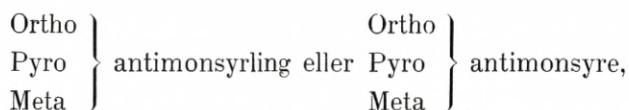


OM NOGLE DOBBELTSALTE AF ANTIMONPENTA- KLORID MED NOGLE ALKALOIDERS KLORHYDRATER

AF

TH. SV. THOMSEN

Saa vel af det trivalente som af det pentavalente Antimons Halogenforbindelser kendes talrige Dobbeltsalte med Halogensalte af Metaller, hvilke Dobbeltsalte kan betragtes som Salte af henholdsvis



hvori Ilten er erstattet af Halogen.

En Sammenstilling af de herhen hørende, hidtil fremstillede Dobbeltsalte findes i Gmelin-Kraut-Friedheim-Peter's Handb. d. anorg. Chemie, Bind III. 2., hvorfor det maa anses for overflødig her at give en saadan.

Dobbeltsalte af Antimonhalogenforbindelser med organiske Basers Halogenhydrater kendes derimod kun i et ringe Antal, og af Antimonpentaklorid kendes kun Dobbeltsalte med Klorhydraterne af Pyridin, Kinolin og Dimetylanilin. Af disse Dobbeltsalte har Rosenheim og Stellmann¹ fremstillet de til Formlen: $3RHCl \cdot 2SbCl_5$ svarende Forbindelser af alle de nævnte tre Baser, medens Weinland og Schmid² fremstillede

¹ Ber. d. d. chem. Gesellsch. 34 (1901) 3377.

² Zeitschr. f. anorg. Chem. 44 (1905) 37.

de til Formlerne: $R_2HCl \cdot SbCl_5$ og $RHCl \cdot SbCl_5$ svarende Pyridin- og Kinolinforbindelser samt Kinolinsaltet af Formlen: $2(C_9H_7N \cdot HCl) \cdot SbCl_5 \cdot H_2O$.

Rosenheim og Stellmann angiver (l. c.), at det kun er muligt at fremstille Dobbeltsalte af tertiære Baser, hvorimod primære og sekundære Baser strax iltes af Antimonpentakloridet, uden iøvrigt nærmere at meddele, hvilke primære og sekundære Baser de har forsøgt anvendt, eller paa hvilken Maade Iltningen af Basen gik for sig.

Alkaloiderne forholder sig, som bekendt, paa enkelte Undtagelser nær som tertiære Baser, idet de med Alkyljodider giver Additionsprodukter, der ved Behandling med fugtigt Sølvoxyd giver Ammoniumbaser, og da Alkaloiderne saaledes opfylder den ovenfor nævnte af Rosenheim og Stellmann opstillede Betingelse for at kunne danne Dobbeltsalte med Antimonpentaklorid, var det rimeligt at vente — forsaavidt da denne Betingelse har nogen almén Gyldighed — at Dobbeltsalte af Antimonpentaklorid med Alkaloidklorhydrat under visse Betingelser lod sig fremstille.

Det maa imidlertid paa den anden Side erindres, at de fleste Alkaloider let reagerer med Klor, i Reglen under Dannelse af Additions- eller Substitutionsprodukter, og da Antimonpentaklorid, som bekendt, med Lethed afgiver to Atomer Klor, kan den Mulighed derfor ikke paa Forhaand udelukkes, at der i en Opløsning, som indeholder baade Alkaloid og Antimonpentaklorid, vilde kunne dannes et paa en eller anden Maade kloreret Alkaloid, og at eventuelt udskilte Krystaller kunde være Forbindelser af Antimontriklorid og det klorerede Alkaloids Klorhydrat.

Det kan derfor ikke anses for at være uden Interesse at undersøge, hvorvidt Antimonpentaklorid danner Dobbeltsalte med Alkaloidernes Klorhydrater eller om det reagerer med disse paa anden Maade.

Ved den i saa Henseende foretagne Undersøgelse, ved

hvilken anvendtes følgende Alkaloider: Kinin, Kinidin, Cinkonin, Cinkonidin, Morfin, Kodein, Stryknin, Kokain, Koffein og Nikotin, fandtes, at disse Alkaloiders Klorhydrater med Antimonpentaklorid alle dannede krystallinske Dobbelsalte og ikke kløredes af Antimonpentakloridet. Det maa dog tilføjes, at da det ved Undersøgelsen kun tilsigtedes at oplyse, om Alkaloiderne var i Stand til at danne Dobbelsalte eller ikke, blev der ikke foretaget saadanne Forsøg, hvor en forholdsvis stor Mængde Antimonpentaklorid indvirkede paa en forholdsvis ringe Mængde Alkaloid.

I det af Dobbelsaltene isolerede, fri Alkaloid lod der sig ikke i noget Tilfælde paavise Klor (Smeltning med Kaliumnatriumkarbonat); endvidere var Udbyttet ved den i det følgende beskrevne Fremstillingsmaade c. 80 til 90 % af den Mængde Dobbelsalt, der teoretisk kunde dannes. Disse Forhold i Forbindelse med de ved Analyserne fundne Tal viser med al mulig Tydelighed, at Antimonpentakloridet under de i det følgende angivne Forhold ikke virker klørende overfor Alkaloiderne. En Undtagelse herfra danner maaske til en vis Grad Forholdet overfor Morfin. Der udskiltes ganske vist ret hurtigt et krystallinsk Dobbelsalt, men kun i en Mængde af c. 50 % af den beregnede, og ved længere Tids Henstand af Moderluden fremkom ikke yderligere Krystaller, men kun en amorf Masse, der maaske kunde være et Omdannelsesprodukt af Morfinet. Den Omstændighed, at Morfinsaltet er ret let opløseligt i Udvaskningsmidlerne, bevirker selvfølgelig ogsaa, at Udbyttet bliver mindre.

Dersom man til en saltsyreholdig, vandig Opløsning af et Alkaloidklorhydrat sætter en Opløsning af Antimonpentaklorid i Saltsyre, fremkommer der for de fleste Alkaloiders Vedkommende, og selvom Opløsningen kun indeholder en ringe

Mængde Alkaloid, i Reglen strax et amorft (sjældnere mikrokrystallinsk) Bundfald. Disse Bundfald udviser imidlertid en varierende Sammensætning og maa vistnok opfattes som Dobbelt-salte af Antimonpentaklorid med vedkommende Alkaloidklorhydrat, i hvilke en større eller mindre Mængde af Klorret er substitueret af Hydroxyl (eller Ilt), og dersom man gør Væsken saa stærkt saltsur, at Dannelsen af hydroxyl- (eller oxy)-substituerede Forbindelser maa anses for ganske udelukket, bliver Bundfaldene saa godt som altid amorfte.

Anderledes bliver Forholdet, naar man arbejder med Alkohol som Opløsningsmiddel for Alkaloidet; i saa Tilfælde fremkommer der ikke strax Bundfald ved Tilsætning af den saltsure Antimonsyreopløsning — forsaavidt Alkaloidopløsningen da ikke er for koncentreret eller for saltsyreholdig — men Dobbelt-saltene udkrystalliserer først efter nogen Tids Henstand som smaa, smukke Krystaller, i Reglen af en kraftig Farve.

Den til *Fremstilling* af Dobbelt-saltene benyttede Fremgangsmaade er følgende: 10 g Alkaloid opløstes i 2 à 300 cm³ Vinaand (90 Volumprocent) om fornødent (f. Ex. ved Morfin) under Opvarmning; til denne Opløsning blev sat 30 à 40 cm³ 40 % -holdig Saltsyre og derefter den beregnede Mængde Antimonpentaklorid, som forud var opløst i 40 % -holdig Saltsyre (1 g $SbCl_5$ i saa megen Saltsyre, at Rumfanget udgjorde 4 cm³). De efter endt Udkrystallisation udskilte Krystaller blev samlede i en Tragte med gennemhullet Glasplade, som var dækket af en lille Filterskive, hvorpaa de, efter at Moderluden var suget fra, blev udvaskede under Sugning først med saltsyreholdig Vinaand, derefter med Vinaand og endelig lufttørrede.

Alle Dobbelt-saltene dekomponeres saavel ved længere Tids Henstand som ved Opvarmning med Vand eller Vinaand under Udskilning af Antimonsyre; i saltsyreholdig Vinaand er de mere eller mindre opløselige; saaledes er Morfin-, Koffein- og Nikotinforbindelsen ret let opløselige, medens de øvrige er

tungt opløselige; i ammoniakholdig Vinaand opløses de alle ret let, og denne Opløsning udskiller først Antimonsyre efter nogen Tids Henstand eller ved Opvarmning; i vandig Vinsyreopløsning kan de alle, i hvert Fald under Opvarmning, opløses.

Ved *Analysen* af Saltene benyttedes følgende Fremgangsmaader:

1. *Antimon*. Den afvejede Stofmængde opløstes i ammoniakholdig Vinaand. Til denne Opløsning blev sat 4 à 5 Gange saa meget Vand som anvendt Vinaand og derefter frisk tilberedt Ammoniumsulfidopløsning i passende Mængde. Efter kort Tids Henstand blev overmættet med fortyndet Svovlsyre, hvorefter Kolben henstilledes, indtil Væsken ikke længere lugtede af Svovlbrinte; det derefter paa et Filter samlede og udvaskede Bundfald blev nu, efter at være skilt fra Filtret, under forsigtig Opvarmning opløst i 25 ^o/_o-holdig Saltsyre, hvilken Opløsning efter Tilsætning af dens dobbelte Rumfang Vand blev kogt, til Svovlbrinten var udjaget. Det er nødvendigt at undgaa et for stort Overskud af Ammoniumsulfid for at faa et Bundfald, der indeholder saa lidt frit Svovl som muligt, da Tilstedeværelsen af større Mængder af det fint fordelte Svovl i høj Grad vanskeliggør Antimonsulfidets Opløsning i Saltsyren, ligesom ogsaa selve Opløsningen maa finde Sted under meget forsigtig Opvarmning, da en for stærk Opvarmning medfører, at en Del af Antimonsulfidet indhyles af Svovl og derved unddrager sig Saltsyrens Indvirkning.

Efter Svovlbrintens Udjagning og Afkøling af Væsken frafiltreres Svovlet, hvorpaa Filtratet efter Tilsætning af noget Vinsyreopløsning først gøres alkalisk ved Hjælp af Natriumhydroxydopløsning og derpaa svagt surt med Saltsyre. Efter Tilsætning af Overskud af surt Natriumkarbonat bestemmes nu Mængden af Antimontrioxyd jodometrisk efter Rohmers

Metode¹, altsaa ved til Titrationen at anvende noget mere end den nødvendige Mængde Jodopløsning og tilbagetitrere Overskudet af denne med Natriumthiosulfatopløsning.

2. *Klor*. Den afvejede Mængde Salt blev opløst, eventuelt under Opvarmning, i Vinsyreopløsning, og efter Tilsætning af lidt Salpetersyre blev Klorret udfældet som Sølvklorid. Efter Henstand til næste Dag filtreredes for Sugeren gennem en tareret Vollerts Digel, i hvilken det udvaskede Sølvklorid efter Tørring ved 120° à 125° blev vejat som saadant.

3. *Kvælstof*. En direkte Bestemmelse af Alkaloidmængden i disse Dobbeltalte lader sig ikke foretage, fordi en ringe Mængde af Alkaloidet dekomponeres under den Behandling, som Saltet maa underkastes, for at Alkaloidet kan isoleres. Ved de paa forskellige Maader foretagne Alkaloidbestemmelser fandtes altid 2 à 3 % mindre end den beregnede Mængde, og det udvundne Alkaloid havde altid en svag Lugt, der mindede om Kinolin, Pyridin eller lignende. Jeg nøjedes derfor med at bestemme Kvælstofmængden. Den hertil anvendte Fremgangsmaade var den Gunning-Atterberg'ske Modifikation af Kjeldahls Metode, dog med den Ændring, at der foruden Kvægsølv tillige benyttedes Kobberoxyd, og endvidere at Kogningen ikke blev afbrudt 15 Minutter efter, at Kolbens Indhold var bleven grønt, men vedligeholdtes i 1½ à 2 Timer efter dette Tidspunkt. Til hver Bestemmelse blev anvendt 20 cm³ Svovlsyre, 18 g Kaliumsulfat, 0,6 g Kvægsølv samt lidt Kobberoxyd; Væsken var i Reglen affarvet (grøn) paa mindre end en Time.

Efter denne Fremgangsmaade lader Kvælstoffet i de her omhandlede Alkaloider sig bestemme exakt, hvilket jeg iøvrigt ved Forsøg med rene Alkaloider og Alkaloidsalte har overbevist mig om².

¹ Ber. d. d. chem. Ges. 34. (1901) 1566.

² I en kommende Meddelelse vedrørende Kvælstofbestemmelser vil der blive Lejlighed til at komme nærmere ind paa Spørgsmaalet om Bestemmelse af Kvælstoffet i Alkaloider efter Kjeldahls Metode.

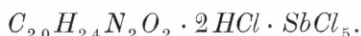
Til Identificering af de indeholdte Alkaloider blev 2 à 3 g Salt opløst i Vinsyreopløsning, hvorefter Alkaloidet frigjordes ved Tilsætning af Natriumkarbonatopløsning og enten frafiltreredes eller udrystedes med et passende Opløsningsmiddel. Efter Udvaskning eller Indtørring blev Alkaloidet opløst i lidt Saltsyre og paany frigjort med Natriumkarbonatopløsning, frafiltreret eller udrystet og udvasket eller indtørret, hvilke Operationer blev gentagne, indtil det fri Alkaloid ikke længer havde nogen Lugt.

Det saaledes frigjorte og rensede Alkaloid udviste altid vedkommende Alkaloids karakteristiske Forhold, hvilket i Forbindelse med den Omstændighed, at det fundne Indhold af Kvælstof i Dobbeltsaltene, saaledes som det vil ses af det følgende, altid nøje svarede til det beregnede, maa anses for at være tilstrækkeligt Bevis for, at Alkaloidet er uforandret tilstede i Dobbeltsaltene.

En Undtagelse fra den ovenfor angivne Fremgangsmaade danner den ved Isoleringen af Nikotinet anvendte. Nikotindobbeltsaltet blev udrørt i fortyndet Natriumhydroxydopløsning og derefter underkastet Destillation med Vanddamp i en Brintatmosfære. Af Destillatet blev Nikotinet udrystet i Skilletragt med Æther, hvorefter en Del af det fraskilte Ætherlag blev blandet med saa megen Æther, at der maatte antages at indeholdes omtrent 1 Del Nikotin i 100 Dele Æther. Denne ætheriske Opløsning gav i rigelig Mængde de for Nikotin karakteristiske Roussin'ske Krystaller.

For et eventuelt Indhold af trivalent Antimon blev Dobbeltsaltene prøvet paa følgende Maade: En passende Mængde Salt blev i et Reagensglas opløst i ammoniakholdig Vinaand og opvarmet eller henstillet til Antimonsyren var udskilt, hvorefter Væsken hældtes fra Bundfaldet, som nu blev kogt med en ammoniakalsk Opløsning af Sølvnitrat. Der fandt ikke herved Reduktion Sted i noget Tilfælde.

Kininklorhydratantimonpentaklorid.



Forbindelsen danner et ret vægtfyldigt, svovlgult, krystallinsk Pulver. Under Mikroskopet kunde ikke iagttages karakteristiske Former.

Til Bestemmelse af Antimon toges 0,7455 g i Arbejde; ved Titrationen anvendtes 22,34 cm³ 0,1 n. Jodopløsning¹ og 0,91 cm³ 0,1 n. Natriumthiosulfatopløsning = 17,32 % Sb. Til 0,7170 g af et andet Præparat anvendtes 21,47 cm³ 0,1 n. Jodopløsning og 1,00 cm³ 0,1 n. Na₂S₂O₃-opløsning = 17,13 % Sb.

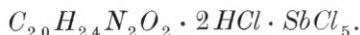
0,8331 g af det første og 0,8121 g af det andet Præparat gav henholdsvis 1,1963 g AgCl = 35,52 % Cl og 1,1653 g AgCl = 35,50 % Cl.

Til Neutralisation af den af 0,6713 g dannede Mængde Ammoniak udkrævedes 19,30 cm³ 0,1 n. Svovlsyre = 4,03 % Kvælstof og til 0,7232 g af det andet Præparat 20,80 cm³ 0,1 n. Svovlsyre = 4,02 % Kvælstof.

Saltet led intet nævneværdigt Tab ved Henstand ved 100°.

Beregnet for $C_{20}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl \cdot SbCl_5$	Fundet	
	I	II.
Antimon	17,28 %	17,32 % 17,13 %
Klor	35,78 -	35,52 - 35,50 -
Kvælstof	4,03 -	4,03 - 4,02 -

Kinidinklorhydratantimonpentaklorid.



Et krystallinsk Pulver, hvis Farve er noget kraftigere gul end Kininforbindelsens. Under Mikroskopet ses tresidede Prismer, dog er det overvejende Antal Krystaller daarligt udviklede.

Til 0,7307 g benyttes til Titration for Antimon 22,13 cm³

¹ Brøkdeler af Tiendedeler Kubikcentimetre er her og i det følgende fremkomne ved Omregning af ikke helt normale Opløsninger.

0,1 n. Jodopløsning og 1,13 cm³ 0,1 n. Natriumthiosulfatopløsning = 17,25 % Sb.

0,8057 g gav 1,1589 g $AgCl = 35,58\%$ Cl, og den af 0,5736 g udviklede Mængde Ammoniak krævede til Neutralisation 16,50 cm³ 0,1 n. Svovlsyre = 4,03 % Kvælstof. Saltet var vandfrit.

Beregnet for $C_{20}H_{24}N_2O_2 \cdot 2HCl \cdot SbCl_5$		Fundet
Antimon	17,28 %	17,25 %
Klor	35,78 -	35,58 -
Kvælstof	4,03 -	4,03 -

Cinkoninklorhydratantimonpentaklorid.



Bleggult Krystalpulver, der under Mikroskopet ses som prismatiske Søjler.

Til Bestemmelse af Antimon anvendtes til 0,5110 g 15,58 cm³ 0,1 n. Jodopløsning og 1,04 cm³ 0,1 n. $Na_2S_2O_3$ -opløsning = 17,08 % Sb. 0,7749 g gav 1,1145 g $AgCl = 35,58\%$ Cl, og den af 0,5477 g udviklede Mængde Ammoniak krævede til Neutralisation 15,60 cm³ 0,1 n. Svovlsyre = 3,99 % Kvælstof.

2,7126 g tabte ved Tørring ved 100° 0,1287 g = 4,75 % Vand.

Beregnet for $C_{19}H_{22}N_2O \cdot 2HCl \cdot SbCl_5 \cdot 2H_2O$		Fundet
Antimon	17,13 %	17,08 %
Klor	35,47 -	35,58 -
Kvælstof	4,00 -	3,99 -
Vand	5,14 -	4,75 -

Cinkonidinklorhydratantimonpentaklorid.



Saltet danner smaa lysegule Krystaller, der under Mikroskopet viser sig som rektangulære Tavler. Farven er noget mere gul end Cinkoninforbindelsens.

Til 0,5361 g anvendtes ved Antimonbestemmelsen 16,67 cm³

0,1 n. Jodopløsning og 1,09 cm³ 0,1 n. Na₂S₂O₃-opløsning = 17,44 % Sb.

0,9473 g gav 1,3860 g AgCl = 36,20 % Cl.

0,5230 g gav en til 15,30 cm³ 0,1 n. Svovlsyre svarende Mængde Ammoniak = 4,09 % Kvælstof.

1,2651 g taber ved Tørring ved 100° 0,0313 g = 2,48 % Vand.

Beregnet for C ₁₉ H ₂₂ N ₂ O · 2HCl · SbCl ₅ · H ₂ O	Fundet	
Antimon	17,58 %	17,44 %
Klor	36,41 -	36,20 -
Kvælstof	4,10 -	4,09 -
Vand	2,63 -	2,48 -

Morfinklorhydratantimonpentaklorid.



Lysebrune Krystaller, der udskilles i indtil ærtestore, sfæriske Aggregater. Under Mikroskopet viser Saltet sig som tynde, uregelmæssige Tavler, hvis Kanter i Reglen er savtakkede.

Saltet er som foran nævnt ret let opløseligt i saltsyreholdig Vinaand, og Udbyttet er derfor ringe, nemlig circa 50 % af den beregnede Mængde, og ved Henstand af Moderluden afsætter denne ikke yderligere Krystaller; derimod fremkom der, efter at Størstedelen af Vinaanden var frivilligt fordampet, en Del amorft, svagt brunligt Bundfald, hvilket dog ikke nærmere blev undersøgt.

Til 0,5284 g anvendtes ved Antimonbestemmelsen 11,50 cm³ 0,1 n. Jodopløsning og 1,06 cm³ 0,1 n. Na₂S₂O₃-opløsning = 11,85 % Sb og til 0,5163 g af et andet Præparat 11,32 cm³ 0,1 n. Jodopløsning og 1,08 cm³ 0,1 n. Na₂S₂O₃-opløsning = 11,90 % Sb. 0,5595 g gav 0,5520 g AgCl = 24,41 % Cl, og af det andet Præparat gav 0,5425 g 0,5355 g AgCl = 24,42 % Cl.

Den af 0,6377 g udviklede Mængde Ammoniak krævede til Neutralisation 12,55 cm³ 0,1 n. Svovlsyre = 2,76 % Kvælstof,

0,7240 g af det andet Præparat paa samme Maade 14,20 cm³ 0,1 n. Svovlsyre = 2,75 0/0 Kvælstof, og endelig brugte den af 0,5263 g af et tredje Præparat udviklede Mængde Ammoniak 10,30 cm³ 0,1 n. Svovlsyre til Neutralisation = 2,74 0/0 Kvælstof.

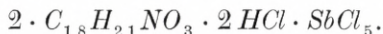
Efter de saaledes fundne Tal, der er indbyrdes overensstemmende, maa Saltet indeholde Vand, efter Beregning 4 Molekuler. Det har dog ikke været muligt at bestemme Vandindholdet direkte. Ved selv flere Dages Henstand ved 100° tabte Saltet kun circa 2 0/0 i Vægt, medens et Indhold af 4 Molekuler kræver et Vægttab paa 7,11 0/0; ved Tørring ved 110° dekomponeredes Saltet hurtigt, idet det blev mørkere og antog en grønlig Farve, og vedblev at tabe i Vægt, saaledes at Tabet efter 14 Timers Tørring udgjorde circa 10 0/0, uden at Vægten af de i Arbejde tagne Mængder Salt endnu var bleven konstant.

	Beregnet for	Fundet		
		I	II	III
	$2C_{17}H_{19}NO_3 \cdot 2HCl \cdot SbCl_5 \cdot 4H_2O$			
Antimon	11,86 0/0	11,85 0/0	11,90 0/0	—
Klor	24,54 -	24,41 -	24,42 -	—
Kvælstof	2,77 -	2,76 -	2,75 -	2,74 0/0
Vand	7,11 -	—	—	—

Af en saltsyreholdig, vinaandig Opløsning, der for hvert Grammolekule Morfin indeholdt eet Grammolekule Antimonpentaklorid, udskilte der sig hurtigt et brunt, amorf Bundfald, som set under Mikroskopet dannede lysbrydende, kugleformede Legemer. Ved svag Opvarmning af Væsken opløstes Bundfaldet atter med Lethed og udskilte efter Afkøling i samme Form; heller ikke efter yderligere Tilsætning af koncentreret Saltsyre til den opvarmede Væske blev det efter Afkøling fremkomne Bundfald krystallinsk, men vedblev at bestaa af mikroskopiske, lysbrydende, kugleformede Legemer, ligesom det heller ikke forandrede Udseende ved at henstaa

circa 1 Maaned i den Væske, i hvilken det var fremkommet. Efter at være bleven skilt fra Moderluden gik det saa let i Opløsning i den til Udvaskning anvendte svagt saltsyreholdige Vinaand, at Forsøg paa at udvaske — og dermed altsaa ogsaa nærmere undersøge — Bundfaldet maatte opgives.

Kodeinklorhydratantimonpentaklorid.



Smukke, rødbrune Krystaller, der under Mikroskopet viser sig som uregelmæssige Tavler.

Saltet er tungere opløseligt i saltsyreholdig Vinaand end Morfinforbindelsen, med hvilken det er analogt sammensat.

0,5275 g bruger ved Antimonbestemmelsen 12,00 cm³ 0,1 n. Jodopløsning og 1,09 cm³ 0,1 n. Natriumthiosulfatopløsning = 12,41 % Sb.

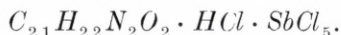
0,7063 g gav 0,7282 g *AgCl* = 25,51 % *Cl*, og 0,5102 g gav ved Gentagelse af Bestemmelsen 0,5268 g *AgCl* = 25,54 % *Cl*.

0,5790 g gav en til 11,90 cm³ 0,1 n. Opløsning svarende Mængde Ammøniak = 2,88 % Kvælstof.

Beregnet for $2 C_{18}H_{21}NO_3 \cdot 2 HCl \cdot SbCl_5$	Fundet	
Antimon	12,39 %	12,41 %
Klor	25,66 -	1) 25,51 %; 2) 25,54 %
Kvælstof	2,89 -	2,88 %.

Af en saltsyreholdig, vinaandig Opløsning, der for hvert Grammolekule Kodein indeholdt eet Grammolekule Antimonpentaklorid, udskilte Krystaller, der saavel med Hensyn til Farve som Udseende under Mikroskopet ganske lignede det ovenfor omtalte Kodeinsalt.

Strykninklorhydratantimonpentaklorid.



Forbindelsen danner røde, vægtfyldige Krystaller. Under Mikroskopet ses rhombiske Tavler og korte rhombiske Prismer, hyppigt med afstumpede Kanter.

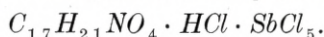
Ved Antimonbestemmelsen anvendtes 21,35 cm³ 0,1 n. Jodopløsning og 0,89 cm³ 0,1 n. $Na_2S_2O_3$ -opløsning til 0,6897 g = 17,80 % *Sb* og til 0,5145 g af et andet Præparat 16,27 cm³ 0,1 n. Jodopløsning og 1,04 cm³ 0,1 n. $Na_2S_2O_3$ -opløsning = 17,76 % *Sb*.

0,5684 g gav 0,7286 g *AgCl* = 31,71 % *Cl*, og 0,5625 g af et andet Præparat gav 0,7182 g *AgCl* = 31,59 % *Cl*.

Til Neutralisation af den af 0,5787 g udviklede Mængde Ammoniak udkrævedes 17,30 cm³ 0,1 n. Svovlsyre = 4,18 % Kvælstof.

Beregnet for $C_{21}H_{22}N_2O_2 \cdot HCl \cdot SbCl_5$		Fundet	
		I	II
Antimon	17,97 %	17,80 %	17,76 %
Klor	31,89 -	31,71 -	31,59 -
Kvælstof	4,19 -	4,18 -	—

Kokainklorhydratantimonpentaklorid.



Ved Tilsætning af Antimonpentakloridopløsningen til den saltsure Alkaloidopløsning fremkom der strax et hvidt, amorph Bundfald, som imidlertid let lod sig bringe i Opløsning igen ved Opvarmning af Væsken. Efter dennes Afkøling udskilte Saltet som farveløse, atlasglinsende Krystalskæl, der under Mikroskopet viste sig som tynde, uregelmæssige Tavler.

Til Antimonbestemmelse anvendtes 15,87 cm³ 0,1 n. Jodopløsning og 0,73 cm³ 0,1 n. $Na_2S_2O_3$ -opløsning til 0,4816 g = 18,86 % *Sb*.

0,4987 g gav 0,6741 g *AgCl* = 33,44 % *Cl*.

0,5553 g gav en til 8,70 cm³ 0,1 n. Opløsning svarende Mængde Ammoniak = 2,19 % Kvælstof.

Beregnet for $C_{17}H_{21}NO_4 \cdot HCl \cdot SbCl_5$		Fundet
Antimon	18,84 %	18,86 %
Klor	33,44 -	33,44 -
Kvælstof	2,19 -	2,19 -

Koffeinklorhydratantimonpentaklorid.



Gule Krystaller, der, da de er ret letopløselige i saltsyreholdig Vinaand, først fremkom, efter at Væsken ved Henstand i nogle Dage var koncentreret ved frivillig Fordampning. Saltet var, inden det blev skilt fra Moderluden, kraftigt gult, men under Tørringen antog det en bleggul Farve. Under Mikroskopet kunde ikke ses nogen karakteristiske Former.

Til Bestemmelse af Antimon i 0,5201 g anvendtes 19,87 cm³ 0,1 n. Jodopløsning og 0,77 cm³ 0,1 n. Na₂S₂O₃-opløsning = 22,03 % Sb.

0,6861 g gav 1,0790 g AgCl = 38,91 % Cl.

0,5515 g gav saa meget Ammoniak, som svarede til 40,30 cm³ 0,1 n. Svovlsyre = 10,23 % Kvælstof.

1,8359 g tabte ved Tørring ved 100° 0,0656 g = 3,57 % Vand.

Beregnet for $C_8H_{10}N_4O_2 \cdot HCl \cdot SbCl_5 \cdot H_2O$		Fundet
Antimon	21,98 %	22,03 %
Klor	39,01 -	38,91 -
Kvælstof	10,26 -	10,23 -
Vand	3,29 -	3,57 -

Nikotinklorhydratantimonpentaklorid.



Svagt rosenrøde Naale, der under Mikroskopet viser sig som cylindriske Søjler.

Forbindelsen er let opløselig i saltsyreholdig Vinaand og udkrystalliserede derfor først, efter at Størstedelen af Vinaanden ved Henstand af Væsken var frivilligt fordampet.

Til 0,6806 g anvendtes ved Antimonbestemmelsen 29,96 cm³ 0,1 n. Jodopløsning og 1,08 cm³ 0,1 n. Natriumthiosulfatopløsning = 25,46 % Sb. Til 0,7089 g af et andet Præparat brugtes 30,69 cm³ 0,1 n. Jodopløsning og 0,77 cm³ 0,1 n. Na₂S₂O₃-opløsning = 25,32 % Sb.

1,0316 g gav 1,9729 g $AgCl = 47,36\%$ Cl .

Til Neutralisation af den af 0,6710 g udviklede Mængde Ammoniak medgik $18,85\text{ cm}^3$ 0,1 n. Svovlsyre = $3,94\%$ Kvælstof og til 0,6990 g af et andet Præparat $19,75\text{ cm}^3$ 0,1 n. Svovlsyre = $3,96\%$ Kvælstof.

Ved Tørring ved 100° tabte 1,4778 g af det første Præparat $0,0440\text{ g} = 2,98\%$ Vand og 1,2492 g af det andet Præparat $0,0355\text{ g} = 2,84\%$ Vand.

	Beregnet for	Fundet	
		I	II
$2C_{10}H_{14}N_2 \cdot 4HCl \cdot 3SbCl_5 \cdot 3H_2O$			
Antimon	25,41 %	25,46 %	25,32 %
Klor	47,62 -	47,36 -	—
Kvælstof	3,95 -	3,94 -	3,96 -
Vand	3,81 -	2,98 -	2,84 -

Som det vil ses, er de for Vandindholdet fundne Tal for lave, hvilket maaske skyldes, at Nikotinet iltes under Tørringen. Ved Tørring ved højere Temperatur (110° à 115°) bager Saltet sammen og bliver først stærkt rødt og derpaa sort.

De to undersøgte Salte er udkrystalliserede af Opløsninger, der for hvert Grammolekule Nikotin indeholdt henholdsvis eet Grammolekule (Præparat I) og et halvt Grammolekule (Præparat II) Antimonpentaklorid.