

an den Glaswandungen fest angesetzt, die einer Untersuchung unterzogen wurden. Sie sind in Wasser schwer löslich. Die Reaktion der Lösung ist stark alkalisch. Außer Gold, Baryum und den Elementen des Wassers ließ sich darin nichts nachweisen, erstere beiden wurden quantitativ bestimmt und in Mengen gefunden, welche für ein Salz bestehend aus 2 Mol. an Baryum gebundenes Aurylhydroxyd mit 5 Mol. Wasser sprechen.

#### Analysen.

**Baryum-Goldacetat.**  $\text{Ba}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 2\text{Au}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_3$ . Monokline Kristalle.

| Gefunden:                               | Berechnet:                              |
|-----------------------------------------|-----------------------------------------|
| 39,11% Au                               | 39,08% Au                               |
| 13,69% Ba                               | 13,65% Ba                               |
| 47,20% $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ | 47,27% $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ |

Die Essigsäure wurde in allen Fällen durch Abdestillieren mit Phosphorsäure und Titration bestimmt.

**Strontrium-Goldacetat.**  $\text{Sr}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 2\text{Au}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_3 + 2\text{H}_2\text{O}$ . Monokline Kristalle.

| Gefunden:                               | Berechnet:                              |
|-----------------------------------------|-----------------------------------------|
| 39,91% Au                               | 39,78% Au                               |
| 8,71% Sr                                | 8,85% Sr                                |
| 48,09% $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ | 47,73% $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ |
| 3,64% $\text{H}_2\text{O}$ (berechnet)  | 3,64% $\text{H}_2\text{O}$ .            |

**Calcium-Goldacetat.**  $\text{Ca}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 2\text{Au}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_3 + 2\text{H}_2\text{O}$ . Monokline Kristalle.

| Gefunden:                               | Berechnet:                              |
|-----------------------------------------|-----------------------------------------|
| 42,08% Au                               | 41,97% Au                               |
| 4,42% Ca                                | 4,27% Ca                                |
| 50,46% $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ | 50,35% $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ |
| 3,41% $\text{H}_2\text{O}$ (berechnet)  | 3,41% $\text{H}_2\text{O}$ .            |

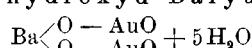
**Magnesium-Goldacetat.**  $\text{Mg}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 2\text{Au}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_3 + 4\text{H}_2\text{O}$ .

| Gefunden:                               | Berechnet:                              |
|-----------------------------------------|-----------------------------------------|
| 40,85% Au                               | 40,90% Au                               |
| 2,56% Mg                                | 2,53% Mg                                |
| 49,21% $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ | 49,08% $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ |
| 7,49% $\text{H}_2\text{O}$ (berechnet)  | 7,49% $\text{H}_2\text{O}$ .            |

**Blei-Goldacetat.**  $\text{Pb}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_2 \cdot 2\text{Au}(\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2)_3 + 2\text{H}_2\text{O}$ . Monokline Kristalle.

| Gefunden:                               | Berechnet:                              |
|-----------------------------------------|-----------------------------------------|
| 35,58% Au                               | 35,63% Au                               |
| 18,48% Pb                               | 18,70% Pb                               |
| 42,48% $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ | 42,77% $\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ |
| 2,90% $\text{H}_2\text{O}$ (berechnet)  | 2,90% $\text{H}_2\text{O}$ .            |

#### Aurylhydroxyd-Baryum.



Rhombsche Kristalle.

| Gefunden: | Berechnet: |
|-----------|------------|
| 56,90% Au | 57,45% Au  |
| 20,49% Ba | 20,02% Ba. |

### Analyse eines Wolfram-Zinn-Minerales.

Von HENRI ANGENOT-Antwerpen.

(Eingeg. d. 19./10. 1905.)

Die quantitative Trennung von  $\text{SnO}_2$  und  $\text{WO}_3$  muß als eine der schwierigeren Operationen

der analytischen Chemie bezeichnet werden. Ich hatte Gelegenheit, vor einiger Zeit ein Mineral zu analysieren, das diese beiden Substanzen in ziemlich großen Mengen enthielt. Zwei geschickte Chemiker hatten hierin folgenden Gehalt gefunden:

|                | A               | B |
|----------------|-----------------|---|
| $\text{WO}_3$  | 20,77 und 23,67 |   |
| $\text{SnO}_2$ | 52,35 und 50,54 |   |

Derartige Differenzen durfte man nur auf Fehler in der Methode zurück schreiben, da weder die Geschicklichkeit der Analysierenden, noch die Gleichheit der Proben irgendwie in Zweifel gezogen werden konnten. Ich kam zu der Ansicht, daß die Frage hinreichende Wichtigkeit hätte, um eine einfache und genaue Methode für die Analyse jenes Minerals auszuarbeiten. Zu diesem Zwecke stellte ich mir Gemische von Wolframsäure und Zinnoxyd in verschiedenen Verhältnissen her und beschäftigte mich zuerst damit, die Wolframsäure darin nach der Methode von Bornträger, die an sich gute Resultate gibt, zu bestimmen. Im Verfolg dieser Arbeiten habe ich jene Methode insofern abgeändert, daß ich das Material eine Viertelstunde mit Natriumsperoxyd im Eisentiegel schmolz, statt eine Stunde mit Natriumcarbonat. Im übrigen habe ich die Vorschriften von Bornträger genau befolgt. Die von mir erhaltenen Resultate stimmen hinreichend untereinander überein:

| Gefunden nach: |             |                 |
|----------------|-------------|-----------------|
| Mischung I:    | Bornträger. | Borntr. abg.    |
| $\text{WoO}_3$ | 20,00       | 19,92 und 19,84 |
| $\text{SnO}_2$ | 60,00       | — —             |
| $\text{SiO}_2$ | 20,00       | — —             |
| Mischung II:   |             |                 |
| $\text{WoO}_3$ | 50,00       | 49,50 und 49,62 |
| $\text{SnO}_2$ | 30,00       | — —             |
| $\text{SiO}_2$ | 20,00       | — —             |
| Mischung III:  |             |                 |
| $\text{WoO}_3$ | 24,68       | 24,50 und 24,61 |
| $\text{SnO}_2$ | 49,02       | — —             |
| $\text{SiO}_2$ | 26,30       | — —             |

In dem oben erwähnten Wolfram-Zinnerz fand ich nach der Methode von Bornträger 23,55 und beim Schmelzen mit Natriumsperoxyd 23,66%  $\text{WO}_3$ . Durch die kleine Abänderung des Bornträgerschen Verfahrens spart man erheblich an Zeit. Ich habe sie daher auch für die Trennung des Zinns zu verwenden versucht und bin dabei folgendermaßen verfahren:

Ein Gramm Substanz wird fein pulverisiert und in einem Eisentiegel mit 8 g Natriumsperoxyd innig gemischt. Man erhitzt dann vorsichtig mit einem Bunsenbrenner, bis die Masse richtig fließt, und schwenkt ab und zu den Tiegel. Wenn die Umsetzung vollendet ist, gewöhnlich nach einer Viertelstunde, läßt man abkühlen und nimmt die Schmelze mit Wasser auf. Man gießt die Lösung in einen 250 ccm Kolben (in Gegenwart von Blei muß man erst einige Minuten lang Kohlendioxyd durchleiten!), läßt erkalten, füllt bis zur Marke auf und filtriert zwölmal 100 ccm ab. In der einen Flüssigkeitsmenge bestimmt man  $\text{WO}_3$ , in der andern  $\text{SnO}_2$ . Die Wolframbestimmung nimmt man nach Bornträger in folgender Weise vor:

„Die 100 ccm (A) aus dem Filtrat (0,4 g) läßt man in eine Mischung von 15 ccm konz. Salpetersäure und 45 ccm konz. Salzsäure einfliessen, dampft in geräumiger Porzellanschale ein bis staubtrocken, nimmt mit einer Lösung von 100 g Salmiak, 100 g konz. Salzsäure, 1000 g Wasser auf, filtriert, löst den Rückstand, der außer Wolframsäure noch Kieselsäure und Zinnoxyd enthält, in warmem Ammoniak, wäscht damit das Filter aus, läßt nochmals in eine Mischung von 15 ccm konz. Salpetersäure und 45 ccm konz. Salzsäure einfliessen, wie oben, und verdampft abermals bis staubtrocken.“

Die so erhaltene und wie oben ausgewaschene Wolframsäure ist frei von Kieselsäure und Zinnoxyd und kann nach dem Glühen direkt gewogen werden.“ (Z. f. anal. Ch. 1900, 362.)

**Zinnbestimmung:** 100 ccm des alkalischen Filtrats (entsprechend 0,4 g Substanz) versetzt man mit 40 ccm konz. Salzsäure, wobei Wolfram- und Zinnsäure ausfallen. Man gibt dann 2—3 g reines Zink hinzu. Nach einigen Minuten ist die Flüssigkeit blau, infolge der Reduktion der Wolframsäure, während das metallische Zinn in Form von grauen Flocken erscheint. Man läßt das Ganze eine Stunde bei 50—60° ruhig stehen. Nach dieser Zeit ist das Zinn in Zinchlorür übergegangen, während der größere Teil des blauen Wolframoxyds ungelöst bleibt. Man filtriert, wäscht nach und hat so das gesamte Zinn von 0,4 g Substanz in saurer Lösung, zusammen mit etwas Wolframoxyd, das aber nicht weiter stört. Man löst das blaue Oxyd auf dem Filter mit Hilfe von warmem Ammoniak, um sich zu versichern, daß kein metallisches Zinn im Rückstand geblieben ist. Sollte dies der Fall sein, so nimmt man die feinen Partikel in einigen Tropfen Salzsäure auf und fügt die Lösung der Hauptmenge hinzu. In die passend verdünnte salzaure Lösung leitet man Schwefelwasserstoff. Das Zinn fällt als Sulfür und wird in der üblichen Weise durch Umwandlung in Zinnoxyd oder durch Elektrolyse des Sulfo-salzes bestimmt.

Verschiedene Versuche an eigens hergestellten Gemischen haben mir zufriedenstellende Resultate gegeben, wie aus folgenden Analysenresultaten hervorgeht.

|             |                  | % angewandt | % gefunden |
|-------------|------------------|-------------|------------|
| 1. Mischung | WO <sub>3</sub>  | 60,00       | 60,08      |
|             | SnO <sub>2</sub> | 10,00       | 10,00      |
|             | SiO <sub>2</sub> | 10,00       | —          |
|             | PbO <sub>2</sub> | 20,00       | —          |
| 2. Mischung | WO <sub>3</sub>  | 40,00       | 39,92      |
|             | SnO <sub>2</sub> | 25,00       | 24,70      |
|             | SiO <sub>2</sub> | 20,00       | —          |
|             | PbO <sub>2</sub> | 15,00       | —          |
| 3. Mischung | WO <sub>3</sub>  | 20,00       | 19,90      |
|             | SnO <sub>2</sub> | 60,00       | 59,81      |
|             | SiO <sub>2</sub> | 10,00       | —          |
|             | PbO <sub>2</sub> | 10,00       | —          |

Infolge dieser Ergebnisse habe ich meine Methode auf die Analyse des eingangs erwähnten Wolfram-Zinn-Minerals angewandt und dabei folgende Resultate bekommen:

WO<sub>3</sub> 23,75 und 23,50 Mittel: 23,62  
Sn 51,01 „ 51,33 „ 51,17

Die Resultate nähern sich merklich den Zahlen 23,67 und 50,54.

Ich möchte noch hinzufügen, daß mir in gleicher Weise gelungen ist, das Wolfram in einem Wolframstahl mit 84% Wolframmetall zu bestimmen.

## Über den Nachweis von Atropin.

Vortrag, gehalten auf der 77. Vers. deutscher Naturforscher u. Ärzte zu Meran.

Von C. IPSEN - Innsbruck.

Der Vortragende berichtet über eine Reihe von Versuchen, welche einerseits dem Studium des Verhaltens von Atropin gegen die Beeinflussung durch Fäulnisvorgänge, anderseits der Frage der Verteilung und Ausscheidung desselben aus dem Menschen- und Tierkörper dienten. Hinsichtlich der Frage, ob Atropin bei jahrelanger Berührung mit faulenden Massen noch nachgewiesen werden könne, kommt Ipsen im Gegensatz zu andern Forschern zu einem positiven Ergebnis. Er teilt das Resultat von Versuchen mit, in welchen nach 12 Jahre langer Fäulnis von 0,03 g Atropin. pur. in 300 ccm Rindsblut und von 0,03 g Atropin. sulf. in je 300 ccm Harn und Bier der Nachweis von der Anwesenheit des Atropins gelang. Nach Ipsen muß es bei vollständiger Beobachtung aller Vorsichtsmaßregeln, welche die Alkaloiduntersuchung insbesondere erfordert, gelingen, aus Fäulnisgemischen auch nach vieljähriger Dauer der Verwesung das Atropin in kristallisierbarer Form zu gewinnen und durch die chemische Reaktion und seine physiologische Wirkung auf das Menschenauge mit Sicherheit zu erkennen.

Nach Genuß von 3 beziehungsweise 5 Atropa-beeren hat Ipsen in seinem Auswurf, in den gesondert untersuchten Tages-Harnmengen und in den ebenso verarbeiteten Parmentleerungen von 5 Tagen das Atropin nachgewiesen. Jedes Samenkorn der Atropa-beeren, welche gegen 200 Stück solcher Samenkörner enthalten, liefert auch nach Passieren des Darms, in 1 ccm ungesäuertem Wasser ausgezogen, eine Erweiterung der Pupille am Menschenauge bis zu 7—8 mm. von mehrtagiger Dauer. — Im Tierkörper fand Ipsen das Atropin sowohl bei Einführung des Giftes durch den Mund, als auch nach Einflößung desselben unter die Haut in allen Eingeweiden, nach Maßgabe des Blutgehaltes und der jeweiligen Bedeutung des Eingeweides als ausscheidendes Organ, in größerer Menge. Das Atropin wird entgegen der Ansicht M e h n e r t s auch durch die Schleimhaut des Magens und Darms ausgeschieden. Am wenigsten giftig wurden die Muskeln gefunden.

Anschließend daran bespricht Ipsen einen Fall von Atropinvergiftung einer 73 Jahre alten, am 23. April 1901 in K. verstorbenen Frauensperson, deren Leiche von Ipsen am 10. Mai 1904 im richterlichen Auftrag exhumiert wurde. In allen auffallend wohlerhaltenen Eingeweiden wurde das Atropin zahlenmäßig von Ipsen nachge-