsubstanz zu erkennen, wird eine gewogene Menge von der fraglichen Seife nach vorgängiger vollständiger Austrocknung mit Benzol, dessen Siedpunkt 85° C. nicht übersteigt, wiederholt heiss ausgezogen, wobei von dem verseiften Fette nur ein sehr geringer Theil, alles unverseifte Fett aber gelöst wird. Der erkaltete Auszug wird filtrirt und in einem tarirten Schälchen oder Becherglase verdunsten gelassen. Das in die Lösung übergegangene unverseifte Fett bleibt zurück und kann als solches leicht erkannt werden (Bolley).

Spiritus aethereus.

(Aether spirituosus, Spiritus sulfurico-aethereus, Liquor anodynus mineralis *Hoffmanni*. Aetherweingeist, Hoffmann's Tropfen.)

Farblose, klare, leicht entzündliche Flüssigkeit von angenehmem Geruche nach Aether, mit reinem Wasser ohne Abscheidung von Aether mischbar, nicht aber mit officineller essigsaurer Kaliflüssigkeit. Die wässerige Lösung ist neutral und soll nach dem Abdunsten des Aethers und Weingeistes auf dem Wasserbade keinen öligen Ueberzug auf der Oberfläche zeigen.

Specif. Gewicht: 0,808—0,812 nach Ph. Bor.

Hiermit stimmen Ph. Germ., Austr., Helvet., Brit. nahehin überein, nicht aber Ph. Gall., welche gleiche Theile Aether und Weingeist, und Ph. Russ., welche 1 Th. Aether und 2 Th. Weingeist vorschreibt (spec. Gew. = 0,800).

Spiritus Aetheris acetic.

(Aether aceticus spirituosus, Liquor anodynus vegetabilis. Essigätherweingeist.)

Klare, farblose, entzündliche Flüssigkeit, angenehm nach Essigäther riechend, mit gleichviel reinem Wasser ohne Abscheidung von Aether mischbar; die Mischung ist neutral oder röthet doch nur sehr schwach Lackmuspapier.

Specif. Gewicht: 0,845—0,850 nach Ph. Bor. ed. VI.

Spiritus Aetheris chlorati.

(Aether chloratus spirituosus, Spiritus muriatico-aethereus, Spiritus Salis dulcis. Chorätherweingeist, versüsster Salzgeist.)

Klare, farblose, entzündliche Flüssigkeit, neutral, von angenehmem, eigenthümlich ätherisch-geistigem Geruche, mit officineller Eisenchlorürlösung ohne Färbung mischbar. Wird in ein Schälchen zunächst etwas destillirtes Wasser und auf dieses behutsam von dem Präparate gegeben, letzteres darauf angezündet und abbrennen gelassen, so reagirt nach dem Verlöschen die rückständige Flüssigkeit sauer und giebt mit Höllensteinlösung einen käsigen weissen Niederschlag, welcher von Salpetersäure nicht gelöst wird.

Specif. Gewicht: 0,815—0,820 nach Ph. Bor. ed. VI. und Ph. Helv. Ph. Germ. schreibt 0,838—0,842 vor.

Spiritus Aetheris nitrosi*).

(Aether nitrosus spirituosus, Spiritus nitrico-aethereus, Spiritus Nitri dulcis. Salpeterätherweingeist, versüsster Salpetergeist.)

Klare, entzündliche Flüssigkeit von schwach gelblicher Farbe, angenehmem, Borsdorfer Aepfeln ähnlichem, ätherisch-geistigem Geruche, mehrentheils Lackmuspapier schwach röthend, mit offic. Eisenchlorürlösung sich dunkel färbend. Wird etwas von dem Präparate über wenig Wasser abbrennen gelassen, so darf der Rückstand beim Zusatze einiger Tropfen Höllensteinlösung keine oder doch nur eine sehr geringfügige weisse Trübung erleiden.

Specif. Gewicht: 0,820—0,825 nach Ph. Bor. ed. VI.; 0,836 bis 0,840 nach Ph. Germ.; 0,845—0,855 nach Ph. Helv., 0,845 nach Ph. Brit.; 0,840—0,850 nach Ph. Russ.

(Betreffend die quantitative Prüfung des Präparats auf Aethergehalt vgl. Chem. Apothekerb. 1867. S. 251.)

*) Der Verf. des Commentars zur Ph. Austr., welche übrigens das Präparat nicht aufgenommen hat, äussert, dass dessen Bereitung grosse Umsicht fordert. Befolgt man jedoch das im Chem. Apothekerb. 1867. S. 250 beschriebene Verfahren, so ist in der That nichts leichteres als dessen Ausführung, und das Product fällt stets gleichmässig aus. Dasselbe gilt von Spiritus Aetheris chlorati.

Spiritus Ammoniaci caustici *Dzondii*.

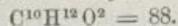
(Ammonum causticum spirituosum. Weingeistiger Salmiakgeist.)

Klare, farblose Flüssigkeit von höchst durchdringendem Geruche nach Ammoniak; ein hineingetauchter Papierstreifen einer brennenden Kerze genähert entzündet sich.

Specif. Gewicht: 0,808—0,810 nach Ph. Bor. ed. VI. und Ph. Germ. Der Gehalt an Ammoniak soll 10 % betragen.

Salpetersäure: man wägt in einem Becherglase 50 Grmm. verdünnte Salpetersäure von $6\frac{1}{4}\%$ Säuregehalt (also offic. reine Salpetersäure von 1,18 spec. Gew. mit der dreifachen Wassermenge verdünnt, somit Salpetersäure von 1,04 spec. Gew.), darauf 10 Grmm. von dem fraglichen Präparate und rührt mit einem Glasstabe um — die Mischung muss neutral oder doch kaum noch sauer reagiren.

Spiritus Amyli. (Alcohol Amyli. Amylalkohol, Pentylalkohol.)

Erkennung
und Prüfung.

Farblose, entzündliche Flüssigkeit von widrigem Geruche, scharfem Geschmacke, auf Wasser ölähnlich schwimmend, in 39—40 Gewth. desselben löslich zu einer neutralen Flüssigkeit, mit Weingeist, Aether, fetten und flüchtigen Oelen in jedem Verhältnisse mischbar. Mit concentrirter Schwefelsäure in dem Verhältnisse von 3:2 giebt Amylalkohol eine violettrothe Mischung, woraus bei baldigem Verdünnen mit Wasser der ölige Alkohol zum Theil wieder abgeschieden wird, nach längerem Stehen aber nicht mehr, indem derselbe nun vollständig in in Wasser lösliches saures schwefelsaures Amyloxyd (Amylschwefelsäure) übergegangen ist.

Specif. Gewicht: 0,818 bei 15° C.

Siedepunkt: zwischen 132 und 133° C.

Fuselöl.

Der rohe Amylalkohol des Handels, auch Fuselöl genannt, hat einen weit niederen Siedpunkt in Folge beigemengten Wassers und niederer Alkohole, besonders Aethyl- oder Weinalkohol; dessen wässrige Lösung reagirt auch gewöhnlich sauer. Der durch Schütteln mit kalihaltigem Wasser und fractionirte Destillation gewonnene, bei 132° C. siedende gereinigte Amylalkohol des Handels behält auch bei wiederholter Rectification diesen Siedpunkt nicht constant bei, sondern letzterer steigt bei fortgesetzter Destillation einer grösseren Quantität allmählig nicht unbedeutend höher. Dies beweist, dass auch dieser gereinigte Amylalkohol nicht absolut rein ist, sondern Einmengungen höherer Alkohole (Hexyl- oder Caproylalkohol, Heptyl- oder Oenanthylalkohol, Octyl- oder Caprylalkohol) enthält, was natürlicher Weise auch von Einfluss ist auf die Reinheit der mittelst desselben dargestellten Baldriansäure und zusammengesetzten Aethere.

Spiritus Ferri chlorati aethereus.

(Aether spirituosus martiatus, Tinctura Ferri chlorati aetherea, Tinctura nervino-tonica *Bestuscheffii*. Aetherische Eisentinctur, Bestuscheff'sche nervenstärkende Tinctur.)

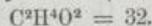
Klare, blassgoldgelbe oder auch farblose (Ph. Russ.) Flüssigkeit von angenehmem ätherischen Geruche und saurer Reaction auf Lackmuspapier; nach starker Verdünnung mit Wasser durch aufgelöstes gelbes und rothes Blutlaugensalz mit blauer Farbe, durch Silberlösung mit weisser Farbe fällbar.

Aelteres
Präparat.

Das Präparat ist eine Auflösung von Eisenchlorür und Eisenchlorid in Aetherweingeist (1% Eisen enthaltend); das durch Einwirkung der Sonnenstrahlen vollkommen farblos gewordene Präparat enthält nur Eisenchlorür. Nimmt das farblose Präparat beim Zutritte der Luft eine blaugrüne Färbung an, so deutet dieses auf einen Rückhalt an Salpetersäure in der benutzten Eisenchloridflüssigkeit, wofür diese mit Anwendung von Salpetersäure bereitet wurde. — Nach der ursprünglichen Vorschrift wurde kein Aetherweingeist, sondern nur reiner Weingeist zur Auflösung des, allerdings auf sehr unständlichem Wege gewonnenen, Eisenchlorids angewendet. Der ätherische Geruch war hier lediglich Folge der ätherificirenden Einwirkung des aus dem Eisenchlorid, durch dessen Reduction zu Eisenchlorür, ausgeschiedenen Chlors auf den Weingeist.

Spiritus Ligni.

(Holzgeist, Methylalkohol, Methyloxyhydrat.)



Farblose, sehr dünne, entzündliche, neutrale Flüssigkeit von eigenthümlichem geistigen Geruche, mit Wasser, Weingeist, Aether in jedem

Verhältnisse mischbar, ebenso mit einer concentrirten Lösung von Chlorcalcium. Mit Aetzkalkflüssigkeit vermischt und gelind erwärmt, durch Eintauchen des Cylinders in heisses Wasser, bräunt sich die Mischung sehr bald.

Specif. Gewicht: 0,798 bei + 20° C.; 0,806 bei + 10° C.; 0,818 bei 0°. — Linnemann hat das spec. Gew. des mittelst Cyanwasserstoffs künstlich erzeugten Methylalkohols (vgl. *Liebig's Ann. d. Ch. u. Pharm. B. 145. S. 38*) zu 0,8574 bei + 21° C. gefunden.

Da das specif. Gew. des Methylalkohols wenig von dem des Aethylalkohols verschieden ist, und da beim Mischen von Methylalkohol mit Wasser auch dieselbe Contraction stattfindet, wie beim Mischen von Aethylalkohol mit Wasser, so zeigen die Mischungen der beiden Alkohole mit Wasser für gleichen Procentgehalt auch ziemlich gleiche specifische Gewichte.

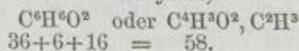
Siedpunkt: 66—67° C., hierin also wesentlich von Weingeist oder Aethylalkohol abweichend.

Im Handel kommt der Holzgeist in verschiedenem Grade der Reinheit vor, und mehrtheils ist derselbe mit einem unangenehmen empyreumatischen Geruche behaftet, welcher dem vollkommen reinen Methylalkohol fremd ist. Fremde Gemengtheile anderer Art sind Methylessigäther (Mesityl) und Acetoxymethylür (Aceton), welche den Siedpunkt erniedrigen, ferner Weingeist und Wasser, welche denselben erhöhen, daher auch bei der Rectification grosser Mengen solchen käuflichen Holzgeistes der Siedpunkt keineswegs constant sich zeigt. Neuerdings hat A. Lieben nachgewiesen, dass reiner Methylalkohol in wässriger Lösung mit Jod und Kali kein Jodoform giebt, und die Entstehung dieses letzteren auf eine Beimengung entweder von Aceton oder von Weingeist (Aethylalkohol) deutet (vgl. *Ann. d. Ch. u. Pharm. Supplementb. VII. S. 378.*)

Holzgeist.

Spiritus pyroaceticus.

(Acetonum. Brenzessiggeist, Hasting's Naphta, Aceton, Acetoxymethylür.)



Farblose, dünne, entzündliche, neutrale Flüssigkeit von eigenthümlichem ätherisch-geistigem Geruche, mit Wasser (ohne Trübung), Weingeist, Aether und einer nicht concentrirten wässrigen Lösung von zweifachschwefeligsurem Natron mischbar (bei starker Concentration letzterer scheiden sich schuppige Krystalle von schwefeligsurem Aceton-Natron ab, welche jedoch bei gelindem Erwärmen wieder verschwinden). Mit concentrirten Lösungen von Chlorcalcium und von Kalihydrat ist Aceton nicht mischbar, sondern scheidet sich oberhalb der Flüssigkeit ätherähnlich aus. Hierdurch ist Aceton vom Holzgeiste (Methylalkohol) und vom Weingeist (Aethylalkohol) zunächst wesentlich unterschieden.

Charakteristische Kennzeichen.

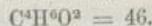
Specif. Gewicht: 0,80 bei + 14° C., 0,814 bei 0°.

Siedpunkt: 56—57° C.

Die beiden letzteren Verhältnisse zusammengenommen und das Verhalten gegen Chlorcalciumlösung geben die sichersten Beweismittel für die Reinheit des Acetons ab, denn sie kommen gemeinsam nur dem echten und unvermischten Aceton zu, welches auch nur allein zur medicinischen Anwendung benutzt werden sollte. Wasser- und Weingeistgehalt kann ausser an dem steigenden Siedpunkte beim Abdestilliren auch mittelst staubig trockenen Chlorcalciums erkannt werden, welches in solchem Aceton klumpig wird und wohl auch zerfliesst. — Das Aceton des Handels entspricht aber nur selten diesen Anforderungen, ist zuweilen auch nur rectificirter Holzgeist, daher wohl auch in vielen Fällen die abweichenden Resultate, welche sich bei dessen arzneilichem Gebrauche ergeben.

Duflös, Handbuch der chemischen Analyse.

Spiritus Vini. (Alcohol Vini. Weingeist, Aethylalkohol.)



Charakteristische Kennzeichen.

Klare, farblose, neutrale, entzündliche Flüssigkeit von mehr oder weniger (je nach dem geringeren oder grösseren Wassergehalte) starkem, eigenthümlichen, geistigen Geruche. Mit Wasser in jedem Verhältnisse mischbar unter Entwicklung von Gasblasen, ebenso mit concentrirten Lösungen von Chlorcalcium und reinem Kalihydrat; letztere Mischung bleibt auch beim Eintauchen des Cylinders in heisses Wasser ungefärbt und erst nach langer Zeit tritt eine schwache Bräunung ein. Aus einer concentrirten Lösung von zweifach-schwefeligsaurem Natron wird dadurch weisses krystallinisches Salz abgeschieden.

Specif. Gewicht und Weingeistgehalt in 100 Gewichtstheilen:

Spiritus Vini absolutus verus (reiner wasserfreier Weingeist): 0,794 bei 15° C., Siedpunkt: 78,5° C.

Spiritus Vini alcoholisatus (Ph. Bor. ed. VI): 0,810 bis 0,813 bei 17½° C. = 94 bis 93 %.

Spiritus Vini rectificatissimus (höchst rectificirter Weingeist): 0,830—0,834 bei 15° C. = 87 bis 86 % oder 91—90 Volumprocente.

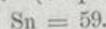
Spiritus Vini rectificatus (Spiritus Vini dilutus Ph. Aust.): 0,890—0,894 bei 15° C. = 61—60 % oder 69—68 Volumproc.

Prüfung.

Wärme und Wasser: man vermischt etwas von dem Weingeist in einer Porzellanschale oder in einem Becherglase mit einem gleichen Volum destillirten Wassers und lässt auf dem Wasserbade den Weingeist verdunsten — das rückständige Wasser darf kein Oelhütchen zeigen, Lackmuspapier nicht röthen, muss von allem Fuselgeruche frei sein und mit Schwefelwasserstoffwasser ohne Trübung sich mischen.

Ein noch empfindlicheres Verfahren zur Prüfung des Weingeistes auf einen Gehalt an Fuselöl und die Art und Abstammung desselben besteht in Folgendem. Man vermischt den zu prüfenden Spiritus mit dem gleichen Volum reinen Aethers und setzt ein dem Volum des Gemisches gleiches Volum Wasser zu. Der Aether nimmt das Fuselöl auf und scheidet sich mit diesem ab; lässt man nun den Aether in einem Porzellanschälchen in freier Luft verdunsten, so bleibt ein Rückstand, der den charakteristischen Geruch des Fuselöls unverkennbar angiebt. Auf diese Weise kann man aus Arak, Rum, Cognac, Getreide- und Kartoffelspiritus u. s. w. die Fuselöle abscheiden und durch den Geruch derselben (so weit man natürlicher Weise damit bekannt ist) die Abstammung eines Spiritus feststellen. (Böttger's polyt. Notizbl. 1870. S. 110).

Stannum. (Jupiter. Zinn.)



Charakteristische Kennzeichen.

Schweres (7,3), auf dem frischen Schmitte fast silberweisses Metall, leicht schmelzbar (228—230° C.). Auf der Kohle mittelst des Löthrohrs im Oxydationsfeuer erhitzt, schmilzt es und bedeckt sich mit Oxyd, welches im Reductionsfeuer wieder verschwindet, während die Kohle ganz nahe um die Probe herum mit einem weissen Beschlage sich bedeckt, der durch keine Flamme sich verflüchtigen lässt. Im fein geschabten Zustande mit offic. reiner Salzsäure übergossen, wird es in der Kälte kaum angegriffen, in der Wärme aber unter Entwicklung von Wasserstoffgas langsam aufgenommen. Bei Berührung mit Platin geht die Lösung rascher von statten.

Die farblose Lösung giebt beim Eintröpfeln in Schwefelwasserstoffwasser einen dunkelkaffeebraunen Niederschlag. Wird etwas von der Lösung mit Wasser verdünnt und darauf ein Streifen Zinkblechs hineingelegt, so wird das Zinn in Gestalt grauer Blättchen oder eines grauen, schwammigen Pulvers (*Stannum praecipitatum*) abgeschieden; nimmt man den Versuch in einem Platinschälchen vor, so färbt sich dieses nicht schwarz (Unterschied von Antimon. Fresenius). — Mit reiner Salpetersäure von 1,36—1,40 übergossen wird das Zinn rasch und unter Selbsterwärmung und Entwicklung gelber Dämpfe zu weissem Zinnoxid oxydirt, letzteres aber nicht gelöst. Die mit Wasser verdünnte und dann abfiltrirte Mischung liefert ein Filtrat, welches weder durch verdünnte Schwefelsäure noch durch Jodkaliumlösung eine Trübung erleidet (Abwesenheit von Blei); ebenso wird auch die klar gebliebene oder klar filtrirte schwefelsäurehaltige Flüssigkeit durch kohlenensaures Natron nicht gefällt (Abwesenheit von Zink).

Man kann Veranlassung haben, Handelszinn speciell auf Kupfer, Blei, Zink, Antimon, Wismuth und Arsen zu prüfen. Dies geschieht folgendermaassen:

a. Prüfung auf Kupfer: man übergiesst in einem Setzkülbchen 4 bis 5 Gramme von dem fein geschabten Metalle mit der sechsfachen Menge officin. reiner Salzsäure, giebt eine Platinspirale oder einen Streifen Platinblechs hinzu und erwärmt so lange als noch eine Einwirkung wahrgenommen wird. Wenn dies nicht mehr der Fall ist, giesst man die Flüssigkeit in ein Becherglas klar ab und wiederholt mit dem Rückstand die Operation noch einmal, doch jedenfalls so, dass noch etwas ungelöst zurückbleibt. Man giesst die Flüssigkeit ab, entfernt das Platin und sässt den Rückstand wiederholt mit Wasser aus, bis das abgegossene Wasser keine saure Reaction mehr zeigt. Den ausgesüßten, geringfügigen Rückstand übergiesst man nun in demselben Setzkolben mit wenig officineller reiner Salpetersäure und lässt im Sandbade eintrocknen. Hierbei wird die geringe Menge zurückgebliebenen Zinnes oxydirt, mit dieser aber auch alles Kupfer, welches in der zum Versuche verwandten Menge des fraglichen Zinnes enthalten war. Der trockene Rückstand erscheint daher in solchem Falle blau oder bläulich, und es kann das Kupfer daraus durch eine Auflösung von kohlensaurem Ammon ausgezogen werden; die Lösung ist blau oder bläulich gefärbt.

Prüfung.

Eine Legirung aus Zinn und Kupfer ist allgemein unter dem Namen Bronze bekannt. Die Mischungsverhältnisse sind wechselnd je nach der Verwendung, worauf auch die üblichen speciellen Benennungen solcher Legirungen sich beziehen, so Glockenmetall (Glockengut, Glockenspeise), Kanonenmetall (Stückgut, Kanonengut), Statuenbronze, welche letztere nicht selten auch geringe Mengen von Zink und Blei enthält. Behufs qualitativer und gleichzeitig auch quantitativer Prüfung wird ein bestimmtes Gewicht (2—3 Gramme) von der vorgängig zerkleinerten Legirung mit reiner Salpetersäure von 1,36—1,40 spec. Gew. in einem Becherglase in der Wärme digerirt, bis alles Metall verschwunden, dann die überschüssige Säure abgeraucht, der Rückstand mit heissem Wasser aufgenommen und das Zinnoxid absetzen gelassen. Die klare Flüssigkeit wird abfiltrirt, der Bodensatz mit Wasser verdünnt, in einem Filter gesammelt und Becherglas und Filter wiederholt mit Wasser ausgesüßt, bis das Abfließende nicht mehr sauer reagirt. Das Zinnoxid (durch einen geringen Rückhalt an Kupfer etwas grünlich gefärbt) wird getrocknet, im offenen Tiegel geglüht und nach dem Erkalten gewogen. Das Gewicht durch 1,271 getheilt ergibt die entsprechende Menge metallischen Zinns. — Die vom Zinnoxid getrennte salpetersaure Flüssigkeit wird in einem Porzellanschälchen mit Smal soviel officineller verdünnter reiner Schwefelsäure, als vom Metalle zum Versuche verwandt worden, vermischt, im Sandbade abgedunstet, bis alle Salpetersäure abgeraucht ist, und der Rückstand hierauf mit Wasser aufgenommen. Ein etwaiger weisser Rückstand ist schwefelsaures Bleioxyd. Die hiervon getrennte klare Flüssigkeit wird in einem Becherglase bis nahe zum Sieden erhitzt und in die heisse Flüssigkeit Schwefelwasserstoffgas einströmen gelassen bis alles Kupfer als Schwefelkupfer gefällt ist. Letzteres wird in einem doppelten Filter, von je gleicher Schwere, gesammelt, mit Schwefel-

Zinn-
Kupfer-
legirungen.

wasserstoffwasser ausgesüsst, bis das Abfliessende auf Lackmuspapier nicht mehr sauer reagirt, dann rasch und scharf getrocknet und gewogen. Das Gewicht durch 1,505 getheilt ergibt die entsprechende Menge metallischen Kupfers. — Die vom Schwefelkupfer abfiltrirte schwefelsaure Flüssigkeit wird zur Hälfte oder darüber verdunsten gelassen, darauf etwas Chlorwasser hinzugefügt und mit Aetzammoniak in Ueberschuss versetzt — ein allmählig sich einstellender, röthlicher Niederschlag ist Eisenoxydhydrat von einem Eisengehalte der Legirung herrührend. — Die klar gebliebene oder klar filtrirte ammoniakalische Flüssigkeit wird mit etwas Schwefelammonium vermischt — eine erfolgende weisse Trübung würde auf die Anwesenheit von Zink hinweisen.

b. Prüfung auf Blei: sämtliche in a gewonnenen salzsauren Lösungen zu welchen auch das Aussüßwasser zugefügt worden, werden an einem passenden Orte, wo die entweichenden Salzsäuredämpfe nicht lästig fallen, bis fast zur Syrupsdicke verdampft, zu dem Rückstande zunächst ein wenig Salzsäure, darauf nahezu das 20fache Volum stärksten Weingeistes zugefügt und das Ganze wohl umgeschüttelt. Vorhandenes Blei scheidet sich als Chlorblei ab, während alles Chlorzinn gelöst bleibt. Nach 24 Stunden sammelt man das Chlorblei in einem tarirten Filter, süsst mit Weingeist vollständig aus, trocknet bei $+ 100^{\circ}$ C., wägt und theilt das Gewicht mit 1,343. Der Quotient ergibt die entsprechende Menge metallischen Bleies. — Dass dieser Niederschlag Chlorblei ist, ergibt sich daraus, dass derselbe durch verdünnte Kalilauge gelöst wird, und Schwefelwasserstoff diese Lösung schwarz fällt.

*Zinn-Blei-
legirungen.*

Das sogenannte Arbeitszinn oder Probezinn und das Schnellloth der Blechner sind Legirungen aus Zinn und Blei in wechselndem Verhältnisse, immerhin aber mit so grossem Bleigehalte (bei dem erstern gewöhnlich $\frac{1}{7}$, bei dem letztern $\frac{1}{3}$ — $\frac{1}{2}$), dass die Aufschliessung durch Salzsäure behufs der quantitativen Bestimmung in der so eben beschriebenen Weise nicht ausführbar ist. Man muss in solchem Falle Salpetersäure anwenden. 2 bis 3 Gramme von der zerkleinerten Legirung werden in einem Becherglase mit einem Uebermaasse von offic. reiner Salpetersäure übergossen, heiss digerirt und, nachdem alles Metallische verschwunden, noch weiter im Sandbade erwärmt, bis der Ueberschuss der Säure zum grossen Theil abgeraucht ist. Der Rückstand wird mit heissem Wasser behandelt, wodurch das Blei als salpetersaures Bleioxyd in Lösung übergeht, das Zinnoxid aber ungelöst (allerdings mit einem geringen Rückhalte an Bleioxyd) zurückbleibt und, wie unter a bei Analyse der Bronze angegeben, weiter behandelt wird. Der Bleigehalt ergibt sich aus dem Mindergewichte des aus dem Gewichte des Zinnoxids berechneten Zinns verglichen mit der zum Versuche verwandten Gewichtsmenge von der Legirung. Oder man versetzt die salpetersaure Flüssigkeit mit 3—4 mal soviel officineller verdünnter reiner Schwefelsäure, als die eben erwähnte Berechnung an vorhandenem Blei ergibt, verdampft bis zur vollständigen Austreibung der Salpetersäure, süsst das zurückbleibende schwefelsaure Bleioxyd vollständig aus, trocknet und wägt. Dessen Gewicht durch 1,4615 getheilt ergibt die entsprechende Menge metallischen Bleies.

Verzinnung.

Auf der Eigenschaft des Zinns der oxydirenden Einwirkung der Luft bei gewöhnlicher Temperatur kräftig zu widerstehen, ebenso auch von schwach sauren, salzigen und fetten Flüssigkeiten kaum angegriffen zu werden, und an und für sich, wenn in geringer Menge in den Organismus übergehend, nicht giftig zu wirken, beruht dessen vielfältige Anwendung zum Ueberziehen anderer Metalle, denen diese Eigenschaften abgehen, zu dienen. Man bezeichnet diese Operation bekanntlich mit dem Namen Verzinnung und wendet dieselbe wesentlich bei Eisen und Kupfer an, welche unter den genannten Einflüssen so leicht der Oxydation unterliegen und oxydirte Theile an die damit in Berührung stehenden mehr oder weniger flüssigen Stoffe abgeben. Ganz besonders ist aber solche Verzinnung bei kupfernen Küchengeräthen wichtig, worin Substanzen behandelt werden, welche entweder unmittelbar oder mittelbar als Nahrungsmittel dienen, gegenfalls diese Substanzen leicht Kupfer aufnehmen und hierdurch vergiftet werden. Soll aber der Zinnüberzug (die Verzinnung) nach allen Seiten hin Schutz gewähren, so muss das dazu verwandte Zinn selbst frei sein von jedem Gehalte an schädlichen Metallen anderer Art, namentlich von Blei, dessen Oxydation und Uebergang in die damit in Berührung befindlichen Stoffe durch Zinn nicht verhindert wird, wie zuerst von A. Pleischel unzweifelhaft nachgewiesen (vgl. Dingler's polyt. Journ.

B. 164. S. 200 u. ff.). Ein sehr einfaches Verfahren, die gute oder schlechte Beschaffenheit einer Verzinnung nach dieser Richtung hin zu prüfen, ist kürzlich von C. Puschner mitgetheilt worden und besteht in Folgendem. Man bereitet sich zuerst eine Lösung von 2 Th. Zinnsalz (vgl. S. 310) in 4 Th. Wasser, der nachträglich noch 1 Th. Salpetersäure und 2 Th. Salzsäure zugesetzt werden, giebt dann etwas von dieser Mischung auf eine Stelle der verzinneten Fläche, lässt einige Minuten darauf verharren und spült dann mit Wasser ab — war das Zinn rein, so erscheint die also behandelte Zinnfläche schön krystallinisch (gemort oder geflammt), enthielt aber das zur Verzinnung benutzte Zinn nur einige Procent Blei, so ist nichts derartiges wahrzunehmen. — Dasselbe Verfahren kann auch benutzt werden, um reine Zinnfolie von bleischer und kupferhaltiger (z. B. Spiegelfolien, welche aus reinem Zinn mit $1\frac{1}{2}\%$ Kupfer legirt bestehen) zu unterscheiden. Mit der oben beschriebenen Flüssigkeit einige Minuten hindurch in Berührung gelassen, zeigt die reine Folie die Erscheinung der Krystallisation sehr deutlich, nicht aber die aus legirtem Zinn bereitete (vgl. a. a. O. B. 189. S. 179).

c. Prüfung auf Zink: aus der in b. gewonnenen weingeistigen salzsauren Flüssigkeit wird der Weingeist verdunstet, der Rückstand nach vorgängigem Zusätze von etwas Salzsäure mit Wasser verdünnt und darein unter öfterem Umschütteln Schwefelwasserstoffgas einströmen gelassen bis zur vollständigen Ausfällung des Zinns. Man filtrirt vom braunen Schwefelzinn ab, süsst dieses mit schwefelwasserstoffhaltigem Wasser gut aus, treibt dann aus dem Filtrate durch Aufkochen allen Schwefelwasserstoff aus und versetzt endlich, ohne das Sieden zu unterbrechen, mit kohlsaurem Natron in Ueberschuss. Bei Vorhandensein von Zink entsteht ein weisser Niederschlag, welchen man sammeln, aussüssen, dann trocknen und durch Glühen in Zinkoxyd überführen kann. Dass es Zinkoxyd ist, ergiebt sich daraus, dass es durch eine Lösung von kohlsaurem Ammon in der Wärme aufgenommen wird (mehrentheils unter Zurücklassung einer geringen Spur Eisenoxyds) zu einer Flüssigkeit, worin Schwefelwasserstoff oder Schwefelammonium eine weisse Fällung veranlassen.

Das sogenannte Schlagsilber (unächttes Blattsilber, Silberschaum) wird aus zinkhaltigem Zinn angefertigt.

d. Prüfung auf Antimon. Nicht selten wird dem zu Geräthen zu verarbeitenden Zinn Antimon zugesetzt, um dessen Härte zu erhöhen und demselben mechanischen Einflüssen gegenüber mehr Widerstandsfähigkeit zu ertheilen (Britaniametall, Pewter, Compositionsmetall). Um solchen Antimongehalt im Zinn zu ermitteln, übergiesst man in einem Reagireylinder oder Kölbchen Abschnitzel von dem Metalle mit offic. Salzsäure, legt einen spiralförmig gewundenen Platindrath oder einen Streifen Platinbleches hinein, stellt den Cylinder in heisses Wasser und lässt ihn darin so lange verweilen als noch Gasblasen aufsteigen. Das Zinn wird gelöst, das Antimon bleibt zurück. Man giesst die saure Flüssigkeit ab, nimmt das Platin heraus und spült die zurückgebliebenen Metallflocken wiederholt mit Wasser ab. Man giebt dann von Neuem Salzsäure auf, fügt wenig Salpetersäure tropfenweise zu und erwärmt bis alles gelöst ist. Man lässt einige Tropfen von der Lösung in Salmiakgeist fallen — bei Anwesenheit von Kupfer entsteht eine blaue Färbung. In solchem Falle wird die saure Flüssigkeit zunächst mit kohlsaurem Natron bis zur alkalischen Reaction versetzt, dann Natriumsulfhydratlösung hinzugegeben und das Ganze wohl verkorkt unter zuweiligem Umschütteln durch einige Stunden an einem mässig warmen Orte stehen gelassen. Man filtrirt hierauf vom ungelösten schwarzen Rückstande (Schwefelkupfer, möglicher Weise auch Schwefelblei, Schwefelwismuth und Schwefelnickel enthaltend) ab, süsst diesen mit Schwefelwasserstoffwasser aus und säuert das alkalische Filtrat mit Salzsäure an — es findet nun eine orangerothe Fällung von Schwefelantimon statt. War in der Legirung Nickel enthalten, so ist ein kleiner Theil des letztern als Schwefelnickel auch in die alkalische Flüssigkeit übergegangen, und man erhält beim Ansäuern dieser letztern nicht den für Antimon charakteristischen orangerothen Niederschlag, sondern derselbe besitzt in Folge des beigemengten Schwefelnickels eine mehr oder weniger dunkelbraune Farbe. Man muss in solchem Falle den Niederschlag mit heisser Salzsäure behandeln, die Flüssigkeit nach Zusatz von etwas Weinsäure mit Wasser verdünnen, filtriren und zu dem Filtrate gutes Schwefelwasserstoffwasser zufügen — es entsteht nun der reine charakteristische farbige Niederschlag. — Ein anderes Verfahren ist folgendes:

Man löst Abschnitzel von dem fraglichen Metalle in Salzsäure unter tropfenweisem Zusätze von Salpetersäure vollständig auf. Die Lösung wird in einem

Zinn-
Antimon-
legirungen.

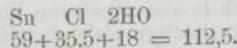
Bechergläse bei mässiger Wärme bis nahe zur Syrupeconsistenz verdunstet, darauf nach vorgängigem Zusatze von etwas Salzsäure mittelst stärksten Weingeistes etwa vorhandenes Blei als Chlorblei abgeschieden. Aus dem bleifreien Filtrate wird der Weingeist durch Abdunsten wieder entfernt, zu dem Rückstande abermals etwas Salzsäure gegeben und die Flüssigkeit in mässiger Wärme mit einem Streifen Blech aus reinem Zinn digerirt. Hierbei geht Zinn in Lösung über und vorhandenes Antimon (ebenso Kupfer und Wismuth) wird in Gestalt eines schwarzen Pulvers metallisch ausgefällt (etwa vorhandenes Nickel bleibt in der zinnhaltigen Flüssigkeit zurück und kann nach Ausfällung des Zinns durch Schwefelwasserstoff und Abfiltriren des Schwefelzinns in dem Filtrate aufgesucht werden). Es kann in einem tarirten Filter gesammelt, mit ausgekochtem Wasser ausgewaschen, getrocknet und endlich gewogen werden. Die Identität wird nachträglich in geeigneter Weise festgestellt (vgl. unter e).

e. Prüfung auf Wismuth. Das soeben erwähnte pulverförmige metallische Antimon kann Wismuth enthalten. Um dies festzustellen, löst man es von Neuem in Salzsäure auf unter Beihilfe von tropfenweise zugesetzter Salpetersäure, verdünnt mit Wasser, setzt Kalilösung bis zur alkalischen Reaction hinzu und leitet dann Schwefelwasserstoffgas ein, oder man versetzt die saure Lösung mit kohlen-saurem Natron bis zur alkalischen Reaction und giebt dann Natriumsulphydratlösung hinzu — das Antimon geht als Schwefelantimon in die Lösung über, Wismuth bleibt als schwarzes Schwefelwismuth ungelöst zurück. Man filtrirt ab, sässt den Inhalt des Filters wiederholt mit schwefelwasserstoffhaltigem Wasser aus, spült ihn dann, nachdem man das Filter mit einem Glasstabe durchstochen, in ein Becherglas ein, lässt absetzen, giesst das überstehende Wasser so weit wie thunlich ab, übergiesst den Rückstand mit officineller reiner Salpetersäure und lässt im Wasserbade eintrocknen. Der Rückstand wird heiss mit wenig officineller Salzsäure aufgenommen, die Lösung mit Weingeist verdünnt, filtrirt und das Filtrat in viel Wasser abtropfen gelassen — bei vorhandenem Wismuth wird weisses basisches Chlorwismuth abgeschieden. Etwa vorhandenes Kupfer ist in der vom basischen Chlorwismuth abfiltrirten Flüssigkeit zurückgeblieben. Wird diese durch Abdunsten concentrirt und darauf mit Aetzammoniak in Ueberschuss versetzt, so entsteht in solchem Falle eine blaue Färbung.

f. Prüfung auf Arsen: 4—6 Grmm. von dem in irgend welcher Weise zerkleinerten Zinn werden in einer Porzellanschale mit der 6fachen Menge offic. reiner Salpetersäure (spec. Gew. 1,18) übergossen, zunächst gelind erwärmt, bis alles Metall oxydirt ist, darauf durch weiteres Erwärmen die überschüssige Salpetersäure ausgetrieben. Auf den fast trockenen Rückstand werden hierauf 60 Gramme offic. reine verdünnte Schwefelsäure gegeben, einige bohngrosse Stücke schwefeligsäures Natron hinzugefügt, die Mischung wohl umgerührt und abermals in gelinder Wärme verdunsten gelassen. Der syrupige Rückstand wird mit 30 Grammen oder 25 C. C. offic. reiner Salzsäure aufgenommen, das Ganze in einen kleinen Destillirkolben (vgl. S. 316) gegeben und in der a. a. O. beschriebenen Weise nahehin die Hälfte von der Flüssigkeit abdestillirt. In dem Recipienten ist schwefelwasserstoffhaltige Salzsäure enthalten. Bei Vorhandensein von Arsen destillirt Chlorarsen über und ruft in dem Recipienten die Abscheidung von gelbem Schwefelarsen hervor. Vgl. Reagentien Nr. 72.

Stannum chloratum crystallisatum.

(Chloretum stannosum crystallisatum, Stannum muriaticum oxydulatum. Zinnchlorür, Einfach-Chlorzinn, Zinnsalz.)



Charakteristische Kennzeichen.

Wasserhelle, nadel- oder säulenförmige Krystalle, gewöhnlich feucht erscheinend, mit Wasser eine weissliche trübe Lösung gebend, welche durch Zusatz von Salzsäure klar wird, wenn nicht unmittelbar, doch beim Erwärmen. Die Lösung in stark verdünnte Goldchloridlösung getropfelt, färbt dieselbe purpurfarben, wird durch Schwefelwasserstoff dunkel kaffeebraun gefärbt; der Niederschlag (Zinnsulfür) wird durch gelbes Schwefel-

ammonium vollständig gelöst (Abwesenheit von Blei, Wismuth, Zink). Diese Lösung giebt nun beim Ansäuern mit Salzsäure einen gelben Niederschlag (Zinnsulfid).

Das im Handel unter dem Namen Zinnsalz vorkommende Präparat ist nicht selten verfälscht, d. h. mit andern nutzlosen Zuthaten (Kochsalz, Glaubersalz, Bittersalz, Zinkvitriol) vermengt. Um dies zu ermitteln, löst man eine abgewogene Menge von dem Präparate heiss in salzsäurehaltigem Wasser auf, füllt die noch mehr verdünnte Lösung durch Schwefelwasserstoffgas vollständig aus, erwärmt, lässt absetzen, filtrirt ab und theilt das Filtrat in zwei Portionen. Die eine Portion lässt man verdunsten — es darf kein Rückstand verbleiben; die andere erhitzt man bis zum Sieden und giebt währenddem kohlen-saures Natron bis zur alkalischen Reaction hinzu — eine weisse Trübung würde auf Zink oder Magnesia hinweisen. Im ersten Falle ist der Niederschlag in Aetzammoniak löslich und wird aus dieser Lösung durch Schwefelammonium als weisses Schwefelzink wieder abgeschieden.

Zinnsalz des Handels.

Wird zu einer wässrigen Lösung von Weinsäure zunächst aufgelöstes kohlen-saures Natron allmähig bis zur stark alkalischen Reaction und darauf von der Lösung des fraglichen Zinnsalzes unter Umrühren zugegeben, so geht der anfangs entstehende weisse Niederschlag in Lösung über. Wird nun zu der alkalischen Zinnlösung nach vorgängigem Zusatze von etwas dünnem Stärkekleister von einer titrirten Jodkaliumhaltigen Jodlösung zugefügt, so tritt eine blaue Färbung erst dann ein, wenn alles vorhandene Zinnchlorür oder Zinnoxidul durch Vermittelung des Jods in Zinnchlorid und Zinnoxid übergeführt worden. 1 Aeq. Jod (127) entspricht 1 Aeq. (112,5) reinem Zinnsalze von der obigen Zusammensetzung. Dieses Verhalten kann benutzt werden, um den Gehalt eines käuflichen Zinnsalzes an Zinnchlorür im Allgemeinen bei Anwesenheit sowohl fremder Zuthaten als auch von durch den Einfluss der Luft entstandenem Oxychlorid auf maass-analytischem Wege quantitativ festzustellen (vgl. E. Lenssen in Erdm. Journ. f. prakt. Ch. B. 78. S. 200 u. ff.).

Die in der Färberei häufig angewandte und mit dem Namen Composition bezeichnete Zinnchlorürlösung enthält ausser Zinnchlorür auch salpetersaures Zinnoxidul, und wird am zweckmässigsten auf die Art bereitet, dass man einen starken Zinnbolzen etwa 1 Zoll tief in ein Gemisch aus 2 Th. Salpetersäure und 1 Salzsäure (beide von 25% Säuregehalt) einhängt. Es findet eine dauernde Auflösung statt, ohne dass Erwärmung eintritt und die Zinnlösung sinkt zu Boden (Runge).

Composition.

Stannum hyperchloratum.

(Stannum bichloratum, Chloretum stannicum, Stannum muriaticum oxydatum. Zinnchlorid, Zweifach-Chlorzinn.)

$\text{Sn Cl}_2 = 130.$

Das wasserleere Zinnchlorid ist eine farblose, dünne, flüchtige, sehr ätzende, an der Luft stark rauchende Flüssigkeit (daher der ältere Name Spiritus fumans Libavii) von hohem specifischen Gewichte (2,234 bei + 15° C.), welche an der Luft wasseraufnehmend zu wasserhaltigem Chlorid ($\text{Sn Cl}_2 \cdot 3\text{HO}$) erstarrt. Durch mehr Wasser wird es zu einer klaren Flüssigkeit gelöst, welche sauer reagirt, Goldchloridlösung unverändert lässt und durch Schwefelwasserstoff blassgelb gefällt wird. Dieser Niederschlag (Zinnsulfid) ist in Schwefelammoniumflüssigkeit löslich, wird durch heisse Salzsäure leicht zersetzt und als Zinnchlorid aufgenommen. Wird in eine stark verdünnte und mit Salzsäure stark angesäuerte Zinnchloridlösung ein Streifen reinen Zinks (d. h. Zink, welches von der fünf-fachen Menge offic. reiner Salzsäure ohne Rückstand aufgenommen wird) getaucht, so scheidet sich alles Zinn metallisch ab, so dass auf diese Weise sehr leicht der Zinngehalt solcher Lösung festgestellt werden kann.

Zinnchlorid.

Das Zinnchlorid oder Doppelt-Chlorzinn findet in der Färberei und Kattundruckerei und auch anderweitig grosse Verwendung, kommt auch zu solchem Zwecke in verschiedenen Formen im Handel vor, nämlich als

Wasserhaltiges Zinnchlorid.

a. Fünffach-gewässertes Zinnchlorid ($\text{Sn Cl}^2 \cdot 5\text{HO} = 175$, folglich $33\frac{2}{3}\%$ Zinn enthaltend), weisse, durchscheinende zerfliessliche Krystalle darstellend, deren Lösung in Wasser, nach den Versuchen von G. T. Gerlach, bei 15°C . und nachstehenden spec. Gew. (A) in 100 Gewichtsth. die daneben vermerkten Mengen (B) davon enthält.

A.	B.	A.	B.
1,0593	10	1,4684	60
1,1236	20	1,5873	70
1,1947	30	1,6543	75
1,2755	40	1,7271	80
1,3661	50	1,8067	90
1,4154	55	1,9881	95

Wird die mit Wasser stark verdünnte Lösung heiss durch Schwefelwasserstoffgas vollständig ausgefällt, der Niederschlag nach einiger Zeit abfiltrirt, das Filtrat in 2 Portionen getheilt, die eine verdunsten gelassen — so darf kein Rückstand verbleiben, die andere bis zum Sieden erhitzt und währenddem kohlen-saures Natron bis zur alkalischen Reaction zugesetzt — so darf hierdurch keine weitere Fällung stattfinden. Werden 100 Decigramm. von einer bis zum spec. Gew. = 1,10 verdünnten Lösung nach vorgängigem Zusatze von Wasser und Salzsäure mit einem Streifen reinen Zinks eine Zeit lang in Berührung gelassen, so muss das hierbei abgeschiedene metallische Zinn sehr nahe $5\frac{1}{2}$ Decigramm. betragen.

Pinksalz.

b. Ammonium-Zinnchlorid, im Handel Pinksalz genannt (von dem englischen pink, hellroth, wegen der Verwendung in der Rothfärberei) = $\text{NH}^4 \text{Cl}$, $\text{Sn Cl}^2 = 183,5$. Es kommt als weisses krystallinisches Pulver oder als grössere luftbeständige oktaëdrische Krystalle im Handel vor, ist in Wasser sehr löslich; die Lösung ist farblos, reagirt sauer, wird durch Schwefelwasserstoffwasser gelb gefärbt, giebt mit Aetzkalilösung einen voluminösen weissen Niederschlag, welcher durch weiteren Zusatz von Alkali gelöst wird unter Freiwerden von durch den Geruch erkenntlichem Ammoniak. Die alkalische Lösung wird durch Schwefelwasserstoff oder Schwefelammonium sichtbar nicht verändert (Abwesenheit von Zink). — Wird eine stark verdünnte und mit Salzsäure versetzte Lösung des Präparats heiss durch Schwefelwasserstoffgas ausgefällt, nach einiger Zeit abfiltrirt, das Filtrat in 2 Portionen getheilt, die eine Portion verdunsten und der Rückstand (Salmiak) allmählig bis zum Glühen erhitzt, so darf nichts Feuerbeständiges zurückbleiben; wird die andere Portion bis zum Sieden erhitzt und währenddem kohlen-saures Natron bis zum Verschwinden allen Geruchs nach Ammoniak und bleibender alkalischer Reaction zugefügt, so darf keine weitere Fällung stattfinden. — 100 Decigramm. des Salzes in salzsäurehaltigem Wasser gelöst und mit metallischem Zink in der obigen Weise (S. 311) behandelt, müssen 32 Decigramm. metallisches Zinn liefern. Eine erheblich geringere Ausbeute würde, bei sonstiger Reinheit, auf eine Beimengung von Salmiak hinweisen.

Stannum oxydatum album.

(Oxydum s. Acidum stannicum, Cinis Jovis. Zinnoxid, Zinnsäure, Zinnasche*.)

$\text{Sn O}^2 = 75$.

Charakteristische Kennzeichen.

Schweres weisses Pulver mit einem Stich in das gelbliche, beim Ueber-giessen mit Schwefelwasserstoffwasser die Farbe nicht verändernd, beim Erhitzen in einem trockenen Reagircylinder weder schmelzend noch verdampfend, nur eine etwas dunklere Farbe, beim Erkalten aber die ursprüngliche Farbe wieder annehmend. Wird eine kleine Probe von dem Pulver mit einer Mischung aus gleichen Theilen wasserleeren kohlen-sauren Natrons und Cyankaliums gemengt und auf der Kohle in der innern Löth-rohrflamme erhitzt, so erhält man Metallkörner, welche nach dem Erkalten

unter dem Hammer sich abplatten und in einem Reagireylinder mit Salpetersäure erwärmt in ein weisses unlösliches Pulver sich verwandeln. — Wird das geglühete Pulver mit offic. reiner Salpetersäure übergossen und in mässiger Wärme digerirt, so darf letzteres nichts davon aufnehmen, was sich daraus ergibt, dass die zunächst mit Wasser verdünnte und dann filtrirte Mischung ein Filtrat liefert, woraus kohlen-saures Natron nichts niederschlägt (Abwesenheit von in Salpetersäure löslichen Blei- und Erd-salzen). Wird ein anderer Theil von dem geglüheten Pulver mit einer Auflösung von schwefelsäurefreiem kohlen-sauren Natron gekocht, die Mischung dann filtrirt, so darf das Filtrat nach der Ansäuerung mit Salpetersäure durch eine Auflösung von salpetersaurem Baryt keine Trübung erleiden, und der Rückstand im Filter beim Uebergiessen mit erwärmter verdünnter Salpetersäure auch jetzt nichts an diese abtreten, somit das Filtrat beim Zusatze von verdünnter Schwefelsäure sich nicht trüben (Abwesenheit von schwefelsaurem Baryt und Strontian).

*) Mit dem Namen Zinnasche wird eigentlich nur das auf trockenem Wege bereitete Zinnoxid, welches auch allein als Polirmittel anwendbar ist, bezeichnet. Die Zinnasche wurde ursprünglich durch Erhitzen von Zinn an der Luft erhalten. Nach A. Vogel stellt man ein zu dem genannten Zwecke treffliches Präparat dar, indem man zunächst eine Lösung von 2 Th. Zinnsalz mit einer Lösung von halb-soviel Kleesäure ausfällt und das gewonnene kleesäure Zinnoxidul dann allmählig erhitzt (Dingler's Journ. B. 196. S. 318 u. 464). — Für die Darstellung von weissem Email wird gewöhnlich eine bleiische (daher beim Uebergiessen mit Schwefelwasserstoffwasser missfarbig werdende) Zinnasche benutzt, welche man durch Calcination einer Legirung aus Zinn und Blei erhält, denn eine solche Legirung lässt sich viel schneller oxydiren, als jedes der beiden Metalle für sich allein. Das mittelst Salpetersäure gewonnene Zinnoxid ist wasserhaltig, giebt daher, wenn es nicht nachträglich geglüht worden, beim Erhitzen im Reagireylinder Feuchtigkeit ab.

*Käufliche
Zinnasche.*

Eine Verbindung von Zinnoxid oder Zinnsäure mit Natron wird in der Färberei und Zeugdruckerei häufig angewandt, zu diesem Zwecke auch fabrikmässig dargestellt und kommt im Handel unter den Namen zinnsaures Natron, Natronstannat, Grundirsalz, Präparirsalz vor. Es ist eine grauweiße Salzmasse oder auch ein weisses krystallinisches Pulver oder ein Haufwerk von grösseren Krystallen. Es ist in kaltem Wasser reichlich löslich, weniger in heissem, daher auch die kalt gesättigte Lösung beim Erwärmen sich trübt. Die Lösung wird durch Natriumsulphhydratlösung nicht gefällt (Abwesenheit von Zink), ebenso auch nicht durch nachträglichen Zusatz von kohlen-saurem Natron (Abwesenheit von alkalischen Erden). Wird aber die alkalische Mischung mit Salzsäure angesäuert, so entsteht ein missfarbiger gelber Niederschlag (Schwefelzinn). Wird ein anderer Theil von der concentrirten wässerigen Lösung mit dem mehrfachen Volum officineller reiner Salzsäure versetzt, so bleibt die Mischung klar und giebt beim Eintröpfeln in Schwefelwasserstoffwasser einen blassgelben Niederschlag. Wird in den übrigen Theil der salzsauren Flüssigkeit ein Streifen blanken Kupferblechs gegeben, so dass dieser von der Flüssigkeit überragt wird, der Cylinder in heisses Wasser getaucht und längere Zeit darin verweilen gelassen, so bleibt die Oberfläche des Kupfers unverändert (Abwesenheit von Arsen). — Die Handelswaare ist übrigens sehr häufig durch werthlose Zuthaten (Kochsalz, Glaubersalz) verfälscht. Die Zusammensetzung des reinen krystallisirten Salzes entspricht den Verhältnissen $\text{NaO SnO}_2 \cdot 3\text{HO} = 133$, was einem Zinngehalte von nahehin 45%, und im wasserleeren Zustande von über 55% entspricht. A. Scheurer-Kestner fand bei der Analyse mehrerer Sorten zinnsauren Natrons von verschiedener Bezugsquelle den Zinngehalt des zuvor entwässerten Salzes zwischen $26\frac{1}{2}$ und 50% schwankend. Unter solchen Verhältnissen ist es für den Consumenten zinnsauren Natrons von Wichtigkeit, beim Ankaufe desselben dessen Beschaffenheit zu ermitteln oder ermitteln zu lassen. Th. Goldschmidt hat hierzu ein sehr einfaches Verfahren angegeben, welches wesentlich auf die Eigenschaft des Zinnoxids,

*Zinnsaures
Natron.*

*Dessen
Prüfung.*

aus seinen neutralen Lösungen durch schwefelsaures Natron vollständig niedergeschlagen zu werden, sich gründet. Man löst 2 Grmm. des zinnsauren Natrons in 60 C. C. warmen Wassers und giebt 40 C. C. verdünnter Schwefelsäure (40 Gramme conc. Säure auf 1 Liter Wasser) hinzu; es entsteht schwefelsaures Natron und Zinnoxidhydrat wird abgeschieden. Um sich zu versichern, dass alles Zinn gefällt ist, filtrirt man etwas von der Flüssigkeit ab und prüft das saure Filtrat mit Schwefelwasserstoff oder mit einer concentrirten Glaubersalzlösung — in beiden Fällen darf kein Niederschlag entstehen, gegenfalls muss der Mischung noch etwas von einer concentrirten Glaubersalzlösung zugegeben werden. Nach 12 bis 24 Stunden flügt man warmes Wasser hinzu, lässt den voluminösen Niederschlag sich absetzen, wäscht ihn drei- bis viermal durch Decantiren aus, bringt ihn dann auf ein Filter und setzt das Auswaschen auf dem Filter so lange fort, bis die abfließende Flüssigkeit durch Chlorbaryumlösung nicht mehr getrübt wird. Man trocknet den Niederschlag, verbrennt das Filter, glüht das Zinnoxid mit der Filterasche in einem Porzellantiegel und wägt (*Dingler's Journ.* B. 162. S. 77). Bevor man übrigens zur Ausführung der eben beschriebenen Prüfung schreitet, ist es unerlässlich, sich zunächst von der Abwesenheit von Arsen zu überzeugen, was sehr leicht mittelst metallischen Kupfers in der oben angegebenen Weise geschieht. Ist nämlich Arsensäure in dem Zinnpräparate enthalten, so geht diese in den Zinnoxidniederschlag über und vermehrt somit dessen Gewicht, auch kann ein derartiges Präparat bei vorhandener Unkenntniß seiner Zusammensetzung und dadurch bedingter unbedachtsamer Handhabung leicht zu Vergiftungen Veranlassung geben (vgl. a. a. O. B. 153. S. 207).

Stannum oxydatum nigrum.

(Oxydum stannosum, Stannum oxydulatum. Zinnoxidul, schwarzes Zinnoxid.)

$\text{Sn O} = 67.$

Charakteristische Kennzeichen.

Lockeres schwarzes Pulver mit einem Stiche in das Graublau oder Olivengrüne je nach der Bereitungsweise; in einem offenen Porzellanschälchen erhitzt, verglimmt es zu Zinnoxid. Mit officineller reiner Salzsäure übergossen, wird es aufgenommen zu einer Flüssigkeit, welche gegen Reagentien wie eine durch Behandlung von metallischem Zinn mit Salzsäure gewonnene Lösung (vgl. S. 306) sich verhält. Auch in verdünnter kalter Salpetersäure ist es löslich, in der Wärme wird es jedoch rasch in unlösliches weisses Zinnoxid übergeführt.

Stannum sulfuratum flavum.

(Sulfidum stannicum, Stannum persulfuratum. Zinnsulfid, gelbes Schwefelzinn.)

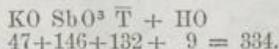
Erkennung.

Unkrystallinisches gelbes Pulver (Musivgelb*) oder goldgelbe, halbdurchsichtige glänzende Schuppen, die sich weich und talkartig anfühlen und mit Leichtigkeit über die Haut ausstreichen lassen (Musivgold, Aurum musivum s. mosaicum), wird beim Uebergießen mit Schwefelwasserstoffwasser in der Farbe nicht verändert (Unterschied von ähnlichfarbigen Bleiverbindungen). In einem Reagircylinder erhitzt, nicht schmelzend, in sehr starker Hitze aber Schwefel abgebend; wird von offic. reiner Salzsäure auch beim Erwärmen nur schwierig zersetzt, ebenso auch nicht von offic. reiner Salpetersäure, wohl aber durch ein Gemisch von beiden unter Bildung von Schwefelsäure und Zinnchlorid. Die Flüssigkeit giebt beim Eintröpfeln in Schwefelwasserstoffwasser einen schmutzig gelben Niederschlag; Zink scheidet aus der verdünnten Lösung metallisches Zinn ab.

*) Zur Bereitung dieser gelben Malerfarbe, welche durch Schwefelwasserstoff, Luft und Licht nicht leidet, aber keinen bleischen Gemengtheil verträgt, werden nach Kletzinsky's Angaben 4 Th. Zinnsalz in 20 Th. Wasser gelöst, das vorher mit 2 Th. conc. Salzsäure oder 1 Th. conc. Schwefelsäure versetzt worden, und in dieser Lösung, nach vorgängigem Erhitzen bis zum Sieden, Schwefeligsäuregas eingeleitet. Der entstandene gelbe Niederschlag (dessen Bildung nach der Gleichung $3 \text{Sn Cl} + 2\text{HO} + \text{HO SO}^3 + 5\text{SO}^2 = \text{SnS}^2 + 2 (\text{SnO}^2 2\text{SO}^3) + 3\text{HCl}$ vor sich geht) wird in einem Filter gesammelt, ausgewaschen und getrocknet.

Stibio-Kali tartaricum.

(Tartras stibioso-kalicus, Tartarus stibiatus s. emeticus, Antimonium tartaratum, Kalium stibio-tartaricum Ph. Austr.*)
Weinsaures Antimonoxyd-Kali, Antimonweinstein, Brechweinstein.)



Farblose, glänzende, durchscheinende, zuweilen aber auch porzellanartig matte und mürbe Krystalle, welche beim Erhitzen sehr stark verknistern, oder sehr weisses Pulver, wovon etwas in einem trockenen Reagircylinder über der Weingeistlampe allmähig erhitzt unter Entwicklung sauer reagirender empyreumatischer Dämpfe in eine schwarze Masse übergeht, welche nach dem Erkalten mit befeuchtem Curcumapapier in Berührung gebracht dieses stark bräunt. Wird diese schwarze Masse oder ein Theil davon auf der Kohle mittelst des Löthrohrs weiter erhitzt, so kommen dabei Metallkörner zum Vorschein, welche einen weissen Rauch ausstossen und nach dem Erkalten sich spröde zeigen. Wird etwas von dem Pulver in einem Reagircylinder mit der 20fachen Menge reinen Wassers übergossen und unter Schütteln mässig erwärmt, durch Eintauchen des Cylinders in heisses Wasser, so wird es gelöst zu einer Flüssigkeit, welche beim Erkalten nichts absetzt, Lackmuspapier schwach röthet und durch Schwefelwasserstoffwasser orangeroth gefärbt und nur allmähig in gleicher Weise gefällt wird.

Erkennung
und

Die weitere Prüfung des Brechweinsteines ist zunächst auf die Ermittlung eines etwaigen Arsengehalts und auf die Nachweisung der Abwesenheit fremder Salze gerichtet, oder, was dasselbe ist, sie hat die Feststellung des Gehalts des betreffenden Brechweinsteins an reinem und unverfälschten Brechweinsteinen zum Zwecke. Diese Prüfungen nun werden auf dem kürzesten Wege folgendermassen ausgeführt.

Prüfung.

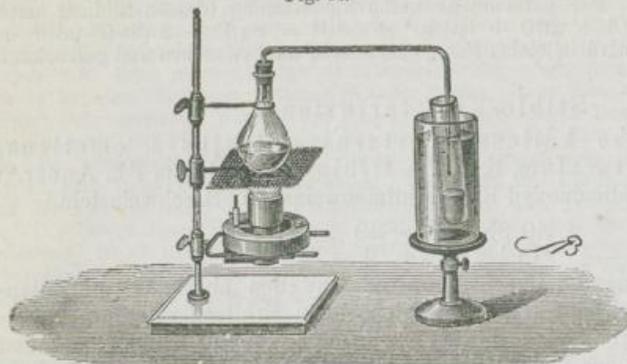
a. Prüfung auf Arsen: man giebt etwas von dem fein zerriebenen Präparate in einen trockenen Reagircylinder und erhitzt über der Weingeist- oder Gaslampe bis zur Verkohlung, schüttet dann die schwarze Masse in einen kleinen Löffel aus Eisenblech und erhitzt darin weiter bis zum Glühen — der geringste Arsengehalt kann nun leicht an dem Knoblauchgeruche der aufsteigenden Dämpfe erkannt werden.

Wenn die vorstehende Prüfung auf trockenem Wege zweifelhaft ausgefallen oder wenn der Knoblauchgeruch unverkennbar hervorgetreten und man in solchem Falle schnell einen Anhaltspunkt zu gewinnen wünscht zur Beurtheilung des grösseren oder geringeren Gehaltes des fraglichen Präparates an arseniger Säure, so kann dies folgendermassen geschehen: man übergiesst in einem Destillirkölbchen 2 Grmm. von dem Brechweinsteinen mit 20 Grmm. officineller reiner Salzsäure (spec. Gew. 1,124), verbindet das Kölbchen mittelst eines durchbohrten Korkstöpsels mit einem dreischenkelligen Dampfableitungsrohre, dessen äusserer vertikaler Schenkel innerhalb eines weiten Reagircylinders, worin etwas offic. reine

Prüfung
auf Arsen.

Salzsäure, welche nachträglich mit Schwefelwasserstoffgas angeschwängert worden, vorgeschlagen, etwa $\frac{1}{2}$ Zoll oberhalb der Flüssigkeit ausmündet. Der Recipient selbst taucht behufs der Abkühlung in einem kaltes Wasser enthaltenden Cylinder- glase (Fig. 26). Man erhitzt hierauf den Inhalt des Kölbchens über der Weingeist-

Fig. 26.



lampe mit unterge- legtem Drathnetze vorsichtig bis zum Sieden und fährt damit fort bis nahe- hin die Hälfte der Flüssigkeit über- destillirt ist. Bei Anwesenheit von arseniger Säure in dem fraglichen Prä- parate geht diese als Chlorarsen über und veranlasst eine gelbliche Trübung der vorgeschlage- nen schwefel- wasserstoffhaltigen Salzsäure und bei längerem Stehen bildet sich darin ein flockiger gelblicher Ab- satz (Schwefelarsen), besonders wenn man nach beendeter Destillation nochmals etwas Schwefelwasserstoffgas hat einströmen lassen. War aber der Brechwein- stein frei von arseniger Säure, so bleibt die vorgeschlagene schwefelwasserstoff- haltige Säure vollkommen klar und erst bei nachträglicher Verdünnung mit Wasser tritt eine geringe Fällung von orangerothem Schwefelantimon ein.

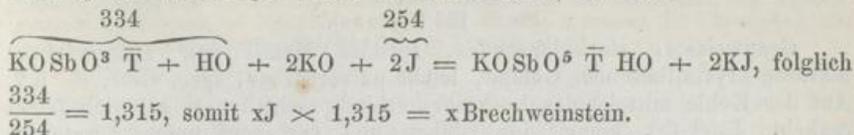
Ein anderes, aber etwas umständlicheres Verfahren den bei der ersten Prüfung auf trockenem Wege angedeuteten Arsengehalt unzweifelhaft festzustellen, ist folgendes: man vermischt 5–10 Grmm. von dem Präparate mit der doppelten Menge trockenen reinen salpetersauren Natrons, trägt das erwärmte Gemisch all- mählig in einen bis zum Glühen erhitzten irdenen Tiegel ein, lässt nach vollendeter Verbrennung erkalten, nimmt den weissen Rückstand mit Wasser auf und filtrirt. Man versetzt das Filtrat mit Salmiaklösung, filtrirt abermals, wenn eine Trübung entstanden, und giebt nun von einer klaren ammoniakalischen Bittersalzlösung hinzu. Entsteht nach einiger Zeit ein weisser Niederschlag, so kann dieser unter den gegebenen Verhältnissen kaum etwas anderes als arsensaure Ammon-Magnesia sein, was sich leicht durch eine weitere specielle Prüfung feststellen lässt (vgl. Seite 13, ferner Abschnitt: Reagentien Nr. 72).

b. Prüfung auf Weinstein: man zerreibt etwas von dem Prä- parate zum feinsten Pulver, wägt von diesem 1 Grmm. ab, übergiesst in einem Kölbchen mit der 20fachen Menge (20 C. C.) destillirten Wassers und schüttelt unter gelindem Erwärmen durch Eintauchen des Kölbchens in heisses Wasser, einige Minuten anhaltend — die Auflösung muss voll- ständig vor sich gehen und erkaltet auch nach längerer Zeit nichts absetzen.

c. Prüfung auf salzsaure und schwefelsaure Salze: man giebt etwas von der vorhergehenden klaren Lösung in einen Reagircylinder, fügt einige Tropfen aufgelöster reiner Weinsäure hinzu, verdünnt dann noch mit etwas reinem Wasser, vertheilt die Mischung in zwei Reagir- gläser und tröpfelt in die eine Portion Chlorbaryumlösung, in die andere Höllesteinlösung — in keinem Falle darf eine Trübung entstehen.

d. Feststellung des Gehaltes an reinem Brechweinstein. Dies geschieht sehr rasch mittelst einer titrirten Jodlösung, welche durch eine Lösung von Brechweinstein, wozu ein gleiches Gewicht zweifach-

kohlensaures Kali zugesetzt worden, rasch entfärbt wird, unter Ueberführung der antimonigen Säure in Antimonsäure, nämlich:



Man löst behufs Ausführung der Probe 100 Centigrmm. (1 Grmm.) des Brechweinsteins in 30 Grmm. (30 C. C.) Wasser auf, setzt dazu 5 Grmm. einer kalt gesättigten Lösung von zweifach-kohlensaurem Kali, darauf etwas nicht angesäuerte Stärkelösung und endlich von einer Jodlösung von bestimmtem Jodgehalte so lange, bis die Flüssigkeit beim Umrühren augenblicklich eben blau bleibt und multiplicirt dann die verbrauchte Jodmenge mit 1,315. Das Product entspricht dem Gehalte von 1 Grmm. des geprüften Brechweinsteins an reinem Brechweinstein. War der geprüfte Brechweinstein frei von fremden Salzen, so muss die verbrauchte Jodmenge mindestens 76 Centigrmm. betragen, denn $76 \times 1,315 = 99,94$.

Quantitative
Prüfung.

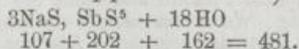
Als titrirte Jodlösung kann die S. 193 beschriebene benutzt werden, welche in 1000 C. C. (1 Liter) 6,35 Grmm. oder 635 Centigrmm. reines Jod enthält. Jedes C. C. von dieser Lösung ist dann = 0,635 Centigrmm. Jod oder = 0,835 Centigramme Brechweinstein. 100 Centigrmm. von diesem letztern würden also nahehin 120 C. C. von der erstern entfärben, denn $0,635 \times 120 = 76$ und $76 \times 1,315 = 99,94$.

*) Ein neuer Name für eine alte Sache. Der neue Name ist aber nicht allein überflüssig, sondern auch unrichtig gebildet, denn durch die Verbindung stibio-tartaricum wird angedeutet, dass in dem betreffenden Präparate die antimonige Säure in gleicher Art wie die Weinsäure, d. h. als Säure, fungirt. Dies ist aber nicht der Fall, sondern es verhält sich die antimonige Säure in der betreffenden Verbindung als Base, deren Namen musste daher mit Kalium verbunden werden, also Kalio-Stibium, oder besser Stibiö-Kali nach dem Vorgange der Ph. Bor., weil in dem Präparate Antimon der hauptsächlichste Träger der Wirksamkeit ist. Hierauf muss aber in einer Pharmakopöe bei Bildung chemischer Namen für arzneilich angewandte chemische Präparate ganz besonders Rücksicht genommen werden, d. h. es muss in der Benennung so viel als thunlich, immer der Name des Elements voranstehen, um dessentwillen wesentlich die betreffende Verbindung als Arzneimittel aufgenommen ist. Die zuletzt genannte Pharmakopöe ist allerdings diesem Grundsätze auch nicht immer treu geblieben (Beisp. Ammoniacum cuprico-sulfuricum, Ammoniacum hydrochloratum ferratum).

Nomen-
clatur.

Stibio-Natrium sulfuratum.

(Sulfo-Stibias natricus, Natrium sulfo-stibicum s. stibiato-sulfuratum. Schwefelantimonsaures Schwefelnatrium, Goldschwefelsalz, Schlippe'sches Salz.)



Farblose oder schwachgelblich gefärbte tetraëdrische Krystalle oder Bruchstücke von solchen, mehrentheils oberflächlich röthlichbraun beschlagen, auf dem frischen Bruche aber klar. In Wasser bei gelindem Erwärmen reichlich löslich zu einer wenig gefärbten Flüssigkeit, welche alkalisch reagirt und worin verdünnte Säure einen reichlichen orangerother Niederschlag (Goldschwefel) veranlasst, unter gleichzeitigem Auftreten von Schwefelwasserstoffgas.

Charakteri-
stische Kenn-
zeichen.

Stibium.

(Antimonium metallicum, Regulus Antimonii. Spiessglanzmetall.)
Sb = 122 (Dumas).

Charakteri-
stische Kenn-
zeichen.

Grauweisses, starkglänzendes, sprödes Metall von ausgezeichnet blätterig-krystallinischem Gefüge, leicht pulverisirbar, spec. Gew. = 6,7. Auf der Kohle mittelst des Löthrohrs erhitzt, schmilzt es ziemlich leicht (nahehin 450° C.), kommt ins Glühen und verbrennt unter Ausstossen eines dicken weissen Rauchs, wobei die Kohle sich mit einem weissen Anfluge beschlägt. Das Glühen und Rauchen dauert, nachdem man mit dem Blasen aufgehört, noch eine Zeit lang fort, und die glühende Metallkugel umgibt sich mit einem Netze von feinen Krystallnadeln, aus antimomiger Säure bestehend.

Antimon, welches fremde Metalle enthält, deren Oxyde nicht flüchtig sind (z. B. Eisen, Kupfer, Zinn) schmilzt schwerer und verlischt auch beim Aufhören des Blasens bald. Ist das Antimon arsenhaltig, so giebt sich dies deutlich durch den Knoblauchgeruch des Dampfes zu erkennen, welcher Geruch bei arsenfreiem Antimon durchaus nicht wahrgenommen wird.

Prüfung
auf Arsen.

Die specielle Prüfung des Antimons auf Arsengehalt kann auch nach der einen oder der andern der nachstehenden Methoden vorgenommen werden, je nachdem dabei etwaige Verunreinigungen anderer Art unberücksichtigt oder berücksichtigt werden sollen.

a. Man übergiesst in einem Platinschälchen 6 Grmm. von dem höchst fein zerriebenen Metalle mit 20 Grmm. reiner conc. Schwefelsäure, erhitzt das Gemeng an einem passenden Orte über der Weingeist- oder Gaslampe bis es unter Auftreten von schwefeliger Säure in eine weisse Masse verwandelt ist, und lässt dann erkalten. Man bringt die erkaltete Masse in ein Becherglas, giebt dazu 30–40 C. C. officinelle reine Salzsäure, rührt mit einem Glasstabe um, lässt absetzen, giesst in einen kleinen Destillirkolben von dem etwaigen Bodensatz ab und destillirt in der S. 316 angegebenen Weise nahehin die Hälfte ab — bei Vorhandensein von Arsen entsteht in der vorgeschlagenen schwefelwasserstoffhaltigen Salzsäure eine gelbe Trübung und allmählig ein ähnlicher Niederschlag.

b. 1 Th. (10–15 Grmm.) von dem fein gepulverten Metall wird mit 3 Th. fein zerriebenen reinen salpetersauren Natrons gemischt, die vorgängig erwärmte Mischung in einem bis zum Glühen erhitzten irdenen Tiegel allmählig eingetragen, darauf nach vollendeter Verpuffung das Glühen noch eine kurze Weile unterhalten, dann erkalten gelassen. Die erkaltete Masse wird fein zerrieben, in einem Becherglase mit reinem Wasser übergossen, damit unter Umrühren eine Zeit lang kalt digerirt, dann absetzen gelassen und die Flüssigkeit abfiltrirt. Ein aliquoter kleiner Theil des Filtrats wird mit Höllesteinlösung geprüft — bei Anwesenheit von Arsen in dem Antimon ist arsensaures Natron entstanden und die Flüssigkeit giebt mit der Silberlösung einen mehr oder weniger braunrothen Niederschlag. Den übrigen grössern Theil von der Flüssigkeit versetzt man zunächst mit einer Auflösung von Salmiak, filtrirt nach einiger Zeit ab, giebt ammoniakalische Bittersalzlösung (vgl. S. 232) zu dem Filtrate und stellt die Mischung durch 24 Stunden bei Seite. Der Niederschlag, wenn ein solcher innerhalb dieser Zeit entstanden, kann kaum etwas anderes sein als arsensaure Ammon-Magnesia, und wird nach dieser Richtung hin einer weiteren Prüfung unterworfen (vgl. S. 13). — In dem Rückstande von der Digestion der Glühmasse mit Wasser sind Eisen, Blei und Kupfer zurückgeblieben, wenn das betreffende Metall solche enthielt. Dieser Rückstand wird wiederholt mit Wasser ausgekocht, bis eine Probe von der heiss abfiltrirten Flüssigkeit beim Ansäuern mit verdünnter Schwefelsäure keine weisse Trübung mehr erleidet. Bei Anwesenheit von Eisen erscheint das Ungelöste mehr oder weniger rostfarbig gefärbt. Dieser Rückstand wird behufs weiterer Prüfung mit offic. reiner Salpetersäure übergossen, längere Zeit in der Wärme digerirt, darauf mit Wasser verdünnt und filtrirt. Das Filtrat wird im Wasserbade abgedunstet, von Neuem mit Wasser aufgenommen und filtrirt. Die Flüssigkeit wird

Eisen, Blei

mit etwas verdünnter Schwefelsäure versetzt — bei Anwesenheit von Blei entsteht ein weisser Niederschlag von schwefelsaurem Bleioxyd. Die Mischung wird, wenn nöthig, filtrirt, das Filtrat abermals abgedunstet und der Rückstand mit Salmiakgeist aufgenommen — bei Anwesenheit von Kupfer erscheint die Flüssigkeit blau gefärbt, ein rostfarbener Niederschlag ist Eisenoxyd.

Wird fein gepulvertes Antimon in einem Kölbchen mit offic. reiner Chlorwasserstoffsäure übergossen und gelind erwärmt, so findet keine Lösung statt, wohl aber beim tropfenweisen Zusatze von Salpetersäure und zwar unter stürmischer Gasentwicklung. Die Lösung wird durch Wasser sehr stark weiss getrübt, die trübe Mischung beim Zusatze von Weinsäurelösung wieder klar und dann durch Schwefelwasserstoff orangeroth gefällt. Wird letzterem Gemische Salmiakgeist bis zur alkalischen Reaction und darauf Schwefelammoniumflüssigkeit hinzugegeben, so verschwindet der orange-rothe Niederschlag vollständig. Ein weisser Rückstand würde auf Zink, ein schwarzer auf anderweitige Metalle (Eisen, Blei, Kupfer) hinweisen. — Wird in die verdünnte saure Antimonlösung ein Zinnstab gesenkt, so wird alles Antimon in Gestalt eines schwarzen Pulvers metallisch abgeschieden. Nimmt man den Versuch in einem Platinschälchen oder Platintiegel vor, so überzieht sich die Platinfläche mit einem festhaftenden schwarzen Ueberzuge von metallischem Antimon, welches nach dem Abspülen mit Wasser nicht durch Salzsäure, wohl aber durch eine verdünnte saure wässrige Jodlösung (vgl. S. 192) aufgenommen wird. Aus letzterer Lösung fällt nach Abdunsten des überschüssigen Jods Schwefelwasserstoff, orangefarbenes Schwefelantimon, nieder. — Aehnlich verhält sich Zink, doch wird durch letzteres etwaiges gleichzeitig vorhandenes Zinn ebenfalls ausgefällt. Mittelst offic. reiner Salzsäure, welche, wie soeben erwähnt, das gefällte Antimon nicht löst, wohl aber das Zinn, können beide Metalle leicht von einander geschieden und neben einander erkannt werden (die salzsaure Flüssigkeit bewirkt, wenn zinnhaltig, in Quecksilberchloridlösung eine weisse Trübung).

Das unter dem Namen Eisenschwarz vorkommende und zum Bronziren von Gypsfiguren und Papiermaché-Figuren, auch von Zinkgussgegenständen angewandte Pulver, durch welches diese Figuren das Ansehen von blankem Stahl erhalten, ist fein zertheiltes Antimon, aus einer Chlorantimonlösung durch Ausfällen mittelst Zink gewonnen. Das Verhalten beim Erhitzen auf der Kohle vor dem Löthrohre, und ebenso das Verhalten der mittelst Salzsäure unter Zutropfen von Salpetersäure gewonnenen Lösung gegen Schwefelwasserstoffwasser lässt es leicht als solches erkennen.

Das Schriftgiessermetall besteht wesentlich aus Antimon und Blei in dem Verhältnisse von 1 : 4. Bei diesem grossen Gehalt an Blei kann die Ueberführung in Lösung nicht durch Salzsäure und Salpetersäure geschehen, sondern man muss zu diesem Zwecke ein Gemisch aus Salpetersäure und Weinsäure anwenden. Aus der gewonnenen Lösung wird der grösste Theil des Bleies durch verdünnte Schwefelsäure ausgefällt, die vom schwefelsauren Bleioxyd getrennte Flüssigkeit mit Aetznatron in kleinem Ueberschusse versetzt und das trübe Gemisch dann mit Natriumsulfhydratlösung digerirt, wodurch der Rest des Bleies als Schwefelblei (gleichzeitig aber auch etwa vorhandenes Kupfer, Wismuth und Nickel) ausgefällt wird, alles Antimon aber und etwa vorhandenes Zinn (die zu Stereotypplatten verwandte Antimon-Bleilegirung enthält 2–5% Zinn) als Schwefelantimon und Schwefelzinn in die Lösung übergehen. Diese abfiltrirte Lösung giebt beim Ansäuern mit verdünnter Schwefelsäure einen orangerothern (bei Abwesenheit von Nickel) Niederschlag von Schwefelantimon, möglicher Weisse mit gelbem Schwefelzinn gemengt. Dieser Niederschlag wird in einem Filter gesammelt, mit Schwefelwasserstoffwasser ausgesüsst, dann getrocknet. Den trockenen und zerriebenen Niederschlag behandelt man heiss mit Salzsäure, verdünnt, nach Austreibung allen Schwefelwasserstoffs, mit Wasser und einem Zusatze von Weinsäurelösung, um

und Kupfer.

Weitere
charakteri-
stische Kenn-
zeichen.Eisen-
schwarz.Schrift-
giesser-
metall.

die entstehende Trübung zu beseitigen, und digerirt dann mit reinem Zink. Das abgeschiedene Antimon wird in einem tarirten Filter gesammelt, mit ausgekochtem Wasser ausgesüsst, bei 100° C. getrocknet und gewogen. Nachträglich kann dasselbe noch durch Digestion mit Salzsäure bei Gegenwart von Platin (um die Auflösung etwa vorhandenen Zinns zu erleichtern) auf Zinn geprüft werden. Die salzsaure Flüssigkeit giebt in solchem Falle einen schwarzbraunen Niederschlag von Zinnsulfür.

*Anderweitige
Antimon-
legirungen.*

Andere mit besonderen Namen belegte antimonhaltige Legirungen sind das sogenannte Britanniametall (vgl. S. 309), Queen's Metall (1 Antimon, 1 Blei, 1 Wismuth, 9 Zinn), Beley's Lettermetall (30 Antimon, 20 Zinn, 8 Nickel, 8 Kobalt, 2 Wismuth und 100 Blei) u. a. Die Analyse geschieht zunächst durch Behandlung eines abgewogenen Theils (5—10 Gramme) von der zerkleinerten Legirung mit reiner Salpetersäure, welche man etwas concentrirter (spec. Gew. 1,3—1,35) als die officinelle und in hinreichendem Ueberschusse anwendet. Nachdem alles Metallische verschwunden, lässt man die Masse vollständig eintrocknen, befeuchtet dann dieselbe von Neuem mit verdünnter Salpetersäure und nimmt mit siedendem Wasser auf. Man lässt absetzen, giesst die Flüssigkeit auf ein Filter, übergiesst den Rückstand mit säurehaltigem Wasser, bringt endlich alles Ungelöste (α) in das Filter und süsst durch wiederholtes Aufgiessen von Wasser aus, bis das Abfliessende nicht mehr sauer reagirt. Die vereinigten Filtrate werden in eine Porzellanschale gegeben, soviel concentrirte Schwefelsäure hinzugefügt, als das Gewicht der in Arbeit genommenen Portion von der Legirung betrug, und das Ganze im Sandbade abgedunstet, bis der Geruch nach Salpetersäure nicht mehr wahrnehmbar. Der Rückstand wird mit heissem Wasser aufgenommen, wobei das vorhanden gewesene Blei als schwefelsaures Bleioxyd (vgl. S. 308) zurückbleibt. Die hiervon abfiltrirte Flüssigkeit wird heiss mit Schwefelwasserstoffgas behandelt, wodurch vorhandenes Kupfer und Wismuth als Schwefelmetalle (β) ausgefällt werden. In der hiervon abfiltrirten Flüssigkeit sind Nickel, Kobalt und Zink, wenn vorhanden, zurückgeblieben. Die Flüssigkeit wird erwärmt, um den überschüssigen Schwefelwasserstoff auszutreiben, darauf doppelt soviel essigsaures Kali, als Schwefelsäure angewandt worden, hinzugegeben, durch Verdunsten concentrirt und in einem Becherglase mit einer concentrirten Lösung von salpétrigsaurem Kali vermischt und durch 24 Stunden bei Seite gestellt. Bei Anwesenheit von Kobalt ist ein gelber Niederschlag von salpétrigsaurem Kobaltoxyd-Kali (vgl. S. 136) entstanden. Man sammelt diesen in einem Filter, süsst zunächst mit einer in dem Verhältnisse von 1 : 9 bereiteten Lösung von essigsaurem Kali (oder einer Mischung aus 3 Th. offic. essigsaurer Kaliflüssigkeit und 7 Th. Wasser), darauf mit höchst rectificirtem Weingeist aus, trocknet bei 100° C., wägt und dividirt mit 7,331. Der Quotient ergiebt die entsprechende Menge metallischen Kobalts. Aus der vom Kobaltniederschlag abfiltrirten Flüssigkeit wird mittelst Aetzkallilösung das vorhandene Nickel als Nickeloxydulhydrat (vgl. S. 270) gefällt. War gleichzeitig Zink in der Legirung enthalten, so erleidet die vom Nickelniederschlag abfiltrirte Flüssigkeit nach Ansäuerung mit verdünnter Schwefelsäure beim Kochen mit kohlen-saurem Natron in Ueberschuss eine weisse Fällung (kohlen-saures Zinkoxyd), und es ist in solchem Falle der Nickelniederschlag auch zinkoxydhaltig.

Der Absatz α , aus Antimon- und Zinnsäure bestehend, wird getrocknet, gelinde geglüht und in einem Silbertiegel mit dem 8fachen Gewichte Natronhydrats geschmolzen und eine Zeit lang dabei erhalten. Nach dem Erkalten wird die Masse mit heissem Wasser aufgeweicht, damit in ein Becherglas gespült, die Mischung mit nahezu $\frac{1}{3}$ ihres Volums höchstrectificirtem Weingeist versetzt und das Gefäss wohl bedeckt, unter zuweiligem Umrühren durch 24 Stunden bei Seite gestellt. Nach Verlauf dieser Zeit wird das abgeschiedene antimonsaure Natron in einem Filter gesammelt, zunächst mit einem Gemische aus gleichen Theilen Wasser und rectificirtem Weingeist, schliesslich mit rectificirtem Weingeist allein gewaschen, bis eine Probe von der abfliessenden Flüssigkeit nach Ansäuerung mit Salzsäure auf Schwefelwasserstoffwasser nicht mehr reagirt. Das im Filter verbliebene antimonsaure Natron wird getrocknet, gelinde geglüht (wobei es in die wasserleere Verbindung $\text{NaOSbO}_5 = 193$ übergeht) und gewogen. Das Gewicht durch 1,582 getheilt ergiebt die entsprechende Menge metallischen Antimons, worin die Verbindung auch durch Schmelzen mit Cyankalium im Porzellantiegel übergeführt werden kann.

In der vom antimonsauren Natron abgeflossenen weingeistigen alkalischen Flüssigkeit ist das vorhanden gewesene Zinn als zinnsaures Natron enthalten. Wenn die Legirung bleihaltig war, so ist auch etwas davon in der alkalischen Flüssigkeit vorhanden. Die Flüssigkeit wird verdunstet, um den Weingeist auszutreiben, darauf in einen Kolben übergegossen, Natriumsulfhydratlösung hinzugegeben und das Gefäß verschlossen bei Seite gestellt. Das vorhandene Blei scheidet sich als schwarzes Schwefelblei aus und aus der davon abgegossenen und abfiltrirten Flüssigkeit scheidet Salzsäure gelbes Schwefelzinn ab, dieses wird in einem Filter gesammelt, gewaschen, getrocknet und dann in einem Porzellantiegel mit dem Filtrum anfangs sehr allmählig und gelinde, nachher unter vollem Luftzutritte bis zum Glühen erhitzt und so vollständig in Zinnoxid verwandelt. Zuletzt giebt man zur Austreibung gebildeter Schwefelsäure ein Stückchen kohlen-saures Ammon in den etwas erkalteten Tiegel und unterhält das Glühen dann noch eine kurze Weile.

Der schwarze Niederschlag β , welcher, wie schon erwähnt, Schwefelkupfer und Schwefelwismuth (wohl auch Schwefelcadmium) enthalten kann, wird behufs näherer Untersuchung aus dem durchstochenen Filter mittelst der Spritzflasche in eine Porzellanschale gespült und darin eintrocknen gelassen. Auf den Rückstand wird officinelle reine Salpetersäure gegeben und diese im Wasserbade darüber abgedunstet. Ist nicht alles Schwarze verschwunden, so muss dieselbe Operation nochmals wiederholt werden. Der Rückstand wird mit einer Lösung von kohlen-saurem Ammon aufgenommen, in ein Becherglas gespült und dieses lose bedeckt durch 24 Stunden bei Seite gestellt. Nach Verlauf dieser Zeit wird die blaue Flüssigkeit, welche alles Kupfer enthält, abfiltrirt, der Bodensatz in einem Filter gesammelt und darin noch einige Male mit verdünnter kohlen-saurer Ammonflüssigkeit übergossen, endlich mit Wasser ausgesüsst. Aus der kupferhaltigen ammoniakalischen Flüssigkeit wird das Kupfer in der Siedehitze durch Kalihydrat als Kupferoxyd abgeschieden. In dem nach Abfluss der kupferhaltigen ammoniakalischen Flüssigkeit in dem Filter verbliebenen weissen Rückstande ist der Wismuthgehalt der Legirung enthalten. Man übergiesst das Filter mit einem erwärmten Gemische aus gleichviel offic. reiner Salzsäure und Wasser, lässt in ein geräumiges Becherglas abfließen, giesst, wenn nicht alles Weisse aus dem Filter verschwunden sein sollte, das saure Filtrat noch einmal in das Filter zurück und süsst dieses zuletzt einige Male mit etwas stärker verdünnter Salzsäure aus. Man lässt die gesammte saure Flüssigkeit in dem Becherglase abdunsten, giebt zu dem Rückstande viel Wasser zu und stellt das Gefäß durch 24 Stunden bei Seite. Alles Wismuth hat sich als weisses basisches Chlorwismuth (vgl. S. 310) am Boden angesammelt. Die davon abfiltrirte Flüssigkeit kann mit Schwefelwasserstoffgas auf Cadmiumgehalt geprüft werden.

Stibium chloratum solutum.

(Chloridum stibiosum solutum, Liquor Stibii chlorati, Butyrum Antimonii liquidum. Salzsaures antimoniges Chlorid, flüssige Spiessglanzbutter.)

Eine Auflösung von festem antimonigen Chlorid ($SbCl_3$), auch Antimonchlorür genannt, in wässriger Salzsäure, welche eine klare, farblose oder gelbliche (durch geringen Eisenchloridgehalt bedingt), schwere Flüssigkeit von ätzendem Geruche darstellt. In Wasser getropfelt eine reichliche weisse Trübung veranlassend, welche beim Zusatze sowohl von Aetzkali-lösung, als auch von Weinsäurelösung wieder verschwindet. Die alkalische Mischung wird durch Schwefelwasserstoffwasser gar nicht oder nur un-erheblich, durch etwas Höllensteinlösung sogleich tief-schwarz getrübt, ein nachheriger Zusatz von Salmiakgeist hebt diese Trübung nicht auf. Die weinsäure Mischung wird durch Schwefelwasserstoffwasser orangeroth, durch Höllensteinlösung weiss gefällt. Dieselbe verdünnte weinsäure Lösung bleibt beim Zusatze von aufgelöstem Jodkalium farblos; eine gelbe Färbung,

Charakteri-
stische Kenn-
zeichen.

von abgesehenem Jod herrührend, würde auf einen Gehalt an Antimonchlorid (SbCl^3) hinweisen, welches durch Digestion mit etwas fein gepulvertem Metalle leicht beseitigt werden kann.

Spec. Gew. 1,345—1,350 (Ph. Bor., Bav., Germ.), 1,47 (Ph. Brit.).

Starres
Chloranti-
mon.

Die österreichische Pharmakopöe (1869) hat unter dem Namen Stibium chloratum nur das feste Präparat aufgenommen, und lässt es bereiten durch Verdunsten einer mittelst gepulverten Schwefelantimons und roher concentrirter Salzsäure gewonnenen Antimonchlorürlösung, bis eine Probe davon beim Erkalten krystallinisch erstarrt, worauf die Flüssigkeit heiss in eine tubulirte Retorte übergossen und abdestillirt werden soll. — Das Verdampfen der Antimonchlorürlösung in einer offenen Porzellanschale ist eine missliche Sache und kann in einem geschlossenen Raume nicht wohl vorgenommen werden. Besser ist es die Concentration von vornherein in einer Retorte auszuführen und die Vorlage zu wechseln, sobald etwas festes im Retortenhalse sich zeigt. Das so gewonnene Präparat ist dann jedenfalls arsenfrei, daher wohl geeignet, zur Gewinnung arsenfreier antimoniger Säure und arsenfreien Brechweinsteins zu dienen.

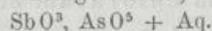
Prüfung
auf Arsen.

Uebergiesst man in einem kleinen Destillirkolben etwas von dem in der eben beschriebenen Weise gewonnenen festen antimonigen Chlorid mit nahezu der 20fachen Menge offic. reiner Salzsäure, verbindet den Kolben mit einem Dampfabfuhrrohr (Fig. 26 S. 316), giebt in den Recipienten etwas von derselben offic. reinen Salzsäure (spec. Gew. 1,124), worin man nachträglich Schwefelwasserstoffgas bis zur Sättigung einströmen lässt, und destillirt nun von dem Inhalte des Kolbens nahezu die Hälfte ab, wobei man darauf achtet, dass das Rohr immer oberhalb der sauren Flüssigkeit ausmündet, so zeigt sich in letzterer nicht die geringste Trübung. Solche tritt aber sogleich ein, wenn man nach Beendigung des eben beschriebenen Versuchs, die abdestillirte Säure durch frische ersetzt, einen Tropfen von einer Lösung von arseniger Säure in den Kolben giebt und die Destillation wiederholt. Die vorgeschlagene schwefelwasserstoffhaltige Säure erleidet sehr bald eine reine citrongelbe Trübung.

Ph. Gall. hat ebenfalls das feste antimonige Chlorid aufgenommen und lässt es in derselben Weise wie Ph. Austr. bereiten. Ph. Gall. hat aber ausserdem auch ein flüssiges Präparat (Protochlorure d'Antimone liquide), welches durch Zerfliessenlassen der festen Verbindung innerhalb einer feuchten Atmosphäre bereitet werden soll. Das spec. Gew. solchen Präparats dürfte jedenfalls höher als 1,5 sein.

Stibium oxydatum arsenicum.

(Arsenias stibiosus. Arsensaures Antimonoxyd oder arsensaure antimonige Säure.)



Erkennung.

Weisses, lockeres, geruchloses Pulver; wird etwas davon in einem Kölbchen oder kleinen schmalen Reagircyylinder über der Weingeistlampe erhitzt, so nimmt es eine gelbe Farbe an, sintert zusammen, schmilzt aber nicht, giebt etwas Feuchtigkeit aus und gleichzeitig ein weisses Sublimat; schüttet man nun auf den Rückstand im Kölbchen ein wenig scharf getrocknetes Cyankalium und erhitzt von Neuem bis zum Schmelzen, so wird metallisches Arsen aufsublimirt; nimmt man nach dem Erkalten die geschmolzene Masse mit etwas Wasser auf und giesst auf ein kleines Filter, so bleiben in letzterem kleine Kügelchen von metallischem Antimon zurück. Etwas von dem Pulver auf einem Uhrglase mit ammoniakalischer Höllesteinlösung übergossen und zerrührt, färbt sich braunroth. — In Wasser unlöslich, löslich in erwärmter Salzsäure; die Lösung trübt sich beim Zusatz von Wasser, wird aber durch Weinsäure wieder klar und dann durch Schwefelwasserstoffgas orangeroth gefällt. In gelber Schwefelammoniumflüssigkeit ist es vollständig löslich.

Das arsensaure Antimonoxyd, welches in neuerer Zeit von Frankreich aus als Arzneimittel empfohlen worden, wird nach H. Hager's Angabe am zweckmässigsten folgendermaassen dargestellt. Man löst in einem Kochkölbehen Brechweinstein unter Erwärmen in 6 bis 8 Th. destillirten Wassers, versetzt die 70 bis 80° C. heisse Lösung mit einer wässerigen Lösung von Arsensäure so lange als ein Niederschlag entsteht und erwärmt unter Umschütteln bis zum Aufkochen. In der Siedehitze scheidet sich der sehr weisse voluminöse Niederschlag schnell ab. Einige Tropfen der Flüssigkeit mit Wasser verdünnt, filtrirt und mit Arsensäure versetzt, geben den Beweis, ob die Arsensäure bereits in Ueberschuss zugesetzt ist, oder davon noch zugesetzt werden muss. Man bringt das Ganze auf ein mit destillirtem Wasser angefeuchtetes Filter und wäscht mit circa 8 Theilen oder soviel heissem destillirten Wasser nach, bis das Abtropfende in einer ammoniakalischen Bittersalzlösung keine Trübung mehr hervorbringt. Der getrocknete Niederschlag wird von 10 Th. Brechweinstein $7\frac{1}{2}$ Th. betragen (Pharm. Centralhalle. 1867. S. 309).

Darstellung.

Verschieden von vorstehendem Präparate ist das als arsenigsäures Antimonoxyd (Stibium oxydatum arseniosum s. Arseniis stibiosus) bezeichnete Präparat, welches gewonnen wird durch allmähliges Zutropfen von flüssigem antimonigen Chlorid in eine Lösung von arseniger Säure in verdünnter Kalilauge bis zum Eintritt einer sauren Reaction. Der Niederschlag besteht zwar im Wesentlichen aus arsenigsäurem Antimonoxyd, doch enthält derselbe stets Antimonoxychlorür beigemischt. Bei der Aufeinanderwirkung von fein zertheiltem metallischen Antimon (durch Reduction auf nassem Wege gewonnen) und Arsensäure findet nur eine sehr geringe wechselseitige Reaction statt. — Das Präparat ist ein weisses krystallinisches Pulver, wovon eine Probe in einem Uhrglase mit ammoniakalischer Höllensteinlösung angerührt sich zunächst gelb, dann grau färbt. In einem kleinen schmalen Reagircylinder über der Weingeistflamme erhitzt, schmilzt es leicht zu einer klaren gelben Flüssigkeit, welche beim Erkalten zu einer farblosen glasigen Masse erstarrt. Wird auf diesen Rückstand etwas sehr trockenes Cyankalium gegeben und dann von Neuem erhitzt, so sublimirt metallisches Arsen auf. Wasser mit dem Pulver digerirt, nimmt arsenige Säure daraus auf, und noch mehr, wenn es damit gekocht wird. Von erwärmter Salzsäure wird das Präparat leicht aufgenommen, die Flüssigkeit wird durch Wasserzusatz weiss getrübt, durch Weinsäure aber wieder klar. In letzterer Lösung bringt Schwefelwasserstoff zunächst einen gelben, dann einen orangeröthen Niederschlag hervor.

Stibium oxydatum arseniosum.

Stibium oxydatum emeticum.

(Stibium oxydatum griseum, Acidum stibiosum. Brechen-
erregendes Antimonoxyd, antimonige Säure.)

$SbO^3 = 146.$

Weisses schweres Pulver, wenn auf nassem Wege, oder feine glänzende nadelförmige Krystalle (Flores Antimonii argentei, Oxydum stibicum igne paratum Ph. Gall.), wenn durch Sublimation gewonnen. Auf der Kohle für sich allein mittelst des Löthrohres erhitzt, schmilzt es leicht und verflüchtigt sich in weissen Dämpfen; vorher mit etwas wasserleerem kohlen-sauren Natron gemengt und dann erhitzt, liefert es Metallkörner, welche, so lange sie glühen, einen weissen Rauch ausstossen, dabei aber keinen knoblauchartigen Geruch wahrnehmen lassen, welcher auf Arsengehalt hinweisen würde.*) Mit Weinsäurelösung erwärmt, wird es leicht gelöst zu einer Flüssigkeit, worin Schwefelwasserstoffwasser einen orangeröthen Niederschlag veranlasst. Mit einer ammoniakalischen Auflösung von salpetersaurem Silberoxyd übergossen und gelind erwärmt, durch Eintauchen des Cylinders in heisses Wasser, färbt es sich schwarz durch Bildung von Silberoxydul. In erwärmte verdünnte Kalilauge eingetragen, wird es leicht und vollständig aufgenommen zu einer Flüssigkeit, worin Höllensteinlösung

Charakteristische Kennzeichen.

ebenfalls einen tiefschwarzen Niederschlag (Silberoxydul) bewirkt, der beim Zusatze von Salmiakgeist nicht verschwindet. Wird etwas von der alkalischen Lösung der antimonigen Säure in Schwefelwasserstoffwasser getropft, so darf kein Niederschlag entstehen (Abwesenheit von Zink- und Bleioxyd). Wird etwas von dem Präparate mit einer Auflösung von reinem kohlen-sauren Natron eine Zeitlang unter Umschütteln digerirt, die Flüssigkeit dann filtrirt, das Filtrat mit reiner Salpetersäure übersättigt und hierauf mit Höllesteinlösung geprüft, so darf keine Trübung sich zeigen, welche auf einen Rückhalt von Oxychlorür**) hinweisen würde.

Prüfung
auf Arsen-
gehalt.

*) Noch unzweifelhafter wird dies erkannt, wenn 1 Grmm. von dem Präparate in einem Destillirkölbchen mit der 20fachen Menge offic. reiner Salzsäure übergossen und hiervon in der S. 316 angegebenen Weise die Hälfte abdestillirt wird. Die vorgeschlagene schwefelwasserstoffhaltige Salzsäure darf keine gelbe Trübung erleiden.

Algarott-
pulver.

**) Diese Verbindung, nach dem Entdecker (Vittorio Algarotto, Arzt zu Verona und daselbst 1604 verstorben) gewöhnlich Algarottpulver genannt, aber ausserdem noch mit manchen andern seltsamen Namen, so Mercurius vitae, Pulvis anglicus (vgl. Buchholz's Theorie und Praxis B. 1. S. 580) s. angelicus (vgl. Kopp's Gesch. d. Ch. B. 4. S. 409) u. s. w. belegt, entsteht bei der Zersetzung von flüssigem antimonigen Chlorid (Liquor Stibii chlorati) durch Wasser. Der anfangs voluminöse amorphe Niederschlag wird innerhalb der Flüssigkeit allmählig dicht und krystallinisch. Die quantitative Zusammensetzung wechselt je nach der Menge und der Temperatur des Wassers, doch kann dem von der überstehenden Flüssigkeit getrennten Niederschlage durch Digestion mit einer Lösung von kohlen-saurem Natron alles Chlor entzogen und, unter Bildung von Chlornatrium, durch Sauerstoff substituirt werden. Das Präparat ist dann etwas natronhaltig.

Stibium peroxydatum.

(Stibium oxydatum album, Acidum stibicum. Antimonsäure.)



Charakteri-
stische Kenn-
zeichen.

Blassgelbes, wenn wasserfrei, oder rein weisses Pulver (Materia perlata), wenn wasserhaltig; geruch- und geschmacklos, beim Uebergiessen mit Schwefelwasserstoffwasser unverändert bleibend. In einem trockenen Reagircylinder über der Weingeist- oder Gasflamme erhitzt, schmilzt es nicht, letzteres giebt aber zunächst Wasser ab und wird blassgelb, dann bei weiterem stärkern Erhitzen unter Abgabe von Sauerstoff wieder weiss, in antimonsaure antimonigé Säure übergehend. Mit trockenem kohlen-sauren Natron auf der Kohle mittelst des Löthrohrs erhitzt, liefert es Metallkugeln, welche während des Glühens einen weissen Rauch ausgeben und nach dem Erkalten sich spröde zeigen. In Wasser unlöslich, doch wird befeuchtetes Lackmuspapier dadurch geröthet; auch von Salpeter- und Schwefelsäure wird es nicht aufgenommen. Mit Chlorwasserstoffsäure übergossen und erwärmt, wird Antimonsäure zwar gelöst, immerhin aber schwierig und unvollständig, so dass die Flüssigkeit sehr lange trübe bleibt. Wird die saure Mischung in Schwefelwasserstoffwasser eingetragen, so färbt sich das Gemisch gelb und allmählig entsteht ein orange-gelber Niederschlag. Mit verdünnter Aetzkalklösung in gelinder Wärme digerirt, dann absetzen gelassen, liefert es eine Flüssigkeit, welche in Schwefelwasserstoffwasser keine Fällung veranlasst (Abwesenheit von blei-schen und zinkischen Substanzen) und in Höllesteinlösung einen grauen Niederschlag hervorruft, der beim Zusatze von Aetzammoniak verschwindet (Ab-

wesenheit von antimoniger Säure). Wird etwas von dem Präparate mit einer Lösung von reinem kohlen-sauren Natron gekocht, das Gemisch dann filtrirt, das Filtrat zunächst mit reiner Salzsäure übersättigt und darauf mit Chlorbaryumlösung geprüft, so darf keine Trübung entstehen (Abwesenheit schwefelsaurer alkalischer Erden).

Das als Antimonweiss (Spiessglanzweiss) bezeichnete und als Maler- und Anstrichfarbe empfohlene Präparat ist die oben erwähnte Verbindung von Antimonsäure mit antimoniger Säure (SbO^3 , SbO^5). Es verhält sich gegen Schwefelwasserstoffwasser, vor dem Löthrohre und gegen Säuren wie Antimonsäure, und ebenso auch gegen verdünnte Kalilauge. Wird es aber im Silbertiegel mit Aetzkali kurze Zeit geschmolzen, dann mit Wasser aufgenommen, so giebt die Flüssigkeit mit Höllesteinlösung einen schwarzen Niederschlag, welcher durch Aetzammoniak nicht vollständig verschwindet.

Spiessglanzweiss.

Stibium sulfuratum aurantiacum.

(Sulfidum stibicum, Sulfur auratum. Antimonsulfid, orangefarbenes Schwefelantimon, Goldschwefel.)

$Sb S^5 = 202.$

Sehr feines orangerotes Pulver; auf der Kohle mittelst des Löthrohres erhitzt, verbrennt es mit bläulicher Flamme und giebt einen weissen Beschlag, in einem Reagircylinder mit der 10—15fachen Menge offic. reiner Chlorwasserstoffsäure übergossen und erwärmt, giebt es unter Zurücklassung von röthlichem Schwefel Schwefelwasserstoffgas aus und eine Flüssigkeit, welche nach Austreibung allen Schwefelwasserstoffs mit Wasser verdünnt oder in Wasser getrüpfelt dieses milchigweiss färbt.

Erkennung.

a. Wasser: man übergiesst in einem Kölbchen nahehin 2 Grmm. von dem Präparate mit 60 C. C. destillirten Wassers, schüttelt tüchtig um, lässt dann absetzen und giesst die überstehende Flüssigkeit auf ein Filter — das Filtrat darf weder sauer noch alkalisch reagiren, beim Verdunsten eines Theils keinen Rückstand zurücklassen, auch bei der Prüfung mit Lösungen von salpetersaurem Baryt und salpetersaurem Silberoxyd, in beiden Fällen nach vorgängiger Ansäuerung durch einige Tropfen reiner Salpetersäure keine erhebliche Trübung erleiden.

Prüfung.

b. Saures weinsaures Natron: man giebt auf das in dem Kölbchen verbliebene Präparat 30 C. C. von einer kalt bereiteten Lösung des genannten Reagens, schüttelt eine Weile, giebt das Ganze auf ein Filter und prüft das Filtrat mit Schwefelwasserstoffwasser — es darf keine orange Trübung eintreten, welche im Gegenfalle auf einen Gehalt an Antimonoxyd (antimonige Säure) hinweisen würde.

c. Zweifach-kohlen-saures Natron: man süsst den Inhalt des Filters, sofern bei der vorhergehenden Prüfung sich kein Antimonoxyd ergeben hat, einige Male mit reinem Wasser aus, giebt dann denselben in das Kölbchen zurück und übergiesst mit einer kalt gesättigten Lösung von zweifach-kohlen-saurem Natron. Man digerirt eine Zeit lang ohne Erwärmung und unter öfterem Schütteln, lässt absetzen, giebt die überstehende Flüssigkeit auf das Filter zurück und versetzt das alkalische Filtrat behutsam mit reiner Salzsäure bis zur sauren Reaction — es darf keine citrongelbe Trübung und Fällung (Schwefelarsen) entstehen.

Wenn die unter b beschriebene Prüfung die Anwesenheit von Antimonoxyd ergeben hatte, so ist es vorzuziehen, anstatt des Natronsalzes, eine Auflösung von

kohlensaurem Ammon anzuwenden und damit entweder den wohl ausgesüßten Niederschlag oder auch eine neue Portion des Präparats ohne Anwendung von Wärme unter Umschütteln eine kurze Weile zu digeriren. Die filtrirte ammoniakalische Flüssigkeit wird in einem Porzellanschälchen im Wasserbade abgedunstet, das trockene Schälchen darauf mit etwas Magnesit abgerieben, dann ein wenig Cyankalium hinzugemischt und die nochmals sehr scharf getrocknete Mischung im Reduktionskölbchen (vgl. S. 14. Fig. 7) bis zum Glühen erhitzt — es darf in der Röhre oberhalb der Kugel kein Metallspiegel (metallisches Arsen) sich zeigen.

c. Aetzkali: man verdünnt den im Kölbchen verbliebenen Rückstand abermals mit 30 C. C. Wasser, erwärmt bis nahe zum Sieden und fügt tropfenweise Aetzkalilösung hinzu — es muss alles ohne Rückstand sich lösen. Gegenfalls sind fremde Einmengungen (Ziegelmehl, Eisenoxyd) vorhanden.

Stibium sulfuratum nigrum.

(Sulfidum stibiosum crystallinum. Schwarzes oder krystallinisches Schwefelantimon oder antimoniges Sulfid.)

Sb S² = 170.

Charakteristische Kennzeichen.

Schwere schwarzgraue glänzende abfärbende krystallinische Masse von spießigkrystallinischem Gefüge, oder, wenn gepulvert, schweres, mehr oder weniger glänzendes, je nach dem Grade der Zertheilung, schwarzes Pulver. Auf der Kohle in der Löthrohrflamme erhitzt, schmilzt es und verbrennt unter Ausstossen eines dicken weissen Rauches. Mit einem Gemisch aus trockenem kohlensauren Natron und Cyankalium in gleicher Weise behandelt, liefert es Metallkugeln, welche einen weissen Rauch ausstossen und nach dem Erkalten sich spröde zeigen. — Wird etwas von dem sehr fein zerriebenen Körper mit der 6—8fachen Menge concentrirter Salzsäure erhitzt, so wird es unter Entwicklung von Schwefelwasserstoffgas aufgelöst, und wird die Lösung, nach Austreibung allen Schwefelwasserstoffs durch fortgesetztes Erwärmen, in Wasser getropfelt, so wird dieses reichlich milchweiss und bei nachherigem Zusatze von Schwefelwasserstoffwasser orangeroth gefärbt.

Die nähere Prüfung eines zu pharmaceutischen Zwecken anzuwendenden Schwefelantimons erstreckt sich wesentlich auf die Ermittlung eines etwaigen Gehaltes an Schwefelarsen und Schwefelblei, welche in dem rohen Schwefelantimon des Handels (*Antimonium crudum*) selten fehlen. Die Prüfung nach beiden Richtungen geschieht gleichzeitig und damit kann auch leicht die Prüfung auf andere Metalle (Eisen, Kupfer) combinirt werden. Man verfähre zu diesem Behufe folgendermaassen:

Prüfung auf Arsengehalt.

a. Ermittlung des Arsens: man giebt 2 Grmm. von dem zum feinsten Pulver zerriebenen Schwefelantimon in einen kleinen Destillirkolben mit flachem Boden, übergiesst mit 25 Grmm. reiner Salzsäure von 1,15 spec. Gew. (= 30 % Säuregehalt), verschliesst den Kolben mit einem doppelt durchbohrten Stöpsel, in dessen eine Oeffnung eine lange Trichteröhre, welche bis nahe auf den Boden des Kolbens reicht, in die andere der kurze Schenkel eines Dampfableitungsrohrs eingelassen ist, und lässt den äussern längern vertikalen Schenkel des letztern in eine als Recipienten dienende Vorlage oder einen weiten Reagircylinder, worin etwas officinelle Salzsäure enthalten ist, einmünden, so dass das Rohr in diese eintaucht (vgl. Fig. 25 u. 28). Der Recipient selbst wird mit kaltem Wasser umgeben. Man erhitzt nun den Inhalt des Kolbens ganz allmählig bis zum

Kochen und fährt damit fort, bis nahehin die Hälfte der Flüssigkeit überdestillirt ist. Gegen Ende kann das Feuer etwas gesteigert, der Recipient auch etwas tiefer, sogar bis zum Heraustreten des Rohres aus der Flüssigkeit, gesenkt werden. Ist das fragliche Schwefelantimon frei von jedem Gehalt an Arsen, so zeigt sich während der ganzen Dauer der Destillation in dem äussern vertikalen Schenkel des Dampfabführungsrohres nicht das geringste von einem gelben Anfluge, und in dem Destillate nicht die geringste gelbe Trübung. Im Gegenfalle ist aber die erstere Erscheinung, citrongelber Beschlag im Innern des äussern vertikalen Rohres, ganz deutlich wahrnehmbar, besonders gegen das Ende, und die Flüssigkeit in dem Recipienten trübt sich anfangs weisslich, dann gelblich und nach längerer Zeit scheiden sich gelbe Flocken ab.

Ein anderes Verfahren zur Erkennung von Arsen im Schwefelantimon, welches aber nur bei Abwesenheit anderer Metalle anwendbar ist, besteht darin, dass man eine Probe von dem fraglichen Präparate mit trockenem kohlensauren Natron und Cyankalium mischt, das Gemisch zunächst sehr scharf austrocknet, darauf in ein Reductionskölbchen (S. 14, Fig. 7) einträgt und bis zum Glühen erhitzt. Bei Anwesenheit von Arsen und Abwesenheit von Metallen, welche das Arsen binden (z. B. Blei, Kupfer, Eisen, Nickel), wird in der Röhre oberhalb der Kugel ein metallisches Sublimat wahrgenommen, welches durch äussere Erhitzung leicht von einer Stelle zur andern getrieben werden kann.

b. Ermittlung des Bleies: war das zur vorhergehenden Prüfung verwandte Schwefelantimon bleihaltig, so ist bei der eben beschriebenen Behandlung mit Salzsäure das Schwefelblei in Chlorblei übergegangen und dieses scheidet sich, wenn einigermaassen erheblich, beim Erkalten des Destillationsrückstandes in Gestalt von leicht erkennbaren kleinen weissen glänzenden flachen Krystallnadeln aus, welche beim Verdünnen der Flüssigkeit mit einer verdünnten Weinsäurelösung noch mehr zunehmen.

Prüfung auf
Blei,

Das künstlich durch Zusammenschmelzen von Antimonmetall und Schwefel dargestellte Schwefelantimon enthält zuweilen eine nicht unbedeutliche Menge unverbundenen Metalls, welches von der Salzsäure nicht gelöst wird, sondern in Gestalt metallisch glänzender Theilchen von stahlgrauer Farbe zurückbleibt. Eine Verwechslung mit den Chlorbleikryställchen ist nicht wohl möglich, auch lösen sich die letzteren in kochendem Wasser.

c. Ermittlung des Kupfers u. s. w. Die mit Weinsäurelösung verdünnte und, wenn nöthig, abfiltrirte Flüssigkeit wird mit Aetzkali- oder Aetznatronlösung übersättigt und hierauf Natriumsulfhydratlösung hinzugegeben oder auch Schwefelwasserstoffgas bis zur Sättigung eingeleitet. Bei Abwesenheit von Blei, Kupfer, Eisen bleibt das Gemisch klar und kaum gefärbt. Färbt es sich aber dunkel und entsteht allmählig ein schwarzer Niederschlag, so kann dieser Schwefelblei (und zwar jedenfalls, wenn die oben erwähnte Ausscheidung von Chlorbleikrystallen wahrgenommen wurde) sein, gleichzeitig aber auch Schwefelkupfer und Schwefeleisen enthalten. Behufs specieller Prüfung lässt man absetzen, was nur sehr allmählig geschieht, giesst die überstehende Flüssigkeit ab, übergiesst den Bodensatz mit schwefelwasserstoffhaltigem Wasser, lässt abermals absetzen, giesst ab und wiederholt dieses Aufgeben von schwefelwasserstoffhaltigem Wasser, Absetzenlassen und Abgiessen noch 1—2 Mal. Man giebt nun etwas officinelle Chlorwasserstoffsäure auf den in dem Kolben verbliebenen Absatz, erwärmt gelinde durch Eintauchen des Kolbens in heisses Wasser, verdünnt dann mit Wasser, lässt absetzen und filtrirt die überstehende Flüssigkeit ab. Das Eisen ist in die saure Flüssigkeit übergegangen,

Kupfer und
Eisen.

wenn der Absatz ganz oder zum Theil aus Schwefeleisen bestand, und kann leicht durch die geeigneten Reagentien (rothes Blutlaugensalz) in dem Filtrate nachgewiesen werden. Ist der schwarze Niederschlag aber gar nicht oder nur unvollständig verschwunden, so wird zunächst durch wiederholtes Aufgeben von schwefelwasserstoffhaltigem Wasser, Absetzenlassen und Abgiessen die Säure entfernt, der Rückstand dann in ein Becherglas oder Porzellanschälchen eingespült, absetzen gelassen, die Flüssigkeit so weit wie thunlich abgegossen, auf den Bodensatz etwas officinelle reine Salpetersäure gegeben und darüber im Wasserbade abgedunstet. Man nimmt den Rückstand mit heissem Wasser, dem einige Tropfen Salpetersäure zugegeben, auf, filtrirt und prüft das Filtrat zunächst mit verdünnter Schwefelsäure auf Blei, darauf, gleichviel ob eine Trübung (schwefelsaures Bleioxyd) stattgefunden oder nicht, mit Salmiakgeist auf Kupfer. Wenn bereits die Anwesenheit von Blei, in Folge der früheren Wahrnehmung von Chlorbleikristallen, ausser Zweifel steht, so fällt die Prüfung mit verdünnter Schwefelsäure natürlicher Weise weg und man nimmt den salpetersauren Rückstand unmittelbar mit Salmiakgeist auf und filtrirt, wobei, wenn Kupfer vorhanden, ein blaues Filtrat gewonnen wird.

Stibium sulfuratum rubeum.

(Sulfidum stibiosum praecipitatum, Kermes minerale. Braunrothes antimoniges Sulfid, Mineralkermes, Karthäuserpulver.)

Charakteristische Kennzeichen.

Feines braunrothes Pulver, geruch- und geschmacklos. Auf der Kohle mittelst des Löthrohrs erhitzt, schmilzt es und verbrennt unter Ausstossen eines dicken weissen Rauchs und des Geruchs nach verbrennendem Schwefel; mit Zusatz einer Mischung aus wasserleerem kohlen-sauren Natron und Cyankalium in gleicher Weise behandelt, liefert es Metallkörner, welche im Glühen einen weissen Rauch ausgeben und nach dem Erkalten spröde sind. In Wasser unlöslich; in erwärmte Chlorwasserstoffsäure eingetragen, wird es unter Auftreten von Schwefelwasserstoffgas aufgenommen zu einer Flüssigkeit, welche nach Austreibung allen Schwefelwasserstoffs durch fortgesetztes Erwärmen, in Wasser gegossen eine milchweisse Mischung giebt. Ein Zusatz von Weinsäurelösung macht die Mischung wieder klar und Schwefelwasserstoffwasser fällt dieselbe nun orangeroth.

Prüfung.

a. Wasser: man übergiesst in einem Kölbchen 2—3 Grmm. von dem Präparate mit destillirtem Wasser, schüttelt eine Zeit lang, lässt dann absetzen und filtrirt die überstehende Flüssigkeit ab. Das Filtrat muss rothes und blaues Lackmuspapier unverändert lassen, auch beim Verdunsten in einem Becherglase, Silber- oder Platinschaale keinen Rückstand geben.

b. Weinsäure: man giebt auf den Rückstand im Kölbchen von Neuem reines Wasser auf, fügt etwa $\frac{1}{2}$ bis 1 Grmm. reine Weinsäure hinzu (oder man verdünnt den Rückstand anstatt mit Wasser, unmittelbar mit einer kalt gesättigten Lösung von saurem weinsauren Natron), schüttelt eine Weile und filtrirt abermals. Das Filtrat darf durch Schwefelwasserstoffwasser nur in geringem Maasse getrübt werden. Eine reichliche orangerothe Trübung würde auf einen bedeutenden Gehalt an brechen-erregendem Antimonoxyd (antimonige Säure) hinweisen.

In dem nach dem Verfahren von Cluzel bereiteten Mineralkermes ist die antimonige Säure ausser Verbindung mit Schwefelantimon in der Form von

antimonigsäurem Natron enthalten, wie bereits vor langer Zeit von Wittstein nachgewiesen, und kann bei genauer Betrachtung des Pulvers unter dem Mikroskope als farblose glänzende Kryställchen erkannt werden. Wenn bei der Bereitung des Mineralkermes auf nassem Wege nach dem Verfahren von Cluzel nicht kohlen-saures Natron, sondern kohlen-saures Kali benutzt worden, so ist das Präparat mehrentheils frei von antimoniger Säure, da das entstehende antimonigsäure Kali viel löslicher ist, als das Natronsalz, daher in der Flüssigkeit verbleibt. Dagegen kann solches Präparat leicht übersaures schwefelantimonigsäures Schwefelkalium eingemengt enthalten und entwickelt in solchem Falle bei der Digestion mit verdünnter Weinsäurelösung den Geruch nach Schwefelwasserstoff. — Das Präparat der Ph. Germ. ist reich an Antimonoxyd (in chemischer Verbindung mit Schwefelantimon), wie durch obige Prüfung sich leicht nachweisen lässt und kann Schwefelarsen enthalten, wenn ursprünglich nicht arsenfreies schwarzes Schwefelantimon benutzt wurde.

c. Chlorwasserstoffsäure: 2 Gramme des Präparats werden in einem kleinen Destillirkolben mit 20 Grmm. officin. reiner Salzsäure übergossen und damit ganz in derselben Weise verfahren, wie S. 326 zur Ermittlung von Arsen im schwarzen Schwefelantimon angegeben. Die Anwesenheit von Schwefelarsen giebt sich ganz durch dieselben Erscheinungen zu erkennen, welche a. a. O. beschrieben sind. Gewöhnlich bleibt auch ein geringer bräunlicher Rückstand, welcher wesentlich aus Schwefel besteht und bei Anwesenheit von Arsen ein wenig Schwefelarsen eingehüllt enthält, wie sich leicht nachweisen lässt, wenn man, nach vorgängiger Verdünnung der salzsauren Flüssigkeit mit etwas Weinsäurelösung und Wasser, diesen Rückstand in einem kleinen Filter sammelt, zunächst mit schwefelwasserstoffhaltigem Wasser sehr gut aussüsst, sodann aus dem durchstochenen Filter mit mässig erwärmter kohlen-saurer Ammonflüssigkeit in einen andern Reagircylinder einspült, nach kurzer Digestion die ammoniakalische Flüssigkeit wieder abfiltrirt und das Filtrat nun mit reiner Salzsäure ansäuert — es entsteht eine gelbe Trübung und allmähig ein gelber flockiger Niederschlag.

d. Natriumsulphydrat: das weinsäurehaltige salzsaure Filtrat wird zunächst mit Aetznatronlösung bis zur alkalischen Reaction versetzt und darauf Natriumsulphydratlösung hinzugegeben und geschüttelt (oder man macht die saure Flüssigkeit mit Aetznatronlösung alkalisch und lässt Schwefelwasserstoffgas bis zur Sättigung einströmen) — es darf kein Niederschlag zeigen (Abwesenheit fremder, durch Schwefelnatrium nicht löslicher Metallverbindungen, so von Blei, Kupfer, Eisen). Gegenfalls verfährt man behufs näherer Prüfung mit dem Niederschlage wie S. 327 unter c. angegeben.

Strychnium.

(Strychnia, Strychninum. Strychnin.)



Weisses krystallinisches Pulver oder kleine prismatische Krystalle, geruchlos, von äusserst bitterem Geschmacke. Beim Erhitzen auf Platinblech schmilzt es, verbreitet sich über das Blech hin, verdampft theilweise unzersetzt, verkohlt aber zum grössten Theile und verschwindet endlich vollständig. In Aether und absolutem Weingeiste kaum löslich, in etwa 160 Th. höchstrectificirtem Weingeist und 200 Th. Amylalkohol in der Kälte löslich, viel mehr in der Wärme und noch reichlicher in Chloroform. Wird etwa 1 Decigramm. davon in einem Reagircylinder mit 20 Grmm

Charakteristische Kennzeichen.

oder 20 C. C. Wasser übergossen und erwärmt, durch Eintauchen des Cylinders in heisses Wasser, so wird es nicht gelöst; dieses geschieht aber schnell, wenn nachträglich verdünnte Schwefelsäure hinzugefügt wird. Diese Lösung wird durch Auflösungen von Gerbsäure, Kalium-Quecksilberjodid und Jod in Jodkaliumlösung reichlich gefällt (allgemeine Reactionen für Alkaloide überhaupt), ebenso durch wässrige Pikrinsäurelösung. Dieselbe schwefelsaure Lösung wird bei einigem Ueberschuss an Säure durch aufgelöstes zweifach-kohlensaures Kali bis zur alkalischen Reaction nicht gefällt (nächster Unterschied von den Chinaalkaloiden), wohl aber bei nachträglichem Zusatze von Aetzkalklösung; durch mehr von diesem letzteren Fällungsmittel verschwindet der Niederschlag nicht (Unterschied von Morphin). In einem Reagircyliner mit offic. reiner Salpetersäure übergossen, wird Strychnin ohne Färbung, von conc. reiner Salpetersäure nur mit blassgrünlicher Farbe gelöst (weiterer Unterschied von Morphin und von Brucin). Auch beim Uebergiessen mit concentrirter reiner Schwefelsäure tritt keine Färbung ein (weiterer Unterschied von Brucin und von Veratrin). Wird aber zu der Lösung in conc. Schwefelsäure mittelst eines Glasstabes ein wenig von einer Lösung von chromsaurem Kali zugesetzt oder, wenn der Versuch auf einem Uhrglase geschieht, ein wenig von dem zerriebenen Salze eingestreut, so tritt alsbald von diesem letzteren aus eine blaue, bald violett werdende Färbung ein, welche endlich roth und gelblich wird (charakteristische Reaction für Strychnin, worauf J. Otto zuerst aufmerksam gemacht).

Schwefelwasserstoff-Strychnin.

Noch eine besondere Eigenthümlichkeit des Strychnins, welche bis jetzt noch an keinem andern Alkaloide beobachtet wurde, ist unlängst von A. W. Hofmann wahrgenommen worden. Vermischt man nämlich eine kalte gesättigte Lösung von Strychnin in starkem Weingeist mit einer weingeistigen Lösung von gelbem Schwefelammonium, so sieht man schon nach kurzer Zeit in der Flüssigkeit glänzende Krystallfitter entstehen, und nach 12 Stunden sind die Wandungen des Gefässes mit schönen, oft centimeterlangen Nadeln von orangerother Farbe bedeckt, welche man nach dem Abgiessen der Flüssigkeit nur mit kaltem Weingeist abzuspülen braucht, um sie völlig rein zu haben. Die Krystalle sind in Wasser, Weingeist, Aether, Schwefelkohlenstoff unlöslich. Aus einer weingeistigen Lösung von Strychnin, welche 2,03 Grmm. von letzterem enthielt, wurden auf Zusetzen von weingeistigem gelbem Schwefelammonium nach 12 stündigem Stehen 2,287 Grmm. der rothen Krystalle erhalten, d. h. 87,2% der theoretischen Menge, insofern nämlich die Analyse dieselbe als eine Verbindung von 1 Molecül Strychnin (Str) mit 2 Molecülen eines nach den Verhältnissen HS^3 (H = 1, S = 16) zusammengesetzten Wasserstoffsulfids kennen gelehrt hatte. — Beim Uebergiessen mit conc. Schwefelsäure entfärben sich die Krystalle, und auf Zusatz von wenig Wasser scheiden sich farblose durchsichtige Oeltropfen dieses Sulfids aus, während die Lösung schwefelsaures Strychnin enthält. Nach längerer Zeit zerfallen diese Oeltropfen in Schwefelwasserstoff und Schwefel (Bericht der deutschen chem. Gesellsch. zu Berlin. 1868. S. 82).

Strychnium nitricum.

(Nitras strychnicus s. Strychninae. Salpetersaures Strychnin.)

\ddagger StrHONO⁵ = 397.

Erkennung
und

Feine, weisse, glänzende, biegsame, nadelförmige Krystalle; auf Platinblech allmählig erwärmt, sich anfangs gelb färbend, dann schmelzend und endlich vollständig verbrennend. Wird etwas von dem zerriebenen Präparate auf einem Uhrglase oder Porzellanschälchen mit dreifach-gewässelter Schwefelsäure (reine concentrirte Schwefelsäure mit dem dritten Theile

ihres Gewichts Wassers verdünnt) übergossen, mit einem Glasstabe umgerührt, ein wenig zerriebenes chromsaures Kali eingestreut und das Gefäß dann behutsam umgeschwenkt, so zeigt sich alsbald die prachtvollste Farbewandlung in blau, violett und roth. Von kaltem Wasser bedarf das Salz mehr denn das 60fache zur Lösung; um nun auch mit dieser Lösung die eben beschriebene schöne Reaction sicher hervorzurufen, versetzt man in einem schmalen Reagirylinder etwas davon mit einem Tropfen einer concentrirten Lösung von chromsaurem Kali (oder von rothem Blutlaugensalz) und lässt darauf reine conc. Schwefelsäure behutsam an den Wandungen des Glases herabfließen — die sich unten ansammelnde Schwefelsäure nimmt eine schöne blaue Färbung an. — Wird etwas von dem Präparate in einem Kelchglase mit einer conc. Lösung von schwefelsaurem Eisenoxydul vermischt und darauf reine con. Schwefelsäure in der so eben erwähnten Weise hinzugefügt, so kommt an der Scheidegrenze zwischen beiden Flüssigkeiten eine farbige Zone zum Vorschein (Nachweis der Salpetersäure). Der Strychningehalt beträgt 84 %.

a. Wärme: man erhitzt eine kleine Probe auf Platinblech über der Weingeistlampe allmählig bis zum Glühen, es muss ohne allen Rückstand verbrennen. Eine graue oder weisse Asche würde unorganische Einmengen zu erkennen geben.

Prüfung.

b. Salpetersäure und Schwefelsäure: man übergiesst in einem Reagirylinder etwas von dem Präparate mit reiner offic. Salpetersäure — es darf keine Färbung eintreten (Abwesenheit von Brucin). Auch conc. Schwefelsäure, nachträglich zugesetzt, darf keine oder höchstens eine blassgrünliche Färbung verursachen.

c. Zweifach-kohlensaures Kali: man übergiesst in einem Reagirylinder etwa 1 Decigramm. mit 6 Grmm. oder 6 C. C. destillirtem Wasser, giebt einen Tropfen verdünnte Schwefelsäure hinzu, schüttelt bis zur vollständigen Lösung und versetzt nun die klare Flüssigkeit mit einer wässrigen Lösung von zweifach-kohlensaurem Kali — es darf keine Trübung stattfinden, welche bei sonstiger Reinheit auf eine Einmischung eines Chinaalkaloïds hinweisen würde.

In Ph. Gall. ist salpetersaures Strychnin nicht aufgenommen, wohl aber an dessen Stelle das krystallwasserhaltige schwefelsaure Salz (*Sulfas strychnicus* = $\text{StrHOSO}^3 + 7\text{HO} = 446$), welches sehr nahe 75 % Strychnin enthält, somit 9 % weniger als das krystallwasserleere salpetersaure Salz. Es ist in Wasser reichlicher löslich. Die Lösung verhält sich Reagentien gegenüber wie S. 330 von der Lösung des Strychnins in verdünnter Schwefelsäure angegeben. Vom salpetersauren Salze unterscheidet es sich durch Ausfall der Eisenvitriolreaction und durch das Gefälltwerden der wässrigen Lösung durch eine Lösung von Chlorbaryum.

*Schwefels.
Strychnin.*

Sulfur purum.

(Flores Sulfuris loti. Reiner Schwefel, ausgewaschene Schwefelblumen.)

S = 16.

Trockenes, feines, geruchloses, schwefelgelbes Pulver, unter dem Mikroskop als glatte Kügelchen von nicht krystallinischem Bruch erscheinend (hierdurch wesentlich vom gepulverten Schwefel unterschieden); auf glühende Kohlen gestreut, sich entzündend und mit blassblauer Flamme verbrennend unter Entwicklung des eigenthümlichen Geruchs nach bren-

Erkennung
und

nendem Schwefel (schwefelige Säure). In Schwefelkohlenstoff nur zum Theil löslich (krystallisirter Schwefel, gegenwärtig im Handel von ausgezeichneter Schönheit vorkommend, ist in Schwefelkohlenstoff rasch und vollständig löslich).

Prüfung.

a. Wasser: man übergiesst in einem Setzkölbchen etwa 6 Grmm. mit 30 C. C. destillirtem Wasser, schüttelt eine Weile tüchtig um, lässt dann absetzen und filtrirt etwas von der Flüssigkeit ab — das Filtrat darf Lackmuspapier nicht röthen (was bei den unausgewaschenen Schwefelblumen stets der Fall ist), auch beim Verdunsten nichts zurücklassen.

b. Salmiakgeist: man fügt zu dem Rückstande in dem Kölbchen 4 C. C. Salmiakgeist, schüttelt abermals wohl um, erwärmt gelinde durch Eintauchen des Kölbchens in heisses Wasser, filtrirt, spült noch mit etwas reinem Wasser nach und lässt das Filtrat verdunsten. Der Rückstand darf nur unerheblich sein und auch in solchem Falle keine Spuren von Arsen enthalten. Behufs näherer Prüfung in letzter Beziehung reibt man das Schälchen mit etwas gepulvertem Magnesit ab, mischt eine geringe Menge Cyankalium zu, trocknet sehr scharf, schüttet die Mischung in eine an einem Ende zu einer Kugel ausgeblasene Reductionsröhre und erhitzt über der Weingeistlampe allmählig zum Glühen — bei vorhandenem Arsen bildet sich oberhalb der Kugel ein Metallspiegel.

c. Cyankalium: man spült aus dem durchstochenen Filter mittelst der Spritzflasche den Schwefel in das Kölbchen zurück, fügt etwa halbsoviel reines Cyankalium, als man Schwefel in Untersuchung genommen, hinzu, kocht, filtrirt, übersättigt das Filtrat mit reiner Chlorwasserstoffsäure und überlässt das Gemisch durch 24 Stunden sich selbst — eine allmählig sich einstellende röthliche Trübung würde auf Selengehalt hinweisen.

d. Aetzkalklösung: man übergiesst in einem Kölbchen 1 Grmm. von dem Präparate mit dem 4fachen Gewichte reiner Aetzkalklösung von 1,34 spec. Gew., fügt noch etwas Wasser zu und kocht — es muss vollständig zu einer orangegelben Flüssigkeit gelöst werden. Erdige und zinkische Einnengungen würden hierbei zurückbleiben.

Sulfur praecipitatum.

(Lac Sulfuris, Magisterium Sulfuris. Gefällter Schwefel, Schwefelmilch.)

Erkennung
und

Sehr feines und zartes, blassgelblich-weisses Pulver, geschmack- und geruchlos, auf glühende Kohlen gestreut sich wie das Vorhergehende verhaltend. In Schwefelkohlenstoff rasch und vollständig löslich (mittelst Aetzkali's, anstatt Aetzkalks, bereitete Schwefelmilch ist nicht immer vollständig löslich und noch weniger Schwefelblüthe).

Prüfung.

a. Wasser: man übergiesst in einem Kölbchen etwa 6 Grmm. von dem Präparate mit 30 C. C. destillirtem Wasser, schüttelt stark und anhaltend und filtrirt — das Filtrat darf weder sauer noch alkalisch reagiren, durch Kleesäurelösung keine Trübung erleiden, auch beim Verdunsten keinen Rückstand zurücklassen; gegenfalls ist es nicht hinreichend ausgewaschen.

b. Aetzammoniakflüssigkeit: } wie bei Sulfur purum.
c. Aetzkalklösung: }