Erster Theil.

Die für den Apotheken-Betrieb allgemein-wichtigen Erfordernisse.

A. Einleitung.

Die Aufgaben der modernen Pharmacie.

B. Die Apotheke und ihre Einrichtungen.

Die Officin.
Das Laboratorium.
Die Schneide- und Stosskammer.
Die Vorrathsräume.

C. Die pharmaceutisch-chemischen und physikalischen Operationen.

Verbindungen durch:
- Mengung und Mischung.
- Lösung.
- Absorption.

Trennnungen durch:
- mechanisches Verfahren auf trocknem Wege.
- mechanisches Verfahren auf nassem Wege:
  - Dekantiren und Abheben.
  - Auswaschen, Centrifugiren und Dialysiren.
  - Filtriren und Koliren.
  - Pressen.
- Abkühlung:
  - Krystallisation.
- Wärme:
  - Abdampfen und Austrocknen.
  - Destillation.
  - Sublimation.
- Zersetzung:
  - Gasentwickelung.
  - Präcipitation.

Identitäts-Bestimmung, Prüfung und Untersuchung der Arzneimittel
- auf sinnlichem Wege:
  - Sinnliche Beobachtung, Lupe, Mikroskop.
- auf chemischem Wege:
  - Qualitative Bestimmung und Analyse.
  - Quantitative Trennung und Massanalyse.
  - Reagentien und analytische Apparate;
- auf physikalischem Wege:
  - Absolutes und specifisches Gewicht.
  - Schmelzpunkt und Siedepunkt.
  - Polarisation.

D. Die pharmaceutische Buchführung.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0021-3

Atomgewichte,

welche (abgerundet) den Berechnungen des Handbuches zu Grunde gelegt sind.

Elemente	Symbol	Atomgewicht abgerundet	Atomgewicht genau	Elemente	Symbol	Atomgewicht abgerundet	Atomgewicht genau
Aluminium	**Al**	27	27,04	Magnesium	**Mg**	24	23,94—24,37
Argentum	**Ag**	108	107,66	Manganum	**Mn**	55	54,8—55,07
Arsenium	**As**	75	74,9	Molybdaenum	**Mo**	95,8	95,8
Aurum	**Au**	196,2	196,2	Natrium	**Na**	23	22,99
Baryum	**Ba**	137	136,86	Niccolum	**Ni**	58,7	58,7
Beryllium	**Be**	9,1	9,08	Nitrogenium	**N**	14	14,01
Bismuthum	**Bi**	208	207,5—208,16	Osmium	**Os**	195	195
Borum	**B**	11	10,9	Oxygenium	**O**	16	15,96
Bromum	**Br**	79,8	79,76	Palladium	**Pd**	106,2	106,2
Cadmium	**Cd**	112	111,7	Phosphorus	**P**	31	30,96
Caesium	**Cs**	133	132,7	Platinum	**Pt**	194,5	194,45
Calcium	**Ca**	40	39,91	Plumbum	**Pb**	206,5	206,39
Carboneum	**C**	12	11,97	Rubidium	**Rb**	85,2	85,2
Cerium	**Ce**	140,2	140,2	Selenium	**Se**	79	78,87
Chlorum	**Cl**	35,4	35,37	Silicium	**Si**	28	28
Chromium	**Cr**	52,5	52,45	Stannum	**Sn**	117,5	117,35
Cobaltum	**Co**	58,7	58,7	Stibium	**Sb**	120	119,6
Cuprum	**Cu**	63,2	63,18	Strontium	**Sr**	87,3	87,3
Ferrum	**Fe**	56	55,88	Sulfur	**S**	32	31,98
Fluor	**F**	19	19,06	Tellurium	**Te**	125	125
Hydrargyrum	**Hg**	200	199,8	Thallium	**Tl**	203,7	203,7
Hydrogenium	**H**	1	1	Titanium	**Ti**	48	48
Indium	**In**	113,4	113,4	Uranium	**U**	240	239,8
Iridium	**Ir**	192,5	192,5	Vanadinium	**V**	51,1	51,1
Jodum	**J**	127	126,54	Wolframium	**W**	184	184
Kalium	**K**	39	39,03	Zincum	**Zn**	65	64,88—65,29
Lithium	**Li**	7	7,01	Zirconium	**Zr**	90,4	90,4

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf
urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0022-9

A. Einleitung.

Die Aufgaben der modernen Pharmacie.

Unter **Pharmacie** oder **Apothekerkunst** versteht man ganz allgemein die praktische und wissenschaftliche Thätigkeit des Apothekers. Zu den Aufgaben der Pharmacie gehören demnach das Einsammeln und die Darstellung, die Zubereitung, die Werthbestimmung, sowie die Prüfung der Arzneimittel und die Verabreichung derselben in geeigneten Formen nach ärztlichen Verordnungen. Um diesen Aufgaben in ihrem ganzen Umfange gerecht werden zu können, ist die genaue Kenntniss der Arzneimittel neben einer gewissen manuellen Geschicklichkeit und Aneignung der pharmaceutischen Technik dringend erforderlich. Eine gründliche Vertrautheit mit den Arzneimitteln setzt aber ein tieferes Eindringen in jene Disciplinen voraus, welche die wissenschaftliche Erforschung aller zur Hervorrufung von Heilwirkungen benutzten Stoffe, der sogenannten Arzneimittel, anstreben. Die Arzneimittel müssen als Rohstoffe und Kunstproducte unterschieden werden. Die jetzt noch gebräuchlichen Rohstoffe stammen fast ausschliesslich aus dem Pflanzenreiche; nur gering ist die Anzahl derjenigen, welche dem Thierreich und dem Mineralreich entnommen werden. Die künstlich dargestellten Arzneimittel sind entweder Producte bestimmter chemischer, physikalischer oder mechanischer Processe oder wohl charakterisirte, aus Rohwaaren des Pflanzen-, Thier- und Mineralreiches abgeschiedene, chemische Individuen. Die genaue Definition der rohen Arzneistoffe des Pflanzen- und Thierreichs auf Grund botanischer und chemischer Untersuchungen, die Erforschung der geschichtlichen, kulturhistorischen Beziehungen und Handelsverhältnisse, sowie die annähernde Werthbestimmung der genannten Stoffe ist Gegenstand der Pharmakognosie, während es die Aufgabe der pharmaceutischen Chemie ist, die Herstellung, die Eigenschaften, Prüfung und Werthbestimmung der künstlichen Arzneimittel zu studiren. Diese beiden Disciplinen — die Pharmakognosie und pharmaceutische Chemie — stehen deshalb im Mittelpunkt der praktischen und wissenschaftlichen Pharmacie.

Während im Anfang dieses Jahrhunderts die Anzahl der arzneilich verwendeten Rohstoffe und der aus diesen bereiteten Arzneigemische eine ungemein grosse war, hat sich die Zahl der den beiden organischen Naturreichen entlehnten rohen Arzneistoffe in Folge des ungeheuren Aufschwunges der Naturwissenschaften namentlich in der zweiten Hälfte dieses

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf
urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0023-5

Jahrhunderts ganz erheblich vermindert. Die Erweiterung unserer Kenntnisse auf dem Gebiete der organischen Chemie, welche mit den erfolgreichen Arbeiten Liebig's und seiner Schüler begann, hat zur Isolirung einer grossen Anzahl chemisch wohl charakterisirter Körper aus Drogen geführt, welche ersteren in der Folge als die wirksamen Bestandtheile jener Rohstoffe erkannt und statt ihrer vielfach benutzt wurden. Die organische Chemie lehrte uns ferner die Darstellung zahlreicher Verbindungen, welche bestimmte, z. Th. sehr werthvolle pharmakologische Wirkungen besassen und deshalb die Benutzung zahlreicher Rohwaaren überflüssig machten. So wurden, unterstützt von dem Streben der heutigen Therapie nach der Anwendung reiner, chemisch wohl charakterisirter Arzneimittel, die zusammengesetzten, aus oft zahlreichen Rohstoffen gewonnenen Arzneimischungen im Laufe der Jahre immer mehr durch einfache Arzneimittel ersetzt. Die Darstellung der wirksamen Bestandtheile, wie der Alkaloïde, Bitterstoffe etc. aus Drogen des Pflanzen- und Thierreichs geschieht aber nur in sehr beschränktem Umfange in pharmaceutischen Laboratorien. Durch die grossen Fortschritte der technischen Chemie ist dem Apotheker diese Aufgabe entzogen; ja auch die Darstellung der chemisch-pharmaceutischen und pharmaceutischen Präparate, welche noch vor einigen Jahrzehnten die Hauptaufgabe des Apothekers war, erfolgt jetzt zum grossen Theil in Fabriken.

Mit der Umwandlung unserer therapeutischen Anschauungen und der Ausdehnung und Vervollkommnung der wissenschaftlichen Technik hat sich deshalb auf dem Gebiete der Pharmacie eine tiefgehende Aenderung vollzogen. War früher die Einsammlung der Rohstoffe, deren Zubereitung und vorschriftsmässige Bearbeitung zu Arzneimischungen, sowie die Darstellung chemischer und chemisch-pharmaceutischer Präparate eine Hauptaufgabe der Pharmacie, so muss jetzt das Streben der wissenschaftlichen und praktischen Pharmacie dahin gerichtet sein, die wirksamen Bestandtheile der rohen Arzneistoffe in reinem Zustande auf praktischem Wege zu isoliren, uns mit den wichtigen Eigenschaften dieser Körper bekannt zu machen und endlich Reactionen zur Erkennung und Prüfung dieser, wie überhaupt aller chemischen und chemisch-pharmaceutischen Präparate aufzufinden. In der genauen Kenntniss der Arzneimittel nach Zusammensetzung, Eigenschaften, chemischem und physikalischem Verhalten, in der Werthbestimmung und Prüfung derselben liegt neben der rationellen Bereitung der Arzneimittel die Hauptaufgabe der modernen Pharmacie. Die chemischen Arzneistoffe sind durch Identitätsreactionen zu charakterisiren und durch exacte qualitative und quantitative Methoden auf die vollkommene oder technisch erreichbare Abwesenheit von Verunreinigungen zu prüfen. Aber nicht die chemischen Präparate allein, auch die unzerkleinerten, zerschnittenen und gepulverten Rohwaaren und die aus diesen bereiteten Präparate (wie Extracte und Tincturen), welche ihre Wirksamkeit immer nur einem oder wenigen, in geringer Menge in ersteren vorhandenen Körpern verdanken, sind ausser der mikroskopischen Untersuchung nach Bedarf auch chemischen Identitätsreactionen, Reinheitsprüfungen und Werthbestimmungen zu unterwerfen. Nach diesen Richtungen sind zur Zeit die Methoden noch sehr wenig ausgebildet. Chemische Identitätsreactionen werden bei Rohdrogen oder aus diesen bereiteten Extracten und Tincturen zur Zeit nur in sehr beschränktem Umfange vorgeschrieben. Auch fehlt es fast vollständig an Prüfungsmethoden, welche die Abwesenheit von Verunreinigungen und Verfälschung von gepulverten Roh-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0024-1

waaren und Extracten darthun. Methoden zur Werthbestimmung endlich werden von der deutschen und britischen Pharmakopöe, sowie derjenigen der Vereinigten Staaten von Nordamerika nur bei einzelnen Arzneistoffen wie Opium, Cortex Chinae, Extr. Opii und Strychni, Tinctura Opii vorgeschrieben; sie bezwecken aber meist nur, einen Mindestgehalt von Morphin, Chinin und Strychnin in diesen zu garantiren, während das Ideal moderner pharmaceutischer Bestrebungen ist, wie solches die britische Pharmakopöe bei Extractum und Tinctura Strychni einführt, Extracte und Tincturen von bestimmtem Gehalte an wirksamen Bestandtheilen darzustellen. Ehe solche Bestimmungen aber nicht in völlig zuverlässiger Form vorgeschrieben werden können, ist es Pflicht eines jeden Apothekers, alle Arzneistoffe, wie Pflanzenpulver, Extracte, Tincturen, für welche die Controlle der chemischen und auch mikroskopischen Prüfung fehlt, aus Rohwaaren von unzweifelhafter Güte selbst darzustellen. Inzwischen ist der Entfaltung der wissenschaftlichen Pharmacie in der anatomischen Untersuchung der Drogen, in der Ausarbeitung von Methoden, welche die chemische Werthbestimmung von Rohdrogen, Extracten, Tincturen etc. ermöglichen, in der Untersuchung über den Durchschnittsgehalt derselben an wirksamen Stoffen, in der Ermittlung des Rückganges der Wirksamkeit, welchen einzelne der Rohstoffe und aus diesen gewonnene Präparate bei der Aufbewahrung erleiden und Auffindung von Methoden, welche solche Präparate haltbar machen sollen, ein reiches Arbeitsfeld eröffnet, neben welchem natürlich die Vervollkommnung der pharmaceutischen Technik, die pharmaceutische Receptur, die Ueberführung der Arzneistoffe in auf Auge, Gaumen und Geruch angenehm wirkende und therapeutisch durchaus rationelle Formen nicht vernachlässigt werden darf.

Ausser dieser Hauptaufgabe, für Reinheit und Güte der dispensirten Präparate, Drogen und Chemikalien, sowie die vorschriftsmässige Bereitung der Arzneien aus diesen Materialien Sorge zu tragen, fällt den Vertretern der Pharmacie gleichzeitig die Aufgabe zu, auf dem Gebiete der forensischen Chemie und der öffentlichen Gesundheitspflege sachverständige Urtheile abzugeben. Die heutige Medicin sucht ihre Aufgabe nicht allein darin, entstandene Krankheiten zu heilen, sondern namentlich auch darin, deren Entstehung vorzubeugen, und bezeichnet diesen Theil ihrer Thätigkeit als Gesundheitspflege. Dem entsprechend kommt der Pharmacie nicht nur die Aufgabe zu, dem Arzte die zur Heilung von Krankheiten erforderlichen Arzneistoffe in geeigneter Form zur Verfügung zu stellen, sondern auch die mit der Gesundheitspflege innig verwebten, vielgestaltigen Untersuchungen von Nahrungsmitteln, Luft, Boden, Wasser etc. auszuführen. Es wäre widersinnig, wollte man der Pharmacie diesen Theil der öffentlichen Gesundheitspflege entziehen. Ihr aber denselben zuzuweisen dürfte um so gerechtfertigter erscheinen, als sämmtliche zu einer erfolgreichen Erfüllung der pharmaceutischen Aufgaben erforderlichen Kenntnisse, d. h. neben den chemischen namentlich die der Rohwaaren und die Mikroskopie für Ausführung forensischer Analysen, Lebensmitteluntersuchungen und für die Anforderungen der öffentlichen Gesundheitspflege unentbehrlich sind. Die Pharmacie ist aber im Stande, diese weitere Aufgabe um so erspriesslicher zu erfüllen, und ein überaus wichtiges und nothwendiges Glied des öffentlichen Sanitätswesens zu bilden, weil ihre Vertreter durch die gleichmässige Vertheilung über Stadt und Land fast aller Orten geeignete Sachverständige darstellen.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0025-6

B. Die Apotheke und ihre Einrichtungen.

Unter dem Wort **Apotheke,** welches seiner Abstammung (ἀποθήκη, Niederlage) gemäss früher häufig (jetzt nur sehr vereinzelt) in verschiedenem, durch ein entsprechendes Beiwort, wie Medicin-, Bücher-, Kram-A. bezeichnetem Sinne gebraucht ward, versteht man heutzutage allgemein die Gesammtheit der zur Einsammlung und Zubereitung roher, zur Darstellung künstlicher Arzneimittel und besonderer Arzneiformen, sowie zu deren Prüfung, Aufbewahrung und Verabfolgung an das Publikum dienenden, zweckentsprechend ausgestatteten Räumlichkeiten.

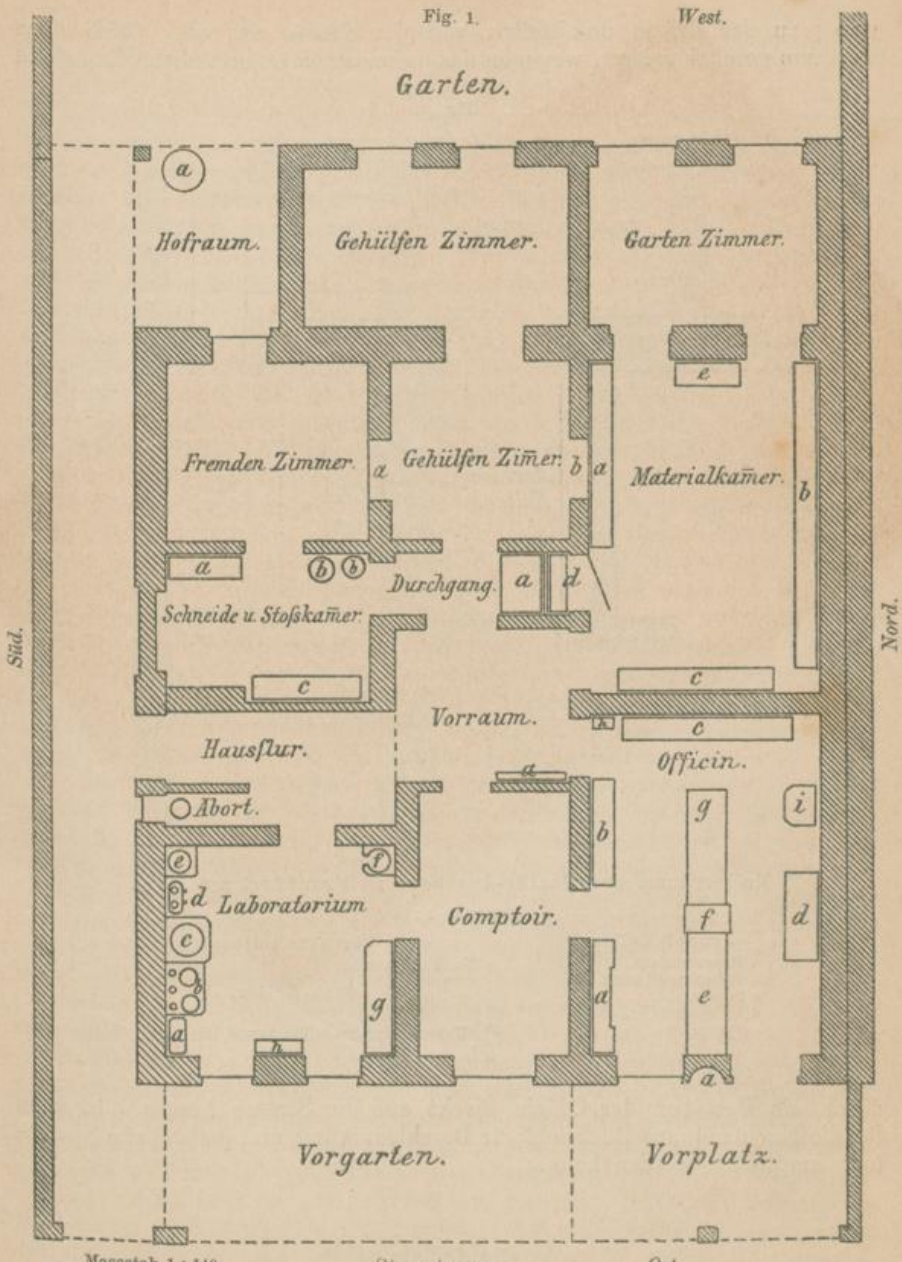
Im Wesentlichen bestehen dieselben aus dem Dispensations- und Verkaufslokal oder der Officin, dem Laboratorium, der Schneide- und Stosskammer, den verschiedenen Vorrathsräumen, sowie den für Principal und Hülfspersonal erforderlichen Wohn- und Schlafzimmern, insoweit letztere beide für Betrieb und Beaufsichtigung des Ganzen und für den Nachtdienst in Betracht kommen. Je näher man diese Räume zusammenlegen, je besser man ihre Reihenfolge dem Geschäftsbedarf anpassen kann, desto einheitlicher und übersichtlicher gestaltet sich die Leitung, desto weniger Personal erfordert der Betrieb. Namentlich bei Neuanlagen von Apotheken, sowie bei durchgreifenden Umgestaltungen bestehender sollte man sich zum Princip machen, die geschäftlichen Anforderungen unbedingt als Hauptsache zu betrachten und ihnen die häusliche Bequemlichkeit oder die anscheinend günstigere Verwerthbarkeit gewisser Räumlichkeiten unterzuordnen. Die wichtigste Verpflichtung des Apothekers gipfelt immer in der Zuverlässigkeit aller aus seinem Geschäft hervorgehenden Mittel; je weiter getrennt und je unzweckmässiger geordnet die Räume liegen, in denen die Herstellung, Aufbewahrung, Umgestaltung für die Dispensation und letztere selbst erfolgt, desto leichter können sich Ungehörigkeiten aller Art auch dem aufmerksamsten sachverständigen Auge entziehen.

Als eine diesen Principien entsprechende Anlage vgl. Fig. 1 u. 2, Seite 7 und 8, Erdgeschoss und Keller der **Goethe-Apotheke** zu Frankfurt a. Main (vor ihrer kürzlich erfolgten Verlegung).

Dunkle und feuchte Räume sind ebenso unzweckmässig und nachtheilig für pharmaceutische Verrichtungen und Lagerung der Vorräthe, als für die Gesundheit der darin andauernd beschäftigten Personen, daher nach Möglichkeit gleich solchen zu vermeiden, welche zufolge ihrer Lage, z. B. unter einem schlecht isolirenden Dach, durch atmosphärische Schwankungen rasch und stark beeinflusst werden. Vor anhaltender Einwirkung direkter Sonnenstrahlen schützt man besonders gern die Officin, da nur für äusserst wenige Mittel direktes Sonnen- oder starkes, reflektirtes Licht günstig, für die ungeheure Mehrzahl aber, auch durch die damit verbundene höhere Erwärmung, nachtheilig ist. Doch wird immer die örtliche Lage, besonders bezüglich der Breitengrade, die Erhebung und Beschaffenheit der Bodenfläche, die Nähe von Bergen oder Gewässern, die Gestaltung der um- und anliegenden Gebäude und mancherlei sonstige Umstände von mehr lokaler oder persönlicher Bedeutung bei Neuanlage und wesentlicher Umgestaltung von Apotheken in hohem Grade zu berücksichtigen sein. Oertliche Verhältnisse auch müssen darüber entscheiden, ob man den Zu-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0026-2

Fig. 1.



Grundriss der Goethe-Apotheke zu Frankfurt am Main.

Erklärung der Buchstaben:

Vorplatz:
a Goethe-Büste auf Sockel.

Officin
a b c d Repositorien.
e Receptirtisch.
f Doppelpult.
g Handverkaufstisch.
h Spülapparat.
i Ofen.

Vorrraum:
a Extractschrank.

Materialkammer:
a Repositorium.
b Schiebekästen nach Fig. 15|16.
c Separanda.
d Giftkammer.
e Kastenpresse (Kniehebelsystem).

Gehülfenzimmer:
a b Wandschränke.

Durchgang:
a Reserveschrank.

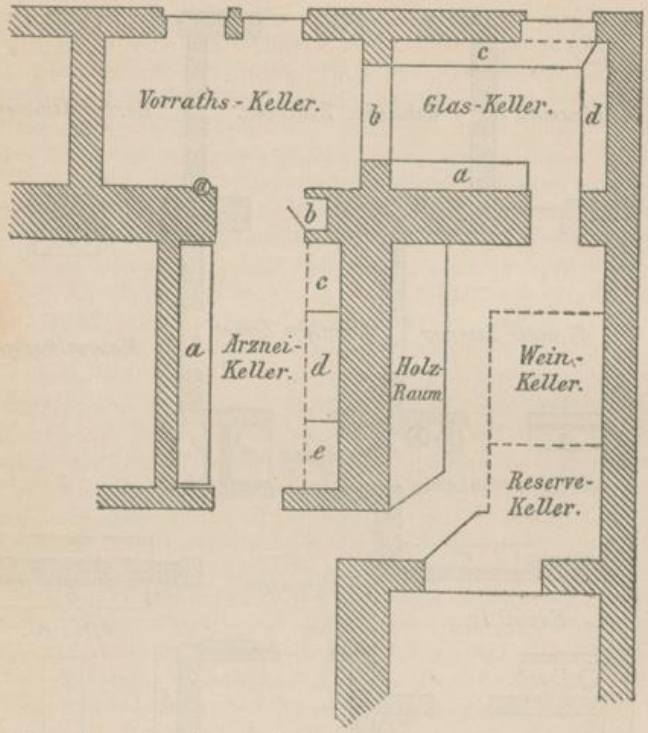
Schneide- und Stosskammer:
a Arbeitstisch.
b b Stossmörser.
c Klapptisch.

Laboratorium
a Wasserleitung.
b Kochheerd.
c Dampfentwickler, } darüber noch drei Dampfkessel u. ein Trockenschrank.
d Kühlfass.
e Destillirblase.
f Kapelle, darüber geschlossener Arbeitsraum.
g Arbeitstisch mit Handpresse.
h Waagen.

Hofraum:
a Pumpe.

gang zu der Officin unmittelbar von der Strasse aus oder durch einen Vorraum geschehen lässt, wogegen das an manchen Orten übliche Expediren

Fig. 2.



Kellerräume der Goethe-Apotheke zu Frankfurt am Main.

Massstab 1 : 140.

Arznei-Keller:
- *a* Repositorium.
- *b* Phosphorschrank.
- *c* Separanda.
- *d* Inflammabilia.
- *e* Syrupi.

Vorrathskeller:
- *a* Ventilationsrohr.

Glas-Keller.
- *a*, *b*, *c*, *d* } Repositorien zu Gläsern und Büchsen.

durch ein Fenster der Officin direkt auf die Strasse hinaus höchstens für die Nachtzeit, aus Rücksicht für Beschleunigung und persönliche Sicherheit, empfohlen werden kann.

Die Officin.

Die **Officin** ist der zur Herstellung der Arzneien für den einzelnen Kranken und zum Verkauf der vorräthigen oder besonders angefertigten Mittel bestimmte Raum. Sie soll ausreichend geräumig, hell, trocken und mit den nöthigen Vorrichtungen zum Schutz vor direktem Sonnenlicht, sowie zu künstlicher Beleuchtung und Heizung versehen sein. Auf den sehr wichtigen **Trockenzustand** des Raumes ist das Material, die Be-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0028-4

schaffenheit und Umgebung des Fussbodens und der Umfassungswände von grosser Bedeutung. Flächen, welche die Feuchtigkeit leicht eindringen lassen oder sie stark condensiren und dann in beiden Fällen wieder an die trockenere Luft abgeben, machen die anstossenden und umschlossenen Räume feucht und für die Arzneimittel wie für die Gesundheit, selbst für manche Gefässe und Utensilien von Metall, Holz oder Papiermasse, nachtheilig. Am stärksten wird die Luftfeuchtigkeit durch diejenigen, einen bestimmten Raum umgrenzenden Flächen condensirt, welche unter ihnen die niedrigste Temperatur besitzen; ein darüber streichender Luftstrom wird die Condensation vermehren oder vermindern, je nachdem er selbst feucht und kalt oder trocken und warm ist. Hierauf hat man bei Wahl des Platzes für unbeweglich in der Officin und anderen Geschäftsräumen aufzustellende Schränke, Kästen und Repositorien, sowie bei Wahl der gegen die Feuchtigkeit zu ergreifenden Mittel Rücksicht zu nehmen.

Der **Inhalt der Officin** besteht aus den, für die Receptur und den unmittelbaren, sog. Handverkauf vorzugsweise erforderlichen Mitteln, welche je nach ihrer Natur in Gefässen von Glas, Porzellan, Steingut, Holz oder Blech aufbewahrt und gruppenweise in offenen Repositorien und verschliessbaren Schränken aufgestellt, oder soweit sie aus Schubkästen bestehen, in vertikale Holzrahmen mit durchgehenden horizontalen Böden und vertikalen Scheidewänden eingepasst sind; ferner aus dem Receptirtisch und dem Handverkaufstisch, welche beide bisweilen in der Mehrheit vorhanden sind; endlich aus den zur Anfertigung der Arzneien und zur Dispensation aller verlangten Mittel erforderlichen Geräthschaften und Umhüllungen. Ein Wasserspülapparat, ein Schreibpult, ein womöglich verschliessbarer Receptbehälter, einige oft nachzuschlagende Bücher müssen gleich zur Hand oder doch in nächster Nähe sein.

Die **Aufstellung der Mittel** erfolgt nach verschiedenen Rücksichten. Zunächst hat eine consequente Sonderung der sog. milden, der stark wirkenden und der giftigen Mittel zu erfolgen. Wenngleich oft sehr berechtigte Zweifel vorliegen, in welche dieser drei Categorieen eine Substanz zu stellen sei, so entscheiden in vielen Fällen die gesetzlichen Bestimmungen, welche darüber in einer Reihe von Staaten existiren; wo sie nicht ausreichen, ist nach Analogie zu verfahren. Sehr zweckmässig ist es, die zur Aufbewahrung dienenden Gefässe für jede der drei Categorieen äusserlich auffällig verschieden zu gestalten. So lassen sich namentlich alle sog. Gifte (Tab. B der Ph. Germ. und ähnliche) sehr gut in Glasflaschen von quadratischem Querschnitt unterbringen. Von den Separanden (Tab. C der Ph. Germ. und ähnliche) kann man beispielsweise die flüssigen in enghalsige, die pulvrigen in weithalsige Glasflaschen von kreisförmigem Querschnitt, die Extracte in Porzellanbüchsen mit übergreifendem Deckel ohne Knopf, die Vegetabilien in Blech- oder Holzgefässe bringen, welche von den sonst in derselben Apotheke verwendeten in Form und Farbe wesentlich verschieden sind. Für die sog. milden Mittel bleiben dann zu Flüssigkeiten ovalgriffige Glasflaschen, zu Pulvern Gefässe von Milchglas, zu dicken Extracten, Salben, Honig und allerhand trockenen Substanzen Porzellanbüchsen mit Knopfdeckel, der nach Belieben übergreifen oder einfallen kann, zu Vegetabilien Blech- oder Holzgefässe von wesentlich anderer Form und Farbe, als die zu den Separanden verwendeten. Womöglich überträgt man diese principiellen, äusserlich greifbaren und augenfälligen Unterscheidungsmerkmale in gleichem Sinne auch auf die Vorrathsräume, obwohl dort, wo selten mehrere Per-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0029-2

sonen gleichzeitig beschäftigt sind, wo die in der Officin so häufigen Unterbrechungen aller Art nur ausnahmsweise vorkommen, und namentlich jedes zum Einfassen oder sonstwie gebrauchte Gefäss sogleich wieder an seinen Platz gestellt werden kann und soll, viel weniger Anlass zu Verwechselungen geboten ist. — In wie weit auch die Farbe der Signaturen und der darauf angebrachten Schriftzüge oder die Beifügung von Warnungszeichen in Form eines oder mehrerer ! oder † u. dgl. zur äusserlichen Unterscheidung der genannten drei Categorieen von Arzneimitteln dienen soll, bestimmt die Gesetzgebung verschiedener Staaten. Zweckmässig ist es, die gesetzlich festgestellten Maximaldosen auf den entsprechenden Standgefässen der Officin deutlich zu vermerken.

Da es erfahrungsmässig die Opiate sind, welche unter den etwa vorkommenden Missgriffen die Mehrzahl bilden, so kann man für sie Gefässe von ganz besonderer Form, z. B. mit 6- oder 8eckigem Querschnitt, wählen. Ihre etwaige Aufstellung an einem ganz gesonderten Platze ist ohne Nutzen, wenn sie, wie nicht immer zu vermeiden, beim Gebrauch mit anderen Gefässen auf dem Receptirtisch stehen bleiben. — Das Haupterforderniss bleibt immer die Aufmerksamkeit und das Pflichtgefühl des Receptars, zumal auch andere, nur in ihrer Wirkung minder auffällige Verwechselungen, selbst unter den sog. milden Mitteln, recht nachtheilige Folgen haben können.

Das **Material** und der **Verschluss** aller dieser Gefässe ist so zu wählen, dass dadurch der möglichste Schutz vor der so sehr häufigen Benachtheiligung ihres Inhaltes durch Licht und Luft, Oxydation und Desoxydation, Anziehung von Feuchtigkeit, Eindringen von Staub und Insecten, Verstäubung und Verdunstung geboten wird. — Die zur Aufbewahrung lichtscheuer Mittel dienenden Glasgefässe müssen von anaktinischem, gelbbraunem Glase hergestellt oder in anderer Weise der Wirkung des Lichtes entzogen sein; Gläser, welche vermöge ihrer Färbung oder mittelst eines Ueberzuges undurchsichtig sind, erschweren das Einfassen, die Dispensation und, namentlich bei Flüssigkeiten, oft auch die Beurtheilung des Inhaltes. Minder lichtempfindliche Stoffe, welche einen dichten Verschluss erfordern, lassen sich zweckmässig in Gefässen von Milchglas, die in nur geringem Grade durchscheinend sind, aufbewahren. — Bei allen müssen die Stöpsel sehr sorgfältig eingeschliffen sein, auch eine mit dem Standgefäss selbst übereinstimmende, jedem eigenthümliche Nummer tragen, um eine etwaige Vertauschung leicht auffinden und wieder beseitigen zu können. — Oft erweist es sich, besonders in den Vorrathsräumen, sehr vortheilhaft, wenn man das Gewicht des leeren Gefässes, ohne die davon trennbaren Verschlusstheile, in dauernder Weise, z. B. mittelst einer Diamantspitze oder schwer zerstörbarer Farbe, auf dem Gefässe selbst vermerkt.

Ueber die **Grösse** der Gefässe entscheidet die bekannte oder muthmassliche Menge des Verbrauches, bisweilen auch bestimmte gesetzliche Anordnungen. Es ist, auch in Rücksicht auf die Höhe und Weite der Repositorienfächer und zeitweilig nöthig werdende Umstellungen, rathsam, nicht mehr als 2—3 Grössen von einer jeden Gefässsorte einzuführen; bei vermehrtem Gebrauch kann man sich leicht durch Doppel-, bei vermindertem häufig durch Einsatz-Gefässe helfen. Nur auf dem Receptirtische, wenn er, wie in Norddeutschland üblich, ein eigenes Repositorium als Aufsatz trägt, ist es zweckmässig, die in der Receptur gebräuchlichsten, aber nur in geringen Mengen vorkommenden Mittel in kleineren Gefässen,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0030-3

dafür aber in grosser Anzahl und öfter auch als Duplikate anderweit in der Officin sich findender Mittel aufzustellen, damit der Receptar das Meistgebräuchliche immer zur Hand hat und sofort wieder an seinen richtigen Platz stellen kann. Das Herbeiholen von Gefässen aus allen Theilen der Officin nach dem Receptirtisch und ihre Anhäufung auf demselben ist nicht nur höchst lästig und zeitraubend, sondern kann auch leicht zu Missgriffen führen. — Das unterste Fach des Receptirtischaufsatzes kann man vortheilhaft den dicken Extracten zuweisen, die ja ohnehin fast nur in der Receptur Verwendung finden; sie trocknen an dieser Stelle weniger aus und erfahren, je nach ihrer Natur, weniger Ausscheidungen oder gährende Zersetzung, als in den obersten, wärmeren Fächern der Wandrepositorien, wo man sie in Rücksicht auf die üblicherweise relativ geringere Grösse ihrer Standgefässe häufig aufgestellt findet. Auch die ätherischen Oele lassen sich oft zweckmässig am Receptirtisch unterbringen.

Die nach vorstehenden Rücksichten entstandenen **Gefässgruppen** ordnet man nun jede für sich alphabetisch, indem man sich bemüht, aus jeder einzelnen Gruppe nicht mehr als 1 oder 2 Alphabete zu bilden, soweit nicht etwa der Grad der natürlichen oder künstlichen Belichtung und Erwärmung, sowie der vorzugsweise Gebrauch in der Receptur oder dem Handverkauf entgegenstehen. Die Anschaffung einiger Doppelgefässe, die Wahl eines gebräuchlichen, die alphabetische Reihenfolge ändernden Synonyms (z. B. Cardamomum minus statt Fructus Cardamomi, Flores Urticae statt Flores Lamii, Spodium statt Ebur oder Os ustum) gewährt hierin oft eine erwünschte Hülfe.

Fig. 3.

Die in offenen Repositorien aufgestellten Gefässe verschieben sich bei lebhaftem Geschäftsgang leicht seitlich oder nach rückwärts und bieten dann einen unordentlichen Anblick. Zur Verhütung dieses Missstandes kann man auf den Repositorienfächern eine ohne Mühe wieder zu entfernende Holzleiste anbringen, welche in regelmässigen Abständen mit Ausschnitten versehen ist, die zu den Gefässen passen und sie nahe bis zur Hälfte umschliessen. Werden solche Leisten fest angenagelt, angeschraubt oder gar geleimt, so setzen sich in den Winkeln, welche sie mit den Fächern bilden, Staub und zufällige Verunreinigungen an und sind nur schwierig wieder zu beseitigen, während man im andern Fall die von der Unterlage abgenommene Leiste mit einem Zuge säubern und ebenso leicht die Unterlage selbst und das ganze Repositorienfach reinigen kann. S. Fig. 3.

Die **Separanda** (Tab. C der Ph. Germ. und ähnliche) in besonderen Schränken der Officin aufzubewahren, ist bei uns nicht gesetzlich vorgeschrieben, immerhin aber sehr zweckmässig. Schon die Entnahme eines Mittels aus einem wenn auch unverschlossenen Schrank regt unwillkürlich zu grösserer Vorsicht an, als wenn man es von einem gewöhnlichen offenen Repositorium nimmt. Zudem brauchen die Separanda meist nur in kleinen Mengen in der Officin vorräthig zu sein, bedürfen also nur kleine, mit den übrigen in der Grösse, in der Art der Signirung und zweckmässig auch in der Form nicht harmonirende Gefässe; auch sind sie zum grossen Theil lichtscheu, wenngleich die Phkk. auf diesen Umstand nur in

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0031-9

wenigen Fällen hinweisen. Werden sie in Schränken mit undurchsichtigen Thüren aufbewahrt, so sind sie alle vor Licht ausreichend geschützt und stören durch die Verschiedenartigkeit ihrer Grösse, Signirung und Form nicht den Gesammteindruck.

Unter den Separanden sind jedoch verschiedene, **leicht flüchtige,** welche auch bei sorgfältigstem Verschluss auf ihre Umgebung chemisch verändernd wirken oder benachbarten Substanzen ihren Geruch mittheilen, indem bei jedesmaliger Dispensation ein festes oder flüssiges Partikelchen an der Aussenfläche des Gefässes hängen bleibt, dort verdunstet und dadurch die erwähnten unangenehmen Erscheinungen hervorruft. Solche Stoffe sind namentlich Brom, Jod, die flüchtigen Säuren, Carbol, Kreosot, Senföl u. a. Stehen sie in einem engen, geschlossenen Raum unter sich oder mit anderen Separanden zusammen, so werden sich die nachtheiligen Einwirkungen bald durch Beschlagen der Gefässe, Corrodiren und Verblassen der Signaturen, Oxydationserscheinungen, Annahme eines fremdartigen Geruches u. s. w. bemerkbar machen, gelegentlich auch zu sehr unangenehmen Beschwerden und Erörterungen, wie auch zu bedenklichen Veränderungen mancher Mittel, z. B. des Calomels, führen. Einigermassen kann man solchen Uebelständen dadurch begegnen, dass man die verschlossenen Gefässe noch mit einer aufgeschliffenen Glaskapsel oder Porzellankruke bedeckt, oder sie in gut verschliessbare, oft zu reinigende Porzellanbüchsen stellt; besser aber wird der Zweck durch Aufstellung in einem gehörig abgesonderten, offenen, dem völlig freien Luftzutritt zugänglichen Repositorium erreicht. Freilich sollten schon aus blosser Rücksicht auf Sauberkeit die bei der Dispensation an den Aussenflächen der Gefässe hängen bleibenden Substanztheilchen sogleich wieder entfernt werden, was aber nicht immer ausführbar ist; hingegen darf niemals aus einem Gefäss, dessen Rand von solchen Resten nicht gereinigt ist, durch Ausschütten, Tröpfeln oder Giessen dispensirt werden.

Auch für einige andere, besonders stark und nachhaltig **riechende** Stoffe, wie Moschus, Castoreum, Jodoform empfiehlt sich eine von allen anderen Medikamenten getrennte Aufstellung. Man bringt die betreffenden Standgefässe mit den etwa zur Dispensation erforderlichen Waagen und Gewichten, Löffeln, Mörsern, Kapseln u. s. w. in je einen Kasten aus einem für Riechstoffe undurchdringlichen Material, also von Porzellan, Glas oder Blech und vollzieht, wenn möglich, die Zubereitung auf einer ausschliesslich dazu bestimmten, nicht porösen Platte, die nach dem Gebrauch aufgeklappt oder sonst beseitigt werden kann.

Der in der Officin zugelassene, nicht besonders zu umgitternde **Giftschrank** muss die gesetzlich vorgeschriebene Einrichtung besitzen, nicht minder sein Verschluss und die Aufbewahrung der Schlüssel den staatlichen Bestimmungen entsprechen. Seine Innenwände, namentlich die horizontalen Flächen, sollten immer sorgfältig polirt sein, damit etwa verschüttete Giftsubstanzen nicht in die Holzporen eindringen, sich vielmehr leicht und ohne Rückstand, trocken oder feucht, wegwischen lassen. Bei den gewöhnlich nur geringen Dimensionen dieses Schrankes und dem höchst mannichfachen Gebrauch seines Inhaltes ist ein eigener Dispensirtisch kaum damit zu verbinden. Niemals dürfen unterhalb des Giftschrankes sonstige Arzneimittel, Utensilien oder Arzneibehälter irgend welcher Art ihren Platz finden.

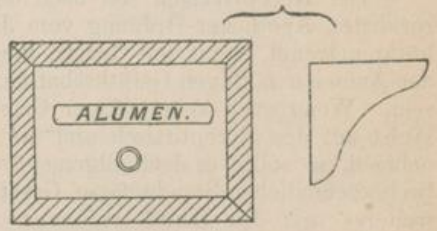
Viel gebräuchliche und voluminöse Mittel, die keinen luftdichten Verschluss erfordern, wie zahlreiche Drogen vegetabilischen und mineralischen

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0032-5

Ursprungs, luftbeständige Salze u. dgl. pflegt man in **hölzernen Schubkästen** unterzubringen. Zur Aufnahme stark riechender, zur Verwitterung oder Anziehung von Feuchtigkeit neigender Substanzen versieht man diese Kästen mit gut verschliessbaren Einsätzen von Weissblech oder legt die Mittel in besonderen, dichten und signirten Umschliessungen hinein. Für pulvrige Substanzen eignen sich Kästen, deren hintere Hälfte mit einem festen Deckel versehen ist, welcher das Herausfallen und Verstäuben des Pulvers bei raschem Zuschieben des Kastens verhindert. Bewegliche Deckel, zum Herausheben oder Verschieben eingerichtet, sind mehr hinderlich als nützlich, ziehen sich leicht krumm, werden schon durch kleine, sich zwischenlagernde Mengen des Kasteninhalts aus ihrer normalen Lage gedrängt. und gewähren gegen fremde Körper oder Insecten, die etwa von oben her eindringen können, wenig Schutz; im besten Fall sammeln sich auf ihnen solche Verunreinigungen und fallen dann, wenn man beim Oeffnen oder Schliessen nicht sehr genau Acht giebt, gemeinschaftlich in den Kasten. Der nöthige Schutz muss auf andere Weise, und zwar dadurch hergestellt werden, dass man zu den Kästen selbst sehr gutes, trockenes, astfreies und beiläufig geruchloses Holz von nicht zu geringer Wandstärke (1—1,5 cm) wählt, auf sehr sorgfältige, dichte und saubere Verarbeitung, auf genaues Einpassen der Kästen in den zugehörigen Rahmen und darauf sieht, dass die Kästen nicht etwa bloss auf Leisten, sondern auf vollen, riss- und astfreien, gut gehobelten Zwischenböden laufen.

Die dünne Fournierung, mit welcher man die Stirnseite der Kästen zu versehen pflegt, stösst sich an den Kanten sehr leicht ab; leimt man aber rings auf die Kanten massive, nach innen wie bei einem Bilderrahmen sich verjüngende Leisten, so erlangt man neben einer grossen Widerstandsfähigkeit einen wünschenswerthen Schutz für die Signatur und den Handgriff oder Knopf des Kastens und eine angenehme Gliederung der sonst höchst einförmigen Gesammtansicht. Die Leisten müssen so geformt sein, dass sie sich mit der geringsten Mühe abwischen und von Staub befreien lassen; sie dürfen also im Profil keine einspringenden Winkel oder merklichen Vertiefungen zeigen. S. Fig. 4.

Fig. 4.



Aus ähnlichen Gründen wie bei den Standgefässen empfiehlt es sich, auch für die zur Aufnahme von Arzneimitteln bestimmten Schubkästen nur wenige verschiedene Grössen anzuwenden. Oft wird es bei den heutigen Verhältnissen sogar genügen, alle hierher gehörigen Artikel in Kästen von nur einer Grösse und diese wieder in ein einziges Alphabet zu bringen, wenn man den Pflastern, zu deren Aufbewahrung eine abweichende, verhältnissmässig flache Form vorzuziehen ist, einen besonderen Platz, z. B. im Handverkaufstische, anweist.

Vom **Fussboden** sind alle feststehenden Tische, Schränke und Repositorien, von den gemauerten **Wandflächen** alle letzteren, wenigstens insoweit sie mit Schubkästen oder Schränken versehen sind, durch eine mehrzöllige Luftschicht zu isoliren, da sonst das Holzwerk unter störendem Aufquellen Feuchtigkeit anzieht, die sich wieder auf den Inhalt der geschlossenen Räume überträgt und ihn mehr oder minder zum Verderben

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0033-1

disponirt. Damit kleine Gegenstände nicht unter diese unbeweglich aufgestellten Tische und Repositorien fallen können, doch aber immer noch einige Luftcirculation möglich ist, bringt man unter ihnen, um einige Zolle zurückspringend, so dass beim Herantreten die Fussspitze nicht anstösst, eine Holzleiste an, deren Fläche mit einer Anzahl von Durchbohrungen versehen, oder deren Oberkante ausgeschweift ist.

Sehr wichtig ist es, möglichst bequem zur Hand einen **Wasserspülapparat** zu haben, der so eingerichtet und aufgestellt sein muss, dass gebrauchtes, schmutziges Wasser sogleich abläuft, ohne die Umgebung oder den Fussboden irgendwie zu durchfeuchten. Namentlich hüte man sich, solchen Apparat in unmittelbare Verbindung mit unbeweglich auf dem Fussboden stehendem Holzwerk zu bringen, da sonst Moder- und Pilzbildung ausserordentlich leicht eintritt. — Eine Vorrichtung zum Abkühlen heisser Flüssigkeiten, zum Ausspülen von Arzneigläsern, zum Ablösen angeklebter Signaturen mittelst Befeuchtung u. dgl. lässt sich leicht damit verbinden.

Ein **Schreibpult,** womöglich zweiseitig, so dass es dem Apothekenpersonal und dem Publikum zur Benutzung bereit steht, ist wünschenswerth; in seinem Untertheil kann man Signaturen, Beutel, Receptblätter, Papier, Schachteln, überhaupt alles unterbringen, was in einer Apotheke signirt oder beschrieben zu werden pflegt.

Die in der Apotheke zurückbleibenden **Recepte,** allmonatlich streng alphabetisch geordnet, sollten bei dem verhältnissmässig hohen materiellen und oft noch weit höheren ideellen Werth, den sie repräsentiren, immer in einem sicher zu verschliessenden Schranke aufbewahrt werden.

Der **Receptirtisch** soll nach der, in Preussen noch immer gültigen revidirten Apotheker-Ordnung vom Jahr 1801 vom Handverkaufstisch gehörig getrennt, sogar mit Gittern umgeben, und mit den zur Dispensation der Arzneien nöthigen Geräthschaften, Gefässen und Umhüllungen versehen sein. Wenn auch kein triftiger Grund vorliegt, dem Publikum die Aussicht auf den Receptirtisch und die Manipulationen des Receptars zu benehmen, so sollte es doch allgemein verhindert sein, die auf dem Receptirtische befindlichen Standgefässe, Geräthschaften, Recepte und Arzneien ohne weiteres mit der Hand erfassen zu können. Am leichtesten und ungezwungensten wird dieser Zweck erreicht durch einen, schon oben (S. 10) erwähnten Aufsatz, welcher zur Aufstellung der in der Receptur gebräuchlichsten Mittel höchst bequem und zweckmässig ist. Er kann in seinen Dimensionen recht wohl so gehalten werden, dass dem Receptar noch ein wünschenswerther Ueberblick auf die Officin und die Möglichkeit bleibt, von seinem Platz aus den dringlichsten Verkehr mit dem Publikum zu unterhalten und so, dass auch dem Tageslicht voll ausreichender Zutritt zu dem umgrenzten Raume gestattet ist.

Am Receptirtisch selbst oder in seiner nächsten Nähe sollte sich stets ein angemessener Vorrath reiner Arzneigläser, von denen ein Theil gut ausgetrocknet ist, scharf gebrannter Porzellan- und Thonkruken, welche für Fettstoffe undurchdringlich sind und an Flüssigkeiten nichts Lösliches abgeben, Pulver- und Pillenschachteln, die nicht mit Goldpapier ausgefüttert sein dürfen, giftfreier Tecturpapiere, glatter Papierkapseln, geruchfreien und auch in der Wärme nicht klebenden Wachspapiers, guter Korke, festen Bindfadens u. s. w. vorfinden.

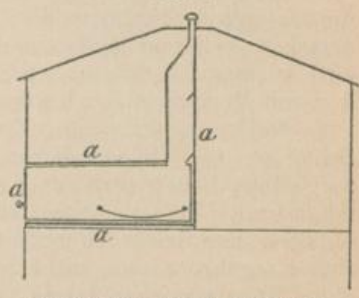
Der **Handverkaufstisch,** von dem Receptirtisch gehörig getrennt, hinreichend hell und geräumig, wird zweckmässig so gestellt, dass er

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0034-6

von dem Receptar leicht übersehen und ohne Umwege erreicht werden kann. Er enthält meistens zahlreiche Schubkästen mit Geräthschaften, Utensilien, Arzneimitteln und zum Verkauf vorräthig verpackten Waaren. Von diesen dürfen sich niemals verschiedene Sorten in demselben Kasten finden; die Kästen selbst müssen deutlich signirt sein; aber auch jedes einzelne, vorräthig verpackte Mittel, besonders wenn es zum innerlichen Gebrauch dient, mit anderen leicht verwechselt werden oder durch irrthümliche Anwendung Schaden stiften kann, wird zweckmässig mit einer deutlichen Signatur versehen. Zu den Separanden zählende Mittel sind am Handverkaufstische weder lose noch in Verpackung zu dulden.

Die Platte des Handverkaufstisches, wenn sie aus Marmor oder einem ähnlichen Material besteht, ist häufig nur lose aufgelegt, nicht befestigt. Man sorge in solchem Fall, dass nicht durch Drehung oder Verschiebung der Platte darunter befindliche Kästen, die unter Verschluss zu halten sind, von oben her zugänglich werden. Durchbrechungen der Platte, die zu den Geldkästen führen, vermeidet man am besten ganz oder versieht sie mit einer Vorrichtung, welche das Eindringen von Flüssigkeiten verhindert und etwaige diebische Versuche, mittelst Leimruthen, Angelhaken oder dgl. Geld aus der Kasse zu holen, erfolglos macht. S. Fig. 5.

Fig. 5.



Doppel-Schreibpult mit Geldkasten.
a a Umgrenzungen von starkem Eisenblech.

Die während der Geschäftsstunden gewöhnlich offene Tageskasse kann man mit einer Hemmung versehen, welche auch den unverschlossenen Kasten an seiner Stelle festhält; diese Hemmung muss man geräuschlos und unmerklich einspielen lassen und wieder lösen können, damit man durch diese Schutzmassregel, welche anzuwenden ist, so oft man die Officin ohne Aufsicht lassen muss, Niemanden verletzt, wie es durch Gebrauch und zeitweise Entfernung des Schlüssels geschehen würde.

Die in der Officin gebräuchlichen **Geräthschaften,** deren wichtigste noch weiter unten besprochen werden sollen, müssen in untadelhafter Beschaffenheit und gehöriger Anzahl vorhanden sein und mit peinlicher Sorgfalt rein gehalten werden. Man beachte dabei auch solche, oft sehr schwer zu beseitigende Verunreinigungen, welche nicht durch das Auge oder den Geschmack, sondern nur durch den Geruch wahrnehmbar sind, sich aber gleichwohl leicht auf andere Substanzen übertragen. Meist ist ein fremder Riechstoff durch kräftiges Abreiben oder andauernde Wärme zu entfernen, bisweilen rascher durch chemisch einwirkende Mittel zu zerstören.

Das Laboratorium.

Es dient zur kunstgemässen, meist in grösserem Massstabe erfolgenden Herstellung solcher einfacher und zusammengesetzter Arzneimittel, welche für den Gebrauch, die weitere Verarbeitung, den Verkauf in der Officin vorräthig gehalten, in letzterer selbst aber aus mancherlei Gründen nicht angefertigt werden; häufig auch zur Prüfung und Unter-

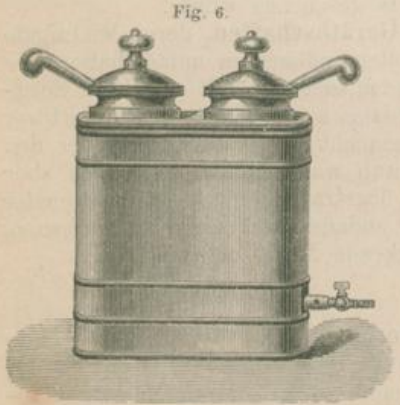
Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0035-2

suchung im Handelswege bezogener Waaren oder zur Begutachtung übernommener Objecte. In grösseren Geschäften theilt man zweckmässig das Laboratorium je nach Art und Umfang der darin zu erledigenden Arbeiten in mehrere isolirbare Räume z. B. für Centralfeuerung, Verdampfung, Destillation, für Pressen, Waagen, analytische und mikroskopische Untersuchungen; in den weit überwiegenden kleinen Geschäften findet solche Trennung nicht oder nur etwa durch Holz- und Glas-Verschläge statt, welche die Geräthschaften, Präparate und Untersuchungsobjecte vor nachtheiligen Einflüssen sicher stellen. — Die Entwickelung von Gasen und Dämpfen, die nicht oder nur unvollständig wieder absorbirt oder verdichtet werden, dabei aber ätzend, oxydirend, entzündlich sind, oder beim Einathmen schädlich wirken, sollte immer nur in einem geschlossenen, gut ventilirten Arbeitsraume, im Nothfall unter einem Schornstein oder an freier Luft stattfinden.

Im Allgemeinen soll das Laboratorium feuerfest, wenn auch nicht gerade nothwendig überwölbt, mit steinernem oder cementirtem Fussboden versehen, hell und geräumig sein, gut ziehende Schornsteine, womöglich auch wirksame Ventilations-Einrichtungen besitzen, und sich ohne Schwierigkeit mit Wasser reichlich versorgen lassen. Höchst wichtig dafür sind die

Oefen, welche zum Erwärmen, Abdampfen, Kochen, Destilliren, Schmelzen und Glühen dienen, jetzt zumeist aus Mauerwerk und Kacheln aufgeführt, häufig auch aus Eisen construirt sind und in diesem Fall zweckmässig mit Chamottesteinen ausgefüttert werden. Sie müssen den am Ort üblichen und leicht zu beschaffenden Brennstoffen angepasst, leicht und sicher regulirbar sein, nicht rauchen, nach Bedarf einen hohen Hitzegrad ohne Mühe erreichen lassen, aber auch, ohne zu verlöschen, eine häufig erforderliche, sehr gelinde Feuerung gestatten. Ein tragbarer eiserner Ofen, sog. Windofen, der die Verbrennungsproducte in den Heizraum ausströmt, daher nur mit Holzkohlen oder Coaks heizbar ist, eignet sich zu gelegentlichen Arbeiten im Freien; im geschlossenen Raum kann man ihm einen bestimmten Platz anweisen, ihn von da aus durch ein Rauchrohr mit dem Schornstein verbinden und dann auch mit anderen Brennstoffen heizen. Für Arbeiten im kleinen Massstabe, besonders wenn sie nur wenig Zeit in Anspruch nehmen oder eine sorgfältige Regulirung der Wärmezufuhr bedingen, eignen sich Lampen, welche mit Gas, Spiritus oder Petroleum gespeist werden.

Fig. 6.



Zur Herstellung der Decocte und Infusionen für den Bedarf der Receptur benutzt man mit Vortheil kleine Wasserbäder, unter denen das von A. Graseck & Sträter in Frankfurt am Main für Gasheizung construirte (Fig. 6), sehr zu empfehlen ist. Das mit zahlreichen kleinen Oeffnungen versehene eiserne Brennerrohr wird mittelst Gummischlauch mit der durch Hahn verschliessbaren Gasleitung verbunden. Am Brennerrohr selbst befindet sich noch ein zweiter Hahn, welcher nicht völlig geschlossen werden kann, der vielmehr bei seiner engsten Stellung noch so viel Gas durchlässt, dass die einzelnen Flämmchen,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0036-8

ohne zu verlöschen, sehr klein werden. Hat man den Inhalt des kupfernen Wasserbades bei ganz geöffneten Hähnen sehr rasch zum Kochen gebracht, so schliesst man den kleinen Hahn am Brennerrohr so weit, als seine Construction erlaubt, wonach die Flüssigkeit, das Wasser, die Siedetemperatur fast ganz unverändert beibehält, ohne dass sich merkliche Dämpfe daraus entwickeln. Durch weitere Oeffnung des kleinen Hahnes wird die volle Kochhitze sogleich wieder herbeigeführt.

Für Petroleumheizung dient ein ähnlicher Apparat derselben Firma (Fig. 7), welcher freilich eine ebenso bequeme Beschränkung der Flamme nicht gestattet.

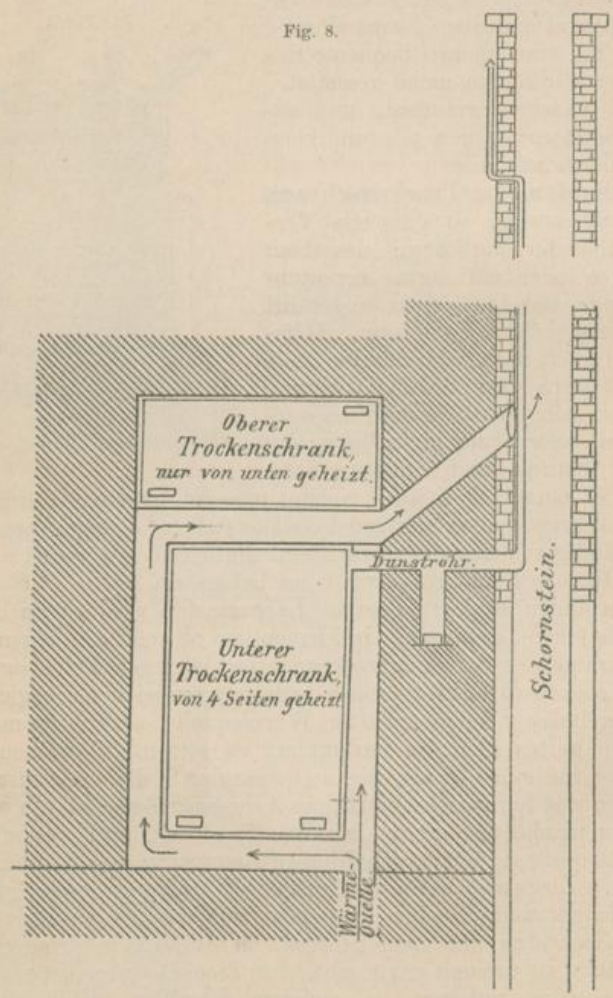
Fig. 7.

Oefen, welche regelmässig und andauernd geheizt zu werden pflegen, kann man vortheilhaft mit dem

Trockenofen oder **Trockenschrank** in Verbindung setzen, so dass die Verbrennungsproducte die Züge desselben durchstreichen oder ein eigens erzeugter Strom reiner heisser Luft direkt eingeführt wird. Diesem höchst wichtigen Hülfsapparat wird nicht immer die nöthige Aufmerksamkeit geschenkt. Bei der Anlegung hat man sich zuerst darüber klar zu werden, welchen Anforderungen in Bezug auf nutzbaren Raum und erwünschten Hitzegrad er entsprechen soll; welche passend gelegene Räumlichkeiten und welche Wärmequellen hierfür zu Gebote stehen; ob der Apparat als für sich selbstständig zu heizender Ofen oder lediglich als ein, durch anderweitig abfallende Hitze erwärmter Schrank zu behandeln ist, oder ob beide Systeme zu verbinden sind. In grossen Laboratorien wird es an abfallender Hitze niemals fehlen, desto mehr in kleinen, wo obenein eine eigene Heizung des Trockenraumes selten lohnen kann. Im letzteren Falle empfiehlt es sich, den Trockenschrank mit einer anderen, ausreichend ergiebigen und möglichst regelmässig functionirenden Wärmequelle, als welche meistens der Küchenofen gelten kann, in Verbindung zu setzen. Wünschenswerth ist es dabei aber im hohen Grade, die an genannter Stelle zusammentreffenden geschäftlichen und hauswirthschaftlichen Arbeiten möglichst von einander zu isoliren; man mache also nicht allein den Trockenschrank verschliessbar und halte ihn während der geschäftlichen Benutzung verschlossen, sondern lege auch den Zugang, wenn die Oertlichkeit es irgend gestattet, ausserhalb des Küchenraumes, wodurch nebenbei noch verhütet wird, dass Dämpfe, Gase oder Riechstoffe aus dem Schrank in die Küche dringen und umgekehrt. Häufig ist es auch erwünscht, den Trockenraum in verschiedene Abtheilungen zu zerlegen, je nachdem dieselben mehr oder weniger heiss werden, zu gesonderten Verrichtungen, wie Digestion, Verdunstung, Austrocknen dienen, dem Dienstpersonal zugänglich sein sollen oder nicht. Die Grösse des Trockenraumes und seiner Abtheilungen soll nicht allein den geschäftlichen Anforderungen, sondern namentlich auch der für gewöhnlich stattfindenden Wärmezufuhr entsprechen, wobei zu berücksichtigen, dass man sich leichter vor zu hoher Erwärmung schützen, als einem Mangel daran abhelfen kann, dass man also den Raum niemals im Verhältniss zur Wärmequelle zu gross machen soll. Niemals soll es einem Trockenraum

an einer wirksamen und leicht regulirbaren Ventilation fehlen, welche die Verdunstung und das Austrocknen wesentlich begünstigt und auf die Beschaffenheit vieler künstlich getrockneten Vegetabilien vom günstigsten Einfluss ist. Soll die Ventilation, was ja an und für sich sehr förderlich ist, durch Verbindung mit dem Schornstein herbeigeführt werden, so muss es in einer Weise geschehen, welche davor sicher stellt, dass condensirte Dämpfe, Feuergase oder Rauch und Russ in den Trockenraum dringen

Fig. 8.



können; man lässt z. B. das mit einem Wassersack versehene, thönerne oder eiserne Verbindungsrohr in horizontaler oder schwach nach aussen geneigter Lage austreten, führt es in den Schornstein ein, lässt es an dessen Seitenwandung zu genügender Höhe aufsteigen und in's Freie ausmünden (s. Fig. 8).

Für grössere Einrichtungen, bei denen Maschinenkraft zu Gebote steht, kann die Ventilation auch leicht auf mechanischem Wege herbeigeführt werden.

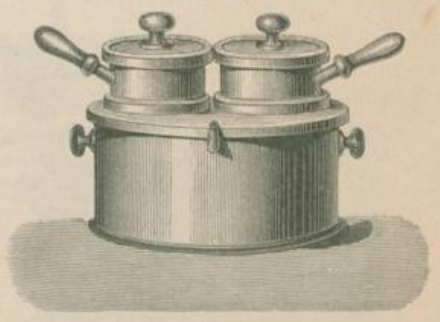
Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf
urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0038-9

Sehr oft wird dem Trockenschrank, besonders wenn seine Seitenwände aus Holz bestehen, die Wärme nur von unten mittelst erhitzter Platten oder eines eigenen Heizkastens zugeführt. Weit mehr wird mit der gleichen Wärmemenge erreicht, wenn man sie auf mehrere, in diesem Fall aus Ofenkacheln oder Eisenblech zu fertigende Wandungen einwirken lassen kann. Falls sich eine Mauernische verwenden oder mittelst Durchbrechung einer Wand herstellen lässt, ist es sehr leicht, dem Schrank ausser von unten, noch von beiden Seiten und von oben die disponible Wärme zuzuführen, deren Ausstrahlung nach anderer Richtung durch das umgebende Mauerwerk wesentlich verringert wird (s. Fig. 8). Bietet die Dicke der zu durchbrechenden Wand nicht die erwünschte Tiefe, so kann man letztere dadurch erreichen, dass man bei Einmauerung des Schrankes einige Ziegelschichten vor die andere, senkrechte Wandfläche vorzieht, die Rückwand aber mit hochkantig gestellten Ziegeln oder Ofenkacheln aufbaut. In die Seitenwände sind die zum Tragen der Horden dienenden Schienen einzulassen oder anzunieten. Die Schrankthüren können von Holz oder Eisenblech gefertigt, in Angeln gehängt oder zum Auf- und Abschieben eingerichtet sein, in welchem letzteren Fall man sie durch Gegengewichte abbalancirt; nahe an ihrer Unterkante versieht man sie mit einer oder mehreren, durch Schieber zu verschliessenden Oeffnungen zur Regulirung der Ventilation.

Sehr häufig dient zur Heizung des Trockenofens als Haupt- oder Nebenzweck auch der sogenannte

Dampfapparat, dem man in den verschiedensten Grössen und Ausstattungen in den Laboratorien begegnet, je nachdem die sonst noch unentbehrlichen Koch- und Destillirapparate organisch mit ihm verbunden oder davon getrennt sind. In seiner einfachsten Form ist der Dampfapparat ein zum Theil mit Wasser gefüllter, heizbarer Kessel von Metallblech, in welchen verschliessbare sog. Infundirbüchsen oder offene Kessel so eingesetzt werden können, dass sie durch das Wasser (Wasserbad) oder durch die daraus sich entwickelnden Dämpfe (Dampfbad), in der Regel durch beide zugleich, erhitzt werden, dabei aber die zu ihrer Aufnahme dienenden Oeffnungen so dicht schliessen, dass beim Siedepunkt des Wassers unter gewöhnlichem Druck wenig oder kein Dampf daselbst entweichen oder nur durch ein kleines Röhrchen austreten kann (s. Fig. 9).

Fig. 9.



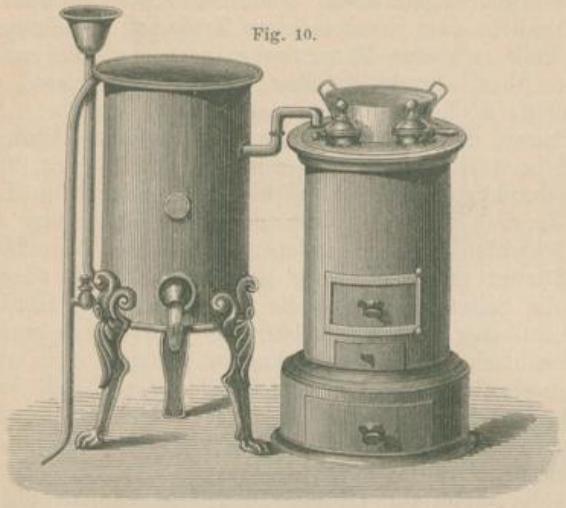
Ein gewöhnliches Herdfeuer ist aber schwierig so zu reguliren, dass es die meist verlangte Kochhitze des Wassers, jedoch keinen überschüssigen Dampf erzeugt; man verband also, um erstere in vollem Maasse zu haben, ohne zugleich durch letzteren belästigt zu werden, den durch seine Einsätze geschlossenen Wasserkessel mit einem Dampfleitungsrohr, welches man durch einen Kühlapparat führte, und nun als Nebenproduct destillirtes Wasser, von beiläufig meist sehr schlechter Beschaffenheit, gewann (s. Fig. 10.)

Um nach Bedarf aber auch andere Destillate darstellen zu können,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0039-8

setzte man an Stelle eines offenen Kessels eine mit Helm und Kühlrohr versehene Destillirblase ein, aus welcher sich sehr wohl Destillate erzielen liessen, deren Siedepunkt merklich unter dem des Wassers liegt.

Fig. 10.



Zur Uebertreibung von Flüssigkeiten aber, deren Siedepunkt den des Wassers nahezu erreicht, ihm gleich kommt oder ihn gar noch übersteigt, reichte die Hitze des einfachen Wasser- und Dampfbades nicht aus; man musste also ein eigenes Dampfrohr aus dem Kessel in die Blase leiten, wie in

Fig. 11.

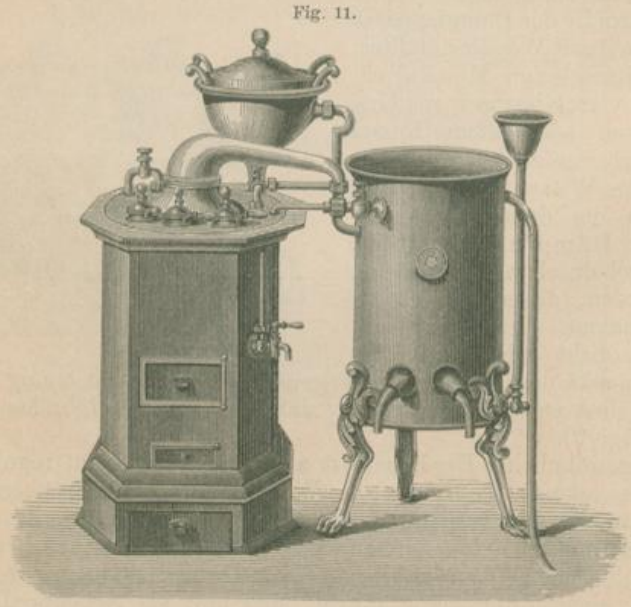
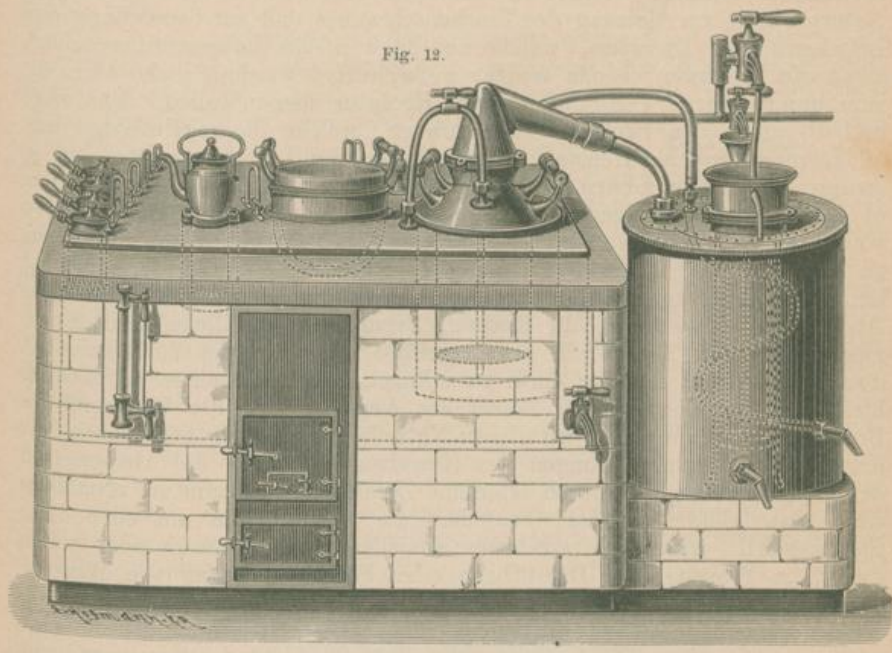


Fig. 11, oder man musste die Temperatur im Kessel erhöhen und gelangte so zu den Apparaten mit gespannten Dämpfen, welche wieder eine dampfdichte Befestigung der Einsatzgefässe, und um die in der Mehrzahl

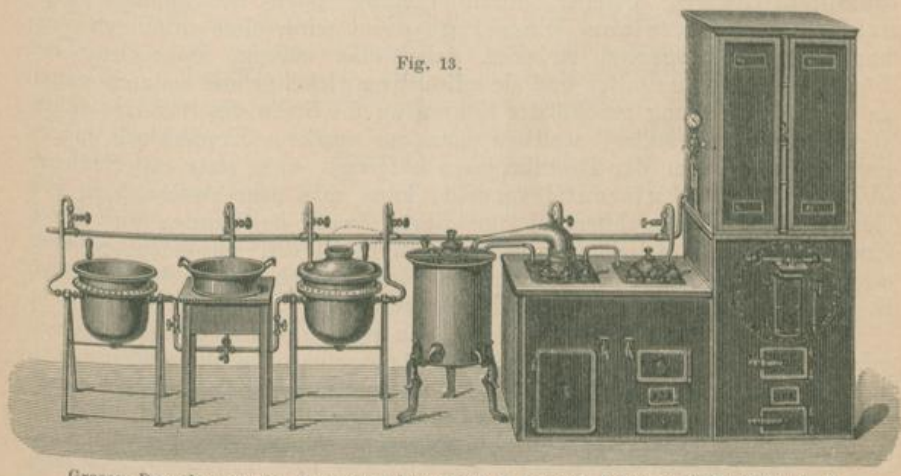
vorhandenen von einander isoliren zu können, besondere Dampfhülsen und zu jeder derselben führende, verschliessbare Dampfröhren erforderten, wie bei Fig. 12, eine Einrichtung, welcher man jetzt nur noch selten begegnet.

Fig. 12.



Eine grosse Anzahl namhafter Mechaniker hat Apparate für grösseren und geringeren Dampfdruck in sehr mannichfacher Form, Grösse und Leistungsfähigkeit, in einem hohen Grade von Schönheit und Vollendung,

Fig. 13.



Grosser Dampfapparat für gespannten Dampf von A. Graseck & Sträter in Frankfurt a. M.

wie z. B. Fig. 13, dargestellt, dabei auch dem häufigen Wunsche Rechnung getragen, mit einer einzigen Feuerung möglichst viele, im

Laboratorium vorkommende Arbeiten ausführen zu können. Aber leider stehen diese schönen Apparate nur zu oft kalt und unbenutzt oder dienen wesentlich zur Gewinnung von warmem Aufwaschwasser, von destillirtem Wasser, welches oft schlechter ist als das dazu verwendete Naturproduct, zur Heizung des Trockenschrankes und zur Darstellung von Infusionen und Decocten, welche nur dann in das Laboratorium gehört, wenn die Kolaturen ebenda weiter verarbeitet werden, nicht wenn sie zum unmittelbaren Verbrauch in der Receptur dienen sollen. Man wird deshalb unter den heutigen Verhältnissen, welche die regelmässige und andauernde tägliche Heizung eines complicirten Dampfapparates nur in wenigen Apotheken lohnen, bei Neueinrichtungen wohl zu überlegen haben, ob es nicht zweckmässiger ist, Abdampf-, Koch- und Destillirapparate von einander getrennt und mit gesonderten Feuerungen versehen, zu construiren. Für diese Trennung sprechen viele Umstände, zunächst der, dass die Hitze, welche ein Dampfapparat zu liefern pflegt, für das Abdampfen oft zu hoch, für Kochen, Schmelzen, Destilliren meistens zu niedrig ist; dass ferner die Einsatzgefässe aller Art im Verhältniss zu dem Wasserkessel und der darin zu erhitzenden Wassermenge nothwendig klein sind, der Umfang und Werth des Apparates wie der Verbrauch an Brennmaterial daher dem wirklichen Nutzeffect gegenüber gross erscheint; dass häufige Verunreinigungen des Kesselwassers durch die Aussenseiten der Einsatzgefässe und durch allerhand Zufälligkeiten kaum zu vermeiden sind; dass viele Destillate, besonders die aromatischen mit oder ohne Spiritusgehalt, wesentlich verschieden ausfallen, je nachdem sie über freiem Feuer, im Wasser- oder Dampfbade oder durch Einleitung von Wasserdämpfen, deren Spannungsgrad ebenfalls von Einfluss darauf ist, gewonnen werden; dass Recepturarbeiten, zu denen die Darstellung der oft sehr wichtigen Decocte und Infusionen gehört, der Aufsicht des Receptars nicht dadurch entzogen werden sollen, dass sie ausserhalb der Officin vorgenommen werden.

Sehr nutzbar erweist sich oft in grösseren Laboratorien ein eigener **Dampfentwickler,** welcher durch Leitung oder Druckpumpe ausschliesslich mit reinem Wasser gespeist wird, ohne zufälligen Verunreinigungen ausgesetzt zu sein, dabei eine mässige Spannung der Dämpfe gefahrlos gestattet und sie mittelst umwickelter und dadurch gegen zu starke Abkühlung geschützter Röhren an die Stelle des Bedarfes führt. Diesen Dampfentwickler, welchen man aus starkem Kupferblech in der gewöhnlichen Form der Destillirblasen anfertigt, aber stets mit Sicherheitsventil und Luftventil versieht, kann man sehr zweckmässig mit einem eigenen, ausschliesslich für diesen Zweck bestimmten und durch einen Hahn nach Belieben abzusperrenden Kühlrohr verbinden, welches alle überschüssigen Dämpfe aufnimmt und, bei Beobachtung der bekanntesten Regeln, zu einem sehr reinen Wasser verdichtet.

Die wichtigsten, sonst noch in den pharmaceutischen Laboratorien gebräuchlichen, meist leicht beweglichen Apparate sollen unten besprochen, hier nur noch der, den übrigen Geschäftsräumen gegenüber oft sehr vernachlässigten **Lage des Laboratoriums** gedacht werden. Sein Betrieb und seine Beaufsichtigung wird offenbar sehr erleichtert, wenn es nicht nur in demselben Stockwerk wie die Officin, sondern dieser auch recht nahe liegt. Doch ist bei unmittelbarem Angrenzen beider Räume eine Verbindungsthür nicht gerade wünschenswerth, weil durch sie die im Laboratorium entwickelten Dämpfe, Gase, Riechstoffe zu leicht nach der

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0042-0

Officin dringen; weil für letztere eine etwa dort stattfindende Entzündung oder Explosion verhängnissvoll werden kann; weil die in beiden Räumen oft sehr verschiedene Temperatur sich in unangenehm fühlbarer Weise auszugleichen strebt. Mindestens ist eine zweite, feuerfeste Thür zwischen beiden rathsam.

Sehr oft findet man die Laboratorien in den Kellerräumen, wo der Zugang und die Beaufsichtigung erschwert; der Raum nicht selten niedrig, feucht und dunkel ist; die Abfallwässer schwierig, mitunter nur durch Auspumpen zu beseitigen sind; die benachbarten Keller in ihrem Hauptzweck, der Erhaltung einer wenig schwankenden, kühlen Temperatur, wesentlich beeinträchtigt werden. Auch irgend ein geringwerthiges Nebengebäude oder eine Abtheilung des Hofes wird häufig für das Laboratorium gut genug gefunden. Hier handelt es sich wesentlich darum, in welchem Grade die atmosphärischen Einflüsse, Hitze und Kälte auf den Innenraum, Regen, Schnee und Wind auf die Verbindungswege des Laboratoriums mit den übrigen Geschäftslokalen einwirken. Wo solche Missstände vermieden oder abgestellt werden können, sollte es durchaus geschehen, wenn auch ein anscheinend besser nutzbarer oder gut vermiethbarer Raum dagegen geopfert werden muss; die dauernden, wenn auch nicht immer unmittelbar wahrzunehmenden und in baarer Münze auszudrückenden Vortheile, welche die leichte Zugänglichkeit und Beaufsichtigung des Laboratoriums gewährt, werden in den meisten Fällen solches Opfer reichlich aufwiegen, wäre es auch nur durch das Bewusstsein des Geschäftsvorstandes, dass dort vorkommende Ungehörigkeiten aller Art sich seiner Wahrnehmung nicht leicht entziehen können.

Die Schneide- und Stosskammer.

Aus, den eben erwähnten ganz ähnlichen Rücksichten ist auch der Lage dieses, der mechanischen Verkleinerung der Arzneikörper dienenden Raumes alle Aufmerksamkeit zu widmen. Er muss leicht zugänglich und controllirbar, hell und trocken, namentlich auch nicht zu kalt sein, damit die atmosphärische Feuchtigkeit sich nicht dort condensire und den Arzneistoffen schade, auch in der rauheren Jahreszeit das Arbeiterpersonal nicht von der Witterung störend beeinflusst werde. Der Officin darf er nicht so nahe liegen, dass das Geräusch des Schneidens und Stossens dort belästigt oder dass Staub und Riechstoffe in sie eindringen können. Günstig ist eine Lage in der Nähe des Laboratoriums unter Mitbenutzung einer Wand, welche durch die gewöhnliche Feuerung einigermassen warm, mindestens sehr trocken gehalten wird. Die Aufbewahrung der Siebe in demselben Raum, selbst in einem verschliessbaren Schrank, ist nicht anzurathen, weil sie der Verstäubung dort allzusehr ausgesetzt sind.

Das Zerschneiden der fast ausschliesslich vegetabilischen Mittel wird durch Schneide- und Stampfmesser verschiedener Construction, bisweilen auch durch Raspeln oder auf der Drehbank bewirkt, und nicht selten zweckmässig durch gröbliches Zerstossen oder Zerquetschen ersetzt. Das Pulverisiren findet durch Stossen, Reiben, Mahlen mittelst Stoss, Druck, Zerreissung in Mörsern von Eisen, Messing, Porzellan, Thon, Sandstein, in Pulvertrommeln oder Pulvermühlen verschiedenster Construction statt. Die Wahl des Verkleinerungsverfahrens hängt wesentlich von der Natur des betreffenden Stoffes, der zu erzielende Feinheitsgrad von

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0043-6

dem Zweck der Verwendung ab. Einzelne Pharmakopöen schreiben für die wichtigeren Mittel ausdrücklich die Weite der Siebmaschen vor, welche die geschnittene oder pulverisirte Substanz zu passiren hat; von letzteren wird mitunter, von ersteren der Regel nach das feinere Pulver noch besonders abgesiebt.

Der Arbeitsgeber hat dafür zu sorgen, dass weder Verwechselungen verschiedener Stoffe vorkommen, noch dass einer den anderen durch Verstäubung verunreinigen kann. Es sollen also, soweit als thunlich, verschiedene Stoffe nicht gleichzeitig in demselben Raume befindlich und in Verarbeitung sein; sie sollen stets ordnungsmässig signirt, auch dem Arbeiter zugewogen und nach Fertigstellung unter Bestimmung des Verlustes zurückgewogen werden; sie sind während der Arbeit gut bedeckt zu halten, nach der Beendigung in allen Fällen, wo es sich um pflanzliche oder thierische Organismen handelt, sorgfältig zu mischen, oft auch noch nachzutrocknen, wenn sie, wie in der verkleinerten Form oft in erhöhtem Maasse der Fall, hygroskopisch sind und Gelegenheit hatten, Feuchtigkeit aus der Atmosphäre aufzunehmen. Vor der Einathmung gesundheitswidriger Stoffe und sonstiger Benachtheiligung durch sie ist das Arbeitspersonal zu warnen und nach Möglichkeit sicher zu stellen; deshalb sollten auch alle Nahrungsmittel von dem Arbeitsraum ausgeschlossen und ihr Genuss daselbst untersagt sein.

Siebe müssen in verschiedenen Grössen und Feinheitsgraden, welche letzteren man auf dem Rahmentheil nach Nummern, nach Fäden- oder Maschenzahl für jede bestimmte Grösse bemerkt, vorhanden sein; manche dienen nur für ganz bestimmte Stoffe, z. B. für Arsenikalien, Canthariden, Opium, Bleioxyde, Zucker, Salze, Kohle, Tamarindenmus u. s. w. und sind, gleich den zugehörigen Siebböden, demgemäss zu signiren. Die Siebböden müssen gut passen, so dass beim Absieben kein Verstäuben stattfindet; mit Stoffen, welche sie dauernd verunreinigen oder angreifen könnten, wie dies bei Lederböden durch ölreiche Sämereien, Schwefelleber, Pottasche u. dgl. geschieht, dürfen sie nicht in Berührung gebracht werden. Vor jedesmaligem Gebrauch ist jeder Theil eines Siebes gut auszubürsten, nach dem Gebrauch auf nassem oder trocknem Wege höchst sorgfältig zu reinigen und an der Luft oder bei sehr gelinder Wärme zu trocknen.

Die Aufbewahrung muss an trocknen, aber nicht sehr warmen Orten unter möglichstem Schutz vor Verstäubung stattfinden. Siebe für stark wirkende oder giftige Substanzen kann man bei den Separanden, bezw. Giften aufheben; jedenfalls gehört das Arseniksieb in den Arsenikschrank. Siebe für stark und nachhaltig riechende Stoffe, wie Asa foetida und Valeriana, sind von den anderen dauernd oder wenigstens so lange getrennt zu halten, als ihnen noch Geruch anhaftet.

Die Vorrathsräume.

Für sie kommen zwei Hauptbedingungen in Betracht, die einander gewöhnlich gegenseitig ausschliessen, indem eine sehr grosse Anzahl von Arzneimitteln zu zweckgemässer, vor schnellem Verderben schützender Aufbewahrung wesentlich einen trockenen, ein anderer namhafter Theil einen kühlen Ort erfordert, wonach in der Regel die Vorrathsräume in oberirdisch und unterirdisch gelegene zerfallen. Während für die ersteren Zutritt von Luft und Licht im Allgemeinen sehr erwünscht ist

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0044-2

und nur zeitweise Beschränkung je nach der Witterung erfordert, muss er bei den anderen fortgesetzt in ziemlich engen Schranken gehalten werden, damit die Temperatur auch in der heissen Jahreszeit womöglich 10—12° nicht übersteigt und in der kalten immer noch etwas oberhalb 0° bleibt. Manche trocken aufzubewahrende Mittel halten sich gut bei gleichzeitiger mässiger Wärme, z. B. die Gummipasten, viele pulvrige Extracte; andere wieder erfordern einen zugleich kühlen Raum, wie die Latwergen, die dicken Extracte, Gummiharze, zur Schimmelbildung neigende Pflaster, Chlorkalk, Soda, Glaubersalz u. a. Die Blutegel bedürfen einen kühlen, luftigen Raum, zu welchem direktes Sonnenlicht und saure oder ammoniakalische Dämpfe keinen Zutritt finden.

Auch für die leeren, nur zur Dispensation der Arzneien bestimmten Gefässe, Gläser, Kruken, Pappschachteln, Papiere aller Art, ist der Aufbewahrungsort nicht gleichgültig; besonders hüte man sich vor feuchter und dumpfer Lagerung. Arzneigläser sind in einem luftigen Keller, in einem leichten Seitengebäude, auf dem Hausboden, kurz in einem geringwerthigen Theil des Hauses unterzubringen; sie erfordern aber bei ihrer verschiedenen Grösse und meist erheblichen Anzahl einen verhältnissmässig grossen, übersichtlichen Raum, in welchem sie immer nur nach Befreiung von dem Verpackungsstroh wohlgeordnet gelagert werden sollten. Bleiben sie im Stroh liegen, so nehmen sie davon, namentlich bei zutretender Feuchtigkeit, einen schwer zu beseitigenden, widerlich-dumpfen Geruch an, während zugleich das Stroh den Raum unsauber und feuergefährlich macht.

Allen diesen Umständen hat man bei Anlage der Vorrathsräume Rechnung zu tragen, ausserdem aber darauf zu achten, dass sie von Officin und Laboratorium nicht zu weit entlegen, womöglich auch ohne Passiren eines nicht überdachten Hofes oder gar Strassentheiles zu erreichen sind.

Wo Vegetabilien in frischem Zustande eingesammelt und getrocknet zu werden pflegen, ist noch ein ausreichend geräumiger, luftiger, vor direktem Sonnenlicht geschützter **Trockenboden** erforderlich, welcher mit den Vorrathsräumen in keiner unmittelbaren Verbindung stehen darf, damit die dort verdunstende Feuchtigkeit sich nicht hier wieder theilweise niederschlägt.

Man pflegt die wichtigsten Vorrathsräume als Material-, Kräuter-, Giftkammer und Arzneikeller zu unterscheiden.

Die **Materialkammer** dient zur Aufbewahrung solcher Vorräthe, die trocken zu halten sind und dabei einen Temperaturwechsel von etwa −5 bis +25°, wie ihn die Jahreszeit in ungeheizten Wohnräumen mit sich bringt, ohne merklichen Nachtheil ertragen. Sie soll hell, trocken und luftig, nicht zu eng, von äusseren Witterungseinflüssen nicht in dem Grade abhängig sein, dass sich der Wechsel der Tagestemperatur rasch auf sie überträgt oder dass gar Regen, Schnee und Wind eindringen kann, wie beides nur zu oft der Fall ist, wenn man ihr den höchst unzweckmässigen Platz unmittelbar unter einem Dache anweist. Ein steinerner Fussboden ist zu vermeiden, weil er in hohem Grade zur Condensation der atmosphärischen Feuchtigkeit Anlass giebt, wie sehr deutlich zu bemerken ist, wenn auf kältere Tage warme und entsprechend feuchte folgen. Aussenwände und Decke müssen fest und dicht, der Eingang verschliessbar, die Fenster nöthigenfalls vor direktem Sonnenlicht zu schützen sein. Ein nach diesen Richtungen hin ungeeigneter Raum, in welchem demzufolge Wärme, Kälte und Feuchtigkeitszustand rasch wechseln, trägt zum vor-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0045-8

zeitigen Verderben der darin verwahrten Mittel ausserordentlich viel bei und wird dadurch sehr kostspielig, so geringwerthig an sich er auch sein mag.

Häufig findet sich jetzt, wo der Verbrauch an Vegetabilien gegen früher sehr gering geworden ist, mit der Materialkammer die **Kräuterkammer** in demselben Raume vereinigt. Beide sollen nur sogenannte milde Mittel enthalten. Bringt man, was vollständig zulässig ist, auch die sog. Separanden (Tab. C der Ph. Germ. und ähnliche) in denselben Raum, so ist ihnen darin ein eigener, von den übrigen Mitteln vollständig getrennter, wenn auch nicht besonders verschlossener Platz anzuweisen. Der Giftschrank dagegen erhält, den gesetzlichen Bestimmungen entsprechend, seinen abgesonderten, unter sorgsamem Verschluss zu haltenden Raum (vgl. S. 27, 28).

Ueber die **Aufstellung der Mittel** und die **Beschaffenheit der Gefässe** gelten dieselben Regeln, die oben (S. 9—13) hinsichtlich der Officin gegeben sind. Doch werden hier die Gefässe durchschnittlich grösser und minder elegant sein, so dass z. B. Steingut, Thongeschirr und Blech an Stelle von Porzellan und Milchglas tritt. Blechgefässen giebt man hier lieber die Form einer viereckigen oder kreisrunden Flasche mit konischem, durch eben solchen Deckel fest zu verschliessendem Halse, wie Fig. 14, als die eines Kastens oder einer Büchse, deren Verschluss nach kurzem Gebrauch in hohem Grade undicht wird. Die Holzkästen kann man ebenso wie in der Officin construiren, aber sehr vortheilhaft auch anders gestalten. Man befestigt z. B. auf ihrer Oberkante einen hinreichend starken Holzdeckel, dessen vorderer Theil so weit aufzuklappen geht, dass man bequem mit der Hand oder dem Arm hineinlangen kann, und der nach dem Zuklappen mittelst Haken und Oese fest an den Kasten angezogen wird. S. Fig. 15, 16. Ein solcher Kasten braucht in keinem

Fig. 14.

Fig. 15.

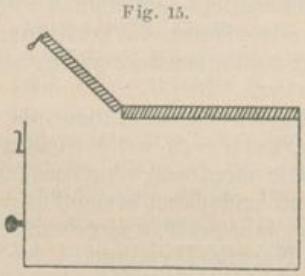


Fig. 16.

Rahmen zu laufen, sondern findet weit besser die nöthige Führung zwischen zwei Leisten, welche auf das die Kästen tragende horizontale Brett befestigt sind. In solchen, von allen Seiten fest verschlossenen Kasten können Staub und Insecten nicht eindringen; comprimirbare Gegenstände können nöthigenfalls fest hineingedrückt werden; es kann niemals der Geruch des Inhalts sich Nachbarkästen mittheilen, weil sämmtliche Kästen allseitig von einer freien Luftschicht umgeben sind; ebensowenig sind stoffliche Uebertragungen durch Verstäubung oder Herausfallen möglich, und, was oft sehr erwünscht und wichtig ist, jeder Kasten lässt sich gegen einen beliebigen gleichen Formates ohne Mühe umtauschen, wenn irgend welche Veränderungen solchen Umtausch oder eine andere Reihen-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0046-4

folge wünschenswerth machen. Dass die Führung zwischen Leisten viel leichter und billiger herzustellen ist, als in einem Rahmen, in den regelmässig jeder Kasten für sich eingepasst werden muss, so dass seine beliebige Vertauschung nur selten ohne Weiteres möglich wird, ist ein nicht zu unterschätzender Nebenvortheil.

An Wandflächen, deren Aussenseite der Witterung oder raschen Temperaturschwankungen ausgesetzt ist, muss man unbewegliche, mit Kästen und Schränken versehene Repositorien nicht aufstellen oder sie doch von der Wand durch eine möglichst breite Luftschicht trennen. Dagegen erweist es sich oft als sehr zweckmässig, solche Repositorien einzeln oder zu je zwei mit der Rückseite zusammenstossend, frei und von allen Seiten zugänglich zu placiren, bei welchem Arrangement erfahrungsmässig das Holzwerk und sein Inhalt von der atmosphärischen Feuchtigkeit nicht leidet und die Mäuse keinen Schlupfwinkel darin suchen.

Wenn nicht die Repositorien selbst in angemessener Höhe mit Tischplatten versehen sind, muss ein besonderer Tisch zum Einfassen vorhanden sein; zweckmässig ist es, auf demselben eine Waage von 1—5 Kilogramm Tragkraft, je nach dem üblichen Geschäftsbedarf, anzubringen, womöglich auch eine kleine Brückenwaage zur Hand zu haben. Angenehm, bequem und vielfach nutzbringend erweist es sich, wenn sich auf allen Vorrathsgefässen hier und anderswo ihr Gewicht im leeren Zustande, die Tara, deutlich und dauerhaft vermerkt findet.

Ein Katalog über die vorhandenen Vorräthe und ihre Standorte ist hier, wo sich die grosse Mehrzahl derselben zusammendrängt, besonders wünschenswerth. Ein Generalkatalog, welcher auch die in der Officin und in etwaigen Hülfsräumen vorhandenen Mittel umfasst und in welchen alle neu beschafften Mittel unverzüglich einzutragen sind, sollte wenigstens in keiner grösseren Apotheke fehlen. Die erwähnten Hülfsräume, so wenig Beifall sie auch bei manchem Revisor finden mögen, sind für viele Geschäfte, in denen häufig neue Mittel verlangt werden, auch zeitweis grössere, in den gewöhnlichen Standgefässen nicht unterzubringende Vorräthe zusammenkommen, fast unentbehrlich und tragen weit mehr zur Ordnung bei, als das Einschieben zwischen die anderen Mittel, welche den eigentlichen Kern des Ganzen darstellen. Selbstverständlich sind auch in den Hülfsräumen alle die Rücksichten zu beachten, welche für eine möglichst lange, tadellose Erhaltung der Mittel wichtig sind, nicht minder die vorschriftsmässige Trennung in drei Categorieen je nach dem Grade der Wirksamkeit, wogegen auf Gleichmässigkeit der Standgefässe und Signaturen der sonst üblichen Art verzichtet werden muss. Säcke und Papierbeutel sind als Vorrathsbehälter, aus denen man den gewöhnlichen Geschäftsbedarf entnimmt, auch hier nicht zulässig.

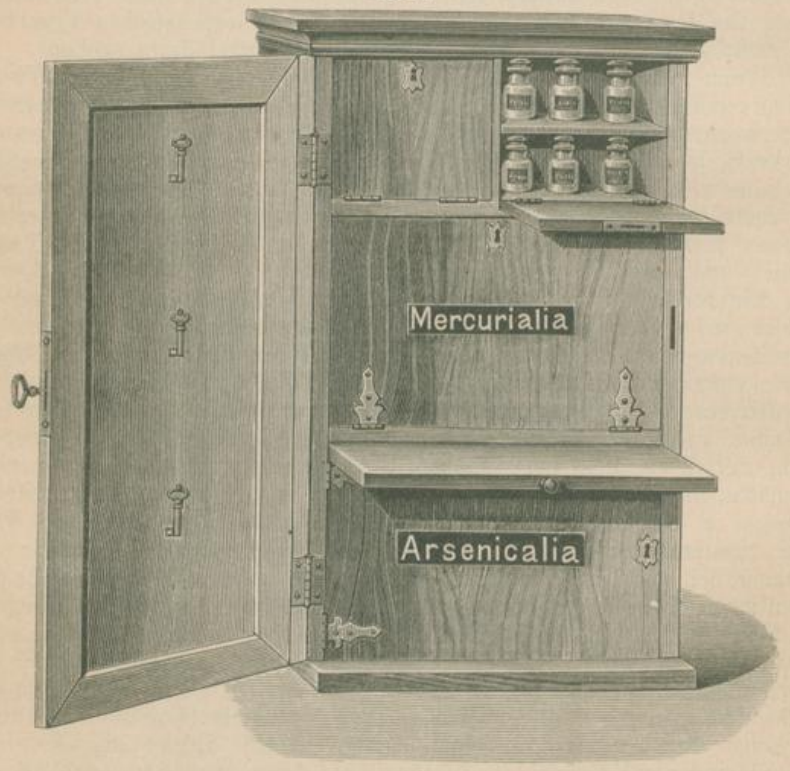
Die **Giftkammer** soll als eigenes Gemach oder Verschlag von allen übrigen Waaren und Medicinalien vollständig getrennt und abgeschlossen sein. Sehr wünschenswerth ist es, dass das Tageslicht hinreichenden Zutritt habe, um dabei einfassen und nöthigenfalls dispensiren zu können, damit man nicht versucht werde, die Gifte zu diesem Zweck an einen besser erleuchteten, aber nicht dazu bestimmten Platz zu tragen. In der Giftkammer ist, nach dem Wortlaut der preussischen Ministerial-Verfügung vom 29. Januar 1869, isolirt der Giftschrank aufzustellen, welcher innerlich so einzurichten ist, dass darin die Alkaloïde, die Arsenikalien und die Quecksilberpräparate, soweit sie den Giften (Tab. B der Ph. Germ. und ähnliche, mit Ausschluss des Phosphors) beigezählt werden,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0047-9

je ihr besonderes verschliessbares Behältniss oder Fach, in welches zugleich die betreffenden signirten Dispensirgeräthe aufzunehmen sind, erhalten; jede dieser Abtheilungen ist für sich, sowie der ganze Giftschrank aussen, mit der erforderlichen Signatur zu versehen.

Es scheint hiernach, dass der Giftschrank nicht nur in drei verschliessbare Abtheilungen getheilt, sondern dass er auch noch für sich mit einer verschliessbaren Thür versehen sein soll; übrigens darf er nach der Ministerial-Verfügung vom 14. Februar 1855 in der Materialstube, der Kräuterkammer, im Keller und auf dem Kräuterboden stehen, sobald in diesen Räumen ein besonderer Verschlag dafür eingerichtet ist. Gegen

Fig. 17.



eine noch weiter gehende Trennung der obigen drei Gruppen, also ihre Vertheilung auf zwei oder drei isolirte Schränke wird wohl kein Revisor etwas einzuwenden finden. Ein kleiner Tisch oder eine bewegliche Tischplatte, die man durch Ziehen oder Klappen in und ausser Gebrauch setzt, ist zum Einfassen und etwaigen Dispensiren sehr erwünscht; man kann aber auch sehr gut die Thüren der einzelnen Abtheilungen, soweit letztere in einer für gedachten Zweck nutzbaren Höhe liegen, zum Auf- und Zuklappen einrichten, so dass die Thüren zugleich die Tische für ihre zugehörige Abtheilung bilden (s. Fig. 17).

Unter allen Umständen sollte die nutzbare obere Tischfläche gut polirt oder sonst gegen die Aufnahme von Giftstoffen in ihre Poren ausreichend geschützt sein.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0048-5

Ueber den Verschluss der Giftkammer und des Giftschrankes gelten die gesetzlichen Bestimmungen.

Der **Arzneikeller** liegt, wie das schon der Name andeutet, der Regel nach im Kellergeschoss des Apothekengebäudes; es ist aber auch gegen einen höher, theilweise oder ganz oberirdisch gelegenen Raum nichts einzuwenden, wenn er nur der Hauptbedingung entspricht, dass er keinen plötzlichen und starken Temperaturschwankungen unterliegt, und dass, wenigstens bei Beachtung der durch den Wechsel der Jahreszeiten gebotenen Schutzmassregeln, seine Temperatur niemals bis auf 0° sinkt und + 10° nicht oder nur wenig überschreitet. Muss er zur Innehaltung dieser Grenzen dauernd gegen Luft und Licht abgesperrt werden, so wird er dumpf, feucht und zur Aufbewahrung von Arzneimitteln ungeeignet. Innerhalb der angegebenen Temperaturgrenzen verdient der kühlere Keller den Vorzug. Man achte auf einen bequemen, sicheren und nicht sehr entfernt gelegenen Zugang; mässige, durch das Tageslicht bewirkte Helle; ausreichende, nöthigenfalls künstliche Ventilation; guten Zustand des meist geflurten Fussbodens, sowie der meist weiss getünchten Wandungen und Decke; auf eine mindestens 2 m betragende Höhe und darauf, dass das Grundwasser bei sonst normalen Verhältnissen niemals das Niveau des Fussbodens erreiche. Das aufzustellende Holzwerk besitze allseitig einen guten und dauerhaften Anstrich, lege sich aber trotzdem nicht mit grösseren Flächen dicht an die Wände an und sei vom Fussboden durch stellenweise Unterlagen von Stein oder Ziegeln gehörig isolirt. Holzkästen, welche in Rahmen laufen oder mit Schiebedeckeln versehen sind, ersetzt man hier besser durch solche, die, wie oben S. 26, nur zwischen Leisten gehen, einen festen, nur theilweise durch Aufklappen zu öffnenden oder einen mittelst Randleisten völlig übergreifenden Deckel besitzen. Blechgefässe müssen zur Verhütung des Rostens mit einem widerstandsfähigen Anstrich versehen sein. Kisten, Fässer, Körbe mit Ballons stelle man niemals unmittelbar auf den Fussboden, sondern trenne sie davon durch eine hohl liegende Bretter- oder Balkenschicht. Für wirthschaftliche Zwecke oder Nebengeschäfte darf der Arzneikeller nicht mitbenutzt werden.

Die grosse Mehrzahl der im Keller aufzubewahrenden Substanzen gehört den sog. milden Mitteln an, eine weit geringere Zahl den Separanden, den Giften hingegen, falls nicht ausnahmsweise die ganze Giftkammer hierher verlegt wird, ausschliesslich der Phosphor. Dieser ist unter Wasser in einem verschliessbaren Glasgefäss, welches wieder in einer Büchse von Eisenblech, auf Sand und von Sand umgeben, steht, in einem besonderen, sorgfältig verschlossenen Schrank, als welcher am besten eine mit eiserner Thür versehene Mauernische dient, aufzubewahren. Die Separanda erhalten ihren eigenen, von den übrigen Mitteln getrennten Platz.

Unter letzteren befinden sich mehrere, oft und in grösseren Mengen gebräuchliche, welche nicht allein bei unmittelbarer Berührung mit einer Flamme, sondern auch in Dampfform, und dann nicht selten unter verheerender Explosion, sehr leicht Feuer fangen, wie Aether, Benzin, Schwefelkohlenstoff, starker Spiritus u. a. Es ist zweckmässig, diesen Mitteln einen abgesonderten, etwa noch durch eine Drahtthür leicht verschlossenen und augenfällig als feuergefährlich bezeichneten Platz anzuweisen, der womöglich so zu wählen ist, dass für die gewöhnlichen Verrichtungen hinreichendes Tageslicht Zutritt findet. Künstliche Beleuchtung soll nur mittelst feststehenden und genügend entfernten Lichtes oder

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0049-3

geschlossener Laternen, nicht mittelst tragbarer, offener Lichter und Lampen, am wenigsten durch deren unmittelbare Annäherung erfolgen. Grössere Vorräthe sind ausserhalb des Arzneikellers zu lagern.

Auch den vielen Zuckersäften, wie dem Honig und seinen Zubereitungen weist man gern einen besonderen, verschliessbaren Platz an, weil sie beim Einfassen und bei gelegentlich eintretender Gährung die Standgefässe leicht etwas verunreinigen und an sich zu widerlichen Näschereien verleiten können. (Vgl. hierzu Fig. 2.)

Mittel, welche zu Dampf- und Gas-Exhalationen stark hinneigen, namentlich die sehr concentrirten flüchtigen Säuren und das Brom, muss man so aufstellen, dass die trotz guten Verschlusses zeitweise, z. B. bei selbstthätigem Lüften oder Herauswerfen der Stöpsel entweichenden Dämpfe die Umgebung nicht sonderlich schädigen können; besonders aber soll man die Gefässe von Brom und rauchender Salpetersäure nicht innerhalb des Arzneikellers öffnen, starke Salz- und Salpetersäure, wie auch starkes Ammoniak beim Einfassen nur auf kurze Zeit und in möglichst kleiner Flächenausdehnung dem Luftzutritt preisgeben. Umfüllen solcher Flüssigkeiten in grösseren Mengen ist in Kellerräumen überhaupt möglichst zu vermeiden, im Arzneikeller selbst ganz unzulässig; es geschieht übrigens unter dem geringsten Gasverlust mittelst des Hebers.

Das in manchen Gegenden noch viel gebräuchliche rohe Thieröl ist im Arzneikeller gar nicht zu dulden, sondern an einem ganz isolirten, kühlen und luftigen Platze auf einer für Flüssigkeiten undurchdringlichen Unterlage, z. B. einem Blechteller, niemals auf Holz oder porösem Stein, aufzubewahren.

Die ätherischen Oele lassen sich in einem besonderen Schrank oder offenen, dem Licht nicht ausgesetzten Repositorium des Arzneikellers gut unterbringen. Die Tincturen finden ebenda meist den geeignetsten Platz, nachdem die unhaltbare Forderung der Ph. Germ. I, sie bei einer Temperatur von nahezu 15° aufzuheben, beseitigt worden ist. Die aromatischen Wässer und manche Lösungen bilden bei niederer Kellertemperatur bisweilen Ausscheidungen, welche durch gelinde Erwärmung und kräftiges Schütteln wieder in Lösung zu bringen sind; von theilweis erstarrten fetten und flüchtigen Oelen darf niemals der flüssig gebliebene Antheil für sich abgegossen und dispensirt, sondern es muss die ganze Masse zum Schmelzen gebracht, zum mindesten durch Umrühren und Schütteln so gleichmässig gemischt werden, dass der ausgegossene Theil mit dem zurückbleibenden als gleichartig betrachtet werden kann. Fette und Salben sind in Gefässen zu verwahren, welche ihren Inhalt auch im heissen Zustande nicht in ihre Masse ein- oder gar hindurchdringen lassen. Für Chlorkalk, Extracte, Gummiharze und viele Pflaster ist die Kellerluft meistens zu feucht.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0050-5

C. Die pharmaceutisch-chemischen und physikalischen Operationen.

So mannichfacher Art diese Operationen auch sind, so lassen sie sich doch auf einige wenige Hauptgruppen zurückführen, je nachdem ihr Zweck die Verbindung oder die Trennung fester, flüssiger und gasförmiger Substanzen, sowie die Identitätsbestimmung und Untersuchung der gewonnenen Producte ist.

Verbindung durch Mengung und Mischung.

Die Verbindung verschiedener Stoffe, mögen sie ein und demselben Aggregatzustande oder verschiedenen angehören, erfolgt theils auf rein mechanischem Wege durch Mengen und Mischen bei gewöhnlicher oder erhöhter, bisweilen zum Schmelzen, Kochen und Glühen gesteigerter Temperatur, theils durch partielle Lösung wie bei Extraction, Abkochung und Infusion, theils durch vollständige Lösung und Absorption. Bisweilen findet sie auch gleichzeitig mit einer anderweitigen Trennung statt.

Eine **Mengung** oder ein **Gemenge** entsteht, wenn man durch Stossen, Reiben, Durcheinanderrühren, Schütteln verschiedene Stoffe derart zu einem gleichmässigen Ganzen verbindet, dass in letzterem die einzelnen Gemengtheile noch erkennbar sind, wenn auch vielleicht nur mit Hülfe des Mikroskops oder einfacher, nicht chemisch verändernder Lösungsmittel. Als **Mischungen** dagegen bezeichnet man solche Verbindungen, deren einzelne Bestandtheile sich sinnlich, auch mit Hülfe der eben genannten Mittel, nicht unterscheiden lassen, wenn sie auch auf chemischem Wege oder durch Einwirkung von Licht, Wärme, Electricität wieder von einander zu trennen sind. Doch ist zwischen Mengung und Mischung nicht immer eine scharfe Grenze zu ziehen; auch gehen unter dem Einfluss der Zeit, der Temperatur, des Lichtes manche, ursprünglich nur mechanische Gemenge theilweise oder ganz in völlig gleichartige Mischungen oder chemische Verbindungen über und umgekehrt. Hauptsächlich kommt die Mengung vor zwischen fein geschnittenen, zwischen grob gestossenen, zwischen fein pulverisirten Substanzen je unter sich, bisweilen unter Zusatz von Flüssigkeiten oder Stoffen von weicher, mus- oder salbenartiger Consistenz. Der Feinheitsgrad der unter einander zu mengenden festen Stoffe muss ein möglichst gleichmässiger sein, um die Gleichmässigkeit des Endresultates zu ermöglichen. Bei den sog. Species und den gröberen Pulvern ist noch besonders zu berücksichtigen, ob die verschiedenen Ingredienzien ein merklich verschiedenes specifisches Gewicht besitzen, in welchem Fall bei schüttelnder und aufklopfender Bewegung sehr leicht eine unangenehme Sonderung der leichteren und schwereren Gemengtheile erfolgt. Ein Beispiel für beide Uebelstände zugleich bietet der sog. St. Germain-Thee, ein immer ungleichmässiges Gemenge geschnittener und gröblich zerstossener Vegetabilien mit dem verhältnissmässig schweren, feinpulvrigen, bisweilen auch gekörnten und dann sich noch rascher absondern-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0051-0

den Weinstein, der beiläufig auch nicht durch das versuchte Ankleben an die Sennesblätter, sondern nur dadurch gleichmässig und dauernd darauf zu befestigen ist, dass man ihn unmittelbar auf und in der Blattsubstanz aus Lösungen von Kaliumtartrat und Weinsteinsäure erzeugt.

Die einfachsten **Mischungen** sind diejenigen, welche man durch Zusammenschütteln von Flüssigkeiten erhält, welche sich in der Ruhe nicht wieder von einander trennen. Mittel von halbflüssiger oder dicker Consistenz, wie weiche Salben und Extracte, lassen sich oft schon bei gewöhnlicher Temperatur, feste Körper häufig erst nach dem Schmelzen unter sich oder mit flüssigen und halbflüssigen Substanzen zu vollkommenen Mischungen vereinigen, die aber beim Erkalten oft wieder ungleichartig werden, wenn man sie nicht bis nahe zum Erstarrungspunkte umrührt, und wenn nicht etwa zugleich eine chemische Action stattgefunden hat, wie beim Zusammenschmelzen von Pottasche und Schwefel. Manche an sich nicht mit einander mischbare Substanzen, wie fettes Oel und Wasser, werden mischbar durch Beihülfe eines Bindemittels, wie Emulsin oder Gummi.

Verbindung durch Lösung.

Partielle Lösung findet statt bei Darstellung der Extracte, fast sämmtlicher Tincturen, Abkochungen und Aufgüsse, wie bei zahlreichen qualitativen und quantitativen Untersuchungen. Da es hierbei immer darauf ankommt, möglichst viel wirksamer Substanz unter mehr oder minder vollständigem Ausschluss der für den vorliegenden Zweck bedeutungsloseren in Lösung zu bringen, so ist wesentlich zu achten auf Form und Zertheilungsgrad der zu behandelnden, in der Regel festen und nur ausnahmsweise flüssigen Substanz; auf die Eigenschaften des Lösungsmittels, als welches nach Umständen Wasser, Spiritus, Aether, Benzin, Schwefelkohlenstoff, fettes und flüchtiges Oel, Glycerin, verdünnte Säuren oder Alkalien u. a. fungiren; auf die dem Verfahren günstigste Temperatur und Methode, welche letztere bei den einzelnen Gruppen der betreffenden Mittel zu erörtern ist.

In der Receptur begegnet es zuweilen, dass grössere Mengen an sich ohne Rückstand löslicher Substanzen verordnet werden, als die vorgeschriebene Menge des Lösungsmittels überhaupt oder bei Zimmertemperatur (die im Fall des Zweifels auf 15° anzunehmen ist) zu lösen vermag; in solchen Fällen ist es Regel, die möglichst fein vertheilte Substanz der Flüssigkeit ohne alle Erwärmung zuzusetzen, und dem Arzneiempfänger Umschütteln vor jedesmaligem Gebrauch anzuempfehlen. — Dasselbe gilt, wenn die Beimengung nur theilweise löslicher oder ganz unlöslicher Substanzen vorgeschrieben ist.

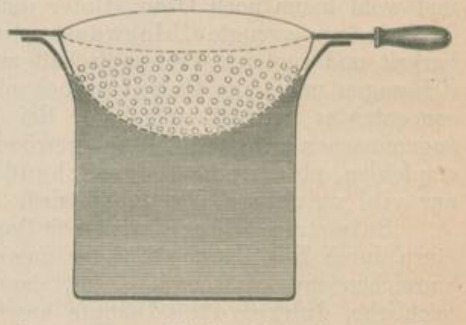
Das Wort **Lösung** wird sehr häufig nicht in dem ihm eigentlich innewohnenden absoluten Sinne gebraucht, da es allgemein üblich ist, von klaren und trüben Lösungen zu sprechen. Was aber auch immer eine Flüssigkeit trübe macht, ist der Lösung fremd; eine wirkliche Lösung wird stets vollkommen klar sein, auch wenn sie so dunkel gefärbt ist, dass sie nur in ganz dünnen Schichten durchsichtig erscheint; selbst eine blosse Opalisirung zeigt die Gegenwart ungelöster, wenn auch äusserst fein vertheilter und nicht oder schwierig abzuscheidender Substanz an.

Die Darstellung der Lösungen erfolgt in verschiedener Weise, je nach der Natur der zu lösenden festen, weichen oder flüssigen Substanz

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0052-6

und des Lösungsmittels; je nach dem Grade, in welchem beide auf einander einwirken; der absoluten und relativen Menge beider; der Zeit, welche man der Arbeit des Auflösens widmen kann. In der Regel beschleunigt Wärme und feine Vertheilung den Auflösungsvorgang wesentlich; oft aber ist es bequemer und bisweilen für das Product vortheilhafter, eines oder beide zu vermeiden. Hat man z. B. grössere Mengen von Salzen, von Zucker, von Gummi zu lösen, ohne dass die Zeit drängt und ohne dass eine nur bei höherer Temperatur zu erreichende Concentration erforderlich ist, so kann man die Substanz in ihrem natürlichen oder nur wenig verkleinerten Zustande in ein siebartig durchbrochenes Gefäss und dieses derart in die Flüssigkeit bringen, dass letztere nur eben die oberste Schicht der Substanz erreicht (s. Fig. 18); es bildet sich dann, indem durch das fortdauernde Niedersinken der erzeugten Lösung eine fördernde Strömung entsteht, ohne alle weitere Arbeit eine, bei hinreichender Menge von Substanz für die gegebene Temperatur gesättigte Lösung, welche in der Regel weit klarer ist, als eine unter sonst gleichen Umständen durch Schütteln oder Umrühren mit oder ohne Erwärmung gewonnene, weil die trübenden Antheile sich im ersteren Fall ohne weitere Verkleinerung in Ruhe absondern, in den anderen Fällen bei feinerer Vertheilung und Untermischung kürzere oder längere Zeit in der Flüssigkeit suspendirt bleiben. Als einziger Ausnahmefall kann die Vorschrift der Britischen Phk. zu Campherwasser gelten, welche umgekehrt den Campher durch Beschwerung mit einem Stück Glas am Boden der mit Wasser gefüllten Flasche einige Tage lang festlegt, bis der Sättigungspunkt erreicht ist.

Fig. 18.



Uebersättigte Lösungen, d. h. solche, die unter den bestehenden Druck- und Temperatur-Verhältnissen mehr Substanz aufgelöst halten, als sich der Regel nach bei gewöhnlichen Umständen löst, diesen Ueberschuss aber bei mancherlei Veranlassungen, wie Erschütterung, freiem Luftzutritt, Berührung mit einem Krystall, plötzlich ausscheiden, entstehen, wenn man z. B. unter Mitwirkung von Wärme mehr Substanz in Lösung bringt, als beim Abkühlen für gewöhnlich gelöst bleibt, die Abkühlung aber bei grösster Ruhe in einem Gefäss erfolgen lässt, zu welchem den atmosphärischen Stäubchen der Zutritt versperrt ist; oder wenn man von ihrem Krystallwasser befreite Salze nach und nach in kleinen Mengen in kaltes Wasser einträgt; oder wenn man die fein vertheilte Substanz in grossem Ueberschuss und längere Zeit hindurch mit dem Lösungsmittel in verschlossenen Gefässen in Berührung bringt. Die oft ausserordentlich schwankenden Angaben über die Löslichkeit mancher Substanzen, z. B. der Salicylsäure, beruhen höchst wahrscheinlich auf der Bildung übersättigter Lösungen, wozu diese Säure und manche vielgebräuchliche Salze, wie Bittersalz, Natrium-Carbonat und Sulfat, Zinkvitriol u. a. besonders hinneigen. Im Laboratorium geben übersättigte Lösungen schlecht ausgebildete und viel Mutterlange einschliessende Krystalle; in der Receptur führen sie zu verdriesslichen Reclamationen, wenn eine klar abgegebene Lösung unterwegs oder im Hause des Patienten bald früher bald später augenfällige Ausscheidungen bildet.

Verbindung durch Absorption.

Das Verfahren, mittelst dessen man Gase in tropfbaren Flüssigkeiten löst, bezeichnet man als **Absorption.** Sie findet leichter oder schwieriger statt, je nachdem das Gas im freien Zustande leichter oder schwieriger zu einer tropfbaren Flüssigkeit zu verdichten und je grösser oder geringer seine Verwandtschaft zu dem Lösungsmittel ist; befördert wird sie durch Vermehrung des Druckes und durch eine, nicht bis zum Erstarren gehende Erniedrigung der Temperatur.

Es sind nur wenige Gase, deren Absorption in der pharmaceutischen Praxis angestrebt zu werden pflegt, namentlich Chlorwasserstoff, salpetrige und schweflige Säure, Kohlensäure, Chlor, Schwefelwasserstoff, Ammoniak und wohl kaum noch Ozon. Unter ihnen hat nur das, behufs Darstellung der Salzsäure erzeugte Chlorwasserstoffgas eine ausreichende Condensirbarkeit und zugleich Verwandtschaft zum Wasser, um ohne weitere Vorrichtungen und ohne Gasverlust bei mässiger Abkühlung ein hinreichend concentrirtes Product zu geben. Bei den anderen ist hierzu neben einer angemessenen Abkühlung ein gewisser Druck um so dringender zu empfehlen, als derselbe überraschend günstig wirkt und trotzdem bisher nur viel zu selten angewandt wird.

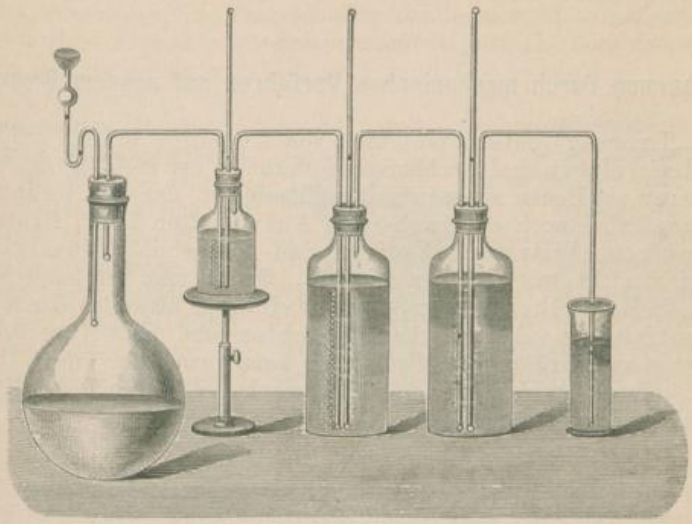
Salpetrige Säure wird bei Darstellung der rauchenden Salpetersäure durch Destillation von der zuerst übergegangenen Salpetersäure in hinreichendem Maasse, d. h. so, dass das fertige Product an der Luft reichliche, dunkelrothe Dämpfe ausstösst, absorbirt, wenn bei starker Kühlung durch einen Wasserstrom noch ein geringer Druck herrscht, erkennbar an der Mündung des Glasröhrchens, welches man zwischen Retorte und Vorlage einkittet, um den unverdichtbaren Gasen einen Ausweg zu lassen; sind die Gefässe gar zu gross, so wird dieser Druck nicht erreicht; als normal kann es gelten, dass die fertig beschickte Retorte zu etwa $^3/_4$, die Vorlage von dem fertigen Destillat zu etwa $^1/_3$ gefüllt ist.

Schon schwieriger wird schweflige Säure von Wasser absorbirt, besonders wenn es sich um grössere Mengen, bei denen das Volum der Gasblasen grösser, ihre Reihenfolge rascher zu sein pflegt, sowie um concentrirtere, 5% übersteigende Lösungen handelt, und wenn das genannte Gas noch andere, minder absorbirbare Gase, hier namentlich Kohlensäure, mit sich führt. Man fördert hier und bei den übrigen Gasen, nach der fast in allen Fällen zweckmässig zuvor stattfindenden Waschung, die Absorption weit weniger durch Verkleinerung der Gasblasen, verlangsamte Entwickelung und stärkere Abkühlung, als durch einen angemessenen Gegendruck. Diesen erreicht man in der einfachsten Weise dadurch, dass man statt einer offenen Vorlage eine oder mehrere geschlossene Vorlagen benutzt, die unter sich durch passend gebogene Glasröhren und ebenso zuletzt mit noch einer offenen Vorlage so verbunden sind, dass die Gasblasen aus der ersten Vorlage in die zweite und die weiteren nicht gelangen können, ohne die in den Glasröhren stehende Flüssigkeit bis zu deren Mündung herabgedrückt und die ganze Flüssigkeitssäule der Vorlage durchströmt zu haben (s. Fig. 19). Wenn erst die im Apparat vorhandene atmosphärische Luft ausgetrieben und nicht etwa eine fremde, schwieriger absorbirbare Gasart zugegen ist, findet in dieser Weise, von Flasche zu Flasche fortschreitend, die Absorption so regelmässig und vollständig statt, dass kaum eine Gasblase in eine folgende Flasche tritt, ehe der Inhalt der

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0054-8

vorhergehenden für die gegebenen Druck- und Temperatur-Verhältnisse gesättigt ist. Von den sonst so gewöhnlichen, massenhaften Gasverlusten ist hier gar nichts zu bemerken, nicht einmal bei centnerweiser Darstellung von 10%iger schwefliger Säure im Laboratorium.

Fig. 19.



Als Beispiel für die ausserordentliche Wirksamkeit dieses einfachen Verfahrens sei angeführt, dass Ammoniakgas in eine mit 2500 g Alkohol beschickte und luftdicht mit einer zweiten verbundene Flasche geleitet ward, welche letztere offen war und 700 g Alkohol enthielt; beim Sättigungspunkt, der sich dadurch zu erkennen gab, dass Ammoniakgas plötzlich in einem continuirlichen Strom aus der ersten in die zweite Flasche übertrat, betrug die Temperatur des Productes 12°, der bisher geübte Gegendruck entsprach einer Wassersäule von nur 10,6 cm, während der Ammoniakgehalt der in der ersten Flasche enthaltenen, um 578 g vermehrten Flüssigkeit, durch Titrirung bestimmt, 16,76% erreichte.

Die gasdichte Verbindung der Flaschen unter einander kann völlig ausreichend mittelst guter Korke geschehen, die man zuerst mit den nöthigen Durchbohrungen versieht, dann vollständig mit geschmolzenem Paraffin tränkt, nach Einführung der Glasröhren noch warm in die Flaschen eindrückt und mit einer Schnur festbindet.

Trennung durch mechanisches Verfahren auf trockenem Wege.

Die Trennung verschiedener Stoffe und Verbindungen kann auf mannichfaltige Weise erfolgen und zwar auf mechanischem Wege, trocken oder unter Mitwirkung von Flüssigkeiten, sowie durch Anwendung von Kälte und Wärme oder Herbeiführung von chemischen Zersetzungen. Nicht selten findet bei der Trennung von Verbindungen zugleich eine Neubildung anderer statt.

Auf mechanischem Wege, wenn es sich nur um trockene Gemenge

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0055-3

oder trockene rohe Handelswaaren und ihre Befreiung von zufälligen Verunreinigungen, unwirksameren Antheilen, Stielen, Sand und Staub handelt, hilft man sich mit Auslesen, Ausschwingen mit oder ohne Luftzug, Absieben, im kleinsten Massstabe zur Beseitigung von Eisentheilen mit dem Magneten, bei gleichzeitiger Verwendbarkeit von Flüssigkeiten mit Abwaschen und Schlämmen.

Trennung durch mechanisches Verfahren auf nassem Wege.

Die Trennung fester Substanzen von flüssigen erfolgt mechanisch durch Absetzenlassen und nachherige Entfernung der meistens überstehenden, seltener am Boden angesammelten Flüssigkeit, das sog. Dekantiren, worauf gewöhnlich noch ein Nach- oder Auswaschen folgt; ferner durch Centrifugiren, Filtriren, Koliren und Pressen. Flüssigkeiten, welche sich nicht mit einander mischen, trennt man mechanisch durch Pipette, Schenkelheber oder Scheidetrichter, bisweilen durch Haarröhrchenziehung. Aus allerhand feuchten und halbflüssigen Gemengen wie auch flüssigen Mischungen kann man öfter durch Dialyse gewisse Stoffe abscheiden, welche die thierische oder pflanzliche Membran leichter als andere durchdringen.

Das Dekantiren und Abheben.

Zum **Dekantiren** benutzt man Gefässe, welche wo möglich die ganze Menge der zu behandelnden Flüssigkeit mit einemmal aufnehmen können; unnöthige Vertheilung auf mehrere Gefässe vervielfältigt die Arbeit in gleichem Maasse. Man bevorzugt dabei tiefe Gefässe mit senkrechten oder nur wenig geneigten, glatten Seitenwänden, um die Berührungsfläche zwischen dem Ausgeschiedenen und der Flüssigkeit möglichst klein zu machen und ein Absetzen fester Substanz an diesen Wänden zu verhüten. Besitzt die zu dekantirende Flüssigkeit eine erhöhte Temperatur oder gestattet sie deren Anwendung, so bringt man sie möglichst warm in das Gefäss oder stellt dasselbe an einen warmen Platz, dem aber die Wärme mehr von den Seiten als von unten zugeführt wird, damit nicht durch von unten ausgehende Strömungen die Ablagerung gestört wird; öfter benutzt man dazu den Trockenofen oder das Wasserbad. Das bedeckte oder verschlossene Gefäss bleibt dann unberührt stehen, bis die Scheidung in erwünschtem oder ausreichendem Grade stattgefunden hat, was freilich bei undurchsichtigen Gefässen und eben solchen Flüssigkeiten nicht unmittelbar zu beurtheilen ist.

Je vollständiger man nun die klare Flüssigkeit von dem Abgeschiedenen trennen kann, desto besser ist der Erfolg des Verfahrens. Abgesehen von den seltenen Fällen, wo das Abgeschiedene obenauf schwimmt und gewöhnlich abgeschöpft wird, ist das einfachste und rascheste Trennungsverfahren das Abgiessen der Flüssigkeit; es ist aber nur dann zu empfehlen, wenn der Niederschlag verhältnissmässig klein, schwer und im Verlauf des Abgiessens durch die Flüssigkeit hindurch zu erblicken ist; auch dann muss man immer noch eine ziemliche Menge von Flüssigkeit zurücklassen, um nicht einen Theil des bei starker Neigung des Gefässes leicht plötzlich gleitenden und sich aufrührenden Niederschlages mit auszugiessen und

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0056-9

die vielleicht noch weiter zu verarbeitende Flüssigkeit damit zu verunreinigen; ist man bei der ganzen Operation noch unvorsichtig oder ungeschickt, so dass der Niederschlag vorzeitig in Bewegung geräth, so verliert man Material und Zeit und muss die Arbeit wiederholen.

Bequemer und sicherer ist das Abzapfen aus sog. Dekantir-Gläsern oder -Töpfen, welche zu diesem Zweck mit mehreren, in verschiedenen Höhen angebrachten Tubulaturen oder Zapflöchern versehen sind. Diese müssen weder in einer senkrechten Ebene liegen, noch um das ganze Gefäss, sondern nur um $^1/_4$—$^1/_3$ desselben herumgehen, weil sonst in beiden Fällen die Benutzung unbequem wird (s. Fig 20 u. 21). In die Tubulaturen, wenn sie nicht bis zur inneren Wandfläche durch den Stöpsel geschlossen sind, setzt sich, wie an den Stöpsel selbst, leicht ein kleiner Theil des sich Ausscheidenden an und mischt sich bei Oeffnung der Tubulatur der ausströmenden Flüssigkeit bei, was unter Umständen deren nochmalige Reinigung nothwendig macht. Der Aussenrand der Tubulatur wird, bevor man den Stöpsel löst, mit ein wenig Talg bestrichen, damit kein Theil der Flüssigkeit an dem Gefässe selbst abrinnt, welches man, wenn thunlich, von Anfang an mittelst einer festen Unterlage in der Richtung nach den Tubulaturen hin etwas geneigt stellt. Oben aufschwimmende Abscheidungen lassen sich mit Hülfe solcher Gefässe wenigstens von einem grossen Theil der Flüssigkeit bequem trennen; Niederschläge werden durch das Abzapfen nicht aufgerührt; den schliesslich noch bleibenden Rest von überstehender Flüssigkeit entfernt man zum grössten Theil durch die unterste der benutzten Tubulaturen mittelst vorsichtiger Neigung, sammelt aber das Ablaufende in einem besonderen Gefäss, damit eine etwa eintretende Trübung auf diesen Rest beschränkt bleibt.

Fig. 20.

Fig. 21.

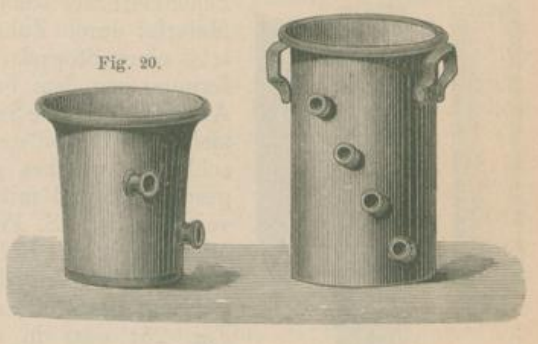


Fig. 22.

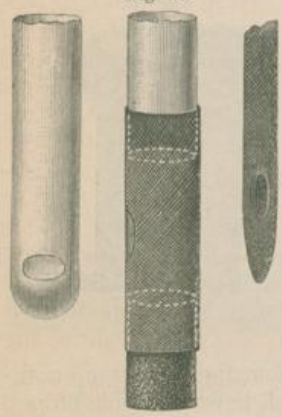
Fig. 23.

Höchst empfehlenswerth für Trennung der Abscheidungen ist der Gebrauch des **Hebers,** der, wo es sich um kleine Mengen von Flüssigkeiten handelt, öfter in Form des Stechhebers oder der Pipette, Fig. 22 und 23, bei grösseren Mengen als zwei- oder dreischenkliger Röhrenheber angewandt wird. In der gewöhnlichen Form mit gerade auslaufendem Saugrohr eignet sich der Stechheber wie der Schenkelheber sehr gut, um Flüssigkeiten von obenaufschwimmenden Stoffen zu trennen, und muss man nur gegen Ende besorgt sein, dass nicht ein Theil der letzteren mit angesaugt werde. Bei dem weit häufigeren Fall, dass von einem Niederschlag eine grosse Menge Flüssigkeit abzuscheiden ist, muss ein solcher Heber mit Vorsicht benutzt werden, damit er nicht, je nach der Stärke

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0057-5

der Strömung und Dichte oder Beweglichkeit des Niederschlages Antheile desselben auf die oft überraschend grosse Entfernung mehrerer Zolle mit ansauge. Der Weinküfer lässt aus dieser Rücksicht seinen Heber in drei oder vier massive Spitzen enden, welche die Saugöffnung um einige Zolle überragen und beim Gebrauch ebensoweit vom Boden des Fasses entfernt halten. Besser ist es, mittelst einer kleinen Vorrichtung, die sich Jeder selbst beschaffen kann, den Heber so zu gestalten, dass die Flüssigkeit nur von der Seite oder von oben her Zutritt zu seiner Saugöffnung findet. Man schliesst also das Ende des kürzeren Schenkelrohres vollständig, und zwar je nach dem Material durch Zulöthen, Zuschmelzen oder mittelst eines Stöpsels, und stellt in geringer Entfernung von dem Verschluss durch Einfeilen oder Ausschneiden eine Seitenöffnung her; oder man zieht über das offene Ende ein Stückchen Gummischlauch, welches seinerseits am unteren Ende geschlossen und mit einer seitlichen Oeffnung versehen ist. S. Fig. 24. Oder man biegt das offene Ende des Rohres ganz kurz um, entweder nur seitlich, so dass die Oeffnung der Längsrichtung des Rohres etwa parallel steht, wie bei Fig. 25; oder in einem halbkreisförmigen bis elliptischen Bogen, so dass die Oeffnung nach oben gerichtet ist und gegen die Längsrichtung des Rohres etwa im rechten Winkel liegt, wie bei Fig. 26. Um diesen so vorgerichteten Heberschenkel auch in enge Oeffnungen, namentlich Flaschenhälse, einführen zu können, muss die Umbiegung möglichst kurz geschehen, so dass die Ebene, innerhalb deren das Rohr mit seiner Abbiegung liegt, nur etwa das zwei- bis dreifache von dem Durchmesser des ersteren erreicht.

Fig. 24.



Die Wirkung eines solchen Hebers ist ganz vortrefflich, weil man seine Saugöffnung bis dicht an die Oberfläche des Niederschlages führen kann, ohne dass dieser aufgerührt und von dem Flüssigkeitsstrom mit fortgerissen wird. Besondere Vortheile gewährt der in angegebener Art gebogene Heber, Fig. 25, 26; vor allem braucht man ihn niemals mit dem Munde anzusaugen, was oft unbequem und gefährlich, immer unappetitlich ist; man füllt ihn vielmehr in umgekehrter Richtung durch Eingiessen, mittelst Pipette, Spritzflasche oder in sonst geeigneter Weise mit der abzuhebenden Flüssigkeit selbst oder irgend einer anderen, zupassenden, gewöhnlich Wasser oder Spiritus, aber nach Bedarf auch mit ätzenden Laugen und Säuren, falls das Material des Hebers letztere nicht verbietet. Nach vollständiger Füllung des Hebers schliesst man seinen längeren Schenkel mit dem Finger und kehrt den Heber um; aus seinem kürzeren Schenkel läuft jetzt, falls man nicht ganz ungeschickt verfährt, kein Tropfen ab; man kann vielmehr den Heber in aller Ruhe

Fig. 25.

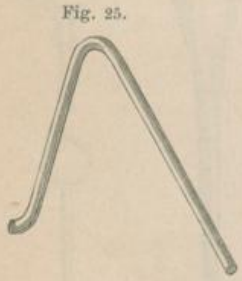
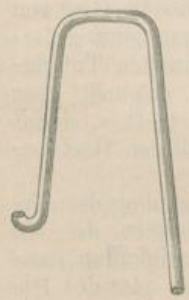


Fig. 26.



Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0058-1

beliebig lange so halten und dann den kürzeren Schenkel unter die Oberfläche der abzuhebenden Flüssigkeit bringen, gleichgültig wie weit dieselbe unter der Mündung des Gefässes liegt. Sobald man von dem in die richtige Lage gebrachten Heber den Finger entfernt, beginnt die Flüssigkeit abzulaufen. Zweckmässig ist es, besonders wenn der Niederschlag leicht beweglich und die Flüssigkeit nicht völlig durchsichtig ist, den Heber nur nach und nach bis zu der vollen Tiefe einzusenken; man spannt ihn behufs dessen in eine Klemmvorrichtung ein und lässt ihn in derselben langsam abwärts gleiten, zuletzt bis an oder selbst bis unter die Oberfläche des Niederschlages. Wenn nämlich ein solcher gebogener Heber längere Zeit in Wirksamkeit ist, zieht sich der in unmittelbarer Nähe der Saugöffnung befindliche Niederschlag in Folge der andauernden Strömung trichterförmig zusammen, und lässt sich nun aus der Höhlung des gebildeten Trichters, gewissermassen bis zum letzten Tropfen und unter dem Niveau der Hauptmasse des Niederschlages hinweg, die Flüssigkeit absaugen, ohne dass sie von letzterem etwas mit sich reisst. Da man die Heber für den pharmaceutischen Gebrauch in der Regel aus Glas anfertigt, ist der ganze Verlauf des Abhebens, selbst bei dunkel gefärbten und wenig durchsichtigen Flüssigkeiten, leicht und sicher zu beurtheilen, weil bei dem geringen, ein Centimeter selten überschreitenden Lichtmaass des Hebers auch sehr dunkle Flüssigkeiten, nöthigenfalls bei durchfallendem Kerzenlicht, noch ausreichend durchsichtig sind, um darin suspendirte, ungelöste Stoffe unterscheiden zu können.

Man fertigt solche Heber zwei- und dreischenklig an; die zweischenkligen sind dem Brechen in der Biegung leichter ausgesetzt, theils weil das Glas durch das Zusammenbiegen bis zum spitzen Winkel eine verhältnissmässig grosse Spannung erleidet, theils weil dieser Winkel die Beweglichkeit sehr beschränkt; dreischenkligen Hebern giebt man zwei

Fig. 27.

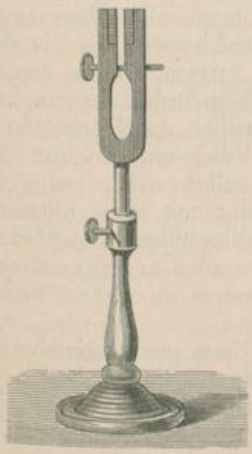
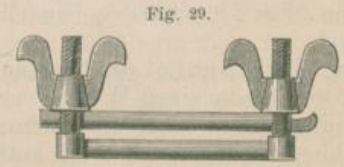


Fig. 28.

Fig. 29.



rechte oder besser zwei etwas stumpfe Winkel, die beträchtlich widerstandsfähiger sind und eine weit ausgiebigere Bewegung gestatten. Will man, unter gleichzeitiger Verminderung der Zerbrechlichkeit, die Beweglichkeit durch Einschaltung von Gummiröhren erhöhen, so wird man gut thun, das Gummirohr nur zwischen geradlinigen Röhren-

stücken anzubringen, nicht die Biegung selbst in das Gummirohr zu legen, auch die gut zusammenpassenden Enden der Glasröhren nahezu an einander stossen zu lassen, damit nicht das Gummirohr einknicke und die Beweglichkeit sowie die Berührung mit der Flüssigkeit mehr als erwünscht steigere. Um die Thätigkeit des Hebers beliebig beschränken oder unterbrechen zu können, kann man in seinen längeren Schenkel einen Glashahn einfügen, der aber die Zerbrechlichkeit und die Kosten, besonders bei einigermassen grösseren Dimensionen, sehr erhöht und keineswegs immer leicht zu handhaben ist; sehr einfach, billig und bequem erreicht man denselben Zweck dadurch, dass man über das Ende des längeren Schenkels ein gut anschliessendes Gummirohr schiebt und dessen überstehenden Theil durch eine Klemmvorrichtung (Fig. 27) oder einen stellbaren Quetschhahn (Fig. 28, 29) nach Bedarf verengt oder ganz abschliesst; ausgenommen natürlich die seltenen Fälle, in welchen die Berührung der Flüssigkeit mit dem Gummi unstatthaft ist.

Das Auswaschen, Centrifugiren und Dialysiren.

Das Dekantiren eignet sich, wie aus Vorstehendem ersichtlich, zur Trennung von Flüssigkeiten und Niederschlägen in dem Maasse, als erstere dem Volumen nach vorherrschend sind; nimmt dagegen der Niederschlag nach vollständiger Senkung mehr als die Hälfte des Gesammtvolumens ein, so ist diese Trennungsmethode wenig lohnend, und wird lieber, unter Zeitersparniss, von Anfang an mit dem **Auswaschen** des Niederschlages verbunden, das ohnehin nur in den seltensten Fällen umgangen werden kann. Das Auswaschen, soweit es nicht eben durch wiederholtes Dekantiren (bei nicht mischbaren Flüssigkeiten mittelst wiederholten Durchschüttelns) mit eben so oft zu erneuernder Waschflüssigkeit geschieht, nimmt man auf einem glatten Papierfilter, bei grösseren Mengen auf dem Spitzbeutel vor. Das Filter muss sich dem zugehörigen Trichter mit seinen Flächen gleichmässig anschliessen, also in demselben Winkel gebrochen sein, so dass nur seine Spitze frei in das Trichterrohr abfällt; der Ablauf wird oft wesentlich gefördert, wenn man einen mit Stäben oder Rippen versehenen oder seitlich durchlöcherten Trichter oder Filtrirkorb benutzt, oder zwischen Filter und Trichter Glasstäbe, Federkiele, Rohrstengel legt. Das Filter selbst wird, bevor man den feuchten Niederschlag hineinbringt, vollständig mit einer Flüssigkeit benetzt, welche mit der später anzuwendenden Waschflüssigkeit übereinstimmt oder ihr ähnlich ist; nur ausnahmsweise werden trockene oder, wenn es sich um ölige Flüssigkeiten handelt, besonders ausgetrocknete Filter angewendet.

Dem Spitzbeutel giebt man die Form eines gleichschenkligen Dreiecks, welches in einen Winkel von annähernd 45 ° ausläuft; die Spitze selbst aber verkürzt man etwas durch Abrundung, weil sie sich dann beim nachherigen Gebrauch weit leichter entleeren und auswaschen lässt (s. Fig. 30). Der gewöhnlich aus einer nicht allzudichten, aber festen, weissen Leinwand herzustellende Beutel wird so geschnitten, dass er der ganzen Länge nach nur eine Naht bedarf, welche sehr fest und dicht halten muss, weshalb man an der Stossfläche die Leinwand durch Umlegen des Randes verstärkt und eine sog. Kappnaht bildet. Der obere Rand des Beutels wird beiderseits mit starkem, festem Leinenbande eingefasst und

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0060-0

in genau gleichen Abständen mit vier sehr fest anzunähenden, starken Oesen versehen, mittelst deren er beim Gebrauch an den Spitzen eines quadratischen Tenakels aufzuhängen ist. Er wird nun zunächst mit reichlichem kochendem Wasser übergossen, nach einiger Zeit warm und endlich kalt sorgfältig nachgewaschen, um die noch vom Weben zurückgebliebene sog. Schlichte vollständig zu entfernen, danach senkrecht aufgehängt und in noch ganz durchfeuchtetem Zustande (die Benetzung mit einer anderen Flüssigkeit als Wasser oder das Austrocknen wird hier kaum jemals nöthig sein) mit dem Niederschlage beschickt.

Fig. 30.

Der Niederschlag selbst wird nun mit der etwa noch überstehenden Flüssigkeit gut durchgerührt, bis ein ganz gleichartiger Brei entstanden ist, welchen man sofort auf Filter oder Spitzbeutel mit der Vorsicht überträgt, dass beide nicht plötzlich, sondern in kleinen Zwischenpausen angefüllt werden. Nachdem die Grenze erreicht ist, über welche die Füllung nicht hinausgehen soll, versichert man sich, ob die abgelaufene und noch ablaufende Flüssigkeit vollkommen klar ist, widrigenfalls man sie bis zu völligem Klarwerden auf den noch restirenden Niederschlag zurückgiesst und mit diesem, gut umgerührt, in dem Maasse nachträgt, als das Zusammensinken des Breies ohne Ueberschreitung der gedachten Grenze erlaubt, wonach man die Reste des Niederschlages mit einer geeigneten Waschflüssigkeit nachspült und gut bedeckt, nöthigenfalls auch gegen Lichtzutritt geschützt, ablaufen oder abtropfen lässt.

Fehlerhaft ist es, zuerst die über dem Niederschlage stehende Flüssigkeit für sich auf Filter oder Spitzbeutel zu bringen, weil deren feine Poren durch die in jener Flüssigkeit fast immer suspendirten, bisweilen auch erst bei der Berührung mit anderen Körpern sich ausscheidenden, feinsten Theilchen viel rascher verstopft und verschlossen werden, als durch den breiigen Niederschlag selbst.

Das Untersatzgefäss muss so gross sein, dass es jederzeit reichlich den ganzen Inhalt von Filter oder Spitzbeutel für den Fall des etwaigen Zerreissens aufnehmen kann.

Sobald die Flüssigkeit zum grössten Theil abgetropft ist oder nur noch eine kleine Schicht über dem Niederschlag bildet, beginnt man das Nachwaschen. Bei kleinen Mengen genügt dazu oft schon die Spritzflasche; bei grösseren ist es nöthig oder doch förderlich, die oberste Schicht des Niederschlages unmittelbar auf Filter oder Beutel mit einer hinreichenden Menge Waschflüssigkeit zu einem sehr dünnen Brei anzurühren und unter sorgsamem Nachspülen der Seitenwandungen noch so viel davon, ohne Vermischung mit dem Brei, nachfliessen zu lassen, als statthaft scheint. Alles das ist zu wiederholen, bis der Zweck des Auswaschens erreicht ist oder bis sich der Ablauf so verlangsamt hat, dass eine Beschleunigung wünschenswerth wird. Letzterer Zeitpunkt tritt bei grösseren Spitzbeuteln gewöhnlich schon am nächsten Tage ein; man hebt sie dann am Tenakel in ein geräumiges Gefäss, entleert darin den Beutel durch Umkehren, bringt ihn darauf in ein anderes Gefäss mit neuer Wasch-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0061-6

flüssigkeit, spült ihn damit nach und wiederholt das Verfahren bis zur völligen Reinigung des Beutels. Die sämmtlichen trüben Waschflüssigkeiten werden dem Niederschlage zugesetzt, auf das Sorgfältigste damit durchgerührt, der Brei in der ursprünglichen Weise auf den Beutel zurückgebracht und ebenso nachgewaschen. Eine drei- oder viermalige Behandlung nach dieser Methode genügt, um in eben so vielen Tagen beträchtliche und erfahrungsmässig ziemlich schwer auszuwaschende Niederschläge, wie z. B. Eisenoxydhydrat, auf Spitzbeuteln bis zu einem Meter Länge völlig auszuwaschen.

Wünscht man behufs des Auswaschens eine Flüssigkeitssäule in constanter Höhe über dem Niederschlage zu erhalten, so kann es mittelst des Berzelius'schen Aussüssröhrchens, mittelst einer selbstthätigen heberartigen Vorrichtung oder mittelst eines Schwimmers u. dgl. geschehen.

Der hinreichend oder vollständig ausgewaschene Niederschlag wird bisweilen noch weiter verarbeitet, gewöhnlich getrocknet. Von dem Papierfilter trennt man ihn zu diesem Zweck meistens rein mechanisch, bisweilen auch nach theilweisem Abtrocknen bis zu einem Zeitpunkt, an welchem er sich stückweise vom Papier löst, ohne dass Papierfasern daran hängen bleiben. Den Spitzbeutel presst man in vielen Fällen, um wenigstens einen ansehnlichen Theil der noch anhängenden Flüssigkeit thunlichst rasch zu entfernen. Man bindet behufs dessen den noch mit vier oder auch weniger Oesen am Tenakel hängenden Beutel oberhalb des Niederschlages mit starkem Bindfaden fest zu und bringt ihn unter Umschlagen der Spitze in die Presse. Soll der Niederschlag bis auf ein bestimmtes Gewicht abgepresst werden, so ist es am einfachsten, erst den zugebundenen Beutel, dann von Zeit zu Zeit die abgepresste Flüssigkeit zu wiegen; kennt man dann noch das Gewicht des Beutels im trockenen oder nur schwach befeuchteten Zustande, so kann man jederzeit sofort das Gewicht des noch restirenden feuchten Niederschlages berechnen. Seine Trennung von der Beutelleinwand gelingt leicht, meist in zusammenhängenden Stücken, wenn man das Abpressen lange genug fortgesetzt hat; ist das nicht geschehen, so bildet der Rückstand oft eine schmierige Masse, die sich schlecht vom Beutel löst, unbequem zertheilbar ist, auch leicht an der neuen Unterlage haftet und längere Zeit zum Austrocknen gebraucht.

Das Pressen der Niederschläge muss unter allen Umständen sehr langsam und vorsichtig, ohne jeden plötzlichen Stoss oder Ruck geschehen, weil sonst unvermeidlich der Beutel platzt und sein Inhalt, oft unter grossem Verlust, mehr oder minder umhergeschleudert wird. Pressen zwischen beschwerten Brettern ist ein sehr ungenügendes Hülfsmittel, Pressen zwischen dicken Papierlagen nur da zu empfehlen, wo eine verhältnissmässig grosse Menge Flüssigkeit rasch bei nur geringem Druck beseitigt werden soll.

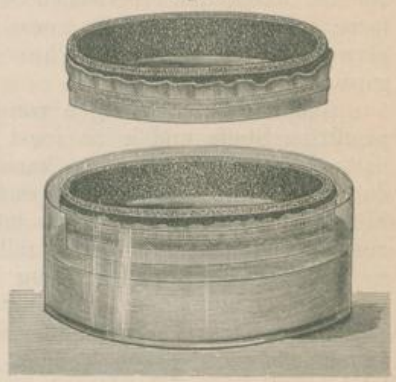
Bei grösserem Betriebe wird das Auswaschen und Pressen oft vortheilhaft und mit grosser Beschleunigung durch **Centrifugiren** ersetzt, was aber auch für pharmaceutische Laboratorien mittleren Umfanges alle Beachtung verdient, neuerdings sogar durch Schleuderapparate kleinsten Formates und einfachster Einrichtung in die Receptur einzuführen gesucht wird.

Des **Dialysirens** bedient man sich in einzelnen Fällen zur Zerlegung von Lösungen, welche gleichzeitig krystallisirbare und nicht krystallisir-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0062-2

bare Körper enthalten, und zwar unter Vermittelung von feuchter thierischer Blase oder feuchtem Pergamentpapier. Die letztgenannten Stoffe besitzen die Eigenthümlichkeit, gelöste krystallisirbare Körper, die sog. Krystalloïdsubstanzen, verhältnissmässig leicht durch ihre Poren hindurchgehen zu lassen, unkrystallisirbare dagegen, die sog. Colloïdsubstanzen, entweder ganz zurückzuhalten oder ihren Durchgang nur langsam und schwierig zu gestatten. Behufs der Ausführung bringt man die Lösung in ein gewöhnlich flaches, kasten- oder dosenförmiges oder auch in ein cylindrisches Gefäss, das ganz und gar aus Blase oder Pergamentpapier bestehen kann oder doch zu einem grossen Theil seiner Oberfläche daraus besteht. Meistens überspannt man einen weiten, flachen Ring von Glas, Hartgummi oder Guttapercha straff mit der feuchten Membran, bindet dieselbe fest, senkt das so entstandene Gefäss in ein zupassendes, anderes ein, welches bis zu ½—1 cm oder mehr Höhe mit Wasser beschickt ist, trägt die zu dialysirende Lösung in das innere Gefäss, den Dialysator, ein und überlässt das Ganze 6, 12, 24 Stunden sich selbst, wonach man das äussere, die Krystalloïdlösung enthaltende Gefäss entleert und wieder mit neuem Wasser beschickt, um die Dialyse, falls sie es nicht schon ist, zu beenden (s. Fig. 31).

Fig. 31.



Häufigere Anwendung, als im pharmaceutischen Laboratorium, findet die Dialyse bei gerichtlich-chemischen Untersuchungen von Leichentheilen oder muthmasslich vergifteten Nahrungsmitteln u. dgl.

Das Filtriren und Koliren.

Eine andere mechanische Trennungsweise ist die durch Filtriren, Koliren und Pressen. Welche von diesen drei Unterarten angewendet wird, hängt hauptsächlich von der Menge und Beschaffenheit des ungelösten oder festen Antheiles der Substanz ab; häufig lässt man auch dem Pressen das Koliren und diesem die Filtration folgen. Letztere setzt der Regel nach eine nur geringe Menge ungelöster Substanz voraus, deren Gegenwart sogar oft nur durch unvollständige Durchsichtigkeit und leichte Trübung bemerklich wird. Die **Filtration** geschieht in mehrfacher Weise. Handelt es sich um geringe Mengen von Flüssigkeit, so verwendet man ein einfaches glattes Filter, besonders dann, wenn dasselbe nachgewaschen werden soll. Bei grösseren Mengen erweist es sich immer vortheilhaft, die Flüssigkeit, wenn thunlich bei erhöhter, in manchen Fällen auch bei erniedrigter Temperatur so lange ruhig stehen zu lassen, bis die trübenden Antheile sich abgeschieden haben, und dann erst die hierdurch bereits geklärte Flüssigkeit, zuletzt die Abscheidung selbst, auf ein Faltenfilter zu bringen. Mitunter ist es auch besser, nach erfolgtem Absetzen die relativ aber nicht absolut klare Flüssigkeit von dem Bodensatz zu trennen, dann letzteren tüchtig umzurühren, auf das Filter bis zu etwa ¼ oder ⅓ seiner Höhe zu giessen, und nun erst allmählig

das Filter mit der abgeschiedenen klareren Flüssigkeit zu füllen. Dieses Verfahren empfiehlt sich besonders bei gegohrenen Fruchtsäften, die man selten, wenn auch bei niedriger Temperatur, so lange stehen lassen kann, bis sie durch Absetzen völlig klar geworden sind. Die Filter sind der Regel nach vor der Beschickung anzufeuchten, sei es durch einen klar abgehobenen Antheil der zu filtrirenden, oder durch eine mit dieser ohne Trübung mischbare Flüssigkeit; nur wenn durch wässrige Feuchtigkeit eine Verzögerung der Filtration oder eine Trübung des Filtrates erfolgen könnte, wie bei fetten und ätherischen Oelen oder bei Lösungen in Aether, Chloroform, Schwefelkohlenstoff, sowie bei manchen quantitativen Bestimmungen verwendet man trockene, besonders ausgetrocknete, event. danach gewogene Filter.

Wenn grössere Mengen von Flüssigkeiten, welche keine allzufein suspendirten Stoffe und keine sonst noch zu verwerthende Abscheidung enthalten, zu filtriren sind, so kann es oft rasch und vortheilhaft mit Hülfe des Spitzbeutels (Fig. 30) geschehen. Für alkalische, salzige und saure Flüssigkeiten, mögen sie heiss oder kalt sein, nimmt man Spitzbeutel von reiner weisser Leinwand, füllt sie ziemlich rasch und giesst das Filtrat so lange zurück, bis es völlig klar ist. Spitzbeutel von Wolle oder Flanell zieht man wegen ihrer leichteren Durchlässigkeit vor, wenn es sich um zumeist kalte, indifferente, namentlich nicht alkalische Flüssigkeiten oder um grosse Mengen heisser Zuckersäfte handelt. In diesem letzteren Fall darf das Gewebe nicht zu dicht sein; namentlich aber muss man sich hüten, den beim Kochen gewöhnlich entstehenden Schaum, dessen Abschöpfen, wie später gezeigt werden soll, keineswegs erforderlich, vielmehr nur eine starke Verlustquelle ist, früher damit in Berührung zu bringen, als bis fast alle Flüssigkeit abgelaufen ist, weil sich sonst die Poren verschmieren, die Filtration dadurch sehr verzögert und das Filtrat obenein oft noch trübe wird.

Gestatten die Umstände die Benutzung eines merklich feuchten wollenen Beutels, vielleicht auch dessen schliessliches Nachwaschen, so kann man äusserst klare Filtrate rasch in folgender Weise gewinnen: Weisses Filtrirpapier, von welchem man zu solchen Zwecken alle Abfälle unter gutem Verschluss aufbewahrt, wird mit heissem Wasser mittelst Quirl oder Schneebesen zu einem gleichmässigen dünnen Brei geschlagen, dieser in den aufgespannten feuchten Beutel gebracht und in rascher Folge so viel Wasser nachgegossen, dass sich der Beutel bis zum Rande füllt; bei dem nun folgenden ruhigen Ablaufen legen sich die aufgeschwemmten Papierfasern an die Wandungen des Beutels an und bilden, falls sie nicht durch unvorsichtiges Aufgiessen weggespült werden, ein ausgezeichnetes Filtrirmaterial. Nach beendetem, aber in keiner Weise absichtlich beschleunigtem Ablaufen des Wassers trägt man die Flüssigkeit, am besten mit Hülfe eines Hahnes oder Hebers, derart ein, dass sie mitten in den Beutel läuft, ohne dabei eine merkliche Kraft auszuüben, welche den Papierbrei fortspülen könnte, und erhält sie, nachdem sie die richtige Höhe im Beutel erreicht hat, bis zu Ende auf möglichst gleichem Niveau; wenn schliesslich nichts mehr abtropft, wäscht man den Beutel ein wenig nach oder presst ihn aus und filtrirt die Pressflüssigkeit für sich. Eine Hand voll Filtrirpapierabfälle oder 1—2 Bogen Filtrirpapier genügen für einen Beutel von etwa 0,5 m Höhe.

Des **Kolirens** bedient man sich, wenn Flüssigkeiten von nur gröblich gepulverten oder zerschnittenen Substanzen zu trennen sind oder wenn

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0064-3

erstere eine Beschaffenheit besitzen, welche ihren Durchgang durch ein Papierfilter nicht erfordert, nicht gestattet oder zu sehr verlangsamt. Die Trennung geschieht mittelst eines Tuches aus Leinen-, Wollen- oder Baumwollengarn, nach Umständen auch mittelst eines porzellanenen oder metallenen Durchschlages, wie mittelst eines Haar- oder Drahtsiebes, durch blosses Ablaufenlassen oder mit Hülfe von Nachwaschen oder von Druck. Von den Tüchern halten die als Musselin oder Gaze bekannten die wenigste, die wollenen die meiste Flüssigkeit durch Aufsaugung zurück; für Anwendung von Druck sind die leinenen die geeignetsten. Die Durchschläge werden von Porzellan, Zinn, verzinntem Eisenblech, für Pflaster auch von Kupfer oder Messing hergestellt; sie gewähren meist einen sehr sauberen Anblick, sind auch öfter gleich mit einem zupassenden Stempel versehen, um die Rückstände ausdrücken zu können, wie bei Fig. 32; doch muss häufig die durchgelaufene Flüssigkeit nochmals durch ein Tuch gegossen werden, welches in die vollständigeren Apparate dieser Art gleich eingeschaltet ist; und, was schlimmer ist, die feinen Oeffnungen der Durchschläge können leicht mancherlei Unreinigkeiten zurückhalten, die sich der sinnlichen Wahrnehmung entziehen. Sie müssen daher, gleich den Sieben, unmittelbar vor dem Gebrauch nochmals gut ausgespült, nach dem Gebrauch höchst sorgfältig gereinigt werden.

Fig. 32.

Wo die Umstände es erlauben, ist dem oft unbequemen und nicht selten unsauberen Koliren unter stärkerem Druck ein Nachwaschen der Rückstände unter gelindem oder auch ohne allen Druck vorzuziehen; man darf aber nie versäumen, unmittelbar nach beendetem Nachwaschen die gesammte Kolatur gut durchzurühren, weil sonst der concentrirtere Auszug unten, der verdünntere oben schwimmen würde. Um so mehr ist dies zu berücksichtigen, als man gewöhnlich genöthigt ist, die Kolatur eine Zeit lang zur Klärung ruhig stehen zu lassen und mit dem sich bildenden Bodensatz beim Abgiessen auch etwas Flüssigkeit verloren gegeben werden muss. Ganz besonders ist diese Rücksicht bei den für die Receptur bestimmten Decocten, Infusionen, auch wohl Emulsionen zu beachten.

Das Pressen.

Der Zweck des **Pressens** geht in der Pharmacie lediglich auf Trennung flüssiger und fester Substanzen hinaus, nicht auf Volumverminderung oder Formveränderung. Es geschieht zwischen Platten, die in der Regel vertikal gestellt sind, oder in verschieden geformten, meist horizontal oder unter schwacher Neigung aufgestellten Kästen. Zwischen vertikale Platten kann die zu pressende Substanz niemals ohne Umhüllung gebracht werden, oft auch kaum ohne einigen Verlust an etwa schon freiwillig ablaufender Flüssigkeit; auch ist niemals die ganze Oberfläche der Platten für ihren eigentlichen Zweck auszunutzen, vielmehr muss immer ein verhältnissmässig breiter Rand, der kaum unter 30% der Gesammtfläche beträgt, aber auch 40% derselben erreichen und übersteigen

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0065-9

kann, für den Austritt und das unbehindert und ohne Verlust erfolgende Ablaufen der Flüssigkeit frei bleiben. In Presskästen lassen sich viele voluminöse und nur gröblich verkleinerte Substanzen, namentlich geschnittene Vegetabilien, ohne Umhüllung und ohne Verlust bequem eintragen, auch die ganze Pressfläche fast absolut ausnützen; nur muss dafür gesorgt sein, dass man, auch unter vollem Druck, nach Bedarf den Kasten neigen kann, um den Ablauf der Flüssigkeit zu erleichtern.

Die **Grundform** der Pressplatten ist gewöhnlich die quadratische oder rechteckige, nach unten ausgussartig verjüngt, um die ablaufende Flüssigkeit auf eine minder ausgedehnte Ablaufkante hinzuleiten, wie bei Fig. 33; die in der Regel rechtwinklige Kante der Platten sollte nach unten spitzwinklig, nach den Seiten stumpfwinklig gegen die innere Oberfläche gerichtet sein, um einem Uebertreten der Flüssigkeit auf die Seiten- und Rückflächen der Platten entgegenzuwirken.

Die Grundform der Kästen ist meistens eine kreisrunde, wogegen nichts zu erinnern ist, wenn die Pressmasse ohne Umhüllung hineingeschüttet werden kann. Muss dieselbe aber in ein Tuch oder einen Beutel eingeschlossen werden, so hat man zu berücksichtigen, welche Form diese Umschliessungen naturgemäss haben, welche sie unter dem Druck der Presse annehmen, und bei welcher sie nach beendeter Pressung am besten zu entleeren sind. Die naturgemässeste Form der Umschliessung wird immer die quadratische oder rechteckige, niemals in Rücksicht auf die spätere Entleerung die kreisrunde sein; dagegen empfiehlt sich

Fig. 33.

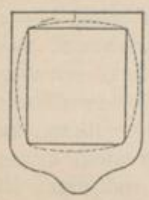
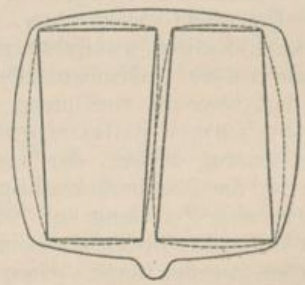


Fig. 34.



bezüglich der Entleerung und für Substanzen, die einen sehr starken und anhaltenden Druck erfordern, wie die Oelsamen, die konische, nach der Oeffnung hin erweiterte Form der Pressbeutel, wenn man deren zwei so neben einander legt, dass sie zusammen ein verschobenes Quadrat oder Rechteck bilden. Unter der Presse bauchen sich die geradlinigen Seiten der Umschliessungen etwas aus, und dieser Form wird sich die Grundform des Presskastens, um den möglichsten Nutzeffekt zu gewähren, anpassen müssen (s. Fig. 34).

Bedenkt man den ungeheuern Preisunterschied zwischen grösseren und kleineren Pressen, so hat man alle Ursache, ihre Leistungsfähigkeit auch möglichst auszunutzen und nicht durch unzweckmässige Form der Pressflächen um 20, 30, 40% und mehr zu beschränken; man bedenke, dass ein in einen Kreis gelegtes grösstes Quadrat 21,5% weniger Grundfläche besitzt, als der Kreis selbst.

Neuerdings giebt man den Presskästen oft eine beträchtliche, dem Durchmesser der Grundfläche nahe kommende oder sie noch übersteigende

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0066-5

Höhe, wodurch der Fassungsraum des Kastens allerdings sehr vergrössert, aber auch die Wirkung des Druckes der Höhe der Packung entsprechend abgeschwächt wird. Man suche also lieber die Grundfläche möglichst auszunutzen und gebe ihr deshalb die Form eines Quadrats oder etwas länglichen Rechtecks mit schwach convexen Seiten und, im Interesse der bequemeren Reinigung, abgerundeten Ecken; in die Mitte einer Seitenwand, wozu man beim Rechteck die längere wählt, legt man den hinreichend weit ausladenden Ausflussschnabel (vgl. Fig. 34).

Das **Material** der Pressplatten und Presskästen nebst ihren Stempeln ist meistens Gusseisen, das häufig mit Zinn überkleidet, bisweilen auch emaillirt ist. Oefter werden diese Körper hohl gegossen, um sie mittelst heissen Wassers oder durch eingeleiteten Dampf erhitzen zu können, wobei nicht ausser Acht bleiben darf, dass die im Verhältniss zu der Höhlung meist sehr grosse Eisenmasse eine vielfache Erneuerung des heissen Wassers bedarf, um auf nur 40—50° gebracht zu werden; am besten leitet man, wenn die Einrichtungen es gestatten, erst einen Dampfstrom durch den Hohlkörper, schliesst nach genügender Erhitzung den Ablaufhahn und füllt sogleich den Hohlraum mit kochendem Wasser. Uebrigens ist im pharmaceutischen Laboratorium ein Auspressen bei erhöhter Temperatur sehr selten, etwa nur bei Eieröl und Cacaobutter, erforderlich, und kann man sich dann durch Vorwärmen der Presssubstanz und durch Einsenken der Pressflächen in heisses Wasser recht gut auch ohne Hohlguss helfen.

In einzelnen Fällen, namentlich bei Herstellung der Fruchtsäfte, vermeidet man gern die Berührung mit Metall und bedient sich dann hölzerner Pressplatten oder starker Holzböden, auf denen man aus vertikal gestellten Hölzern, mitunter nur für die Dauer des Bedarfes, einen durch Rahmen oder Schienen zusammengehaltenen Kasten zusammensetzt, wie unten bei Fig. 39; der zugehörige Stempel muss dann natürlich auch von Holz sein oder wird durch einen sehr starken Holzdeckel ersetzt.

Das hölzerne sog. Extractfass, in welchem man die Substanz erst mit dem Lösungsmittel infundirt, dann presst, ist höchstens da zu empfehlen, wo fortgesetzt dieselbe Substanz verarbeitet oder allenfalls mit einer nahe verwandten vertauscht wird; eine für heterogene Stoffe ausreichende Reinigung des porösen Holzes ist kaum möglich, auch der im Fass auf einen Hohlboden durch eine hölzerne Schraube auszuübende Druck viel zu gering, um die dicke Schicht, auf welche das Verfahren berechnet ist, genügend auszupressen.

Nicht selten versieht man die Presskästen mit siebartig durchbrochenen Einsätzen, wie unten bei Fig. 38, oder durchbohrt ihre Seitenwandungen in dieser Weise, um den Ablauf der Flüssigkeit zu erleichtern. Einen besonderen Vortheil bietet diese Einrichtung nicht, weil man gar nicht nöthig hat, grosse Mengen von Flüssigkeit in die Presse zu bringen, sondern dieselbe besser vorher ablaufen lässt. Handelt es sich aber darum, für erst bei hohem Druck austretende Pressflüssigkeiten, wie namentlich Mandelöl, einen kurzen Weg zu finden, der nicht, wie gewöhnlich, vom Centrum bis zur Peripherie des scharf zusammengepressten, daher nur äusserst enge Kanäle bietenden Kuchens verläuft, so muss man die Bodenplatte durchbrechen oder sie mit einer siebartig durchbrochenen Platte bedecken, unter welcher der Ablauf stattfinden kann, so dass die Flüssigkeit nun nicht mehr in horizontaler, sondern in vertikaler Richtung austritt, d. h. in solchen Fällen auf einem Wege, der gegen den sonstigen

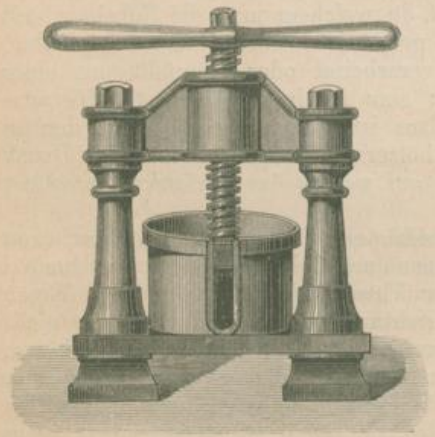
Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0067-1

sehr beträchtlich verkürzt, nämlich im Mittel vielleicht auf $^1/_8 - ^1/_{10}$ reducirt ist. Alle engen Durchbrechungen haben freilich den schon oben (S. 45) erwähnten Uebelstand, dass sich leicht Reste der passirenden Substanz darin festsetzen, die der Wahrnehmung entgehen können.

Die **Umhüllungen** der Pressmasse müssen dem Druck, welche diese während des Pressens namentlich auf ihre peripherischen Theile übt, hinreichenden Widerstand bieten, also sehr fest, dabei aber in ihrer Masse möglichst dünn sein, damit sie keine erheblichen Mengen von Pressflüssigkeit aufsaugen und trotz allen Druckes zurückbehalten. Aus letzterem Grunde muss man auch, besonders bei werthvolleren Objecten, der Umhüllung keine grössere Ausdehnung geben, als gerade nothwendig. Ob man die Substanz nur in ein Tuch einschlägt oder sie in einen genähten Beutel schüttet, welche Form dieser hat und ob er nur durch Umschlagen des oberen Theiles oder durch festes Zuschnüren zu schliessen ist, muss der einzelne Fall entscheiden; im Allgemeinen wird man kleine Mengen in einem Tuch, grössere in Beuteln pressen.

Die **Handhabung** der Presse soll soweit als irgend möglich immer eine sanfte und gleichmässige, niemals eine ungestüme, stoss- und ruckweise sein. Namentlich soll man der Pressflüssigkeit die genügende Zeit lassen, ihren langen und engen Weg durch die Pressmasse bis zu deren Peripherie und durch das Presstuch, dessen Poren sich nicht selten beträchtlich verengen oder gar verstopfen, zurückzulegen. Das Zersprengen der Presstücher hat seinen Grund weit seltener in der ungenügenden Widerstandsfähigkeit des Stoffes, als in der Hast, mit welcher man den Durchgang der Flüssigkeit erzwingen und beschleunigen will. Umgekehrt ist es oft erstaunlich, welchem Kraftaufwand bei langsamer Steigerung ein zarterer, nicht allzu dichter Stoff widersteht, und wie viele Flüssigkeit nach anscheinender Beendigung des Ablaufes und ohne Verstärkung des Druckes noch tropfenweise nachrinnt, wenn man ihr nur die gehörige Zeit dazu gönnt.

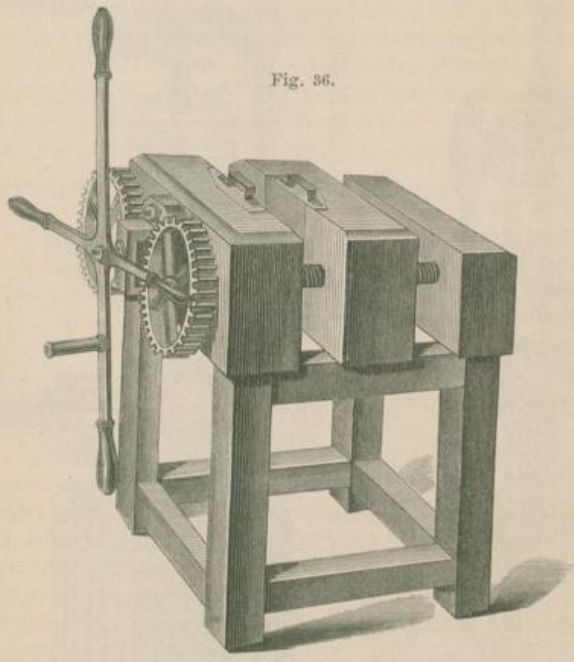
Fig. 35.



Der **Pressmechanismus** selbst ist ein sehr verschiedener, sowohl nach System, als Material und Leistungsfähigkeit. Hauptsächlich unterscheidet man Schrauben-, Kniehebel- und hydraulische Pressen. Die Schraubenpressen wirken durch Bewegung einer Schraubenspindel in einer Schraubenmutter, von denen die eine unbeweglich ist, während sich die andere in ihr (der Mutter) oder um sie herum (die Spindel) dreht; die Drehung der Spindel, bezw. der Mutter findet durch die Hand unter Vermittelung von Kurbel, ein- oder mehrarmigem Hebel (Fig. 35) oder Räderwerk statt. Letzteres wird besonders gebraucht, um die Bewegung aus der vertikalen in die horizontale umzusetzen und umgekehrt, oder um unter Verlangsamung des Ganges die Wirkung zu erhöhen, oder um eine Gleichmässigkeit der Bewegung herbeizuführen, wenn statt einer Spindel und Mutter deren je zwei gemeinsam fungiren sollen, wie bei Fig. 36. Spindel

und Mutter bestehen mitunter aus Holz, meist aus Eisen, bisweilen die Spindel aus Eisen, die Mutter aus Rothguss. Hölzerne Pressschrauben besitzen ihres Materiales wegen eine verhältnissmässig hohe Steigung; ihre Bewegung wird schwierig, wenn erst einiger Druck eingetreten ist, erfordert also grosse Hebel und bedeutenden Kraftaufwand, so dass der Pressende sich unwillkürlich veranlasst sieht, den von ihm ausgeübten Zug oder Druck durch die stossweise Wirkung seines Körpergewichtes zu vermehren, wodurch leicht eine Sprengung des Presstuches herbeigeführt wird; gleichwohl ist die Wirkung für manche pharmaceutische Zwecke, namentlich für das Pressen fetter Oele, nicht ausreichend. Eine weit grössere Kraft ist bei geringerer Steigung des Schraubenganges sowie leichterer, gleichmässigerer und minder stossweiser Bewegung durch Verwendung der genannten Metalle zu erreichen. Ein Haupterforderniss für eine bedeutende Wirkung, dass nämlich die Bewegung der Schraube und des mit ihr verbundenen Presskolbens einer constant grossen Drehung des Presshebels gegenüber mit dem zunehmenden Drucke kleiner wird, erfüllen aber auch die in Metall construirten Schraubenpressen nur mit Hülfe eines Räderwerkes oder Vorgeleges; immer, gleich der Differentialschraubenpresse (Fig. 37), in den durch den Mechanismus selbst gegebenen Grenzen. Bei letzterer hat der obere Theil der vertikal gestellten Schraube ein Gewinde von geringerer Steigung als der untere Theil; die Bewegung geschieht mittelst eines sog. Knarrwerkes, welches zunächst die eine Schraube dreht, wobei die Pressung ziemlich rasch erfolgt. Lässt sich der Druck nicht mehr ohne Mühe steigern, so kehrt man den Sperrkegel um und arbeitet bei entgegengesetzter Bewegung des Hebels weiter; für jede volle Umdrehung ist die nunmehrige Bewegung der Schraube oder

Fig. 36.



des Presskolbens gleich der Differenz zwischen der Steigung der unteren und der oberen Schraube, also eine weit langsamere und wirkungsvollere als zuvor. — Als Differential-Hebel-Pressen werden die in Fig. 38 und 39 abgebildeten Pressen unterschieden, wie Graseck & Sträter in Frankfurt a. M., Emil Oberdörffer in Hamburg u. A. sie führen.

Der Presskolben bewegt sich bei den Schraubenpressen bei horizontalem Gange immer mit der Schraube vor- und rückwärts, bei vertikalem Gange meistens zugleich auf- und abwärts; bisweilen aber ist er bei letzterer Gangart von der Schraube getrennt und bildet nur einen losen Deckel, welcher sehr kräftig gebaut sein und auf der oberen Fläche ein starkes, metallisches Lager für das Ende der Schraube enthalten muss.

Fig. 37.

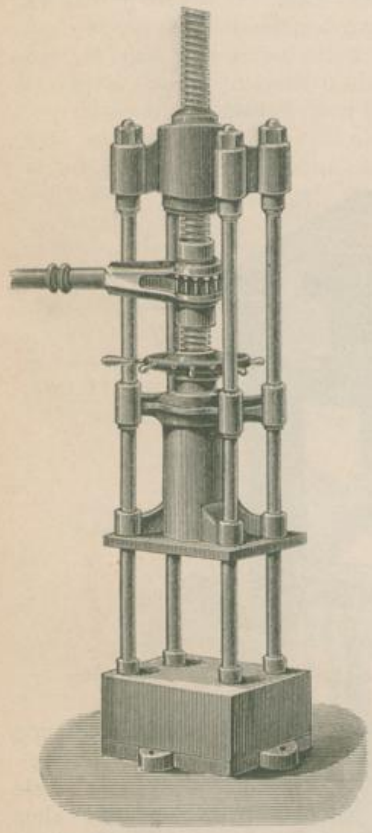
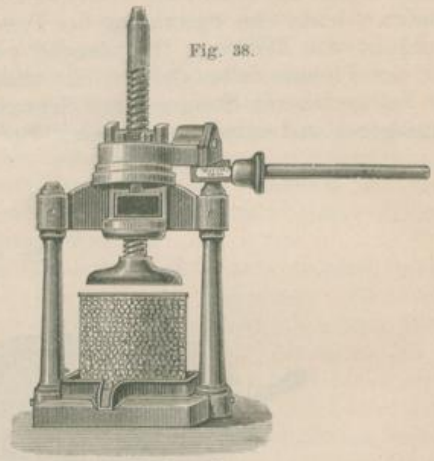
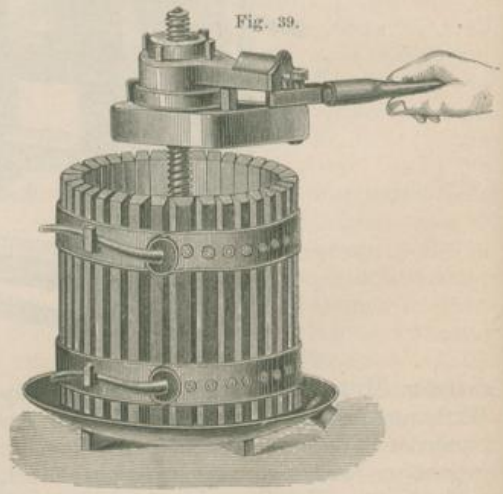


Fig. 38.



Kräuter- und Tincturen-Presse.

Fig. 39.



Fruchtsaft-Presse.

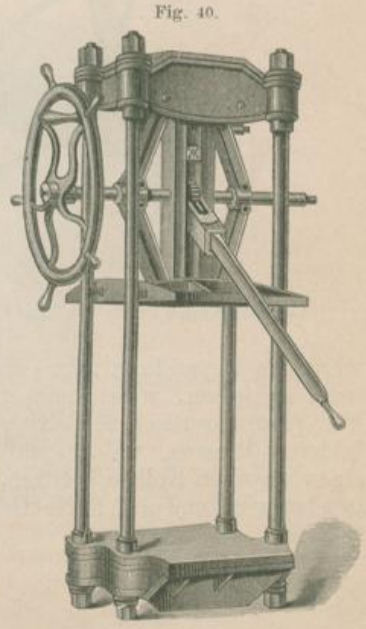
Die Kniehebelpressen beruhen auf der combinirten Wirkung von Schraube und Hebel. Zwei oder auch vier scharnierartig mit einander verbundene Hebelpaare bilden ein Parallelogramm oder Doppel-

parallelogramm, welches sich einerseits, in der Richtung der Ebene drehbar, gegen das unbewegliche Endstück des Pressrahmens stützt, am entgegengesetzten Ende und ebenso damit verbunden, die Pressplatte trägt. Die beiden anderen Winkel des Parallelogramms sind, in gleicher Weise drehbar, mit zwei Schraubenmuttern verbunden, durch welche eine gemeinsame Schraubenspindel läuft, deren eine Hälfte rechts, die andere links geschnitten ist. Die Spindel ist an einem oder an beiden Enden mit Kurbel oder Triebrad, in der Mitte mit einer beliebigen Vorrichtung zum Einsetzen eines längeren sog. Krafthebels versehen. Werden durch Drehung der Spindel die Schraubenmuttern von einander entfernt, so werden die Winkel des Parallelogramms an den Muttern zunehmend spitzer, an den beiden Endstücken zunehmend stumpfer, die Pressplatte entfernt sich also von der zu pressenden Substanz oder die Presse öffnet sich; bei der Drehung in umgekehrter Richtung kehren sich auch alle diese Wirkungen um. Je mehr die Presse sich öffnet, desto rascher entfernen sich für eine gleiche Zahl von Umdrehungen der Spindel die Platten von einander und umgekehrt; die direkte Messung bei einer vertikal wirkenden Oberdörffer-schen Kastenpresse (Fig. 41) ergab folgende Verhältnisse für erst eine, dann vier und weiterhin für je fünf volle Umdrehungen der Spindel:

Zahl der Umdrehungen	Entfernung der Pressflächen	Differenzen
0	0	
1	0,1 cm	0,1 cm
5	1,5	1,4
10	4,3	2,8
15	8,0	3,7
20	13,0	5,0
25	19,5	6,5
30	29,5	10,0
35	46,0	16,5

Die Kniehebelpressen werden für pharmaceutische und industrielle Zwecke in mancherlei Ausstattung gebaut, theils als Plattenpressen mit horizontaler oder mit vertikaler Bewegung (Fig. 40), theils als Kastenpressen mit senkrecht wirkendem Druck. Letztere bieten aus den oben (S. 45/6) angeführten Gründen für den pharmaceutischen Gebrauch grosse Vortheile; sie werden dann mit einer sehr leicht zu handhabenden Kippvorrichtung versehen, um sie unter vollem Druck und ohne Gefahr des Ueberschlagens nach der Ablaufseite hin mehr oder weniger neigen zu können. S. Fig. 41.

Fig. 40.

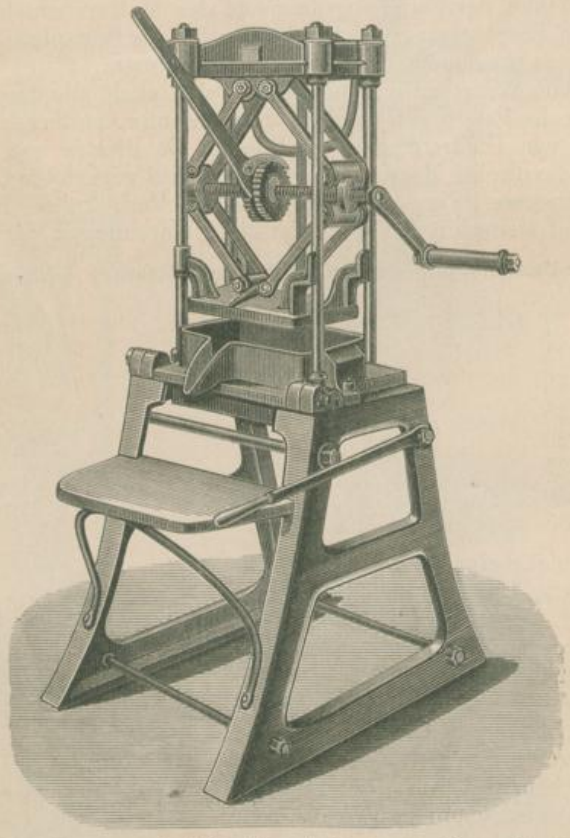


Das System lässt sich auch vortheilhaft ausnutzen, um mit verhältnissmässig geringen Mehrkosten eine Doppelpresse herzustellen, welche statt eines unbeweglichen Endstückes deren zwei besitzt, während das zwischenliegende Parallelogramm nach beiden Richtungen mit einer beweg-

lichen Pressplatte verbunden ist; beide Platten bewegen sich gleichzeitig, gleich rasch und mit gleicher Wirkung d. h. die Presse zugleich öffnend oder zugleich schliessend (s. Fig. 42).

Hydraulische Pressen finden in der Pharmacie nur sehr beschränkte Anwendung, da es bei ihrem hohen Preise nicht lohnt, sie in den für das pharmaceutische Laboratorium ausreichenden, verhältnissmässig geringen Dimensionen zu bauen, auch ihre Behandlung und Instandhaltung minder einfach als bei den Schrauben- und Kniehebelpressen ist, und nöthig

Fig. 41.



Kniehebel-Kasten-Presse von Emil Oberdörffer in Hamburg (s. Pharm. Ztg. 1880, 62—64).

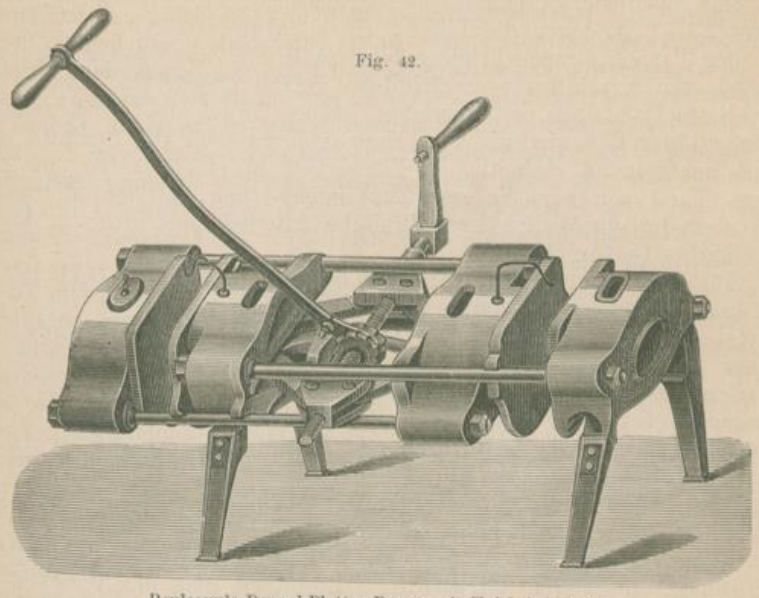
werdende Reparaturen nur geschickten Mechanikern übertragen, keineswegs an jedem, wenn auch grösserem Orte ausgeführt werden können. Für pharmaceutischen Betrieb empfohlen sind die unter Fig. 43 abgebildeten Pressen, welche statt eines mit Wasser gespeisten Pumpwerkes einen massiven Kolben besitzen, welcher durch eine Schraube in Bewegung gesetzt wird und auf fettes Oel wirkt, womit das Compressionsgefäss gefüllt ist.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0072-7

Trennung durch Abkühlung.

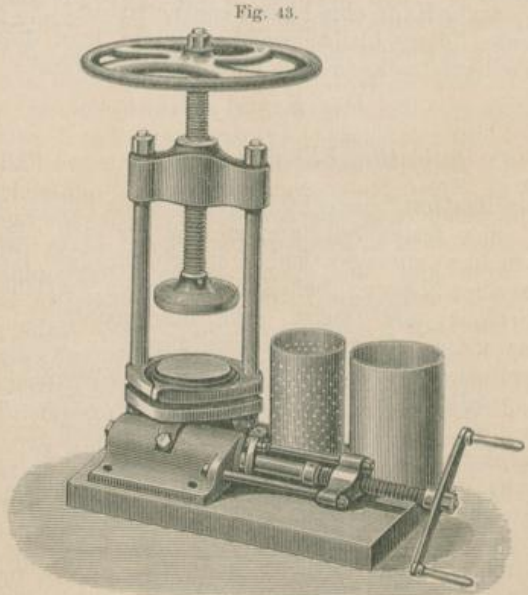
Die allermeisten, in irgend einer Flüssigkeit löslichen Stoffe werden davon bei erhöhter Temperatur in grösserer Menge, als bei niederer

Fig. 42.



Reuleaux's Doppel-Platten-Presse mit Kniehebelsystem.

Fig. 43.



Hydraulische Presse von Bassermann & Mondt in Mannheim.

aufgenommen; deshalb wird eine bei irgend einer Temperatur gesättigte Lösung in der Regel um so mehr von dem gelösten Stoffe ausscheiden,

je stärker man sie abkühlt. Die Fälle, in denen das Lösungsvermögen bei verschiedenen Temperaturen gleich oder gar für die niedrigere höher ist, sind, wenn man von den Lösungen gasförmiger Substanzen absieht, so vereinzelt, dass sie hier nicht besonders berücksichtigt zu werden brauchen. Auch die, besonders im pharmaceutischen Laboratorium höchst seltenen Fälle, in denen die Lösung eines Salzgemisches je nach dem Grade der Temperaturerniedrigung oder nach der Zusammensetzung eines hineingelegten Krystalles verschiedene Salze abscheidet, können hier ausser Betracht bleiben. — Bisweilen ist der Zweck der Abkühlung die Trennung einer Flüssigkeit von einer anderen oder die Spaltung einer an sich anscheinend einheitlichen Flüssigkeit in einen festen und einen flüssigen Theil von verschiedener Zusammensetzung, in den allermeisten Fällen aber die gewöhnlich krystallinische Abscheidung zuvor in Lösung übergeführter fester Stoffe.

Flüssige Abscheidungen, um deren Gewinnung es sich handelt, erhält man beispielsweise durch Abkühlung einiger aromatischer Destillate, welche dabei ätherisches Oel absondern, sei es in Tropfen oder in einer sehr dünnen Schicht, bisweilen auch erstarrt zu Flocken oder Krystallen, die bei gewöhnlicher Temperatur wieder schmelzen; ferner aus manchen fetten Oelen, denen man die leichter erstarrenden Antheile zu entziehen sucht, wie Leberthran und Lardöl; aus manchen weinigen oder schwach spirituösen Flüssigkeiten, aus denen sich beim Gefrieren wesentlich der wässrige Antheil in fester Form abscheidet, während der hierdurch in seinem Alkoholgehalt relativ verstärkte, spirituöse flüssig bleibt. Einen Uebergang zu den eigentlichen Krystallisationen bildet die Essigsäure, aus deren verdünnten Lösungen man das Wasser ausfrieren lassen kann, während aus concentrirter Säure von mindestens 70% Gehalt bei starker Kälte eine höchst concentrirte Säure auskrystallisirt und eine verdünnte flüssig bleibt, welche letztere man durch Umstürzen des Gefässes an einem trocknen und kalten Orte entfernt.

Die Krystallisation.

Die **Krystallisation** bezweckt in den meisten Fällen nicht allein die Abscheidung einer festen Substanz an und für sich oder in einer gewissen Form, sondern vorzugsweise deren gleichzeitige Reinigung von fremden in derselben Lösung befindlichen Stoffen, welche wegen ihrer leichteren Löslichkeit und meist sehr untergeordneten Menge, wie schwächeren Verwandtschaft zu der Krystallmasse, in Lösung bleiben und die sog. Mutterlauge bilden, von deren noch anhängenden Resten die gesammelten Krystalle durch Abspülen, Pressen zwischen Fliesspapier, Lagerung auf poröse Platten oder Centrifugiren befreit werden. Je vollständiger und regelmässiger die Krystalle sich ausbilden können, je grösser sie also anwachsen, um so weniger Mutterlauge kann ihnen verhältnissmässig anhaften und um so leichter lässt sich dieselbe von ihnen abspülen; man wird also in der Regel bemüht sein, der Ausbildung schöner Krystalle den möglichsten Vorschub zu leisten, und nur vereinzelt aus besonderen Gründen der plötzlichen Abscheidung oder gestörten Krystallisation, welche ein mehr pulverförmiges Product liefert, den Vorzug geben.

Um aus der Lösung krystallisirbarer Stoffe schön ausgebildete

Krystalle zu gewinnen, ist es vor allem nöthig, diesen Stoffen ihr Lösungsmittel nicht zu rasch zu entziehen. Abgesehen von den wenigen Fällen, in denen man das flüssige Lösungsmittel an eine andere Flüssigkeit bindet, z. B. Alkohol an Wasser, an Aether, an Oele und umgekehrt, ist hier als allgemeines Lösungsmittel das Wasser in Verbindung mit der Wärme zu betrachten. Mitunter lässt man die Lösungen bei gewöhnlicher oder nur wenig erhöhter Temperatur, auch wohl unter der Luftpumpe oder in einem geschlossenen Raum über stark hygroskopischen Körpern, wie Chlorcalcium und Schwefelsäure, verdunsten. Hierbei begegnet es leicht, dass die Verdunstung zu weit fortschreitet oder dass die an dem oberen Rande der Flüssigkeit entstehenden Krystalle capillarisch weitere Flüssigkeit anziehen, welche durch ihre Verdunstung neue, über den ersteren sich ablagernde Krystalle bildet, so dass diese schliesslich den Rand und die Aussenseite des Gefässes erreichen, welche oft sehr lästige Erscheinung man als Effloresciren bezeichnet; man beschränkt sie vielfach mit gutem Erfolge durch Bestreichen des Gefässrandes mit ein wenig Talg. — Meistens wird ein rasches Abdampfen bei einer den Siedepunkt erreichenden oder ihm nahe liegenden Temperatur vorgezogen, da mit wenigen Ausnahmen die Löslichkeit bis zum Siedepunkte steigt. Die Grenze, bis zu welcher das Abdampfen fortzusetzen ist, ergiebt sich häufig von selbst durch freiwillige Ausscheidung kleiner Krystalle am Rande oder auf der Oberfläche der Flüssigkeit, die Bildung des sog. Krystallhäutchens; doch entsteht ein solches nicht in allen Fällen, z. B. nicht bei dem Seignettesalz; auch ist oft die durch Erscheinung des Krystallhäutchens bei hoher Temperatur sich kundgebende Concentration zu gross, um gute Krystalle zu liefern, namentlich dann, wenn der Gehalt der Lösung an festem Stoff sehr gross ist. Man hilft sich in solchen Fällen dadurch, dass man einen Tropfen der heissen Lösung sehr rasch, so dass keine namhafte weitere Verdunstung stattfinden kann, zum Erkalten bringt, dabei beobachtend, ob, in welchem Grade und binnen welcher Zeit sich Krystalle daraus absetzen; besser oft durch Bestimmung des specifischen Gewichtes der Lösung und Reduction desselben auf eine angemessene Höhe unter Berücksichtigung der Temperatur. Kennt man das absolute Gewicht der gelösten Substanz, so kann man die richtige Concentration auch sehr gut nach dem absoluten Gewicht der Lösung bestimmen, zu welchem Behuf man vorher das Gewicht des Abdampfgefässes ermittelt und dieses sammt Inhalt von Zeit zu Zeit wieder wiegt. — Oft macht es sich nöthig, die hinreichend concentrirte Flüssigkeit vor der Abkühlung noch durch Koliren oder Filtriren von allerhand zufällig hineingelangten, ungelösten Stoffen zu befreien oder durch Kohle zu entfärben. Man hat dann Sorge zu tragen, dass die dazu erforderlichen Utensilien gehörig vorgewärmt sind und dass durch eine ungeeignete Kohlensorte nicht etwa wichtige Stoffe absorbirt oder fremde hineingebracht werden. Grössere Mengen von Flüssigkeit filtrirt man durch den Spitzbeutel (S. 40, 44).

Nachdem die richtige Concentration und Klärung der Lösung herbeigeführt ist, muss ihre weitere Verdunstung und der Zutritt atmosphärischer Stäubchen verhütet werden. Man entfernt also das Gefäss von der Wärmequelle oder lässt es in unveränderter Lage nach Beseitigung des Feuers mit dem Ofen, dem Sand-, Wasser- oder Dampfbade gemeinschaftlich erkalten. Sobald das Gefäss an der ihm angewiesenen Stelle sich befindet, spült man die etwa am Rande der Flüssigkeit schon entstandenen ersten Krystallansätze mit der Spritzflasche sorgfältig ab; die concentrirte Lösung

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0075-5

wird hierbei mit einer sehr dünnen Schicht einer schwachen Lösung überlagert, welche auch das etwa schon auf der Oberfläche entstandene Krystallhäutchen wieder löst und dessen Neubildung entgegenwirkt; hierauf bedeckt man das Gefäss, zuerst leicht, z. B. mit aufgespannter Leinwand, später nach Bedarf auch dichter, und hütet es vor jeder Erschütterung. Langsame und ruhige Abkühlung; Verhinderung des direkten Luftzutrittes, der durch Entziehung von Feuchtigkeit und Wärme, wie durch Zuführung wenn auch nur mikroskopischer Stäubchen nachtheilig wirkt, weil dadurch die Bildung der Krystalle vom Rande und von der Oberfläche aus begünstigt wird, während sie in der Regel weit schöner von den mit Flüssigkeit bedeckten Boden- und Wandflächen aus erfolgt; Vermeidung jeder Erschütterung während der ganzen Dauer der Krystallisation verbürgen am besten die Bildung guter Krystalle, die nebenbei auch, abgesehen von der bereits erwähnten sehr wichtigen Concentration der Lösung von deren Menge, wie von dem Material, der Oberfläche und bisweilen selbst der Form der Gefässe beeinflusst wird. Viele Krystalle setzen sich beispielsweise leichter an Holz als an Porzellan, Glas oder Metall, leichter an rauhe als an glatte Flächen an. Bei der zum Theil hierdurch bedingten Wahl der Gefässe hat man aber auch zu berücksichtigen, ob sich die Krystalle erfahrungsmässig nur leicht oder ob sie sich fest an die Wandungen ansetzen und ebenso wieder davon ablösen lassen; während für erstere die Form des Gefässes ziemlich gleichgültig ist, muss man für letztere, von denen besonders das Kaliumsulfat genannt sei, mehr rundliche und schalenförmige als cylindrische oder gar bauchige wählen.

Die Zeitdauer, während deren eine Krystallisation sich vollzieht, hängt mit vielen der bereits erwähnten Umstände nahe zusammen. Im Allgemeinen kann man sie als abgelaufen betrachten, wenn die Temperatur der Flüssigkeit auf die der umgebenden Luft gesunken ist. Mitunter dauert dies auffällig lange, mitunter findet auch wieder eine Temperatursteigerung der Flüssigkeit statt, beides aus dem Grunde, weil die Krystallisation sich unter Wärmeentwickelung vollzieht. Dies führt zu der Regel, jene Zeitdauer niemals zu kurz zu bemessen, bei kleineren Mengen und schwieriger löslichen Substanzen sie mindestens über eine Nacht, bei grösseren Mengen und leicht löslichen Substanzen auf 2—3 Tage und länger auszudehnen, falls nicht sonstige Umstände dies verbieten. So begegnet es z. B. bei der Darstellung des Seignettesalzes aus kalkhaltigem Weinstein, dass sich am ersten Tage völlig reine, klare und durchsichtige Krystalle des Salzes bilden, diese aber sich bei längerer Berührung mit der Mutterlauge am zweiten oder dritten Tage mit kleinen, trüben oder kaum durchscheinenden, nur lose anhaftenden, nicht organisch verbundenen Krystallen von Calciumtartrat bedecken, welches letztere durch das Auskrystallisiren des Seignettesalzes sein eigentliches Lösungsmittel verloren hat.

Nun giesst man die Mutterlauge ganz oder zum grössten Theil von den Krystallen ab und löst letztere von den Wandungen des Gefässes, was nicht selten, namentlich bei schwerlöslichen und schwerschmelzbaren, sowie bei ungeeigneter Form des Gefässes, ziemlich schwierig ist. Um nicht durch mechanische Gewalt die Krystalle zu verunstalten, vielleicht sogar das Gefäss zu beschädigen oder zu zerstören, erwärmt man letzteres von aussen, immer bemüht, dabei in kleinen Pausen die Krystalle ohne Zerstörung ihrer Form in kleineren oder grösseren Partieen von der Innen-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0076-1

fläche abzulösen, aber auch besorgt, die Erwärmung nicht so weit zu steigern, dass die Krystalle zerfallen, schmelzen oder sich wieder lösen. Hierauf sucht man die gewöhnlich mehr oder minder unter einander verwachsenen Krystalle durch leichten Druck, am besten unter einer dünnen Schicht von Mutterlauge, zu trennen, bringt sie dann auf Trichter zum Abtropfen, spült sie zur Beseitigung der anhängenden Mutterlauge mit kleinen Mengen einer geeigneten Waschflüssigkeit nach oder befreit sie davon in anderer Weise, durch Lagerung zwischen porösen Körpern oder Centrifugiren, und trocknet sie endlich bei einer Temperatur, welche nicht verändernd auf sie einwirkt. Bisweilen müssen sie noch durch Umkrystallisiren weiter gereinigt werden. — Aus den Mutterlaugen können durch weiteres Verdampfen gewöhnlich noch mehr Krystalle derselben Art, oft zu wiederholten Malen, wenn auch unter zunehmender Unreinheit, gewonnen werden, bis die Laugen quantitativ so verringert oder qualitativ so verschlechtert sind, dass ihre weitere Verarbeitung nicht mehr lohnt und sie entweder in noch anderer Weise verwerthet oder weggegossen werden.

Wenn grössere Mengen einer Substanz durch Umkrystallisiren gereinigt werden sollen, so ist es oft von Vortheil, zuerst nur einen gewissen Antheil davon in dem eigentlichen Lösungsmittel zur Lösung zu bringen, einen zweiten, dritten und weiteren aber in der nach jeder Krystallisation bleibenden Mutterlauge. Wie gross zu diesem Zweck die einzelnen Antheile der Substanz zu bemessen sind und um wie viel dadurch das oft so lästige Abdampfen grosser Flüssigkeitsmengen vermindert wird, hängt wesentlich davon ab, um wie viel die Substanz bei der zulässigen höheren Temperatur mehr als bei der gewöhnlichen löslich ist, wie viel Mutterlauge also nach jedem Auskrystallisiren übrig bleibt und wie viel neue Substanz dieselbe beim Erhitzen zu lösen vermag. Ein besonderer Vortheil erwächst aus diesem Verfahren noch für solche Stoffe, meist organischen Ursprungs, welche längere Erhitzung und Berührung mit der Luft nicht ohne Veränderung ertragen.

Der sog. gestörten Krystallisation bedient man sich, wenn man die Bildung grosser Krystalle zu umgehen wünscht, sei es in der mehr oder minder berechtigten Annahme, dass dieselben viele Mutterlauge einschliessen, wie Eisenvitriol und Kalisalpeter; sei es um aus einer sehr concentrirten Lösung rasch eine grosse Menge Salz unter Hinterlassung von nur wenig Mutterlauge abzuscheiden, wie bei Reinigung von Soda; sei es um der Form und bequemen Verwendbarkeit des pulvrigen Productes willen, wie bei Bittersalz und dem bittersalzförmigen Glaubersalz oder bei Alaun. Bei dieser Art der Abscheidung macht sich die durch das Krystallisiren frei werdende Wärme besonders bemerklich. — Ausgeführt wird die gestörte Krystallisation durch rasches Abkühlen der heiss gesättigten Lösung unter öfterem oder auch ununterbrochen fortgesetztem Umrühren bis zur dauernden Erkaltung; bisweilen auch dadurch, dass man die concentrirte Lösung unter beständigem Umrühren in eine Flüssigkeit giesst, mit welcher das Lösungsmittel mischbar, die in letzterem gelöste Substanz jedoch nicht oder nur sehr wenig löslich ist, z. B. Eisenvitriollösung und Spiritus. — Die in der einen oder anderen Weise entstandenen, oft pulver- oder mehlartigen und dann als Krystallpulver oder Krystallmehl bezeichneten Krystalle lässt man auf Filtern, Trichtern oder Beuteln gut abtropfen und wäscht sie dann mit kleinen Mengen einer geeigneten Waschflüssigkeit nach, bis die anhängende Mutter-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0077-6

lauge völlig oder in ausreichendem Grade beseitigt ist. Man prüft in dieser Richtung am besten die unten abtröpfelnde Flüssigkeit, nicht das Krystallmehl selbst, denn dieses kann in seinen oberen Schichten schon vollkommen rein sein, während die mittleren und unteren noch mehr als zulässig unrein sind, weshalb es auch öfter gerathen ist, das Auswaschen nicht bis zum äussersten Reinheitsgrade fortzusetzen, dagegen die untersten, manchmal schon sinnlich verschiedenen Schichten des Krystallmehls abzusondern und zu untergeordneten Zwecken oder für ein folgendes Reinigungsverfahren zu verwenden. — Mit Centrifugiren, welches ja auch ein Nachwaschen erlaubt, kommt man wesentlich rascher zum Ziel.

Die Abscheidung der Krystalle aus tropfbar-flüssigen Lösungen, bisweilen auch aus geschmolzenen Massen oder sich condensirenden Dämpfen findet in sehr mannichfaltigen Formen statt, von denen aber gleichwohl jedem einzelnen Körper gewöhnlich nur eine einzige zukommt. Körper, welche je nach Umständen in 2, 3 Krystallformen oder in verschiedenen Krystallsystemen anschiessen, nennt man dimorph, trimorph, poly- oder heteromorph. Isomorph dagegen nennt man Gruppen solcher Verbindungen, welche bei gleicher Krystallform aus verschiedenen, jedoch in analoger Weise unter einander verbundenen Bestandtheilen gebildet sind.

Zur besseren Unterscheidung der zahlreichen Krystallformen hat man dieselben in sog. Systeme gebracht, welche sich auf die Lage, Zahl und Grösse der Krystall-Axen gründet, worunter man Linien versteht, welche man sich durch den Mittelpunkt der Krystalle gezogen denkt, und um welche eine symmetrische Ablagerung der Krystallsubstanz stattfindet. Die nach diesen Rücksichten aufgestellten sechs Krystallsysteme sind: das reguläre, das quadratische, das hexagonale, das rhombische, das monokline und das trikline System.

Das reguläre System hat drei gleiche, einander rechtwinklig kreuzende Axen. Seine Grundform ist das Octaëder (Fig. 44), ein von

Fig. 44.

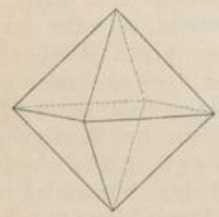


Fig. 45.

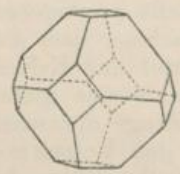


Fig. 46.

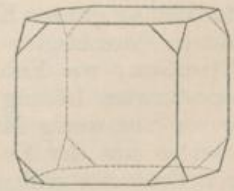


Fig. 47.

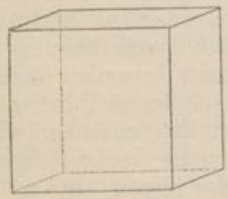


Fig. 48.

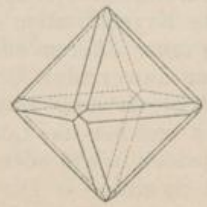
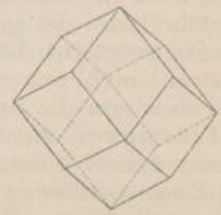


Fig. 49.



8 gleichseitigen Dreiecken begrenzter Körper. Durch Abstumpfung seiner 6 Ecken entstehen verschiedene Combinationen von Octaëder und Würfel (Fig. 45, 46), endlich der Würfel selbst (Fig. 47). — Stumpfen

sich die 12 Octaëder-Kanten ab, so entstehen Combinationen des Octaëders und Rhombendodekaëders (Fig. 48) und das Rhombendodecaëder oder Granatoëder (Fig. 49). — Hierher gehören auch das Tetraëder, der Pyramidenwürfel, der Vierundzwanzig- und der Achtundvierzigflächner u. a. — Von pharmaceutisch wichtigen Substanzen gehören zum regulären System: Kohlenstoff, Silicium, Phosphor, viele Metalle nebst ihren Schwefelverbindungen, die Verbindungen des Chlors, Broms, Jods, Fluors, Cyans mit den Alkalimetallen, die Alaune, Granate u. v. a.

Das quadratische oder tetragonale System hat ebenfalls drei,

Fig. 51.

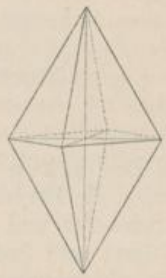


Fig. 50.

Fig. 52.

einander rechtwinklig kreuzende Axen, von denen aber nur zwei einander gleich sind, während die dritte ungleich, d. h. länger oder kürzer als jene ist. Seine Grundform ist das, von 8 gleichschenkligen Dreiecken begrenzte Quadratoctaëder (Fig. 50, 51). — Durch Abstumpfung der oberen und unteren Ecke entsteht die abgeflachte Form (Fig. 52); durch Abstumpfung der horizontalen Kanten bildet sich die quadratische Säule (Fig. 53, 54). — Hierher gehören z. B. das Bor, das

Fig. 53.

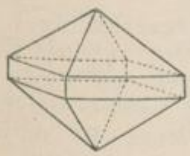


Fig. 54.

Fig. 55.

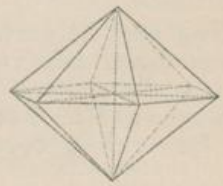
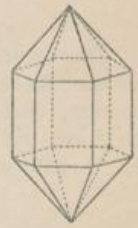


Fig. 56.



Zinn und das Zinnoxyd, die Titansäure, das Mangan-Oxyd und Oxyduloxyd, Quecksilber-Chlorür und Jodid, das Ferrocyan-Kalium und Ammonium, das Hämatoxylin.

Das hexagonale System hat vier Axen; drei derselben liegen in derselben Ebene, sind einander gleich und schneiden einander im Winkel von 60°; die vierte steht auf dem Durchschnittspunkt senkrecht und ist den anderen ungleich, d. h. grösser oder kleiner als jene. Die Grundform des Systems ist die von 12 gleichschenkligen Dreiecken begrenzte Pyramide (Fig. 55).

Daraus entstehen durch Abstumpfung die hexagonale Pyramide (Fig. 56), das hexagonale Protoprisma (Fig. 57) u. a. — In diesem System krystallisirt der Kohlenstoff (als Graphit), das Wasser, Arsen, Tellur, Wismuth und Antimon, Kieselsäure, Beryllerde, Magnetkies und Zinnober, Kalkspath,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0079-0

das wasserhaltige Chlorcalcium und Chlorstrontium, das Kaliumbromat und Natriumnitrat, der Campher.

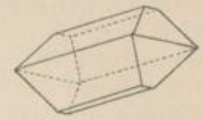
Das rhombische System hat drei ungleiche, einander rechtwinklig kreuzende Axen. Seine Grundform ist das, von 8 ungleich-

Fig. 57.

Fig. 58.

Fig. 59.

Fig. 60.



seitigen aber congruenten Dreiecken begrenzte rhombische Octaëder (Fig. 58), woraus sich u. a. die Formen (Fig. 59, 60, 61) entwickeln.

Hierher gehören u. a. Schwefel und Jod, Manganit, Auripigment, Antimonglanz, Quecksilber-Chlorid und Jodid, Chlorbaryum, Natriumcarbonat mit 7 Molekülen Wasser, phosphorsaure Ammoniakmagnesia, Brechweinstein, Codeïn.

Fig. 61.

Fig. 62.

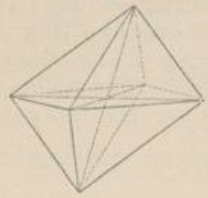
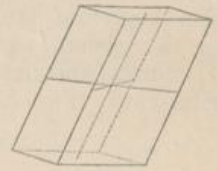


Fig. 63.



Das monokline oder klinorhombische System hat drei ungleiche Axen, von denen sich zwei schiefwinklig in einer Ebene schneiden, welche von der dritten rechtwinklig gekreuzt wird. Als Grundform gilt das monokline Octaëder (Fig. 62), welches von 8 ungleichseitigen Dreiecken begrenzt ist, von denen die vorderen

Fig. 66.

Fig. 64.

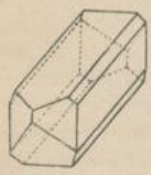
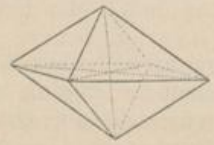


Fig. 65.



eine andere Neigung gegen die Axen haben als die hinteren. Die häufigste, hiervon abzuleitende Form ist die schiefe rhombische Säule (Fig. 63) u. a. Combinationen, wie z. B. Fig. 64. — In diesem System krystallisiren Selen, Realgar, Zinnsalz, das vierfach gewässerte Eisen- und

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0080-2

Mangan-Chlorür wie auch Chlor-, Brom- und Jod-Natrium, das Kalium-Bicarbonat, die Soda mit 10 Molekülen Wasser, der Borax, das Kaliumchlorat, der Eisenvitriol u. v. a.

Das trikline oder klinorhomboidische System hat drei ungleiche Axen, welche einander schiefwinklig durchkreuzen. Die Grundform bildet das trikline Octaëder (Fig. 65), dessen vordere Flächen alle verschieden gegen die drei Axen geneigt sind. Abgeleitete Form ist die schiefe rhomboidische Säule; die gewöhnlichste Form des hierher gehörigen Kupfervitriols zeigt Fig. 66; sonst zählt hierher die wasserhaltige Borsäure, das Kaliumbichromat, das salpetersaure Queck-silberoxydul u. a.

Im Gegensatz zu den vollflächig ausgebildeten oder holoëdrischen Krystallen hat man auch solche, bei denen nur die halbe Flächenzahl bei sonst gleicher Form zur Ausbildung gelangt ist, und die man mit Bezug hierauf hemiëdrische nennt. So steht in der hemiëdrischen Form dem Octaëder das Tetraëder, dem Tetrakishexaëder das Pentagondodekaëder, der hexagonalen Protopyramide das Rhomboëder gegenüber. Die beiden, bei der Hemiëdrie entstehenden Formen ergänzen einander zur holoëdrischen Stammform.

Trennung durch Wärme.

Während sich die durch Abkühlung erfolgenden Trennungen in der einfachsten Weise vollziehen und nur ausnahmsweise von Neubildungen begleitet sind, gestaltet sich das durch die Wärme bewirkte Trennungsverfahren weit mannichfacher und sind dabei stattfindende Neubildungen nicht nur sehr häufig, sondern oft gerade der ausgesprochene Zweck der Operation. Die hierher gehörigen pharmaceutischen Arbeiten sind hauptsächlich das Ausschmelzen, das Abdampfen und Austrocknen, die Destillation und Sublimation. — Des **Ausschmelzens** bedient man sich, um flüssige, halbflüssige oder feste, in der Wärme aber sich verflüssigende Substanzen von nicht oder schwieriger schmelzbaren Stoffen zu trennen, welche die ersteren entweder organisch einschliessen oder nur mechanisch damit verbunden sind. Es beschränkt sich auf einige wenige Fälle, namentlich auf Gewinnung des Leberthrans, Honigs, einiger Fett- und Talgsorten, wie auf gewisse mehr hüttenmännische Processe, welche man mit Saigern zu bezeichnen pflegt und mittelst deren man leicht schmelzbare Metalle oder Metallverbindungen, z. B. Wismuth, Schwefelantimon, Blei, Zinn von der Gangart oder von schwerer schmelzbaren Metallen trennt. Eine der häufigsten und in dem verschiedensten Massstabe zur Ausführung kommenden pharmaceutischen Operationen dagegen bildet

Das Abdampfen und Austrocknen.

Diese beiden Arbeiten, von denen die erste oft fast unmerklich in die zweite übergeht, bezwecken die Trennung eines nicht oder minder flüchtigen Stoffes von einem flüchtigeren, welchen letzteren man dabei in der Regel verloren giebt, weil er, wie das Wasser, um welches es sich in den weitmeisten Fällen handelt, an sich werthlos ist, oder weil seine Wiedergewinnung die darauf verwendeten Mühen und Kosten nicht lohnen

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0081-7

würde. Da die Verdampfung unter sonst gleichen Umständen um so rascher vor sich geht, je grösser die verdampfende Oberfläche ist, so benützt man zu ihrer Ausführung mehr flache und weite, als tiefe und enge Gefässe, wenn letztere nicht einmal ausnahmsweise durch die Natur des Präparates geboten sind, in welchem Fall man auch wohl die Verdampfung nicht an der Luft, sondern in einem indifferenten Gasstrom bewirkt. — Die **Form** der Gefässe ist also meistens die eines Kugelabschnittes, dessen Höhe etwa nur die Hälfte oder $^2/_3$ des Radius erreicht und sich nur selten bis zur Halbkugelform oder noch darüber hinaus vergrössert; dagegen pflegt man den Boden der Gefässe etwas abzuflachen, damit er auf einer horizontalen Unterlage nicht schwankt und durch Vermehrung der Berührungspunkte gegen äussere Einwirkungen widerstandsfähiger wird. Das **Material** der Abdampfgefässe wird in erster Reihe durch die Natur der darin zu behandelnden Substanzen, in zweiter durch die zu Gebote stehende Wärmequelle bedingt. Nach diesen Rücksichten benutzt man Gefässe von Guss- oder Schmiedeeisen, Kupfer, Zinn, Porzellan, Thon, Glas, mitunter auch von Blei, Nickel, Silber und Platin; Eisen- und Kupfergefässe werden bisweilen auch emaillirt, die letzteren vielfach verzinnt, was keineswegs immer rathsam, hie und da auch ausdrücklich verboten ist, wogegen die Verwendung von gut verzinntem Eisenblech, dem sog. Weissblech, in mancherlei Fällen statthaft erscheint. Zink sollte als ein schädliches, wenig widerstandsfähiges Metall, das schon durch gleichzeitige Einwirkung von Luft und Wasser stark angegriffen wird, so dass selbst die daraus hergestellten Wasserbehälter einer verhältnissmässig raschen Zerstörung unterliegen, von der Benutzung in der Pharmacie, namentlich zu Abdampfgeräthen, gänzlich ausgeschlossen sein. — Manche Arzneimittel, welche man in der sog. Lamellenform darzustellen liebt, streicht man, nachdem sie in anderen Gefässen bis zur Syrupconsistenz gebracht sind, mittelst des Pinsels auf flache Teller oder Platten von Porzellan oder Glas, um sie so in dünnster Schicht und bei gelindester Wärme dennoch rasch zur Trockne zu bringen.

Als **Wärmequelle** bedient man sich der direkten Feuerung, des Sandbades, Wasserbades, Dampfbades, der warmen Luft, wie sie für gewöhnlich der Trockenschrank bietet. Bei direkter Feuerung hat man darauf zu achten, dass die von irgend welchem Brennmaterial, wie Holz, Kohlen, Torf, Spiritus, Petroleum, Gas erzeugte Flamme an der Aussenwand des Abdampfgefässes niemals die volle Höhe der Flüssigkeit an der Innenwand erreiche, weil sonst Beschädigungen des Gefässes oder seines Inhaltes oder beider zugleich durch stellenweise Ueberhitzung fast unausbleiblich erfolgen. Man schützt die Gefässe durch Einsetzen in einen Metallring von geeignetem Durchmesser. Dieser Ring soll weder warm noch kalt das Gefäss festklemmen, besonders dann nicht, wenn es aus einem leicht schmelzbaren Metall, aus Porzellan, Thon oder gar aus Glas besteht; auch darf in Gefässe aus diesen Materialien kein schwerer Spatel oder Glasstab so gelegt werden, dass er den Boden auch nur für kurze Zeit dauernd an einer Stelle berührt, weil sonst ein Durchschmelzen oder Springen des Gefässes erfolgen kann. Dies kann auch dann leicht begegnen, wenn sich aus dem Inhalt des Gefässes feste Stoffe absondern und an der Wandung festbrennen. — Bei Ofenfeuerung vermeidet man gern solches Brennmaterial, welches lebhafte und lange Flammen erzeugt, weil damit hier gerade ein sehr grosser Wärmeverlust nothwendig verbunden ist, und weil die Erhitzung des Gefässbodens durch

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0082-3

eine plötzlich aufschiessende Stichflamme dessen Schmelzung oder Bersten an der getroffenen Stelle herbeiführen kann. Die Spiritus-, Petroleum- oder Gasflamme vertheilt man schon durch die Einrichtung der Lampe, minder zweckmässig durch Einschaltung eines Drahtnetzes oder Netzbleches, wodurch immer viel Wärme verloren geht, in der Weise, dass sie den Boden des Gefässes nicht an einer eng umgrenzten Stelle berührt, sondern eine grössere Fläche erhitzt. Da die allermeisten Flüssigkeiten bei einer unter ihrem Siedepunkt liegenden Temperatur abzudampfen sind, wird man die volle Wirkung der Heizvorrichtungen auf diejenigen Fälle beschränken, in denen eine Erhitzung auf den vollen Siedepunkt nicht schadet oder vielleicht sogar geboten ist, wie bei den alkalischen Laugen.

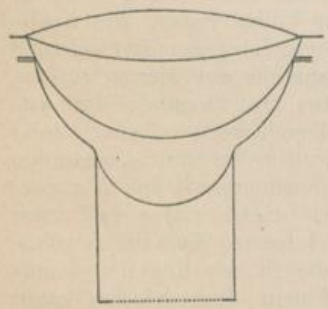
Das Sandbad ist ein sehr schätzbares Hülfsmittel, wenn es sich darum handelt, grössere Glas- oder auch Porzellangefässe einer längeren Digestionswärme auszusetzen und Destillationen oder Sublimationen aus ihnen zu bewirken. Zum Abdampfen eignet es sich im Allgemeinen schlecht, weil das dem Sande als Behälter dienende, gewöhnlich aus Eisenblech oder Gusseisen bestehende Gefäss eine ziemlich bedeutende Wandstärke besitzen muss, um nicht in kurzer Zeit schadhaft zu werden; weil der Sand ein schlechter Wärmeleiter ist, daher seine Temperatur an verschiedenen Stellen desselben Sandbades eine sehr verschiedene sein kann; weil aus beiden Gründen nur ein kleiner Theil der erzeugten Wärme auf das Abdampfgefäss übertragen wird, dagegen im Raume eine bei längerer Dauer oft sehr unangenehme trockene Hitze entsteht, so dass sich der Wärmeverlust in doppelt verdriesslicher Weise bemerkbar macht; und weil der angestrebte Zweck sich in anderer Weise leichter, rascher, billiger und unter geringerer Belästigung erreichen lässt, falls es sich nicht gerade um Herstellung einer ausnahmsweise hohen Temperatur handelt. Den meisten Anforderungen genügt vollauf

Das Wasserbad, welches nicht allein die zum Abdampfen und zu vielen anderen Operationen erforderliche Wärme bis zu 100° leicht, gradweise, ohne plötzliche Temperatursprünge aufnimmt und ohne wesentliche Herabsetzung weiterleitet, sondern namentlich auch die darin behandelten Präparate vor einer Erhitzung über 100° hinaus sicher stellt. Ist eine solche höhere Erhitzung ja einmal erforderlich, so ist sie dadurch herbeizuführen, dass man dem Wasser billige Salze, wie Kochsalz, Kaliumcarbonat, Chlorcalcium, deren gesättigte Lösungen erst bei rund 108, bezw. 132 und 180° sieden, in zweckentsprechender Menge zusetzt, oder dass man an Stelle des Wassers ein fettes Oel benutzt; die Anwendung eines erhöhten Druckes zu demselben Zweck erfordert kostspielige und umständliche Vorrichtungen, wie sie die mit gespannten Dämpfen arbeitenden Apparate besitzen. Im Allgemeinen soll das Wasserbad eine merkliche Dampfspannung gar nicht zulassen; zwar sollen die zugehörigen Einsatzgefässe so dicht schliessen, dass bei gewöhnlichem Druck weder Flüssigkeit noch Dampf die in der Regel von aufeinandergeschliffenen Metallringen gebildeten Fugen durchdringen kann; doch soll der Luft und den etwa im Ueberschuss entwickelten Wasserdämpfen ein, wenn auch nur enger Weg jederzeit offen stehen. Häufig setzt man zu diesem Behuf in das Wasserbad, zumal wenn es als sog. Dampfapparat (s. Fig. 10 u. 11) seine feste Stelle im Laboratorium hat, ein Dampfrohr ein und verbindet dasselbe mit einer Kühlvorrichtung, wodurch man die volle Wirkung des Wasserbades erreicht, ohne von den überschüssigen Dämpfen belästigt zu werden; nur muss man dieselben

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0083-9

nach ihrer Condensation nicht ungeprüft als reines destillirtes Wasser verwenden wollen, das in der erforderlichen Reinheit nur vorübergehend und ausnahmsweise auf diesem Wege zu gewinnen ist. Die Abdampfgefässe werden oft unmittelbar einzeln oder zu mehreren in den Dampfapparat eingesetzt oder auch mittelst eines trichterartig sich erweiternden Dampfrohres damit verbunden. — Da der Dampfapparat verschiedenen Zwecken, oft zu gleicher Zeit, dienen soll, namentlich auch häufig zur Darstellung der bei voller Kochhitze zu bereitenden Decocte und Infusionen für die Receptur, sowie zu Destillationen spirituöser Flüssigkeiten benutzt wird, welche übersteigen oder nur unvollständig verdichtet werden würden, wenn man das Destillirgefäss sogleich in das kochende Wasser einsetzte; da ferner auch die an freier Luft zu verdampfenden Flüssigkeiten hierzu oft wesentlich verschiedener Temperaturen bedürfen und mehrere Gefässe von dem üblichen und zweckmässigen kreisrunden Querschnitt sich nicht ohne ziemlich bedeutenden Raumverlust in ein und denselben Heizapparat gleichzeitig einsetzen lassen, ist es sehr zweckmässig, jeden der grösseren Abdampfkessel für sich allein in einem eigenen, zugehörigen Wasserbade zu erhitzen. So wird jedes Präparat von dem andern völlig unabhängig und man braucht, weil die Gefässe zu einander passen, nicht eine oft übergrosse Wassermasse um eines kleinen Erfolges wegen zu erhitzen. Erfahrungsmässig bedarf man zum Verdampfen im Wasserbade eines anhaltenden, immer aber nur sehr gelinden Feuers; ein solches ist aber, namentlich in Oefen von grösseren Dimensionen, weit schwieriger als ein stärkeres, lebhafteres Feuer zu unterhalten; es folgt daraus die Regel, grösseren Wasserbädern eine verhältnissmässig geringe, mithin auch eine nur kleine Feuerungsanlage bedingende Heizfläche zu geben, sie aber oberhalb derselben stark zu erweitern. Man hat dann einen kleinen Ofen, in welchem ein mässiges Feuer gut zu erhalten ist, weil keine übergrossen Wandungen zu stark abkühlend wirken, ein Wasserbad, welches bei ziemlich hohem Wasserstande doch verhältnissmässig wenig Wasser, dagegen einen grossen Abdampfkessel aufnimmt, und letzterem entsprechend eine grosse Verdampfungsfläche (s. Fig. 67).

Fig. 67.



Für dasselbe Wasserbad hält man gleichgrosse Kessel von verschiedenem Material, namentlich von Zinn und Porzellan, auch wohl von Thon und Kupfer, vorräthig, versieht es auch nach Umständen mit einigen Einlegeringen, um gelegentlich auch kleinere, mit entsprechenden Ringen ausgestattete Gefässe einhängen zu können.

Alle im Wasserbade zu erhitzenden Gefässe sollen ihre Wärme in erster Reihe von dem Wasser selbst empfangen, mit welchem gleichzeitig man solche erhitzt, welche bei plötzlicher Temperaturerhöhung leicht springen können, wie fast alle hier zu benutzenden Glasgefässe. In zweiter Reihe werden sie, namentlich bei Verwendung nicht offenstehender, sondern von oben geschlossener Wasserbäder durch die aus dem Wasser aufsteigenden Dämpfe erhitzt, so dass jedes Wasserbad zugleich in gewissem Grade ein Dampfbad ist. Dies ist aber keineswegs auch im umgekehrten Sinne der Fall und kann das wirkliche, im engeren Sinne aufgefasste

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0084-5

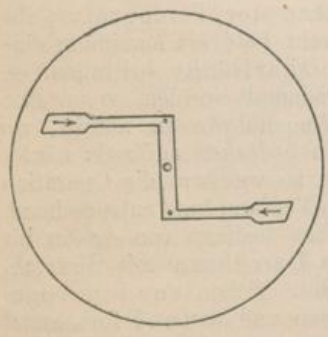
Dampfbad, bei welchem die Erhitzung ausschliesslich durch die aufsteigenden Dämpfe bewirkt wird, durchaus nicht überall das Wasserbad ersetzen, namentlich nicht da, wo eine nur gelinde Erwärmung beabsichtigt wird und plötzliche Temperaturschwankungen vermieden werden müssen. So bleibt die Destillation aus Glasgefässen, die sich in einem allmählig erhitzten Wasserbade mit aller Ruhe und Sicherheit vollzieht, im Dampfbade immer eine gefährliche Sache. Hat man gespannte Dämpfe zur Disposition, so thut man jedenfalls besser, mittelst ihrer ein Wasserbad zu erhitzen, in welches zuvor schon das Glasgefäss, auf einer vom Boden des Kessels isolirenden Unterlage, z. B. einem Strohkranze ruhend und nach Umständen lose oder gehörig befestigt, eingesenkt ist. Das Arbeiten mit gespannten Dämpfen, welche, von einer Feuerung und einem Dampfkessel ausgehend, mittelst Röhren und Hähnen beliebig weitergeleitet oder abgesperrt werden und ebenso auf einzelne Gefässe wie auf ganze Gefässgruppen einwirken können, ist zwar sehr bequem, rasch fördernd und reinlich, erfordert aber eine aufmerksame Beobachtung der Dampfspannung und demgemässe Regulirung der Zuleitungs- und Ablasehähne, und lässt sich nur in sehr wenigen pharmaceutischen Laboratorien der Jetztzeit mit einigem Vortheil ausnutzen. Ein einfacher Dampfentwickler, wie er schon oben (S. 22) erwähnt wurde, ersetzt einen kostspieligen und complicirten Apparat, welcher auch oft noch einer Beaufsichtigung der Sicherheitsbehörde unterworfen ist, meistens ganz ausreichend, wenn man ihm noch einige, ohnehin kaum entbehrliche offene Feuerungen beigesellt.

Der langsamere oder schnellere Verlauf des Abdampfens hängt von vielerlei Umständen ab, auf welche man nur zum Theil willkürlich einwirken kann, z. B. von der Natur der Flüssigkeit selbst und ihres Lösungsmittels; von der Verwandtschaft dieses letzteren zu der gelösten Substanz; von seinem Siedepunkt; von dem Druck, dem Feuchtigkeitsgehalt der Luft und der Geschwindigkeit des Luftwechsels; von der Temperatur der verdampfenden Flüssigkeit, der Grösse ihrer Oberfläche und von dem Grade, in welchem letztere nach Zeit und nach Maass erneuert wird. Gewöhnlich kann man zur Beschleunigung der Operation nur durch Vermehrung des Luftwechsels, durch Erhöhung der Temperatur, für welche jedoch aus anderen Gründen meistens sehr bald ein Maximum eintritt, und durch rasche Erneuerung der Oberfläche beitragen. — Kann eine Flüssigkeit im vollen Kochen abgedampft werden, so ist eine Erneuerung ihrer Oberfläche erst von dem Augenblicke an nöthig, wo sich dieselbe mit festen Ausscheidungen zu bedecken anfängt; häufig wird dadurch zugleich der Zeitpunkt angezeigt, zu welchem die Operation zu unterbrechen oder das Feuer, der verringerten Verdampfung entsprechend, zu mässigen ist; die Fortsetzung des Verfahrens bedingt von da an bis zur Beendigung der Arbeit ein anhaltendes Umrühren mit Glasstab, Spatel oder Pistill je nach Art des Rückstandes. Schon vor dem angegebenen Zeitpunkt muss das Umrühren beginnen und dauernd fortgesetzt werden, wenn die Flüssigkeit irgend welche Trübung erfährt oder Bodensätze bildet. Das Festsetzen der letzteren ist mit der grössten Sorgfalt zu verhüten; ist es dennoch erfolgt, so muss man den Kessel sogleich vom Feuer entfernen und nicht eher wieder darüber bringen, als bis es durch fortgesetztes vorsichtiges Rühren gelungen ist, den Satz wieder vollständig vom Boden abzulösen. Unter allen Umständen muss der zum Umrühren benutzte Körper so beschaffen sein, dass er weder durch

sein Material noch durch seine Form das Abdampfgefäss verletzen oder dessen Inhalt schädigen kann; in dünnwandigen Porzellan- oder Glasgeräthen rührt man mit einem dünnen, rund zugeschmolzenen Glasrohr, falls Holz oder Horn nicht verwendbar ist, lässt es aber während der Bewegung in fortdauernder Berührung mit dem Boden, um ihn nicht bei plötzlichem Niedersenken durchzustossen. — In den weit häufigeren Fällen, in denen eine rasche Erneuerung der Oberfläche durch siedendes Aufwallen der Flüssigkeit nicht erfolgt, muss man die zur Förderung des Verlaufes nöthige Bewegung auf andere Weise herbeiführen. Allerdings sind in manchen Fällen die Ansichten getheilt, ob es schädlicher sei, bei unbewegter Oberfläche die Dauer der Erhitzung oder durch die Bewegung die Berührung mit der Luft zu vermehren; in der Regel aber entscheidet man sich für letzteres Verfahren. Die Bewegung selbst führt man wie oben durch die Hand unter Vermittelung von Glasstab, Spatel oder Pistill herbei oder bei längerer Dauer durch ein mechanisches Hülfsmittel

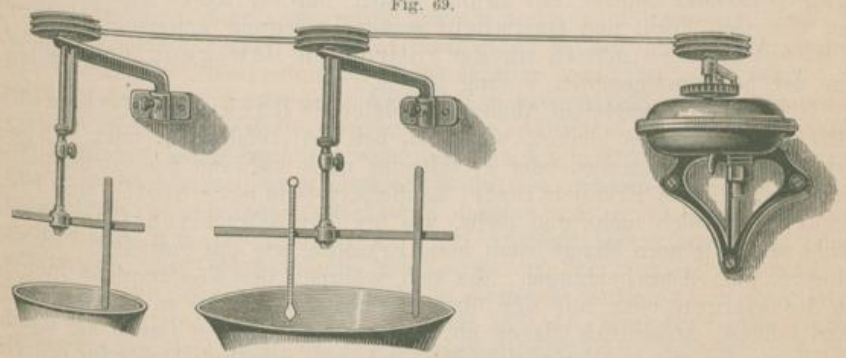
Die **Rührmaschine,** welche ihre Triebkraft, gleich einer Uhr, durch eine gespannte Feder oder ein langsam sinkendes Gewicht erhält oder nach Art der Turbine und des Wasserrades durch fliessendes und fallendes Wasser, bisweilen auch durch Dampf oder einen anderen Motor. Von grosser Wichtigkeit ist es, dass der Gang der Maschine ein dauernd regelmässiger ist, dass er nach dem Widerstande der Flüssigkeit mit geringer Mühe regulirt, verlangsamt und beschleunigt, auch jederzeit gehemmt werden kann, und dass seine Thätigkeit durch Ablauf des Werkes oder Versagen der Triebkraft nicht zu oft, wenigstens nicht unter Stundenfrist, unterbrochen wird. — Die Uebertragung der Bewegung auf die Flüssigkeit geschieht durch pendelartig schwingende Spatel oder durch rotirende Stäbe. Der über dem Mittelpunkt des Kessels aufgehängte Spatel berührt bei seinem Hin- und Hergang immer nur dieselbe verhältnissmässig schmale Flüssigkeitsschicht, welche die ihr mitgetheilte Bewegung, weil diese unablässig in immer entgegengesetzter Richtung wechselt, auf ihre Umgebung, d. h. den weit grösseren Theil des Flüssigkeitsspiegels, nur in geringem Grade übertragen kann. Man würde in dieser Beziehung wesentlich gewinnen, wenn man statt eines, central angebrachten Spatels deren zwei, in gleichem, nicht sehr grossem Abstand vom Centrum aufgehängte Spatel gleichzeitig in entgegengesetzter Richtung wirken liesse, etwa nach Fig. 68, was bis jetzt aber noch nicht praktisch versucht ist. Je mehr man sich vom Centrum entfernt, desto beschränkter wird zugleich der dem Spatel bleibende Weg; man sollte also seitlich angebrachte Spatel an ihrem Ende der Rundung des Kessels parallel formen, wie in Fig. 68, um diesen Weg nicht auch noch durch eine abweichende Gestalt der Spatel zu verkürzen. Die Pendelbewegung bewirkt zugleich, dass der Spatel an jedem Punkte seines ab-, wie seines aufsteigenden Ganges eine Flüssigkeitsschicht von verschiedener Höhe zu passiren, mithin einen immer wechselnden, wenn auch meist nur geringen Widerstand zu überwinden hat. Die Verschiedenheit ist um

Fig. 68.



so grösser, je näher der Aufhängungspunkt des Spatels dem Kessel liegt; mit der Entfernung des Aufhängepunktes wächst aber auch das Gewicht des Spatels, was bei der gewöhnlich geringen Triebkraft der Rührmaschinen durchaus nicht ausser Acht zu lassen ist. — Bei der rotirenden Bewegung benutzt man am besten Rundstäbe, in der Regel von Glas oder statt ihrer Thermometer, wenn man, wie dies zweckmässig und oft nothwendig ist, die Temperatur der Flüssigkeit controlliren will. Der rotirende Stab bringt durch wenige Umgänge die gesammte Oberfläche der Flüssigkeit in Bewegung, ohne dass sich dabei die Centrifugalkraft, wie Manche behaupten, in störender Weise bemerklich zu machen braucht. Der Widerstand, den der rotirende Stab zu überwinden hat, bleibt sich, da sein Querschnitt in jeder Richtung derselbe ist und da er an jedem Punkte seines Weges gleichtief eintaucht, immer gleich, so lange das Niveau der Flüssigkeit und ihr Consistenzgrad sich nicht wesentlich ändern; er ist überhaupt verhältnissmässig gering, weil die Bewegung des Stabes sich nicht umkehrt, vielmehr durch die gleichnamige der Flüssigkeit noch unterstützt wird. Dadurch, dass man den Stab mehr oder weniger tief eintauchen und ihn in grösserer oder geringerer Entfernung vom

Fig. 69.



Wassermotor von A. Graseck & Straeter in Frankfurt a. M.

Centrum wirken lässt, hat man ein bequemes und treffliches Regulirungsmittel für den Gang der Maschine; dasselbe einfache Mittel genügt, sie für den grössten Kessel, wie für eine kleine Schale verwendbar zu machen. Die Zahl der Rührstäbe kann beliebig vermehrt werden, wenn es auch nur selten wirklich erforderlich ist; ihr Material ist nicht, wie bei der Spatelform, wesentlich auf Holz und Porzellan beschränkt, sondern kann der Natur jeder Flüssigkeit leicht angepasst werden. Man kann den rotirenden Stab, weil er sich in einer Horizontalebene bewegt, die Oberfläche der Flüssigkeit nur mit seinem äussersten Ende streifen lassen, wenn es sich darum handelt, die Bewegung auf die oberste Schicht zu beschränken oder die Einführung von Luft zu vermeiden, wie bei Bildung von Niederschlägen, die nicht aufgerührt werden sollen oder bei Gallerten und Pasten, die man gern klar und ohne Einschluss von Luftblasen dispensirt. Die rotirende Bewegung lässt sich durch Schnurscheiben ausserordentlich leicht übertragen, so dass man mit einer Maschine unter geringer Vermehrung der Triebkraft 2, 3, 4, 5 und mehr Rührwellen mit ihren Rührstäben in Rotation setzen kann, ohne dass dieselben nahe an einander oder auch nur in einer einzigen Horizontalebene zu liegen brauchen (s. Fig. 69).

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0087-2

Hier (bei Fig. 69) ist die Triebkraft einer Druckwasserleitung entnommen, welche durch eine Schlauchschraube nebst Schlauch mit dem Motor in Verbindung gesetzt wird. Der Motor besteht aus einem dosenförmigen Gefäss, in welchem ein Schaufelrad liegt, das, durch das einströmende Wasser um seine Axe gedreht, seine Bewegung auf die Schnurscheibe überträgt, von wo sie durch Schnüre oder dünne Metallketten weiter geleitet wird. Der Wasserstrahl bedarf bei dem, den Haus-Wasserleitungen gewöhnlich zu Gebote stehenden Druck nur einen Querschnitt von 1 mm, so dass der Wasserverbrauch während zehn Arbeitsstunden nach Angabe der Fabrikanten nur $^1/_2$ cbm beträgt. Das ablaufende Wasser kann noch weiter benutzt werden, namentlich als Kühlwasser dienen, zu welchem Behuf man den Motor auf dem Kühlfass selbst oder darüber befestigt. — Statt der Wasserkraft kann man natürlich auch eine andere Triebkraft, wie oben S. 66 angedeutet, für die Bewegung der Rührspatel und Rührstäbe nutzbar machen. Doch bleibt es immer weit schwieriger, die Pendelbewegung an zwei oder gar noch mehr Stellen zugleich zu bewirken; misslicher aber noch ist es, dass sich die Oscillationen des Pendels nicht nach Bedarf im Augenblick vergrössern oder verkleinern lassen, so dass also ein pendelartig wirkender Rührer mit Erfolg immer nur für Kessel zu verwenden ist, die nach Form und Querschnitt seiner Bewegung angepasst sind. — Nach diesem allen müssen wir der rotirenden Bewegung des Rührers vor der pendelartigen den Vorzug geben.

Der nach beendetem Abdampfen bleibende Rückstand ist entweder flüssig und soll es bleiben, wie z. B. bei den Aetzlaugen, oder breiig, wie bei Tamarindenmus, oder er scheidet noch während des Abdampfens oder später beim Erkalten feste, häufig krystallinische Stoffe aus, oder er verdickt sich mehr und mehr, wie bei den Extracten, erstarrt auch wohl seiner ganzen Menge nach beim Erkalten, wie das gewässerte Eisenchlorid. Ob Ausscheidungen, die sich während des Verdampfens bilden, zu beseitigen oder mit der übrigen Substanz wieder zu vermischen sind, hängt wesentlich davon ab, ob und in welchem Grade sie dieser heterogen, verwandt oder gleichartig sind, was gewöhnlich nur im Einzelfall zu beurtheilen ist. Bei Extracten, die zuvor ordnungsmässig geklärt worden sind, ist es Regel, solche Ausscheidungen mit der Hauptmasse wieder auf das Sorgfältigste zu durchmischen, nöthigenfalls unter Zusatz von etwas Alkohol, der dann wieder auszutreiben ist. Mittelst der Rührmaschine ist dies nicht auszuführen, sondern nur aus freier Hand mit Spatel oder Pistill, die man gewöhnlich auch zu Hülfe nehmen muss, um Pulpen und Extracte auf den richtigen Consistenzgrad oder Salze zur Trockne zu bringen. — Dem Abdampfen folgt häufig die bereits oben (S. 54) behandelte Krystallisation, häufig auch im unmittelbaren Zusammenhange

Das **Austrocknen.** Man bedient sich desselben bei einigen zerfliesslichen oder in höherer Temperatur zu entwässernden Salzen, wie Kaliumcarbonat, Kalium- und Natriumacetat, bei manchen in kleinem Massstabe hergestellten Verbindungen, die rasch zur Trockne gebracht werden sollen, beim Boraxweinstein und den ohne fremde Zusätze auszutrocknenden Extracten. — Die erstgenannten drei Salze rührt man, sobald sich beim Verdampfen die ersten Salzausscheidungen zeigen, kräftig und ohne Unterbrechung mit dem Spatel weiter, bis der Rückstand breiig zu werden beginnt. In diesem Zustande zeigt er bei gleichmässig fortdauernder Erhitzung grosse Neigung, zu spritzen und sich theilweise am Boden des Gefässes festzusetzen. Man begegnet

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0088-8

diesen beiden unangenehmen Erscheinungen dadurch, dass man das Feuer erheblich mindert oder das Gefäss ganz davon entfernt, aber ununterbrochen erst mit dem Spatel, dann mit einem zuvor erwärmten, breiten Porzellanpistill weiter rührt, bis der Brei zu einem anfangs noch feuchten Pulver zerfällt, welches man nun bei wieder etwas gesteigerter Temperatur unter fortdauerndem Umrühren zur Trockne bringt. Die Erwärmung des Pistills geschieht, damit sich keine Feuchtigkeit daran condensirt, welche die Handhabung unangenehm und unsauber macht, sobald auch Salztheile mit dem Griff in Berührung kommen. Den Trockenzustand, der übrigens beim Kaliumcarbonat nach manchen Pharmakopöen ein sehr unvollständiger ist, erkennt man daran, dass alle bisher noch wahrnehmbaren Klümpchen zu Pulver zerfallen sind, dieses selbst leicht und gleichmässig beweglich ist, nirgends mehr anhaftet, zum Verstäuben neigt und dass eine dicht über das Gefäss gehaltene kalte Glasplatte nicht mit Wasserdämpfen beschlägt. — Findet das Austrocknen in einer Porzellanschale statt, wie dies bei Kaliumacetat und sehr vielen andern Salzen nicht gut anders möglich ist, so stellt man sie am besten, und zwar so, dass ihr oberer Rand nicht direkt erhitzt wird, in eine, von anderweiter Benutzung noch heisse Feuerung, aus der man das Brennmaterial entfernt hat, oder unterhält darin nöthigenfalls noch ein sehr schwaches, durchaus nicht flammendes Kohlenfeuer. Im Wasserbade ist solche Austrocknung ausserordentlich langwierig und schwer zu erreichen, im Sandbade bei einigermassen grösseren Mengen der massenhaft ausstrahlenden Hitze wegen für den Arbeitenden sehr angreifend, Dämpfe von hoher Spannung aber hat man nur selten und noch seltener schliessen in einem solchen Dampfbade die Porzellanschalen, trotz Metallring, dicht genug, um nicht Dampf durchzulassen, der hier gerade das Austrocknen sehr erschwert. — In ganz ähnlicher Weise lassen sich viele Salze, die gelegentlich einmal verlangt werden, aber nicht vorräthig oder wenig haltbar sind, rasch im trocknen Zustande herstellen. — Das Austrocknen des Boraxweinsteins hat mit dem der Extracte viele Aehnlichkeit. Die Lösungen werden so weit eingedampft, dass sie sich mit dem Spatel in Fäden ziehen lassen; dann werden sie in Porzellanschalen, und zwar bei Extracten im Wasser- oder Dampfbade, bei Boraxweinstein besser über einem noch warmen Ofen, wie oben S. 69 vorsichtig unter fortwährendem Umrühren mit einem breiten Holzspatel weiter erhitzt, bis sie eine auch in der Wärme sehr zähe, beim Erkalten einer Probe zerbrechliche Masse darstellen; diese wird mit sorgfältig gereinigten und trocknen Händen in einzelnen kleinen Parthieen zu dünnen Bändern oder Fäden ausgezogen, welche man sogleich auf gut ausgetrocknetes, glattes, weisses Papier ausbreitet, das in einer gleichfalls zuvor ausgetrockneten Horde liegt. Die Bänder und Fäden müssen sehr leicht zerbrechlich sein und dürfen in der gelinden Wärme des Trockenschrankes nicht wieder zusammenlaufen, widrigenfalls das Austrocknen in der Porzellanschale noch weiter fortgesetzt werden muss. Die in letzterer und am Spatel verbleibenden Reste löst man mit Hülfe eines dünnen, biegsamen, nicht geschärften, an der Spitze abgerundeten Messers in der Wärme ab, oder beendet, was in den meisten Fällen weniger zu empfehlen ist, das Austrocknen im Trockenschrank, wonach sich jene Reste gewöhnlich ohne grosse Mühe, aber bei ihrer Sprödigkeit selten ohne Verlust, abstossen lassen. Nun bringt man sogleich das gesammte Product in den mässig warmen Trockenschrank

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0089-6

(40 – 50°), der für die Dauer des Nachtrocknens von anderen Substanzen, welche leicht Feuchtigkeit abgeben, frei zu halten ist, lässt es darin einige Stunden oder so lange sich die Zerbrechlichkeit und Sprödigkeit noch steigert, jedenfalls so lange, bis die Bruchflächen gleichartig, nicht nach aussen hin stumpf, innen glänzend erscheinen, zerreibt es dann im Mörser nach Bedarf mehr oder minder fein, trocknet das Pulver nochmals einige Stunden lang nach und bringt es dann sogleich in trockne, luftdicht zu verschliessende Gefässe. Die etwa zu der Uebertragung dienenden Geräthe, wie Löffel, Trichter, Papier, Kartenblätter, müssen ebenfalls mässig erwärmt bezw. ausgetrocknet sein.

Die etwa sonst noch beim Austrocknen von Arzneimitteln zu beachtenden Regeln sind bereits oben (S. 17) angeführt worden. Hier sei nur noch erwähnt, dass bei wasserhaltigen krystallisirten Salzen, wie Natrium-Carbonat, Sulfat und Acetat, Eisenvitriol u. a. das Product ein sehr verschiedenes, bald zartes und lockeres, bald grobes und körniges Aeussere, entsprechend dem angenommenen Dichtigkeitsgrade, zeigt, je nachdem das Austrocknen durch freiwilliges Zerfallen an der Luft, durch Schmelzen im Krystallwasser oder gar durch feurigen Fluss, durch die gelinde Wärme des Trockenschrankes, die volle Hitze des Wasserbades oder noch höhere Temperaturgrade eingeleitet, fortgeführt und beendet ist. Salze, welche schon bei der Wärme des Trockenschrankes leicht in ihrem Krystallwasser schmelzen, wie namentlich Natrium-Carbonat und Sulfat, lässt man bei warmer Witterung in bedeckten Horden an der Luft zerfallen, bevor man sie bei mässig gesteigerter Wärme auf den verlangten Trockengrad bringt; bei minder warmem oder feuchtem Wetter setzt man die Horden so, dass die Luft von unten und oben freien Zutritt hat, in die oberen Schichten eines geheizten, trocknen Raumes. Sehr gut eignet sich dazu ein flacher Korb aus Eisendraht, den man mittelst Schnur und an der Decke befestigter Rolle augenblicklich in beliebige Höhe bringen kann; sein Geflecht ist ziemlich weitmaschig zu halten, damit die Luft reichlichen Zutritt hat und die Wärme weniger auf den Korb selbst als auf seinen Inhalt wirkt; das Trocknen auch von allerhand anderen Stoffen, die keine grosse Wärme vertragen, geht darin überraschend schnell vor sich.

Die Destillation.

Der Zweck der **Destillation** ist die Trennung einer flüchtigeren, in der Regel flüssigen Substanz von einer minder flüchtigen bei beschränktem oder ausgeschlossenem Luftzutritt unter Wiederverdichtung der dampf- oder gasförmig ausgetriebenen Substanz zu tropfbarer Flüssigkeit; doch wendet die Technik dieselbe Bezeichnung auch auf einige Operationen an, deren Endproduct gasförmig, wie das Leuchtgas, oder fest, wie der Stücken- oder Stangenschwefel ist. In der Pharmacie handelt es sich darum, als einfach zu betrachtende Flüssigkeiten, wie das Wasser, von quantitativ geringfügigen Verunreinigungen zu befreien; oder Mischungen solcher einfachen Flüssigkeiten, wie mit Wasser verdünnten Spiritus, spiritushaltigen Aether, verdünnte leicht- oder schwerflüchtige Säuren, mehr oder minder scharf, den verschiedenen Siedepunkten entsprechend, meist unter gleichzeitiger Reinigung, in ihre Componenten zu zerlegen; Lösungsmittel, deren Wiedergewinnung wünschenswerth ist oder die man nicht

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0090-0

unbedenklich dampfförmig im Arbeitsraum verbreiten kann, wie Spiritus, Aether, Chloroform, Schwefelkohlenstoff, Salz- und Salpetersäure, von den gelösten Stoffen ohne namhaften Verlust und mit verringerter Gefahr zu trennen; aus organisirten, vorzugsweise vegetabilischen, bisweilen auch animalischen Körpern flüchtige Stoffe, gewöhnlich innerhalb eines anderen Mediums und mit demselben mehr oder weniger innig verbunden, auszutreiben, namentlich aetherische Oele nebst ihren wässrigen oder spirituösen Lösungen; Neubildungen, Zerlegungen oder Zersetzungen herbeizuführen und deren Producte zu isoliren, wie Aether, Chloroform, flüchtige Säuren. Hierbei tritt bald die Gewinnung des Destillates, bald die des Rückstandes als Hauptzweck auf; öfter auch will man beide weiter verwenden.

Die **Destillir-Apparate** sind je nach ihren besonderen Zwecken höchst verschieden eingerichtet. In ihrer einfachsten Form bestehen sie aus einem Gefäss, in welchem die Verdampfung und aus einem anderen, in welchem die Verdichtung und zugleich Aufsammlung des Destillates stattfindet, wie bei Retorte und Kolben; beide Gefässe können sogar ein untheilbares Ganzes bilden, z. B. ein beiderseits geschlossenes, gebogenes Glasrohr, dessen einer Schenkel zur Erhitzung des Inhaltes, der andere zur Condensation dient. Meistens ist zwischen beide Gefässe ein Hohlraum eingeschaltet, innerhalb dessen die Verdichtung der Dämpfe zu tropfbarer Flüssigkeit erfolgt, während seiner Aussenfläche die erforderliche Abkühlung nur durch die Luft, meistens durch Wasser, bisweilen durch Schnee, Eis oder eine Kältemischung zugeführt wird. Diesem Hohlraum giebt man die Form eines geraden, gebogenen, schraubenförmig gewundenen Rohres von kreisförmigem, bisweilen elliptischem Querschnitt; eines einfachen, nur von aussen, oder eines doppelten, von innen und aussen zu kühlenden Cylinders; einer Dose, eines flachen Beckens, deren man für die Spiritusfabrikation eine ganze Anzahl über einander anzuordnen pflegt, und andere Formen. Mit dem Hohlraum wird das zur Verdampfung dienende Gefäss entweder direkt oder durch Zwischenstücke, wie Helm und Vorstoss, dampfdicht, das zur Aufnahme des Destillates dienende gewöhnlich nur lose verbunden; ist aus irgend einem Grunde auch hier eine dichte Verbindung nöthig, so muss doch dafür Sorge getragen werden, dass die im Apparat enthaltene Luft oder sonstige unverdichtete Gase ohne Sprengung des Apparates, etwa durch ein mit der Vorlage verbundenes Sicherheitsrohr, entweichen können. Die Vorlage, wenn sie gleichzeitig zur Condensirung dient, besteht gewöhnlich aus einem kugelförmigen Glaskolben mit längerem oder kürzerem, geradem, cylindrischem oder nach innen oder aussen zu verjüngtem Halse; dient sie nur zur Aufnahme des bereits abgekühlten Destillats, so ist ihre Form gleichgültig; zweckmässig aber ist es immer, sie mit einer Scala zu versehen, um die Menge des angesammelten Destillates jederzeit leicht beurtheilen zu können, oder doch mindestens ihr Gewicht im leeren Zustande voraus festzustellen.

Ihrem **Material** nach bestehen die Destillir-Apparate aus Glas, seltener oder nur zu gewissen Theilen aus Porzellan und Thon, für die meisten Zwecke aus Metall.

Die gläsernen Apparate werden häufig nur aus zwei Theilen, Retorte und Kolben, oder aus zwei Kolben, deren einer mit Dampfleitungsrohr oder mit Helm versehen ist, zusammengesetzt, öfter auch die Condensation in einem geraden Kühlrohr von Glas oder Porzellan

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0091-6

bewirkt. Schraubenförmig gewundene Kühlröhren von Glas oder gebranntem Thon kommen hier nur ausnahmsweise zur Anwendung. Retorten und Kolben müssen namentlich in ihrem kugeligen Theile sehr gleichmässig ausgeblasen, nirgends merklich verdickt und von einer ihrer Grösse angemessenen Wandstärke sein; ihr Hals, möge er cylindrisch oder konisch sein, soll gleichmässig verlaufen; wenn er, wie ziemlich häufig, eine grössere Wandstärke zeigt, als der kuglige Theil, so darf sich doch die Glasmasse nicht nach dem Ende hin sehr häufen, widrigenfalls dieses Ende abgesprengt werden muss. Die Biegung zwischen Kugel und Hals der Retorte muss

Fig. 70.

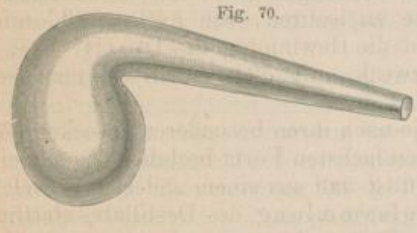
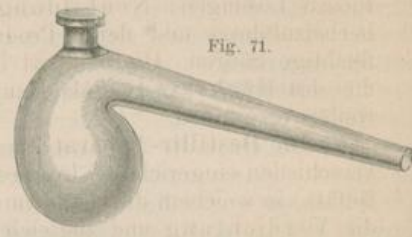


Fig. 71.

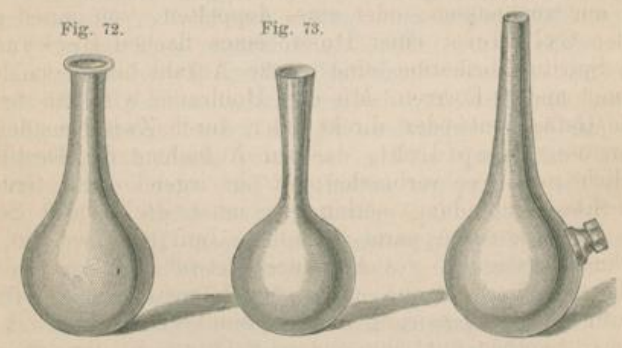


einen allmähligen, gleichmässigen Verlauf der ersteren in den zweiten, ohne Knickung an irgend einer Stelle, zeigen; eine etwaige Tubulatur muss so angebracht sein, dass sie bei der Lage, welche man der Retorte gewöhnlich während des Destillirens zu geben pflegt, senkrecht über dem Mittelpunkt der Kugel liegt (s. Fig. 70 u. 71). Von der Kugelform merklich abweichende und dann gewöhnlich birnförmige Retorten und Kolben sind für die meisten Fälle minder zweckmässig, erstere, weil die Flüssigkeiten beim Kochen darin mehr stossen und die Dämpfe höher zu

Fig. 74.

Fig. 72.

Fig. 73.



steigen haben, letztere, weil sich in ihnen die Kühlung weniger gleichmässig bewirken lässt.

Der Retortenhals soll, namentlich bei Flüssigkeiten von hohem Siedepunkt, fast genau bis mitten in den Bauch des vorgelegten Kolbens (Fig. 72, 73, 74) reichen, damit die im Lauf der Destillation unverdichtet niederfallenden heissen Tropfen nicht auf das kalte Glas, sondern in das schon vorhandene Destillat fallen, dessen erster kleiner Antheil niemals so heiss ist, dass man eine Sprengung durch ihn zu befürchten hätte; nur bei Destillation von Quecksilber, wo dies allenfalls zu fürchten wäre, schlägt man etwas Wasser vor. Wesentlich achte man darauf, dass der Hals von Retorte und Kolben, in Folge des Absprengens, nicht scharf-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0092-2

kantig auslaufe, und beseitige etwaige scharfe Kanten, an denen man sich schneiden kann und die in der Hitze namentlich leicht zur Entstehung von Sprüngen Anlass geben, durch die Feile oder durch Abschleifen auf befeuchtetem Sandstein.

Das Absprengen geschieht am besten mittelst eiserner Ringe von passender Weite; man bringt sie zum hellen Rothglühen, schiebt sie auf den Hals des auf einem Strohkranz leicht drehbar ruhenden Gefässes bis zu ganz lockerem Anschluss und giebt etwa eine Minute lang dem Ringe oder dem Gefässe eine ununterbrochene, langsame, drehende Bewegung, wonach in der Regel der Hals an der Berührungsstelle ganz glatt und scharfkantig abspringt. Bedingung für diesen Erfolg ist, dass der glühende Ring sich zu keiner Zeit an dem Halse festklemmt und dass der Hals aussen und innen völlig trocken ist. Springt der Hals nicht, so wiederholt man das Verfahren unter möglichst starker Erhitzung des Ringes, nachdem der Hals an der Luft gut abgekühlt ist; springt er auch dann nicht, so bringt man mit einem Stäbchen oder Federfahne einen Tropfen kaltes Wasser auf einen Punkt des stark erhitzten Umfanges; plötzliche Erkaltung desselben in grösserer Ausdehnung hat gewöhnlich ein vielfach rissiges Einspringen zur Folge. Ist der Glühring zu weit, so schneidet man mit der Feile den Hals an der passenden Stelle einen oder einige Centimeter lang ein, macht dann rings um den Hals einen deutlichen Kreidestrich und führt auf diesem, von dem Feilstrich beginnend, das sehr stark erhitzte Eisen, das allenfalls durch die Sprengkohle ersetzt werden kann, rings um den Hals. Die Sprungfläche lässt man einige Minuten erkalten, beseitigt dann, wie oben, sofort den scharfen äusseren und inneren Rand, reinigt nun erst das Gefäss sorgfältig von innen und aussen und trocknet es nach Bedarf.

Die Reinigung muss gewöhnlich auf nassem Wege und zwar unter Beihülfe von gesiebtem, ziemlich feinem, nicht scharfkörnigem Sande oder von Filtrirpapierabfällen erfolgen, um die an der inneren Glaswandung festsitzenden, für das Auge oft schwer wahrnehmbaren feinen Stäubchen sicher und vollständig zu entfernen. Sollen die mit reichlichem Wasser nachgespülten Gefässe rasch ausgetrocknet werden, so giesst man nach Entfernung des Wassers starken Spiritus in solcher Menge ein, dass sich durch Drehen und Umschwenken nach und nach die gesammte Innenwand nebst Hals gut und reichlich damit abspülen lässt, stürzt die Gefässe wenigstens zehn Minuten lang um, so dass sie möglichst vollständig auslaufen, lässt sie darauf im Trockenschrank warm werden und bläst sie mit dem Blasebalg aus, so lange noch Spiritus durch den Geruch wahrnehmbar bleibt, was wenige Minuten länger dauert, wenn die Gefässe nicht erwärmt sind. Soll die nachherige Erhitzung über direktem Feuer oder im Sandbade erfolgen, so muss das betreffende Gefäss auch von aussen sorgfältig abgetrocknet werden, damit keine Wassertropfen auf bereits erhitzte Stellen abrinnen und der Sand sich nicht stellenweise zusammenballt, dadurch einzelne kleine Glasflächen freilegt und später Feuchtigkeit ausdunstet. Der vorzulegende Kolben, wenn er, wie gewöhnlich, von aussen auf nassem Wege gekühlt werden soll, muss auch äusserlich sehr sorgfältig gereinigt und namentlich fettfrei sein, so dass er von Wasser überall gleichmässig benetzt wird und nicht etwa das Kühlwasser gehindert ist, mit einzelnen Stellen in unmittelbaren Contact zu treten. Es ist keineswegs nothwendig, den Kolben der Kühlung wegen in ein Bindfadennetz zu stecken; man braucht nur zu sorgen,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0093-8

dass der aus geringer Entfernung in senkrechter Richtung niederfallende Wasserstrahl sich nach allen Seiten über den Kolben von seinem höchsten Punkte aus, natürlich unter Ausschluss des Halses, gleichmässig verbreite.

Bei Zusammensetzung der Glasapparate hat man ferner Sorge zu tragen, dass Glastheile, welche verschiedenen Gefässen oder Leitungen angehören, daher auch bei der Destillation nicht gleichzeitig dieselbe Temperatur annehmen, einander niemals unmittelbar oder unter stellenweiser Klemmung berühren, weil sonst durch wesentliche Temperaturunterschiede und verschiedenen Grad der Ausdehnung äusserst leicht Sprünge entstehen können, welche den ganzen Apparat oder wichtige Theile desselben dringend gefährden. Meistens reicht schon ein eingeschobener oder angeklebter Streifen von starkem, weissem Papier zur Isolirung aus; wo dieses von den Dämpfen angegriffen werden kann, ersetzt man es durch einige dicke Asbestfäden oder Platindrähte, welche man an 3—4 Stellen zwischen Glas und Glas legt, bei rauchender Salpetersäure durch einen, dünn mit Leinsamenkitt bestrichenen Leinwandstreifen, in welchen, falls die Vorlage nicht tubulirt ist, ein feines, beiderseits offenes Glasröhrchen zum Austritt der uncondensirbaren Gase eingekittet wird.

Da man einen zur Condensation dienenden Kolben während der Destillation nicht oder nur in gewissen Intervallen ohne Nachtheil abnehmen kann, um ihn zu entleeren oder die Menge seines Inhaltes zu bestimmen, muss der Kolben so gross gewählt werden, dass er von dem Gesammtdestillat höchstens bis zur Hälfte gefüllt wird; will man aber mit einiger Genauigkeit den Zeitpunkt bestimmen, in welchem der Kolben eine gewisse Menge von Destillat aufgenommen hat, so misst oder wägt man zuvor eine entsprechende Menge Wasser hinein, bringt den Kolben in die Lage, welche er während der Destillation einnehmen soll und bezeichnet das Niveau des Wassers durch Ankleben von zwei Heftpflasterstreifchen auf entgegengesetzten Seiten. Natürlich muss das specifische Gewicht des Destillates hierbei mit in Rechnung gezogen werden, was einfach durch Division desselben in die Zahl 1, als specifisches Gewicht des Wassers, geschieht; man kann aber auch allgemeiner den Raum bestimmen, welchen nach Litern und Cubikcentimetern das Wasser im Kolben einnimmt und findet dann das absolute Gewicht des Destillates durch Multiplikation seines specifischen Gewichtes mit jenen Maassen nach Kilogrammen und Grammen. Eine grosse Genauigkeit ist nach keiner dieser Methoden zu erreichen; wo es darauf ankommt und die Umstände es sonst gestatten, bedient man sich daher besser der

Fig. 75.

Röhrenkühlung, indem man als Destillationsgefäss die Retorte oder den Kolben benutzt. Abgesehen von dem selteneren Fall, dass man die Destillation absichtlich durch Rückfluss der minder flüchtigen Antheile verzögern will, verbindet man den Retortenhals durch einen gläsernen Vorstoss oder eine Allonge (Fig. 75) mit dem Kühlrohr, so zwar, dass die Allonge einerseits den Retortenhals umfasst, andererseits in das Kühlrohr einmündet. Die unmittelbare Berührung von Glas und Glas ist auch hier durchaus zu vermeiden, die Verbindungsstellen aber auch

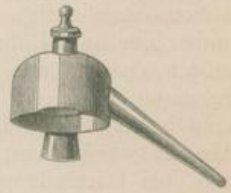
Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0094-4

von aussen durch Kitt oder Ueberbinden mit Gummi, Blase, Pergamentpapier so dicht zu schliessen, dass weder Flüssigkeit noch Dampf daselbst entweichen kann. Ein grosser Fehler wird sehr oft dadurch begangen, dass man ein zu enges Kühlrohr und dann zugleich eine nothwendig noch weit enger auslaufende Allonge benutzt. Der Austritt der Dämpfe wird dadurch ungemein erschwert und die Arbeit wesentlich, erfahrungsmässig unter sonst gleichen Umständen bis zur doppelten Zeit verlängert; findet aber, wie dies bei Destillation aus Glasgeräthen sehr oft begegnet, ein stossweises Kochen und eine demgemäss plötzlich sehr gesteigerte

Fig. 76.

Fig. 77.

Fig. 78.



Dampfentwickelung statt, so wird zugleich die Gefahr der Sprengung des Vorstosses, selbst des Retortenhalses oder der Retorte durch Stoss und Rückstoss, beträchtlich erhöht.

Bei Benutzung eines Kolbens stellt man die Verbindung mit dem Kühlrohr, bisweilen auch an dessen Stelle mit einem anderen Kolben, durch Helm oder Dampfleitungsrohr her. Der Helm (Fig. 76, 77, 78) umschliesst den Kolbenhals und wird darauf nach Umhüllung mit einem Papier- oder Leinwandstreifen durch Verkittung der Fuge, nicht der

Fig. 80.

Fig. 79.

Gesammtflächen, die später kaum mehr zu trennen sein würden, dampfdicht aufgesetzt. Helm und Kolbenhals müssen mit nur geringem Zwischenraume gut zusammenpassen, ersterer auch so geformt sein, dass die etwa darin condensirte Flüssigkeit nicht nach dem Kolben zurücklaufen kann; das Helmrohr soll sich nicht zu sehr verengen, wie man das häufig findet. Das Dampfleitungsrohr (Fig. 79), welches man bei kleineren Kolben auch manchmal seitlich in den Hals eingeschmolzen findet, wie bei den sog. Siedekolben (Fig. 80), wird am einfachsten mittelst eines durchbohrten und dann mit Paraffin durchtränkten Korkes (vgl. S. 35), der

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0095-0

häufig auch noch ein Sicherheitsrohr trägt, in den Hals eingesetzt, und der Kork dann von aussen gut verkittet. Das Rohr ist möglichst weit zu wählen und im Bogen zu einem spitzen Winkel so umzubiegen, dass sein Lichtraum nirgends merklich verengt wird. Man lässt es ein wenig unterhalb des Korkes ausmünden oder führt es nach Belieben auch ein Stück tiefer in den Hals ein, immer in solcher Entfernung von dem Inhalt des Kolbens, dass es davon bei regelmässigem Sieden nicht erreicht wird, auch wenn derselbe etwas spritzen sollte; oberhalb des Korkes darf das Rohr nur noch sehr wenig aufsteigen (vgl. Fig. 79), weil sonst bei seiner geringen Masse und weiten Entfernung von der Wärmequelle die Abkühlung durch die äussere Luft zu stark condensirend wirkt, was doch nur selten beabsichtigt wird; im Nothfall umwickelt man den frei aufsteigenden Theil des Rohres bis über seine Biegung hinaus mit Baumwolle. Es knüpft sich hieran die Frage, in welchen Fällen ein kurzhalsiger, in welchen ein langhalsiger Kolben vorzuziehen sei; sie ist dahin zu beantworten, dass letzterer überall da den Vorzug verdient, wo eine Gasentwickelung stattfindet oder starkes Spritzen zu erwarten ist, wie bei Darstellung der Salzsäure aus Kochsalz und destillirender Lösung von Schwefelantimon und Metallen in Säuren; oder wo eine verlängerte gegenseitige Einwirkung der erhitzten Agentien gewünscht wird, wie bei Lösung des Phosphors in Salpetersäure und bei Destillation des Essigäthers; oder wo man eine schärfere Trennung einer Mischung nach den Siedepunkten ihrer Componenten beabsichtigt, so dass der lange Hals als Dephlegmator oder Rückflusskühler wirkt, wie bei äther- oder wasserhaltigen spirituösen Flüssigkeiten. Zur Herstellung von blossen Lösungen bei erhöhter Temperatur benutzt man Kolben, deren Hals wenigstens so lang ist, dass er als Handgriff dienen kann und ein bequemes Ausgiessen gestattet. Kurzhalsige Kolben würden als Destillationsgefässe kaum in Frage kommen, wenn man sie nicht öfter durch Absprengen des Halses selbst herstellen müsste, damit sie zunächst als Vorlage dienen, welche den Retortenhals genügend weit eintreten lässt. Ihre weiten Oeffnungen sind aber schwierig dicht zu verschliessen und die Destillation geht aus ihnen nicht leichter oder rascher vor sich, als aus einer gleich weiten Retorte. Die Mohr'schen Destillirkolben (Fig. 81) sind kugelförmig, haben einen sehr kurzen Hals von nur etwa 3—5 cm Durchmesser, lassen sich also bequem verschliessen, auch nöthigenfalls verhältnissmässig tief in ein Sand- oder Wasserbad einlegen, können aber für schwieriger destillirende Flüssigkeiten die Retorte nicht ersetzen. Wo man sonst etwa den Kolben vor den Retorten den Vorzug giebt, geschieht es, weil sie mancherlei, auch freistehende Formen gestatten; weil sie in der Wandstärke gleichmässiger sind, da sie keine Umbiegung erfahren, die das Glas einerseits dehnt, andererseits zusammendrückt, womit auch ihre geringere Zerbrechlichkeit zusammenhängt; weil sie sich leichter füllen und entleeren, oft auch leichter mit dem Kühlrohr verbinden lassen und weil sie zum etwaigen Nachgiessen von Flüssigkeit oder zur Einführung eines Thermometers keiner Tubulatur bedürfen, diese vielmehr durch einen einfachen, besser durch einen Sicherheitstrichter ersetzt werden kann, der, gleich dem Thermometer, bequem durch einen Kork einzuführen ist.

Fig. 81.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0096-6

Das Kühlrohr besteht gewöhnlich aus Glas oder glasirtem Porzellan; in sehr vereinzelten Fällen, wo zwar das Destillat, nicht aber die zu destillirende Substanz mit Metallgeräthen in Berührung kommen darf, kann es auch durch den zu der Blase gehörigen Kühlapparat (Fig. 86—90) ersetzt werden. In der Regel ist es seiner ganzen Länge nach gerade und von gleichbleibender Weite, mitunter oben erweitert, unten verengt und gekrümmt, um oben die Verbindung mit dem Destillationsgefäss, unten mit der Vorlage zu erleichtern und ebenda den Luftzutritt zu beschränken, was man beides weniger sicher durch Anfügung eines Vorstosses erreicht. Die Dimensionen liegen zwischen etwa 30—120 cm Länge und 1—3 cm lichter Weite, welche letztere mitunter noch beschränkt wird, wenn es sich um Destillation nur geringer Mengen handelt, wie z. B. der Blausäure, zu deren Bereitung man zweckmässig Kühl- und Dampfleitungsrohr als untrennbares Ganzes durch Biegen eines Glasrohres von etwa 6 mm lichter Weite sich selbst herstellen kann. — Die Abkühlung des

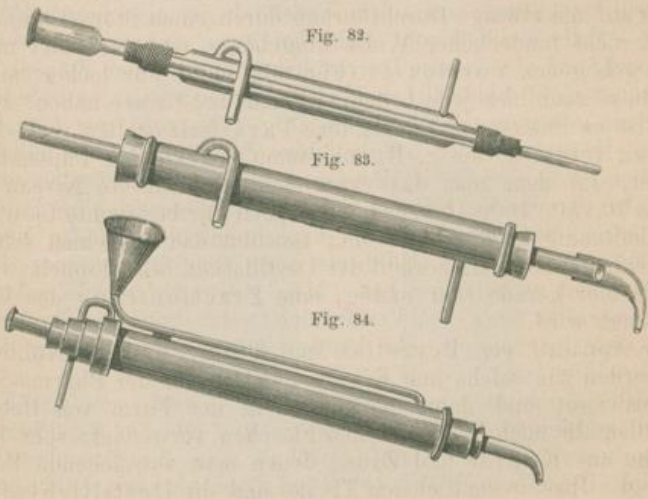


Fig. 82.

Fig. 83.

Fig. 84.

Rohres während der Destillation erfolgt bisweilen nur durch die Luft oder durch Umwickelung mit befeuchteter und feucht zu erhaltender Baumwolle, weit besser durch einen continuirlichen Wasserstrom. Man führt zu diesem Zweck das Kühlrohr durch ein etwas kürzeres und weiteres Rohr von Glas (Fig. 82) oder Metall (Fig. 83), welches in der Nähe seiner Endpunkte mit je einem kurzen Ansatzrohr zur Zu- und Ableitung des Wassers versehen ist, und befestigt es darin beiderseits völlig wasserdicht mittelst Kork und Kitt, Gummistöpsel oder Gummiröhren. Das Wasser tritt am unteren, während des Gebrauches tiefer gelegten Ende des weiteren Rohres ein, am oberen wieder aus. Den Zulauf vermittelt man am einfachsten durch einen Gummischlauch, der hinreichend dickwandig ist, um bei Biegungen nicht einzuknicken; in seiner Ermangelung setzt man unter dichtem Schluss einen Trichter auf, dessen höchster Punkt um einige Zoll höher liegen muss, als der höchste Punkt des Ablaufrohres; um diesen Zweck mit einer gefälligen und compendiösen Form zu verbinden, verlängert man das Zulaufrohr, führt es dem Hauptrohr parallel bis an dessen oberes Ende und erweitert es dort zu einem Trichter (Fig. 84).

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0097-2

Der Ablauf muss nicht bloss von dem oberen Ende des weiteren Rohres, sondern auch von dessen nach oben, nicht nach unten gerichteter Fläche aus stattfinden, damit eine vollständige Verdrängung des erwärmten Wassers erfolgt; um aber eine unnöthige und oft unbequeme Steigung des Ablaufwassers zu umgehen, muss sich das Ablaufrohr in ganz kurzem Bogen wieder nach unten ziehen. — Es wäre denkbar, dass das Ablaufrohr, wenn es durch einen engen Gummischlauch verlängert wird, gelegentlich als Heber wirkt, namentlich wenn es von der unteren Fläche des äusseren Rohres ausgeht, wodurch letzteres theilweise trocken gelegt werden könnte; wo dies zu besorgen ist, muss man einen weiteren Gummischlauch wählen, ihn nicht luftdicht mit jenem Rohr verbinden oder das Wasser frei abfallen lassen. — Durch ein in seinen Dimensionen zu sehr beschränktes oder ungenügend mit kaltem Wasser versorgtes Kühlrohr können unverdichtete Dämpfe entweichen; es können sich aber auch bei zu starker Kühlung feste Stoffe darin ablagern, möglicherweise selbst den Abschluss versperren, wie Phenol und concentrirte Essigsäure; auf solche Umstände ist also immer Rücksicht zu nehmen. — Falls das Kühlrohr nicht bereits an seinem Ende verengt und, mit Rücksicht auf die etwaige Durchführung durch einen Stöpsel, ganz kurz oder in sonst nicht hinderlicher Weise umgebogen ist, verbindet man es mittelst eines gebogenen Vorstosses (Fig. 83), meist nur locker, mit der Vorlage. Diese kann hier jede beliebige Form und Grösse haben; zweckmässig aber ist es immer, im Voraus ihre Tara festzustellen und sie mit einer Scala zu versehen, die z. B. aus einem angeklebten Papierstreifen bestehen kann, auf dem man das experimentell ermittelte Niveau nach Maass für je 10, 50, 100, 1000 ccm oder auch für bestimmte Gewichte einer Flüssigkeit aufgetragen hat. Man gewinnt dadurch einen sehr bequemen Ueberblick über den Verlauf der Destillation, was doppelt wichtig ist, wenn, wie hier gerade sehr häufig, eine Fractionirung des Destillates beabsichtigt wird.

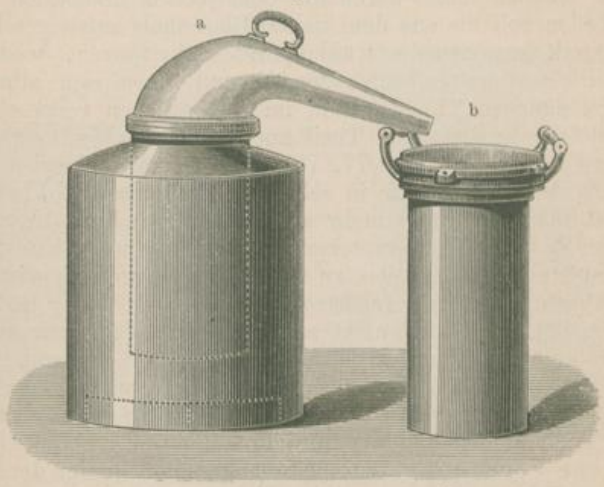
Destillir-Apparate von Porzellan und Thon, von den Kühlröhren abgesehen, werden wie solche aus Eisen und Blei in der Pharmacie nur sehr ausnahmsweise, und dann gewöhnlich in der Form von Retorten, Kolben und allenfalls noch Woulff'schen Flaschen verwendet; sehr häufig dagegen solche aus Kupfer und Zinn, denen man abweichende Formen zu geben pflegt. Ihre wesentlichsten Theile sind die Destillirblase und der Kühlapparat, die gewöhnlich durch einen sog. Helm, bisweilen auch nur durch Röhrenleitung mit einander verbunden sind; die zum Auffangen des Destillates dienende Vorlage ist kein organisch-integrirender Theil des Apparates.

Die Destillirblase besteht aus Kupfer oder aus Zinn und wird im ersten Fall gewöhnlich durch direkte Feuerung, im zweiten meistens im Wasser- oder Dampfbade von aussen oder durch einströmenden Dampf von innen erhitzt. Die Form der Blase ist gewöhnlich die eines kreisrunden Cylinders, dessen Höhe dem Durchmesser annähernd gleichkommt, oft ihn etwas überragt, selten kleiner ist. Der Boden ist eben, bisweilen leicht nach innen oder aussen gewölbt, oft, gleich dem Halstheile, von etwas grösserer Metallstärke als die Seitenwandung. An diese schliesst sich der Obertheil, den man als Brust und Hals zu unterscheiden pflegt, horizontal oder nach aussen gewölbt an, und endet unter Verjüngung mit einem kurzen, senkrecht aufsteigenden, cylindrischen Halse, auf welchen das zum Kühlapparat führende Verbindungsstück dampfdicht

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0098-8

aufgesetzt werden kann (Fig. 85 a). Der Brusttheil enthält gewöhnlich eine oder mehrere Tubulaturen, um Flüssigkeiten eingiessen, Dampf einleiten oder ein Thermometer einsetzen zu können. Bisweilen bildet er mit dem Halse zusammen ein untheilbares Stück, welches man als Ganzes von dem cylindrischen Theil der Blase abheben kann, wenn man diesen als Wasserbad von ziemlich grossem Lichtraum benutzen will. In diesem Fall wird die zinnerne Blase zweckmässig so gestaltet, dass sie ohne Weiteres an die Stelle des Brusttheiles gesetzt werden kann. Ist man hingegen auf die engere Halsöffnung beschränkt, so erhalten die zupassenden Einsatzgefässe die Form eines, gewöhnlich nach oben, wo man gern einen kleinen Seitentubus einsetzt, etwas erweiterten Cylinders (Fig. 85 b). Die kupferne Blase bekommt öfter noch einen, auf kleinen Füssen oder Kesselvorsprüngen ruhenden, siebartig durchbrochenen Metalleinsatz, der sich mit Hülfe einiger Charniere auf- und zuklappen lässt, um die Halsöffnung passiren und in der Blase flach ausgebreitet werden zu können; er dient

Fig. 85.



dazu, in die Blase gebrachte feste Substanzen von deren Boden zu isoliren. Auf den Hals der Blase ist gewöhnlich ein Messingring gelöthet, welcher genau zu einem zweiten, an den Untertheil des Helmes festgelötheten passt. Legt man zwischen beide einen danach ausgeschnittenen Ring von Pappe und zieht die Metallringe durch 3—4 Schrauben fest zusammen, so erhält man einen dichten, auch erhöhtem Dampfdruck widerstehenden Schluss. Da die Pappringe aber, besonders wenn sie stellenweise oder gänzlich am Metall festhaften, rascher Zerstörung unterliegen, auch eine mögliche Verunreinigung des Destillates oder Destillationsrückstandes durch Substanzen, welche solchen Ringen von einer vorhergehenden Operation anhaften können, nicht völlig ausgeschlossen ist, hat man vielfach eine andere, durch günstigen Erfolg bewährte Verbindungsart, nämlich sog. Schlussringe eingeführt, die so zusammengeschliffen sind, dass sie einander in einer bestimmten Reibungscurve wasser- und dampfdicht auf einer ringförmigen Fläche von einigen Centimetern Breite genau und überall gleichmässig berühren. Sie erfordern freilich eine gewisse Schonung, müssen von zwischenlagernden festen Körpern völlig frei gehalten und

vor dem Zusammensetzen gut abgewischt, dürfen auch niemals mit grobem Sande abgescheuert werden, können aber bei ordnungsmässigem Gebrauch Jahre lang ohne Nachschleifen mit Zuverlässigkeit fungiren. Um einer erhöhten Dampfspannung zu widerstehen, müssen sie natürlich durch einige Schraubzwingen zusammengehalten werden. Die Destillation sehr leicht entzündlicher Flüssigkeiten, namentlich über freiem Feuer, erfordert immer eine vorherige Prüfung aller Theile des zu benutzenden Apparates auf ihre Dichtheit, so auch der Schlussringe; nöthigenfalls kann man nach erfolgtem Zusammensetzen ihre Stirn-, niemals ihre Schlussflächen durch ein wenig Leinsamenkitt verbinden, um dem etwaigen Durchgang von Dämpfen entgegenzuwirken. Solche Schlussringe sind auch bei ansehnlichem Durchmesser, wie zur Verbindung des isolirten Brusttheiles mit dem cylindrischen Untertheil der Blase, noch brauchbar, während man zur dichten und widerstandsfähigen Verbindung von Röhrenstücken mässigen Durchmessers, wie z. B. des Helmrohrs mit dem Kühlrohr, sog. Ueberwurfsschrauben benutzt, welche die Drehung gestatten, die den zu verbindenden Theilen selbst durch die Construction unmöglich ist.

Der Helm soll die aus dem weiten Blasenhals aufsteigenden Dämpfe in den engen Rohransatz des Kühlapparates überführen, wodurch seine Form, die in einen weiten aufsteigenden und einen sich allmählig verengenden absteigenden Theil zerfällt, im Wesentlichen vorgeschrieben ist. Früher wurde der aufsteigende Theil noch oft bedeutend erweitert, wie dies bei den Glashelmen (Fig. 77, 78) noch heute theilweise üblich ist; da aber diese Erweiterung nur in seltenen Fällen einen wirklichen Nutzen verschafft, ist man mehr und mehr auf die nothwendigen Maasse zurückgegangen, so dass der Hauptunterschied jetzt nur noch in der relativen Höhe des aufsteigenden Theiles zu suchen ist. Auch hier ist aus langjährigen Beobachtungen auf greifbare Vortheile, welche der höhere Helm (wie bei Fig. 12) gewährte, nicht zu schliessen, da er einem etwaigen Ueberkochen keinen nennenswerth und durch Zahlen nachweisbar höheren Widerstand entgegensetzt, als der flacher gebaute, und da es nicht seine Aufgabe ist, als Dephlegmator zu wirken. Wichtig ist es dagegen, dass der weitere Theil in den engeren nur allmählig und regelmässig verläuft, und plötzliche Verengung, welche besonders den Beginn der Destillation erschwert, möglichst vermieden wird. Man halte ferner das enge Rohrstück so kurz als möglich und vermeide thunlichst Zwischenstücke, welche die Zahl der unvermeidlichen Verbindungsstellen vermehren, daher zum Entweichen von Dämpfen oder zur Verunreinigung des Destillates durch Kitt und sonstiges Dichtungsmaterial Anlass geben können. Bisweilen tubulirt man den Helm, was niemals an seinem höchsten Punkt, sondern an einer Stelle geschehen sollte, von wo die condensirte Flüssigkeit, welche sich etwa an der Tubulatur und den durch sie eingeführten Gegenständen, wie Trichter und Thermometer, abscheidet, nicht in das Destillat abfliessen kann. Empfehlenswerth ist es, den Helm mit einem isolirenden, im Umkreise seines Schwerpunktes befestigten Handgriffe zu versehen, um ihn auch im heissen Zustande bequem und sicher abheben und aufsetzen zu können. — Der Helm muss aus sehr reinem Zinn angefertigt sein: nur ganz ausnahmsweise werden Helme aus Porzellan oder Thon benutzt.

Der Kühlapparat besteht aus zwei Haupttheilen, nämlich den auf ihrer Innenwand die Dämpfe condensirenden Kühlflächen und dem die Aussenwand dieser Flächen abkühlenden Wasserbehälter, dem sog. Kühlfass. Erstere werden in der einfachsten Weise von einem starkwan-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0100-2

digen Rohr aus reinem Zinn gebildet, welches man geradlinig, in mehrfachen Winkeln oder in schraubenförmigen Windungen in und durch das Kühlfass führt. Das einfache gerade Rohr findet im Kühlfass selten den ausreichenden Raum, um die für Condensirung der Dämpfe, namentlich der wässrigen, erforderliche innere und äussere Kühlfläche bieten zu können; man vergrössert dieselbe in ausgiebigster Weise durch schraubenförmige, einfache oder meistens mehrfache Windung des Rohres (Fig. 86), wodurch aber zugleich eine mechanische Reinigung des Rohres sehr erschwert und die Beseitigung einer etwa durch Ueberkochen herbeigeführten Verstopfung von der Innenseite her manchmal geradezu unmöglich gemacht wird. Man hat in verschiedener Weise Abhülfe gesucht, einmal dadurch, dass man eine ausreichend lange, geradlinige Röhrenkühlung nach Art der oben (Fig. 83) beschriebenen herstellte, was aber hier wegen der Grösse der Kühlflächen und der Masse des Wassers wie des Metalls sehr unbequem und schwerfällig wird; das andere Mal dadurch, dass man das ausreichend lange Rohr in mehrere Stücke zerlegte, diese,

Fig. 86.

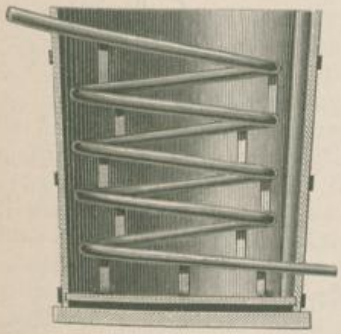
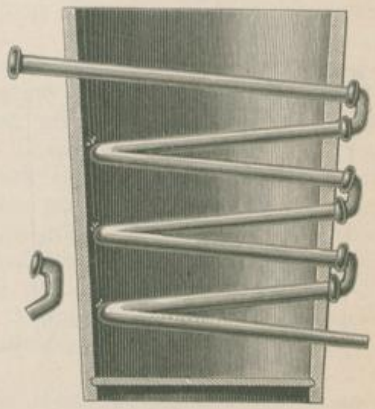


Fig. 87.



spitzwinklig gegen einander geneigt, durch die Wandungen des Kühlfasses hindurchführte, die Rohrenden aber ausserhalb des Kühlfasses durch besondere, anzuschraubende Röhrenstücke verband (Fig. 87). Hierdurch wurde die mechanische Reinigung an sich sehr erleichtert, aber die Zahl der Verbindungsstellen im Widerspruch zu der oben gegebenen Regel beträchtlich vermehrt. Beide Einrichtungen sind also wenig zu empfehlen, das schraubenförmig gewundene Rohr aber, die sog. Kühlschlange, nur für solche Destillationen, bei denen eine Verstopfung durch feste Substanzen völlig ausgeschlossen ist, wie bei einfachem destillirtem Wasser.

Weit leichter zu reinigen und zugleich wegen ihrer grösseren Oberfläche viel wirksamer sind die, ebenfalls aus reinem Zinn anzufertigenden, sog. Cylinderkühler, von denen man mehrere Arten unterscheidet. Die eine bildet einen einfachen, gewöhnlich nach unten etwas verjüngten Hohlcylinder, der oben durch eine ebene oder schwach gewölbte Platte geschlossen ist, unten in das Ablaufrohr für das Destillat übergeht; der Dampf tritt durch ein Ansatzrohr ein, welches in Mitte jener Platte oder seitlich in den oberen Theil des Cylinders eingefügt ist; die Kühlung

erstreckt sich auf fast die ganze Seitenwandung und den Untertheil des Cylinders (Fig. 88).

Bei lebhafter Dampfeinströmung kann es jedoch begegnen, dass die Dämpfe auch bei sonst guter Kühlung nicht in ausreichende Berührung mit den Seitenwandungen kommen, also zum Theil unverdichtet austreten. Man begegnet diesem Uebelstande durch Einsetzung eines ringsum geschlossenen, seitlich mit stark hervorstehenden Rippen, oben mit einem Knopf oder Handgriff, unten mit einigen Füsschen versehenen Hohlkörpers, dessen Höhe etwa $^1/_3$ des Cylinders, und dessen Durchmesser einige Centimeter weniger als der des unteren Cylindertheiles beträgt (Fig. 89). Dieser gleichfalls aus reinem Zinn herzustellende Körper zwingt die noch unverdichteten Dämpfe, dicht an die Seitenwand des Cylinders und zwar an seinem unteren, der Abkühlung am stärksten ausgesetzten Theile zu treten, wirkt also sehr günstig auf die Vervollständigung der wie zuvor erfolgenden Abkühlung. Er lässt sich dem erst erwähnten ein-

Fig. 88.

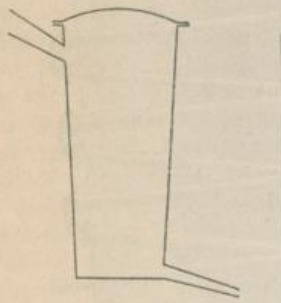


Fig. 89.

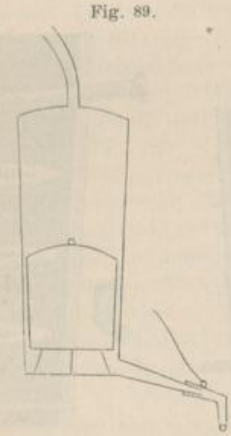
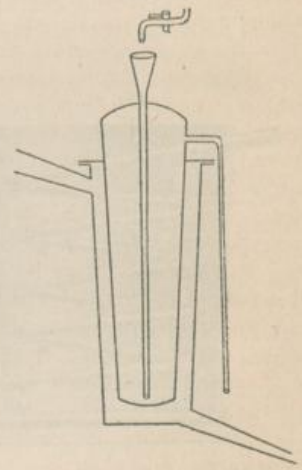


Fig. 90.



fachen Cylinderkühler ohne sonstige Aenderung des Apparates mit Leichtigkeit einfügen.

Noch sicherer wird die Verdichtung bewirkt, wenn man den ungetheilten Hohlraum des Cylinders seiner ganzen Länge nach dadurch zu einem ringförmigen macht, dass man einen zweiten Hohlcylinder hineinsetzt, welcher unten geschlossen ist, oben durch einen angelötheten Ring den äusseren Cylinder, welcher nun das Dampfzuleitungsrohr seitlich aufzunehmen hat, dampfdicht schliesst, ihn aber noch um einige Zoll überragt, damit das Kühlwasser, welches man nun auch von seiner Innenseite wirken lässt, mit Hülfe eines oben eingesetzten Seitenrohres wieder ablaufen kann (Fig. 90). Es sei gleich hier erwähnt, das man diese zweiseitige oder Doppelkühlung am besten mittelst nur eines Wasserstromes bewirkt, besonders dann, wenn das Kühlwasser nicht reichlich vorhanden und sein ununterbrochener Zulauf nicht gesichert ist, es vielleicht gar erst durch Menschenhand gepumpt oder herbeigetragen werden muss. Man leitet das Kühlwasser erst durch ein langes Trichterrohr fast bis zum Boden des inneren Cylinders, dann vermöge des oben eingesetzten, kurzen, gebogenen Seitenrohres in ein zweites, bis fast zum Boden des Kühl-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0102-3

fasses reichendes Trichterrohr. Die Zuströmung des Kühlwassers wird nach Bedarf regulirt; sie kann nun nicht, wie das oft genug bei Zuführung durch zwei getrennte Hähne geschieht, nur einseitig erfolgen, weil man aus Bequemlichkeit, Nachlässigkeit oder Sparsamkeitsrücksichten nur einen der beiden Hähne öffnet, was ausser einer vielleicht unzureichenden Kühlung noch eine andere, empfindlich unangenehme Folge haben kann. Erhitzt sich nämlich kalkhaltiges Kühlwasser, ohne ordnungsgemäss erneuert zu werden, in dem inneren oder an dem äusseren Cylinder erheblich, so verdampft es nicht nur und erniedrigt sein Niveau, verliert also doppelt an Wirksamkeit, sondern es setzt auch Kesselstein ab, und zwar vorzugsweise da, wo es mit der Luft in Berührung tritt; der Kesselstein zerfrisst aber geradezu das Zinn, abgesehen davon, dass er als schlechter Wärmeleiter die Wirkung des Kühlwassers abschwächt; selbst auf ein metallenes Kühlfass kann er schädigend wirken, namentlich wenn es aus Zink besteht. Die wenigen Flächen, mit denen die einzelnen Theile der Kühlvorrichtung einander berühren, werden auf einander geschliffen und gewähren dann leicht, oft schon ohne Verschraubung, einen dampfdichten Schluss, da sie einen Druck von innen fast nur dann auszuhalten haben, wenn man behufs der Reinigung einen Dampfstrom hindurchleitet, ohne denselben irgendwie abzukühlen. — Die genannten Kühlvorrichtungen endigen regelmässig in ein, unten aus der Seitenwand des Kühlfasses austretendes, kreisrundes Rohr. Man achte darauf, dass die Austrittsstelle dauernd völlig wasserdicht schliesst, was nicht immer der Fall ist und eine Verunreinigung des Destillates durch Kühlwasser zur Folge haben kann. Das Rohr verbindet man durch ein knieförmiges oder gebogenes, durch Reibung drehbar anschliessendes sog. Vorsteckrohr mit der Vorlage, von der das oben S. 78 Gesagte gilt. Das Vorsteckrohr kann man mit einem Kettchen oder einer Schnur am Kühlfass befestigen, damit es nicht gelegentlich einmal abfalle und die Vorlage zertrümmere. Will man letztere luftdicht mit dem Kühler verbinden, wie z. B. bei Destillation von Aether, Chloroform, Bittermandelwasser, so muss sie stets mit einem Sicherheitsrohr versehen werden.

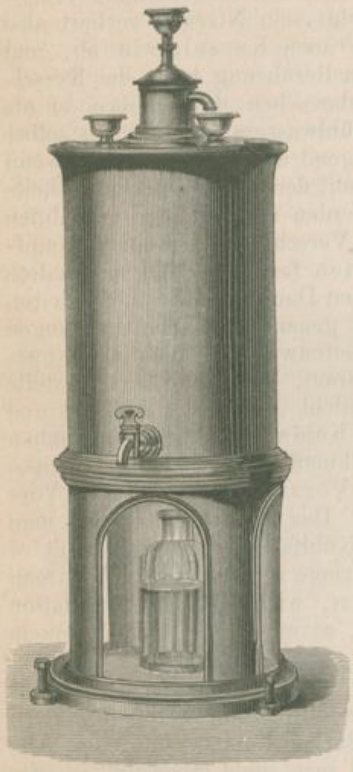
Das Kühlfass wird häufig aus Holz, nicht selten aus dem leicht zerstörbaren Zink, besser aus Kupfer hergestellt. Man giebt ihm gern einen festen Untersatz oder versieht es mit starken Füssen, damit der Ablauf nicht zu niedrig zu liegen kommt und man nicht genöthigt ist, die Vorlage nach alter Art in eine Vertiefung des Fussbodens zu stellen; ist letztere nicht zu umgehen, so soll man wenigstens ein passendes Blechgefäss hineinsetzen, um den in solchen Vertiefungen sich gern ansammelnden Schmutz leicht entfernen zu können. Man hat auch Kühlfässer mit hohlem Sockel, innerhalb dessen das Destillat aufgefangen wird (Fig. 91); unter möglichster Raumersparniss ist hier die Vorlage vor zufälligen Beschädigungen gut geschützt, die Beobachtung aber vielleicht ein wenig erschwert, so lange man sich an diese, an sich sehr gefällige Neuerung nicht gewöhnt hat.

Die Grösse des Kühlfasses hat sich zunächst nach der der zugehörigen, bisweilen in der Mehrzahl vorhandenen Einsätze zu richten. Sie wird im Querschnitt selten zu klein ausfallen, während man bisweilen übermässig weite, besonders hölzerne Kühlfässer findet, die grosse Wassermengen, wie auch zur Beschickung und Entleerung viel Zeit erfordern. Die Höhe an sich ist ziemlich gleichgültig bei Kühlung durch Röhren, die von oben oder durch die Seitenwand eingeführt werden

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0103-9

können; bei Cylinderkühlung ist sie so zu halten, dass das Wasser, nöthigenfalls unter Mitwirkung des Ueberlaufrohres, niemals die trennbaren Verbindungsstellen des Cylinders erreichen kann. Oft stellt man das Kühlfass so hoch oder giebt dem ganzen Apparat eine solche Construction, dass man das im oberen Theil des Fasses während der Destillation sich ansammelnde heisse Wasser unmittelbar in den (nicht unter Dampfdruck stehenden) Kessel oder die Blase laufen lassen kann, von wo die Erhitzung ausgeht. Der dadurch zu erreichende Vortheil ist aber meistens äusserst gering und zieht man dieses heisse Wasser besser durch das Ueberlaufrohr oder durch einen Hahn ab, den man 10—15 cm unterhalb des höchsten Wasserstandes in der Vorderwandung des Fasses anbringt; man kann es dann ganz beliebig, auch zur Speisung jenes Kessels, weiter verwerthen. Das Kühlfass ist mit einem, bis nahe an den Boden reichenden Rohr für die Zuleitung des kalten Wassers zu versehen, falls ein solches Rohr nicht schon nach obiger Angabe in den inneren Kühlcylinder und von da wieder bis zum Boden des Kühlfasses führt. Nahe unter dem höchsten Wasserspiegel mündet ein Ueberlaufrohr für das heisse Wasser, nahe am Boden ein mit Hahn versehenes Rohr für die Entleerung des Fasses; für ungehinderten Ablauf dieses Wassers, das gewöhnlich unter dem Fussboden weiter geleitet werden muss, ist derart Sorge zu tragen, dass an keiner Stelle feste Körper, Schmutz und Abfälle in die Leitungen gelangen und sie verstopfen können. Damit das Wasser auch vom Kühlfass aus nicht verunreinigt werde, sollte letzteres von oben stets durch einen passenden Deckel verschlossen sein, denn abgesehen von zufälligen Verunreinigungen ist die Versuchung zu gross, dieses immer in grosser Menge zur Hand stehende Wasser bei jedem Anlass zum Abspülen, Händewaschen u. dgl. zu benutzen. Das geschlossene Fass könnte allerdings einmal entleert sein, ohne dass man dies voraussetzt oder im Augenblick bemerkt; man hat also beim Beginn der Destillation auch hierauf zu achten. Nicht minder berücksichtige man den Fall, dass auch die grösste Wasserleitung einmal ihren Dienst versagen kann, dass es also rathsam ist, sich nicht ausschliesslich darauf zu verlassen, sondern noch ein Hülfsreservoir und wo möglich eine Pumpe zur Hand zu haben.

Fig. 91.



Kühlfass mit hohlem Sockel von Emil Oberdörffer in Hamburg.

Die **Ausführung der Destillation** erfolgt in verschiedener Weise, je nach den zu verwendenden Apparaten, der zu Gebote oder zur Wahl stehenden Wärmequelle und dem Zweck der Operation.

Die gläsernen Apparate (S. 71) werden über freiem Feuer, im Wasser- oder Dampfbade, selten durch direkt eingeleiteten Dampf,

häufig im Sandbade erhitzt. Die Erhitzung über freiem Feuer eignet sich nur für kleine Kolben und Retorten bis zu etwa 1 Liter Inhalt, und zwar nur für klare, nicht zum stossweisen Sieden oder zur Ablagerung fester Stoffe neigende Flüssigkeiten, sowie für Gemenge, die in der Wärme flüssig werden oder leichtflüchtige Dämpfe entwickeln. Auch dann soll die Wärme nicht auf einen Punkt, sondern gleichmässig vertheilt auf eine möglichst grosse Bodenfläche wirken, die aber stets unter dem Niveau des Inhaltes liegen muss. Von der Flamme einer Spiritus-, Gas-, Petroleumlampe oder eines Kohlenfeuers soll die Bodenfläche der Regel nach niemals direkt getroffen werden, vielmehr soll sich dieselbe eigentlich nur in einem heissen Luftbade befinden. Stoffe, welche bei einem etwaigen Springen des Apparates sich entzünden, explodiren, auf die Umgebung ätzend und zerstörend wirken können, soll man nicht über freies Feuer bringen. Durch Zwischenschieben eines Drahtnetzes oder Netzbleches mildert und vertheilt man die Wirkung der Flamme; auch kann man das Glasgefäss auf der Oeffnung eines unten geschlossenen, minder weiten Cylinders von Eisenblech ruhen lassen, so dass der unterste Theil des Glases vor der direkten Flamme geschützt ist.

Wo irgend thunlich, ersetzt man besser, namentlich bei grösseren Mengen, die unmittelbare Erhitzung durch die mittelbare. Diese geschieht bei allen leichtsiedenden Flüssigkeiten am sichersten und bequemsten im Wasserbade, dessen Temperatur nöthigenfalls durch Zusatz von Chlorcalcium und anderen Salzen auch über den Siedepunkt des Wassers hinaus gesteigert werden kann. Man hat nur für völlig gesicherte Befestigung von Kolben oder Retorte zu sorgen, damit sie bei ihrer allmähligen Entleerung nicht vom Wasser gehoben werden und zu schwimmen anfangen; die Befestigung geschieht durch kräftige Schnüre, mit denen man die damit umschlungenen Gefässe an die Henkel des Kessels festbindet, bei kleineren Gefässen durch Einklemmen in Retortenhalter und Stative. — Aus der Temperatur des Wasserbades kann man auf die der destillirenden oder verdampfenden Flüssigkeit durchaus keinen irgend sicheren Rückschluss machen, weil nicht nur eine längere Zeit zur Uebertragung der Wärme nöthig ist, sondern weil auch ein wesentlicher Theil derselben verbraucht wird, um feste oder flüssige Körper in gasförmige überzuführen; so betrug z. B. die Temperatur eines Wasserbades und einer darin zum völligen und anhaltenden Kochen gebrachten, wässrigen Ammoniaklösung

bei gleichzeitiger Beobachtung	für das Wasser	für das Ammoniak	Differenz
nach ½ Stunde	60°	50°	10°
„ 1 „	70	56	14
„ 1½ „	78,5	62	15,5
„ 2 „	80	65,5	14,5
„ 2½ „	81	68	13
„ 3 „	95	73	22
	99	76,5	22,5

Es geht daraus aber auch hervor, dass Temperaturschwankungen des Wasserbades sich durchaus nicht gleich rasch auf die unter fortdauerndem, anscheinend gleichmässigem Kochen destillirende Flüssigkeit übertragen, wenn sie auch in den relativen Mengen des Destillates bemerkbar werden. — Aus den oben (S. 63 u. 65) angeführten Gründen lässt sich das Wasserbad für Destillationen aus Glasgefässen durch das Dampfbad

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0105-1

nicht mit Vortheil und Sicherheit ersetzen; nur die Befestigung der Gefässe ist, weil sie nicht in's Schwimmen gerathen können, leichter zu bewirken, selten ganz zu unterlassen. Die Einleitung direkter Dämpfe durch Hals oder Tubus gläserner Destillationsgeräthe bedarf bei ihrem seltenen Vorkommen und ihrer Einfachheit nur des Hinweises auf die Nothwendigkeit, den Dampfstrom so zu leiten und zu reguliren, dass er die Glaswandung nicht unmittelbar trifft und den Inhalt der Gefässe nicht in zu stürmische Bewegung bringt. — Für Destillationen, welche eine im Wasserbade nicht bequem zu erreichende Hitze erfordern, weil das Destillat einen höheren Siedepunkt besitzt oder etwa, wie der Aether, zu seiner Erzeugung einer höheren Temperatur bedarf, benutzt man am besten und sichersten

Das Sandbad, welches nach Umständen aus einer flacheren oder tieferen Schale, einem Kessel oder einer sog. Kapelle, welche Geräthe der Regel nach aus Schmiede- oder Gusseisen bestehen, mit der nöthigen Menge fein gesiebten, nicht scharfkörnigen, trockenen Sandes hergestellt wird. Der Sand darf nicht stäuben und beim Erhitzen nicht brenzlich riechen oder irgend welche Dämpfe ausstossen, widrigenfalls er durch Schlämmen und Auswaschen zu reinigen und wieder gut auszutrocknen ist. Die Tiefe des eisernen Gefässes muss sich danach richten, ob man nur einen Theil des Kolben- oder Retorten-Bodens, wie bei Lösung von Phosphor in Salpetersäure, oder auch, wie in den meisten Fällen, zugleich die Seitenwandungen, vielleicht selbst den Obertheil mit erhitzen will, wie bei Destillation von Quecksilber und Schwefelsäure. Bei zu geringer Tiefe ist die erforderliche Hitze nur mit Aufwand von vielem Brennstoff, bisweilen gar nicht zu erreichen; bei zu grosser Tiefe kann die von den eisernen Kesselwänden ausströmende Hitze, wenn man nicht sehr vorsichtig feuert, eine nachtheilige Ueberhitzung herbeiführen. Von grösserer Wichtigkeit, namentlich bei andauernder und stärkerer Feuerung, wozu fast ausschliesslich die Kapelle benutzt wird, ist deren Weite. Die geringe Leitungsfähigkeit des Sandes macht es wünschenswerth und, wo hohe Temperaturen erfordert werden, geradezu nothwendig, dass er eine nur dünne Schicht von etwa 0,5—1 cm zwischen der inneren Kapellen- und der äusseren Glaswand bilde; nur am Bodentheile pflegt man diese Schicht zu vergrössern, weil sich annehmen lässt, dass gerade dort die Feuerung am stärksten wirkt; weil es im Allgemeinen viel wünschenswerther ist, dass die Dampfentwickelung von den ausgedehnten Seitentheilen, als von dem beschränkten Centrum aus erfolge, wo noch dazu die Flüssigkeitssäule am höchsten, ihr Gegendruck also am grössten ist; weil etwa entstehende Ablagerungen immer nach dem tiefsten Punkte streben und zu unangenehmen Nebenerscheinungen, wie der Bildung von Brenzproducten oder stossendem Sieden dort um so leichter führen können, je grössere Hitze daselbst herrscht. Mitunter ist es nicht nur rathsam, aus diesen Gründen die Sandschicht am Boden auf 2—3 cm zu erhöhen, sondern sie sogar durch einen noch schlechteren Wärmeleiter, wie gut ausgeglühte und gesiebte Asche, ganz oder theilweise zu ersetzen, so namentlich bei Destillation von Schwefelsäure. Zugleich hat man aber auch zu sorgen, dass der obere Theil des Glases, hier ausschliesslich der Retorte, die nöthige Hitze empfangen könne oder sich wenigstens nicht zu stark durch den Luftwechsel abkühle. Man muss also der Kapelle eine erheblich grössere Tiefe geben, als die gewöhnliche Halbkugelform bietet, indem man über letztere hinaus die Seitenwände in

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0106-6

senkrechter Richtung noch um etwa den halben Durchmesser erhöht, so dass sich die grösste Tiefe zur grössten Weite etwa wie 3 : 4 verhält; ausserdem kann man Kapelle und Retorte mit einem gewölbten und mit Handgriff versehenen Deckel von Eisenblech bedecken und dadurch vortrefflich nicht nur gegen Abkühlung, sondern auch gegen mechanische Beschädigung und namentlich gegen etwa verspritzendes Kühlwasser schützen (s. Fig. 92). Die Kapelle hat einen seitlichen bogenförmigen Ausschnitt (s. Fig. 93), um dem Hals der Retorte Raum zu geben und ihm eine

Fig. 92.

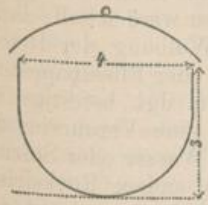
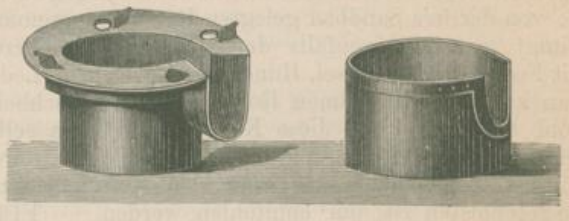


Fig. 93.



Senkung nach aussen zu gestatten; oft macht es sich wünschenswerth, diesen Ausschnitt verkleinern und den dadurch gewonnenen Raum noch mit Sand ausfüllen zu können; man bewirkt die Verkleinerung durch einen passend geformten Stein oder besser durch ein zugeschnittenes Stück starkes Schwarzblech. Da man der unveränderlichen Grösse einer einzigen Kapelle nicht jedes Arbeitsquantum anpassen kann, empfiehlt es sich, 2—3 Kapellen verschiedener Grösse vorräthig zu halten, deren grössere nur aus Gusseissen bestehen, während kleinere auch aus starkem Eisenblech gefertigt sein können. Die letzteren sind häufig doppelwandig gebaut, so dass die Verbrennungsproducte die Kapelle vom Boden aus ihrer ganzen Höhe nach bestreichen und durch mehrere kleine, die Zugregulirung erleichternde Schieberöffnungen entweichen (s. Fig. 93). Zu ihrer Heizung sind daher nur solche Materialien, vorzugsweise Holzkohlen, verwendbar, welche russ- und geruchfreie Verbrennungsproducte liefern. Die gusseisernen, gewöhnlich fest eingemauerten Kapellen lassen, insoweit sie mit dem Schornstein verbunden sind, jedes beliebige Brennmaterial zu; der zugehörige Ofen muss so gebaut sein, dass die Aussenwand der Kapelle in ihrer ganzen Ausdehnung direkt erhitzt und von den Feuergasen bestrichen werden kann, was sehr erleichtert wird, wenn man den oberen Abschluss durch eine, der Kapelle entsprechend geformte eiserne Deckplatte bewirkt; bei sehr grossen Kapellen legt man in den Ofen Züge ein.

Die Beschickung der nach S. 73 gereinigten und erforderlichen Falles ausgetrockneten Kolben und Retorten mit den der Destillation zu unterwerfenden Substanzen geschieht, soweit diese letzteren von fester Consistenz sind, immer durch den Hals, da eine etwa vorhandene Tubulatur für diesen Zweck meist viel zu eng ist. Die Aufgabe geht dabei wesentlich dahin, die Substanz, ohne dass sie etwa das Glas zertrümmert oder den Hals des Gefässes verunreinigt, an diejenige Stelle zu bringen, welche sie während der Destillation einnehmen soll. Bei Kolben, wenn nicht ihr Hals gar zu eng ist, macht das keine Schwierigkeit, zumal eine Bestäubung des leer bleibenden Theiles wenig schadet; bei Retorten soll nicht bloss der ganze Hals, sondern auch die ganze obere Wölbung, soweit ihre Form und Lage ein Abspülen fester Theilchen nach dem Halse hin möglich macht, staubfrei bleiben. Man schüttet deshalb die

feste, gewöhnlich kleinkrystallisirte oder pulverförmige, stückenfreie Substanz mittelst eines langen, unten schräg abgeschnittenen Röhrentrichters von Weissblech, gewalzter Pappe, sog. Pressspan, oder geglättetem Papier ein, indem man der auf einem Strohkranz ruhenden Retorte die dazu geeignetste, gewöhnlich schräge Lage giebt, wie bei Fig. 94, und von Zeit zu Zeit durch Drehen und Schütteln die Substanz an ihre richtige Stelle bringt. Der Trichter muss völlig glatt und trocken, wo möglich warm sein, damit nichts an ihm haften bleibt. Nach beendigter Eintragung bemüht man sich, der Substanz durch leichtes Schütteln eine ebene Oberfläche zu geben, welche derjenigen Horizontale entspricht, die von der in's Sandbad gelegten Retorte eingenommen werden soll; darauf reinigt man nöthigenfalls den Hals und die obere Wölbung der Retorte mit Federfahnen, Pinsel, Rundbürste, weichem Leder oder Fliesspapier, die man an einem biegsamen Rohrstöckchen, Fischbein u. dgl. befestigt hat, wohl besorgt, durch diese Körper nicht etwa selbst eine Verunreinigung herbeizuführen. Reinigung auf nassem Wege, durch Wasser oder Spiritus, mittelst der Spritzflasche kann, wo sie nicht durch andere Rücksichten ausgeschlossen ist, nur empfohlen werden. — Flüssigkeiten trägt man

Fig. 94.

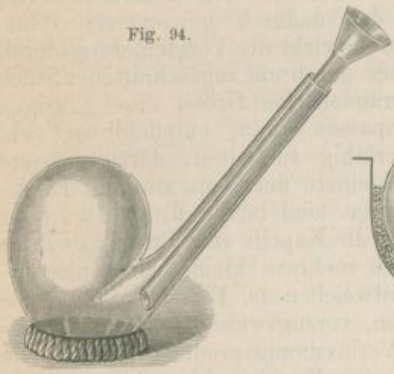
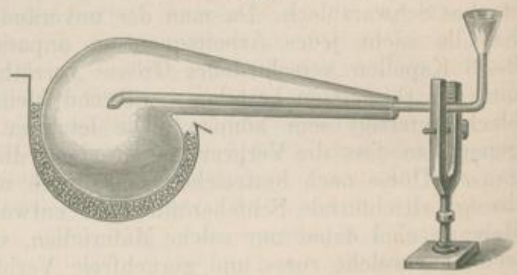


Fig. 95.



gewöhnlich erst ein, nachdem das Einlegen des Gefässes in das Sandbad stattgefunden hat. Letzteres geschieht in der Weise, dass man den Boden der Kapelle 2—3 cm hoch mit gesiebtem, trocknem Sande (S. 86) bedeckt, das trockne Gefäss aufsetzt und, um ihm den nöthigen Halt zu geben, etwas Sand, unter Vermeidung des Stäubens, nachschüttet; der Kolben steht dann bald fest, die Retorte muss man gewöhnlich am Halse unterstützen, damit sie nicht um- oder überkippt. Nach Umständen kann die Flüssigkeit auf einmal oder in Pausen und auch dann wieder rasch oder langsam eingetragen werden. Im ersten Fall giesst man sie in den Kolben mit Hülfe eines langen Trichters oder lässt sie am Halse herunterlaufen, um das Spritzen zu vermindern; durch den Hals der Retorte bringt man sie am besten mittelst des, durch eine Klemmvorrichtung festgestellten Retortentrichters, welcher in einen sehr kurzen, abwärts gebogenen Schnabel ausläuft (Fig. 95); nachdem dieser Trichter gut abgetropft ist, dreht man ihn halb um, so dass die noch etwa am Schnabel sich sammelnde Flüssigkeit zurückläuft, und zieht ihn vorsichtig so heraus, dass kein Tropfen am Halse abgestreift wird. Ist die Retorte tubulirt, so kann man die Flüssigkeit durch ein bis fast zum Boden reichendes Trichterrohr eingiessen, niemals durch einen kurzen Trichter,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0108-8

um ein Bespritzen von Hals und Obertheil zu verhüten. Sobald alle Flüssigkeit eingetragen ist, giebt man der Retorte ihre richtige Lage und umschüttet sie mit der angemessenen Menge trockenen, gesiebten Sandes, immer besorgt, dass dieser nirgends einen Hohlraum lässt. In derselben Weise wird auch der Kolben umschüttet; bei beiderlei Gefässen kann dies von Anfang an geschehen, wenn die Flüssigkeit in Pausen eingetragen werden muss, wie namentlich bei Austreibung flüchtiger Säuren aus ihren Verbindungen oder bei Darstellung von Aether. Man setzt in solchen Fällen den ganzen Destillirapparat vollständig fertig zusammen, führt durch die Tubulatur einen Sicherheitstrichter ein, und lässt durch diesen die Flüssigkeit einfliessen, am sichersten und bequemsten aus einem, mit gut regulirbarem Ausflusshahn versehenen, fest aufgestellten Gefässe.

Bei der Erhitzung im Sandbade hat man sich immer zu vergegenwärtigen, dass einerseits Sand und Glas ziemlich schlechte Wärmeleiter sind, anderseits eine, dem Nutzeffect gegenüber sehr grosse Masse an Glas, Sand, Kapellen- und namentlich Ofenmaterial mit erhitzt werden muss, dass also die Hitze nur langsam auf die zu destillirende Substanz übertragen werden kann, dagegen auch sehr lange nach Beseitigung des Feuers noch nachwirkt. Lässt man sich nun durch den anscheinend langsamen Erfolg verleiten, das Feuer zu sehr zu steigern, oder unterbricht man es nicht zeitig genug vor Beendigung der Destillation, so kann die in beiden Fällen eintretende, im letzteren aber wenigstens auf den Destillationsrückstand oder die nahezu entleerten Gefässe beschränkte Ueberhitzung die nachtheiligsten Folgen herbeiführen. So kann z. B. eine so stürmische Gas- oder Dampfentwickelung eintreten, dass die Absorption und Verdichtung nur unvollständig ermöglicht wird; die erhitzte Flüssigkeit selbst kann übersteigen und wenn sie feste Substanzen mit sich führt, durch diese Hals und Kühlvorrichtung verstopfen; in allen diesen Fällen ist die theilweise oder völlige Sprengung des Apparates in jedem Augenblick zu erwarten, und können die dann frei ausströmenden, oft ätzenden oder entzündlichen Dämpfe den mannichfachsten Schaden stiften. Ebenso ist es möglich, dass organische Stoffe, z. B. essigsaure Salze, stellenweise nicht durch die zugesetzte Säure, sondern, ehe sich diese noch völlig durchgearbeitet hat, durch die Hitze zersetzt werden und demzufolge unverdichtbare, entzündliche Gase entwickeln. Rechtzeitig angewandte Gegenmittel können wenigstens das Schlimmste abwenden; vor allem entferne man alles Feuer aus dem Ofen und lasse dann alle Ofenthüren und etwaigen Rauchklappen weit offen; wo Entzündungsgefahr vorliegt, lösche man auch alles Licht und entferne leicht Entzündliches; dann beseitige man so viel als möglich mit grosser Vorsicht den heissen Sand und ersetze ihn ebenso vorsichtig durch trockenen und kalten; man führe einen trockenen und kalten Luftstrom, etwa mittelst Blasebalg, auf die obere Wölbung des erhitzten Gefässes und lasse auf den Kühlapparat die Kühlung so stark als möglich einwirken. Die das Sicherheitsrohr sperrende Flüssigkeit, häufig aus Schwefelsäure bestehend, wird bei solcher Gelegenheit gewöhnlich herausgeschleudert; sie kann nur selten durch eine gleiche oder eine indifferente Flüssigkeit, bisweilen mit Erfolg durch metallisches Quecksilber ersetzt werden. — Man hat hiernach allen Grund, die Erhitzung vorsichtig einzuleiten und ihren Fortgang sorgsam zu überwachen, auch die Feuerung sofort zu entfernen, sobald die etwa stattfindende Gasentwickelung sich rasch steigert oder gar stürmisch

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0109-6

wird, sobald die Dampfbildung eine zunehmend rasche Erwärmung der bis dahin kalten Theile veranlasst, und sobald sich die ersten Anzeichen des beginnenden Kochens wahrnehmen lassen. Ist dann unter Nachwirkung der erhitzten Ofen- und Kapellenwände die Destillation in ruhigen Gang gekommen, so wird, unter nun wesentlich verminderter Gefahr, die Feuerung wieder eingeleitet. Bis zu welchem Zeitpunkte dieselbe fortzusetzen ist, hängt wesentlich von dem jedesmaligen Zweck der Destillation ab. Derselbe kann darin liegen, im Wesentlichen nur ein Gas auszutreiben, wie Chlorwasserstoff aus Kochsalz; oder leicht flüchtige Säuren, die durch minder flüchtige aus ihren Salzen abgeschieden sind, überzudestilliren, wie Essig- und Salpetersäure; oder zugleich eine weitergehende Zersetzung herbeizuführen, wie bei Aceton und rauchender Salpetersäure; oder die Spaltung eines Körpers unter Mitwirkung der Wärme herbeizuführen, so lange der Erfolg lohnend ist, wie bei Darstellung von Aether; oder eine Flüssigkeit zu reinigen, vielleicht unter gleichzeitiger Verstärkung oder mehr und minder vollständiger Zerlegung in ihre näheren Bestandtheile, ein Verfahren, dem man die Bezeichnung Rectification zu geben pflegt.

Bei einer mit Gasentwickelung verbundenen Destillation schaltet man höchst zweckmässig eine Waschflasche ein, welche keinesweges nur zur Reinigung des Gases, sondern wesentlich auch zur Beobachtung und Beurtheilung des Verlaufes dient: nachdem die Waschflüssigkeit für die bestehenden Druck- und Temperaturverhältnisse mit Gas gesättigt ist, geht jede weitere Gasblase unabsorbirt hindurch, lässt also den Entwickelungsgang auf's deutlichste wahrnehmen. Neigt sich derselbe bei gleichbleibender Feuerung dem Ende zu, so wird er ungleichmässiger und unruhiger, erzeugt sogar öfter ein zuvor nicht beobachtetes, auf die verminderte Absorption zurückzuführendes Geräusch; die Flüssigkeit, welche bisher aus den Gasleitungsröhren dauernd herausgedrückt ward, beginnt nun von unten in sie einzutreten und zeigt darin immer zunehmende Schwankungen; dagegen wird die Flüssigkeit in einem, durch die Tubulatur der Waschflasche eingeführten Sicherheitsrohre, dem verminderten Gegendruck entsprechend, herabgedrückt, so dass endlich Luftblasen durch dasselbe eintreten, gleichzeitig mit Dampfblasen aus dem Destillationsgefäss, bis auch diese schliesslich, trotz fortdauernden Siedens des Destillationsrückstandes, nicht mehr bis in die Waschflasche gelangen. Nun muss ohne Zögern die Verbindung zwischen Waschflasche und Destillations- (und Absorptions-) Gefäss aufgehoben oder der atmosphärischen Luft Zutritt zu dem letzteren (und der Waschflasche) verschafft werden, um das Zurücksteigen der Flüssigkeit nach Destillationsgefäss (und Waschflasche) zu verhindern. Ganz ähnliche Erscheinungen können begreiflicherweise eintreten, wenn man **vorzeitig** die Temperatur vermindert. Zu sonstiger Beurtheilung dient das Aussehen des Destillationsrückstandes, seine zunehmende Gleichmässigkeit und Klärung bei ruhigem Kochen unter Auflösung der etwa noch umherschwimmenden Salztheilchen, wie auch die zunehmende Erwärmung der frei liegenden Glastheile, der Leitungsröhren und der Waschflasche durch die, bei normalem Verfahren erst gegen Ende der Operation sich reichlicher entwickelnden Wasserdämpfe.

Bei Destillation von Essig- und Salpetersäure kommt es auf die betreffende Salzbasis und den beabsichtigten oder zu ermöglichenden Concentrationsgrad des Destillates an, wie der ganze Verlauf und sein

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0110-7

Abschluss sich gestaltet. Wird das Destillat fractionsweise aufgefangen, so lässt sich aus seiner Menge und Beschaffenheit mit Leichtigkeit, zweckmässigerweise unter Vergleichung mit der theoretischen Ausbeute, folgern, wie weit die Operation vorgeschritten und wann ihre Beendigung zu erwarten ist. Nur annähernd lassen sich diese Folgerungen aus dem Volumen des Destillates ziehen, das in einer, zugleich als Kühler dienenden Vorlage gemeinschaftlich gesammelt wird. Zusammensintern, Schmelzen oder Lösung des Destillationsrückstandes, verringerte Dampfbildung bei gleich bleibender Hitze, selteneres Auftreten zu Tropfen condensirter Dämpfe in auf einander folgenden gleichen Zeiträumen sind Symptome des nahen Endes.

Die Destillation von Aceton und rauchender Salpetersäure wird fortgesetzt, bis die Entwickelung nicht condensirbarer Gase, die man mittelst eines eingeschalteten Sicherheitsröhrchens beobachten kann, sich merklich verringert; die Destillation von Aether unter Nachlauf von Spiritus so lange, als der Erfolg noch lohnt, d. h. so lange das Destillat beim Schütteln mit seinem gleichen Volumen Wasser wenigstens noch 30 Volumprocent Aether abscheidet; nach Unterbrechung des Spirituszulaufes kocht dann die Flüssigkeit noch eine längere Zeit fort und giebt noch ein nicht unerhebliches Destillat mit reichlicherem Aethergehalt.

Die Rectification von Flüssigkeiten bezweckt ihre Befreiung von quantitativ unerheblichen Verunreinigungen oder ihre Concentration unter mehr oder minder vollständiger Abscheidung beigemischter Stoffe von abweichendem Siedepunkt. Das Ergebniss ist ein sehr verschiedenes, indem die Verunreinigungen bald leichter, bald schwerer, bald gar nicht flüchtig sind, und indem das gewünschte Product in der verlangten Concentration mehr im Anfang oder mehr gegen Ende der Destillation gewonnen wird. Hiernach richtet sich auch wesentlich der Zeitpunkt, bis zu welchem die Destillation fortgesetzt werden muss. Beispielsweise gehen die Verunreinigungen der Salpetersäure an Chlor, Brom und Jod hauptsächlich im Anfang, die des Chloroforms und Aethers an fremden Halogenverbindungen und Spiritus hauptsächlich gegen Ende der Destillation, die der Schwefelsäure an Blei- oder Kaliumsulfat gar nicht über; Aether, Spiritus, höchst concentrirte Salpetersäure geben zu Anfang die reichhaltigsten Destillate; bei Essigäther, Essigsäure, wasserhaltiger Salpetersäure verstärkt sich das Destillat gegen Ende immer mehr und gewinnt dadurch an Werth; bei Schwefelsäure geht erst eine wässrige Säure über, dann tritt ein längerer Stillstand ein, während dessen die rückständige, hochconcentrirte Säure die zu ihrer Verflüchtigung erforderliche höhere Temperatur annimmt, und hierauf erst beginnt die Destillation von Neuem. — Wo man wegen des überwiegenden Werthes der letzten Antheile die Rectification bis zur Trockne fortsetzen muss, soll dies doch zur Schonung der Gefässe und um nicht neue Verunreinigungen durch etwaige, in trockner Hitze flüchtige oder zersetzbare, im Destillationsrückstand enthaltene fremde Stoffe herbeizuführen, unter möglichster Reduction des Feuers geschehen, das namentlich von der Sandkapelle je nach deren Grösse, wie der Menge und Art der Substanz schon eine halbe bis zwei Stunden vor dem Trockenwerden zu entfernen ist. Schwefelsäure und Quecksilber destillirt man nicht bis zur Trockne.

Eine keinesweges leichte Aufgabe ist die Entleerung der Kolben und besonders der Retorten nach beendeter Destillation. Flüssige Rückstände, die selten von grossem Belang sind, lässt man im Wasser-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0111-3

oder Sandbade erkalten und giesst dann erst unter vorsichtiger Neigung und Vermeidung des Spritzens aus, da beim heissen Ausgiessen, von anderen Umständen abgesehen, leicht der gläserne Hals springen könnte; ist der Rückstand bedeutend oder von eingreifender Wirkung, wie z. B. nach Destillation von Aether aus Schwefelsäure und Spiritus, so entfernt man ihn besser mit Hülfe des umgebogenen, gefüllten, niemals durch direktes Ansaugen zu füllenden Hebers (S. 38). — Bei schon in der Hitze festen Rückständen, wie Kaliumsulfat und Bisulfat, die man mit der Kapelle erkalten lässt, hat man zu überlegen, welchen Werth diese Salze haben, wenn man sie unter Zertrümmerung der Retorte als Ganzes gewinnt, oder welchen Werth die Retorte besitzt, deren Erhaltung immer zweifelhaft und die eventuell dadurch zu versuchen ist, dass man das Salz, unter Verzichtleistung auf seine Wiedergewinnung, durch ganze Ströme warmen oder kalten Wassers fortwäscht. Am besten gelingt dies noch in der Weise, dass man das Gefäss in derselben Lage, welche es in der Kapelle hatte, nach deren vollständigem Erkalten auf einen Strohkranz stellt, einen, nach Umständen gebogenen Trichter bis nahe an die Oberfläche der Salzmasse führt und laufendes, kaltes oder mässig warmes Wasser, z. B. warm ablaufendes Kühlwasser, dauernd hineinleitet, indem man die erzeugte dünne Lösung weglaufen lässt. Jede Bewegung des Gefässes, die ein Rutschen des schweren Salzkuchens bewirken kann, ist gefährlich, und die Gefahr steigert sich in dem Maasse, als der Kuchen durch Ablösung von der Glasmasse beweglicher wird. Kann man den abgelösten Kuchenrest bis an die Grenze von Hals und Bauch bringen, so bleibt nur noch wenig Gefahr; man stellt dann den Hals stark geneigt oder senkrecht in ein Gefäss mit Wasser, so dass letzteres den Kuchen umspült, und überlässt das Ganze ruhig sich selbst, bis der letzte Rest gelöst oder herausgefallen ist. — Ist der Rückstand in der Wärme halbflüssig, aber zum theilweisen oder gänzlichen Erstarren oder Krystallisiren beim Erkalten geneigt, so lässt man ihn langsam auf etwa 80, 60, 40°, je nach Umständen, abkühlen, und trägt erst langsam, dann allmählig schneller, Wasser von annähernd gleicher Temperatur ein, indem man mittelst eines Rohrstöckchens oder dünnwandigen Glasrohres oder durch sehr vorsichtiges Umschwenken den Inhalt des Gefässes zu mischen sucht. Man giesst nicht mehr Wasser ein, als nöthig, sucht aber das Gemisch im noch lauwarmen Zustande durch Ausgiessen oder Abheben, nöthigenfalls unter Zusatz von neuem warmem Wasser, zu beseitigen. Dieses Verfahren glückt regelmässig und führt rasch zum Ziele.

Die Destillation aus der mit Helm und Kühlvorrichtung versehenen Destillirblase beschränkt sich zwar auf Stoffe, die weder das Kupfer noch das Zinn angreifen, noch ihrerseits davon in den nutzbaren Endproducten verunreinigt werden können, ist aber doch nach der Natur dieser Stoffe und der benutzten Wärmequelle eine sehr mannichfache. Vorzugsweise handelt es sich hier um Darstellung von einfachem destillirtem Wasser; um Rectification von Spiritus und Aether, sowie um deren Wiedergewinnung aus den entsprechenden, zur Extractbereitung bestimmten flüssigen Auszügen und festen Extractions-Rückständen; um Darstellung aromatischer Wässer und Spirituosen, wie auch ätherischer Oele, selten noch um Erzeugung eigentlich chemischer Präparate, wie Chloroform. Die dafür zu Gebote stehenden Wärmequellen sind vorzugsweise die direkte Feuerung, das Wasser- und das Dampfbad,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0112-9

sowie der, gewöhnlich in einem besonderen Gefäss erzeugte und in die Destillirblase geleitete Wasserdampf.

Allgemeine Regeln für Vornahme solcher Destillationen sind folgende: Die Destillirblase oder die etwa statt ihrer dienenden Einsatzgefässe nebst Helm und Kühlgeräthen sind, auch wenn sie sich anscheinend rein und geruchfrei zeigen, mit reichlichem reinem Wasser sorgfältig auszuspülen; ist hiernach an einem oder mehreren der genannten Theile Geruch wahrnehmbar, so muss er durch heisses Wasser, besser durch mässig gespannten Dampf beseitigt werden. Man füllt zu dem Ende die Blase zur Hälfte oder mehr mit reinem Wasser, verbindet sie dampfdicht, unter Verschraubung, mit Helm und Kühlrohr, lässt alles Kühlwasser ablaufen, bringt durch lebhaftes Feuer zum Kochen, lässt den unverdichteten Dampf unter einiger Spannung den ganzen Apparat 10, 20, 30 Minuten lang durchstreichen, fängt in Pausen etwas davon in einem reinen Porzellantopf auf und prüft diesen gleich darauf durch den Geruch. Sobald daran nichts Fremdartiges mehr wahrzunehmen ist, lässt man wieder Kühlwasser zu, fängt das Uebergehende als destillirtes Wasser auf und setzt, falls es sich um dieses handelt, die Destillation fort oder lässt anderen Falles das Feuer ausgehen. — In die gereinigte, nöthigenfalls ausgetrocknete Blase bringt man die zu destillirende Flüssigkeit, mit ihren etwaigen Zusätzen gut durchmischt, in vorschriftsmässiger oder bekannter Menge ein; die Blase soll davon in der Regel nicht weiter als zu etwa $^3/_4$ gefüllt werden, um der Flüssigkeit den zur Ausdehnung und Dampfbildung nöthigen Raum zu geben und ein Uebersteigen beim Kochen zu vermeiden; in einzelnen Fällen, z. B. bei Darstellung von Bittermandelwasser und Chloroform, sowie bei Rectification von Aether und ätherischen Oelen lässt man gern noch etwas mehr Dampfraum frei, bedeutend mehr aber noch, wenn die Erhitzung durch direkt eingeleiteten Dampf erfolgt. — Wo die in die Blase zu bringende Flüssigkeitsmenge dem Ermessen des Laboranten anheimgestellt ist, soll sie nicht grösser sein, als der eben vorliegende Zweck erheischt, aber auch so gross, dass bei Beendigung der Destillation noch eine hinreichende Menge von Flüssigkeit zurückbleibt, um ein Anbrennen des flüssigen oder auch theilweise festen Restes zu verhindern. Unter allen Umständen soll die in die Blase gebrachte Flüssigkeitsmenge nach Maass oder Gewicht bekannt sein, um aus der Menge des Destillates diejenige des Rückstandes jederzeit berechnen zu können. Destillationen, die bis zur Trockne zu treiben sind, dürfen niemals über freiem Feuer, sondern immer nur im Wasser- oder Dampfbade vorgenommen werden. — Nach Verbindung der Blase mit dem Kühlapparat überzeuge man sich, dass das nöthige Kühlwasser vorhanden ist und es auch an dem erforderlichen Ersatz nicht fehlt, verbinde das Ablaufrohr ordnungsmässig mit der nach Gewicht und Volumen bekannten Vorlage (S. 78), und beginne die Feuerung. — Der zugehörige Ofen soll so construirt sein, dass nur der Boden der Blase nebst dem unteren Theil ihrer Seitenwandung dem direkten Feuer ausgesetzt, der obere, von Anfang an oder im Verlauf der Arbeit von Flüssigkeit entblösste Theil der Seitenwandung aber davor geschützt ist, damit er keine Ueberhitzung erleide, vielleicht gar das Destillat demzufolge mit brenzlichen Stoffen verunreinige. Wo letzteres irgend zu befürchten ist, vermeidet man gern Brennmaterial, welches lange Flammen giebt, unterhält auch allgemein ein nur gelindes Feuer, welches sofort gemässigt werden muss, sobald die ersten Anzeichen der bald beginnenden Destillation zu bemerken sind.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0113-5

Abgesehen von der nur ausnahmsweise vorkommenden Einführung und Beobachtung des Thermometers ergeben sie sich aus der verhältnissmässig rasch steigenden Temperatur des Helmes, des Helmrohres und etwaiger Verbindungsstücke mit dem Kühlapparat; aus Bildung einzelner Tropfen Destillat, die einander bald rascher folgen; und bei wohl allen riechenden Substanzen daraus, dass sich deren eigenthümlicher Geruch plötzlich im Raum verbreitet. Bei Beginn des Kochens nämlich findet eine reichliche Entwickelung von Luftbläschen aus der, der Destillation unterworfenen festen Substanz, oft wohl auch aus der Flüssigkeit selbst, zugleich auch eine Austreibung der atmosphärischen Luft aus dem Apparat statt; diese Luft aber entweicht, als nicht condensirbar, in den Raum und bildet den Träger für die darin suspendirten Riechstoffe. Es erklärt sich hieraus zugleich das mit dem Beginn des Kochens verbundene, plötzliche Aufschäumen des Blaseninhaltes, das sich so leicht bis zum Uebersteigen erhöht, wenn man nicht rechtzeitig das Feuer gemässigt und dadurch den erwähnten Process verlangsamt hat. Ein anderer, bisher wenig beachteter Umstand tritt noch hinzu: die Dämpfe, welche eben erst unter einer, wenn auch noch so geringen Spannung jene Luft vor sich hergetrieben haben, gelangen unmittelbar danach in den Kühlapparat, wo ihre Condensation erfolgt und demgemäss ein verdünnter Raum entsteht, wie sich deutlich daraus ergiebt, dass jetzt durch das Ablaufrohr mit ziemlicher Lebhaftigkeit Luft in den Kühlapparat strömt; die Luftverdünnung steigert die Dampfentwickelung und das Aufwallen des Blaseninhaltes, begünstigt also ebenfalls das anfängliche Uebersteigen. Hat letzteres einmal stattgefunden und ist dadurch nicht etwa die ganze Arbeit verdorben, so bleibt nichts übrig, als sofort das Feuer zu entfernen, nach kurzem Verkühlen den Helm abzunehmen, die Blase anderweitig gut zu schliessen, Helm und Kühlapparat nebst Vorlage rasch und sorgfältig zu reinigen, das Uebergegangene in die Blase zurückzugiessen, letztere durch den Helm wieder mit dem Kühler zu verbinden und die Feuerung nochmals in Gang zu setzen. Die einmal in normaler Weise begonnene Destillation ist bei regelmässigem, gelindem Feuer ohne Unterbrechung zu Ende zu führen. — Die Beendigung der Arbeit ist, weil man über freiem Feuer niemals bis zur Trockne destillirt, hier nur mittelbar zu erkennen und zwar aus dem vorgeschriebenen oder durch die Umstände gebotenen Maass und Gewicht des Destillates oder aus seinem Gehalt an nutzbaren Stoffen, wie Aether, Spiritus, Chloroform, ätherische Oele. Hat die Blase einen Wasserstandszeiger, was aber nur bei den eingemauerten der Fall zu sein pflegt, so kann man die Menge des flüssigen Rückstandes auch direkt beobachten, vorausgesetzt, dass keine etwaigen festen, die Circulation hemmenden Stoffe die Angaben des Zeigers unrichtig machen. — Nach beendigter Destillation nimmt man sobald als thunlich die Reinigung des ganzen Apparates, nöthigenfalls unter Auskochen wie oben (S. 93) vor, theils um die noch vorhandene Ofenwärme auszunutzen, hauptsächlich um den Apparat gleich wieder zu jeder folgenden Operation bereit zu haben, zumal manche Riechstoffe viel leichter gleich nach der Destillation als später zu beseitigen sind, nachdem sie sich an der Luft oxydirt und verharzt haben. — Eine besondere Rücksicht ist der Abkühlung der Dämpfe zu widmen. Unter allen Umständen muss dieselbe eine so vollkommene sein, dass kein unverdichteter Dampf entweicht, auch soll das Destillat nicht merklich warm ablaufen; doch hat man in einzelnen

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0114-1

Fällen, wo schon bei einer mittleren Temperatur die Abscheidung schwerflüssiger, starrer oder krystallinischer Stoffe aus den Dämpfen möglich ist, darauf zu achten, dass die Kühlung auch nicht zu stark wirkt, so bei den wässrigen Destillaten aus Kamillen, Rosenblättern, Anis, Fenchel, Petersilie.

Aus dem Wasser- oder Dampfbade kann man rein wässrige Destillate oder solche von noch höherem Siedepunkt natürlich nur dann gewinnen, wenn diese Bäder die geeignete, um einige Grade höhere Temperatur besitzen. Oft findet man aber, als Zubehör der sog. Dampfapparate, Einrichtungen, welche die Destillation auch solcher Flüssigkeiten aus dem Wasserbade ermöglichen sollen, und zwar unter Einleitung von Dampf, der sich aus dem nämlichen Wasserbade entwickelt. Da hier keine Abkühlung des in das Wasserbad eingesetzten Destillationsgefässes nach aussen stattfindet, condensiren sich auch die hineingeleiteten Dämpfe nur in geringem Grade, bedürfen also nur eine geringe, natürlich auch in dem zugehörigen Wasserbade selbst herrschende Spannung, um das verlangte Destillat zu gewinnen. — Gewöhnlich bedient man sich des Wasser- oder Dampfbades nur, um von spirituösen oder ätherischen Auszügen bei mässiger Wärme, die auch dem Rückstand nicht schadet, den grössten Theil des Lösungsmittels wieder abzuziehen. Der Siedepunkt des Wassers bei gewöhnlichem Druck bezeichnet hier die äusserste Grenze der Erhitzung, bis zu welcher man es im Interesse des Rückstandes besser nicht treibt, zumal die letzten Reste von Spiritus und oft auch von Aether doch erst an freier Luft auszutreiben sind. — Bisweilen destillirt man auch die aromatischen Spirituosen aus dem Wasserbade ab, wobei man die vorgeschriebenen Mengen der sämmtlichen Ingredienzien mit Einschluss des Wassers und die Menge des Destillates genau innezuhalten, aber keinen direkten Dampf einzuleiten hat.

Die Destillation mittelst gespannter Dämpfe, welche in einem anderen Apparat erzeugt und direkt in das Destillationsgefäss geleitet werden, kann, so werthvoll sie für die Technik ist, für das pharmaceutische Laboratorium doch nur in einigen wenigen Fällen, z. B. zur Darstellung des Bittermandelwassers oder zur Wiedergewinnung von Spiritus und Aether aus den Pressrückständen der Extracte, empfohlen werden. Die Spannung nämlich, welche man in diesen Laboratorien den Dämpfen zu geben pflegt und zu geben liebt, ist in der Regel, zur Vermeidung polizeilicher Sicherungsmassregeln, eine sehr geringe; daher findet eine sehr starke Dampfcondensation und entsprechende Vermehrung des Blaseninhaltes statt, bevor derselbe so weit erhitzt ist, dass die Destillation in Gang kommt. Es handelt sich ferner hier fast ausschliesslich um die Darstellung der sog. aromatischen Wässer und Spirituosen, selten um Darstellung oder Rectification ätherischer Oele. Zu den aromatischen Wässern und Spirituosen wird gewöhnlich eine verhältnissmässig geringe Menge fester Substanz gebraucht, deren dünne Schicht dem einströmenden Dampf sehr wenig Widerstand bietet, so dass von einer Sättigung dieses Dampfes mit anderen flüchtigen Stoffen bei der Schnelligkeit, mit welcher er, vielleicht noch in sehr ungenügender Vertheilung, hindurchstreicht, kaum die Rede sein kann, da sich wohl ganz unvermeidlich den aus dem Blaseninhalt erzeugten Dämpfen eine grosse Menge freier Dampf beimischen und verdünnend wirken muss. Man kann diese nachhaltige Wirkung sehr deutlich an den, auf diese Weise hergestellten sog. spirituösen Wässern und Spiritusdestillaten sehen, welche bei sonst gleichen Ver-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0115-6

hältnissen hier viel weniger Alkohol enthalten, als bei Destillation durch direktes Feuer, weil im letzteren Fall fast aller Alkohol in das Destillat übergeht, im anderen ein grosser Theil davon im Rückstande bleibt, der ja durch das Condensationswasser erheblich verdünnt ist. Die Destillation ätherischer Oele kommt in den Apotheken, als völlig unlohnend, fast gar nicht mehr vor, und die höchst seltenen Rectificationen nimmt man bei den kleinen Mengen, um die es sich gewöhnlich handelt, besser aus der Retorte vor.

Rectificationen von Spiritus und Aether im grösseren Massstabe können ebenso gut über direktem Feuer wie im Wasserbade, am besten mit eingesenktem Thermometer, vorgenommen werden. Nur versäume man dabei nie, sich zuvor von der Zuverlässigkeit der Apparate, namentlich der vollkommenen Dichtigkeit der Blase, sorgfältig zu überzeugen, die Feuerung auf das Vorsichtigste zu leiten und für starke Kühlung zu sorgen. Der Destillation des Chloroforms aus einem Gemenge von Chlorkalk, Wasser und Spiritus in einer davon nur zu $^2/_3$ oder $^3/_4$ gefüllten Blase sei hier nur als einer Arbeit erwähnt, welche auf das Interessanteste anschaulich macht, wie ein chemischer Process durch die Zeitdauer, während deren die Agentien mit einander in Berührung sind, wie durch die Wärme, welcher man sie dabei aussetzt, eingeleitet und gefördert werden kann, und wie dabei eine Verlängerung der Zeit die Herabsetzung des Wärmegrades bedingt oder gestattet, eine Erhöhung der Wärme dagegen durch eine Verkürzung der Zeit ausgeglichen wird. Vgl. darüber Hirsch, Archiv der Pharmacie Bd. 157, S. 137—153.

Die Sublimation.

Die **Sublimation** bezweckt, wie die Destillation, die Trennung flüchtiger Körper von nicht oder minder flüchtigen; der Unterschied zwischen beiden Operationen liegt wesentlich nur darin, dass es sich bei der Destillation fast ausschliesslich um flüssige, bei der Sublimation um bei gewöhnlicher Temperatur feste Körper handelt. In der Pharmacie finden heutzutage nur einige wenige Sublimate organischer und anorganischer Abstammung Verwendung, z. B. Benzoë-, Pyrogallus- und Bernsteinsäure, Campher, Ammonium-Carbonat und -Chlorid, Quecksilber-Chlorür und -Chlorid, Eisen- und Antimonchlorid, Jod, Schwefel, Arsen u. a. Auch diese sind zu fast ausschliesslich technischen Producten geworden, und während man vor einigen Jahrzehnten wenigstens noch die genannten Säuren, Quecksilber-, Eisen- und Antimon-Präparate in vielen pharmaceutischen Laboratorien herstellte, gehört jetzt kaum noch die Benzoësäure zu den selbst bereiteten Sublimaten. Es genügt daher hier wohl, hinsichtlich des Sublimations-Verfahrens im Allgemeinen darauf hinzuweisen, dass die zu sublimirenden Stoffe von ungehöriger Feuchtigkeit und fremden flüchtigen oder durch Hitze zersetzbaren Substanzen möglichst frei sein, in völlig trockenen und hinreichend widerstandsfähigen, ihrer Natur angemessenen Gefässen einer allmählig zu steigernden Hitze ausgesetzt werden und dass diese Gefässe mit den zur Aufnahme des Sublimates bestimmten Gefässen in einer Weise verbunden sein müssen, welche der Luft und etwaigen unverdichtbaren Antheilen den unerlässlichen Ausweg gestattet. Das zur Verflüchtigung der Substanz und das zu ihrer Wiederverdichtung bestimmte Gefäss liegen einander gewöhnlich sehr nahe,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0116-2

sind sogar bisweilen nur Theile ein und desselben Gefässes, wovon der eine, untere erhitzt, der andere, obere, nur lose verschlossene durch die Luft abgekühlt wird. Künstliche Kühlung ist bei Sublimationen im kleinen Massstab fast niemals erforderlich; doch kann es bei der Benzoësäure begegnen, dass das in der Nähe der Wärmequelle sich ablagernde Sublimat zusammenschmilzt und von der, gewöhnlich zur Verdichtung dienenden, porösen Pappen- oder Papiersubstanz aufgesaugt wird, welchen Uebelstand man durch vorsichtige Regulirung der Temperatur und dadurch vermeidet, dass man nöthigenfalls dem Verdichtungsapparat einen doppelten Boden giebt oder zwischen ihn und die Wärmequelle ein eisernes Schutzblech einschiebt. — Die Temperatur der der Sublimation unterzogenen Masse ist schwierig direkt zu bestimmen, namentlich wenn dieselbe unschmelzbar ist; doch lässt sich der Verlauf der Operation meistens ohne besondere Mühe darnach beurtheilen, ob das Sublimat rasch genug zunimmt oder ob es theilweise unverdichtet entweicht. Letzteres würde stets auf Ueberhitzung oder ungenügende Abkühlung hinweisen, und sofortige Mässigung des Feuers bedingen. Ist etwa die Ueberhitzung beabsichtigt, um ein mit Brenzproducten beladenes Sublimat zu erhalten, so ist für ausreichende Kühlung besonders zu sorgen, um Verlust durch Verdampfung zu verhindern. Nicht selten wird bei Sublimationen der Fehler begangen, dass man zu stark, aber nicht genügend lange erhitzt, auch den Apparat zu zeitig, d. h. wenn er theilweise noch heiss ist, auseinandernimmt, und die nöthige Vorsicht vor Einathmen giftiger Dämpfe, sowohl beim normalen Betriebe wie bei etwaiger Beschädigung oder Zertrümmerung des Apparates, ausser Acht lässt. Die Sublimation der Benzoësäure, die unter normalen Verhältnissen und ziemlich unabhängig von dem Durchmesser des immer nur in dünner Schicht mit Benzoëharz zu beschickenden Sublimationsgefässes gegen 6 Stunden gelinder Feuerung erfordert, kann als beendet gelten, wenn bei gleichmässiger Hitze aus einer kleinen Oeffnung, die man im Deckel des Verdichtungsapparates angebracht hat und die man für gewöhnlich verschlossen hält, kein Säuredampf und kein Luftstrom mehr aufsteigt.

Trennung durch Zersetzung.

Die **Zersetzung** chemischer Verbindungen kann erfolgen zunächst durch Einfluss der sog. Imponderabilien: Wärme, Licht und Electricität; ferner durch den Zutritt der atmosphärischen Luft vermöge ihres Gehaltes an Sauerstoff, Wasserdampf, Kohlensäure, Ammoniak und anderen, mehr zufälligen Bestandtheilen; schliesslich durch absichtlichen Zusatz anderer, chemisch einwirkender Substanzen. Sehr häufig ist die Zersetzung von gleichzeitiger Neubildung anderer Verbindungen begleitet. Die Resultate der Zersetzung treten in den drei verschiedenen Aggregatzuständen auf, namentlich im gasförmigen und festen, selten dagegen und nur ausnahmsweise unmittelbar erkennbar im flüssigen Zustande; doch können auch die gasförmigen und festen, wenn sie nur in geringer Menge vorhanden sind, sich der Beobachtung dauernd oder für einige Zeit entziehen, indem sie in dem Medium, innerhalb dessen die Zersetzung erfolgte, ohne sinnlich wahrnehmbare Veränderungen aufgelöst bleiben. Zur eigentlichen Erscheinung kommen viele, nicht unmittelbar wahrzunehmende Zersetzungsproducte, namentlich die flüssigen und leicht löslichen, erst durch

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0117-8

Concentration, Erwärmung oder Abkühlung, sei es, dass man ihnen das Lösungsmittel entzieht oder dasselbe durch ein anderes, näher verwandtes und mit jenem nicht mischbares ersetzt, sei es, dass man sie von ihren Beimischungen durch Destillation oder Krystallisation befreit. — In der pharmaceutischen Praxis bedient man sich des Zersetzungsverfahrens zur Darstellung verschiedener Gase, wie Chlor und Kohlensäure; einiger flüssiger Stoffe, die sich gleich als solche ausscheiden, wie Brom und Quecksilber, oder erst durch Destillation isolirt werden müssen, wie mehrere flüchtige Säuren, oder die beim Abdampfen einen festen Rückstand geben, wie die ätzenden Alkalien und einige nicht flüchtige Säuren; zur Ausscheidung vieler Substanzen in alsbald ungelöstem und festem Zustande, wie dies bei allen sog. Fällungen oder Präcipitationen geschieht; sehr vielfach auch bei analytischen Arbeiten. — In welcher Weise die mechanische Abscheidung von Flüssigkeiten, ihre Verdampfung oder Krystallisation, und wie eine zur Abscheidung etwa nöthige Destillation auszuführen ist, ergiebt sich aus den früheren, diese Operationen behandelnden Abschnitten, während das analytische Verfahren in einem späteren Kapitel eingehend besprochen werden wird; es bleiben also hier nur noch diejenigen Zersetzungen zu erörtern, deren Zweck die Entwickelung von Gasen und die Erzeugung von Niederschlägen ist.

Die Gasentwickelung.

Nur einige wenige Gase finden als solche in der Pharmacie und in der Heilkunde Anwendung, so namentlich zu Einathmungen und zu den sog. Gasbädern der Sauerstoff nebst seiner activen Modification, dem Ozon, das Stickoxydul, die Kohlensäure; in Verdünnung mit Luft zu Einathmungen und Räucherungen das Chlor und Brom, die schweflige und salpetrige, nach der französischen Pharmakopöe auch die Bromwasserstoffsäure, bisweilen auch das Ammoniak; in der analytischen Chemie das Wasserstoffgas zum Nachweise von Arsen-, Antimon- und Phosphorverbindungen und als ein sehr vielfach gebrauchtes Reagens das Schwefelwasserstoffgas. — Einige Gase finden hauptsächlich in ihrer wässrigen Lösung Anwendung in theils sehr vereinzelter, theils sehr mannichfacher Richtung, so das Ozon, das Chlor, die Kohlensäure und Cyanwasserstoffsäure, die schweflige Säure, die Chlor- und die Brom-Wasserstoffsäure, das Ammoniak und wesentlich in der Analyse der Schwefelwasserstoff; von manchen Gasen wendet man auch Lösungen in Spiritus an, so von Ammoniak und Cyanwasserstoff, vereinzelt auch in Glycerin, welches von der Schweizer Pharmakopöe zur Lösung der schwefligen Säure empfohlen wird. Die Absorption dieser Gase ist nach den S. 34 aufgestellten Grundsätzen zu bewirken; für ihre Entwickelung bleibt das Nachstehende zu beachten.

Zunächst hat man die Natur des Gases nach verschiedenen Richtungen, namentlich in Bezug darauf zu berücksichtigen, ob es das Material der Gefässe, namentlich Glas, Porzellan, Eisen, Blei, Kupfer angreift oder nicht; ob es schon in kleinen Mengen belästigend, corrodirend, giftig wirkt, oder ob solche Wirkungen erst durch grössere Mengen, im unverdünnten Zustande und unter gewissen Nebenbedingungen eintreten; ob es entzündlich ist und mit atmosphärischer Luft explosive Mischungen geben kann, oder ob es die Verbrennung glimmender und flammender

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0118-4

Substanzen fördert oder unterdrückt; auch in welchem Grade es durch die dazu bestimmten Flüssigkeiten absorbirbar ist. Hiernach ist die Wahl der zur Entwickelung, Reinigung und Aufnahme dienenden Gefässe zu treffen. — Die im freien Zustande aufzubewahrenden Gase werden entweder in comprimirbaren Gefässen und Behältern von Leder, Gummi, gasdicht gemachten Webstoffen, die man durch Zusammendrücken möglichst luftfrei gemacht hat, oder in festen Gefässen von Glas, Blech u. dgl. oder in besonderen Gasometern aufgefangen. Diese festen Gefässe werden, um sie luftfrei zu machen, mit Wasser oder Salzlösungen oder sonstigen, gegen das betreffende Gas möglichst indifferenten, geruchlosen Flüssigkeiten, im kleinen Massstabe auch wohl mit Quecksilber, vollständig gefüllt; in einer pneumatischen Wanne (Fig. 96), welche dieselbe oder eine ähnliche Flüssigkeit enthält, so umgestürzt, dass keine Luft eintreten kann; hierauf durch ein passend gebogenes Rohr das Gas von unten eingeleitet und dadurch die Flüssigkeit verdrängt. Wenn dies fast vollständig geschehen ist, schliesst man das Gefäss noch unter der Sperrflüssigkeit luftdicht ab, indem man es nöthigenfalls sogleich durch ein anderes, ebenso vorgerichtetes, ersetzt, und hebt es in dem umgestürzten Gefäss, dessen Oeffnung zweckmässig von innen noch mit etwas Flüssigkeit bedeckt bleibt, bei einer Temperatur auf, welche von der des Gases zur Zeit der beendeten Füllung nicht sehr erheblich abweicht, damit sich während der Aufbewahrung weder nach aussen noch nach innen ein nachtheiliger Druck bemerkbar macht. Die Einrichtung der sog. Gasometer (Fig. 97) macht nicht nur die pneumatische Wanne entbehrlich, sondern erleichtert auch wesentlich die spätere Benutzung des Gases und sein geregeltes Ausströmen.

Fig. 96.

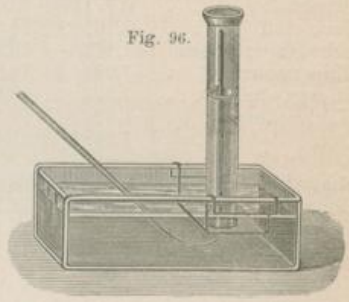


Fig. 97.

Das Gewicht des bei einer chemischen Operation sich entwickelnden Gases lässt sich aus der Menge der angewandten Materialien leicht berechnen; um daraus das Volumen der betreffenden Gasmenge ableiten und danach die Grösse der zur Aufnahme dienenden Gefässe bestimmen zu können, muss man das specifische Gewicht des Gases kennen oder wissen, welches absolute Gewicht ein bestimmtes Volumen davon besitzt. Die folgende Tabelle giebt die zu dieser Umrechnung erforderlichen Werthe für die wichtigsten hierher gehörigen Gase an, bezogen auf die atmosphärische Luft, deren specifisches Gewicht bei der Temperatur von 0° und bei einem Barometerstand von 760 mm = 1 gesetzt ist, und geordnet nach dem specifischen Gewicht der Gase.

Namen der Gase	Bei 0° C. und 760 mm Druck: beträgt das specifische Gewicht	Bei 0° C. und 760 mm Druck: wiegen 10 Liter nach Gramm	
Luft	1,0000	12,93	= 1/773 von dem spec. Gewicht des Wassers, berechnet 0,89605, nach dem in der ersten Colonne angegebenen specifischen Gewicht,
Wasserstoff	0,0693	0,89578	
Ammoniak	0,5895	7,635	berechnet 7,6222
Wasser, gasförmig	0,6234	8,064	„ 8,0606
Stickstoff	0,97137	12,56167	„ 12,5598
Sauerstoff	1,10563	14,3028	„ 14,2958 } desgleichen,
Schwefelwasserstoff	1,177	15,228	„ 15,2186
Chlorwasserstoff	1,26	16,292	„ 16,2918
Stickoxydul	1,524	19,686	„ 19,7053
Kohlensäure	1,524	19,712	„ 19,7053
Ozon	1,6584	21,444	„ nach dem specifischen und absoluten Gewicht des Sauerstoffs,
Schweflige Säure	2,213	28,620	„ 28,6141
Chlor	2,45	31,7344	„ 31,6785 } wie oben.
Bromwasserstoff	2,8	36,167	„ 36,204
Brom, gasförmig	5,542	71,658	

Das specifische und absolute Gewicht der Gase verringert sich (von gewissen, hier zu übergehenden Ausnahmen abgesehen) in regelmässiger Weise mit der Zunahme der Temperatur und der Abnahme des Druckes, wie es sich umgekehrt mit Abnahme der Temperatur und Zunahme des Druckes erhöht. Für den hier vorliegenden praktischen Zweck wird die Angabe genügen, dass

10 Volume eines Gases von 0° C. gleich sind 10,55 Volumen bei + 15°, und
10 „ „ „ bei 760 mm Druck gleich 10,133 Volumen bei 750 mm,

dass mithin beispielsweise 10 Vol. Gas von 0° und 760 mm Druck bei + 15° und 750 mm Druck 10,690 Vol. ergeben.

Nachdem man über die Art, das Material und die Grösse der Entwickelungs- und Aufnahme-Gefässe nach vorstehenden Rücksichten seine Entscheidung getroffen hat, trägt man die, in der Regel feste Substanz, deren man zur Darstellung bedarf, in das Entwickelungsgefäss ein, welches man mit einem Sicherheitsrohr versieht, um die meistens benöthigte Flüssigkeit jederzeit bequem nachgiessen, auch dem Rücktritt von Flüssigkeit aus der Waschflasche vorbeugen zu können, legt es nach Umständen in ein Wasser- oder Sandbad und verbindet es mit einer Waschflasche und einem sonst noch etwa erforderlichen Reinigungsapparat, von wo das Gas in die Aufnahme- oder Absorptions-Gefässe tritt. Die Waschflasche sollte man niemals fehlen lassen, weil sie die Beobachtung des ganzen Verlaufes, wie schon oben (S. 90) gezeigt wurde, auf das Wirksamste erleichtert, auch ausserdem noch zur Reinigung des Gases dienen kann, indem man sie mit einer dazu geeigneten Flüssigkeit beschickt. Doch kann die Reinigung auch auf trocknem Wege oder mittelst nur angefeuchteter Materialien erfolgen. Sie wird unter sonst gleichen Umständen immer um so vollständiger gelingen, je genauer die Berührung zwischen Gas und Reinigungsmaterial, je geringer also das Volumen der Gasbläschen ist und je mehr Oberfläche das betreffende Material bietet. Beide Bedingungen werden erfüllt, wenn man das Gas nöthigt, sich fein zu zertheilen und einen langen Weg

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0120-3

innerhalb der reinigenden Substanz zurückzulegen, was bei jeder der erwähnten Methoden leicht ausführbar ist. Bei dem nassen Verfahren lässt man das Gas unter der Waschflüssigkeit durch feine Oeffnungen oder enge Spalten austreten, wie bei Fig. 98, 99, und es nöthigenfalls in derselben

Fig. 98.

Fig. 99.

Weise durch mehrere Waschflaschen oder Kugelröhren gehen. Bei dem trockenen Verfahren lässt man das Gas durch entsprechend lange, gerade oder U-förmig gebogene Röhren gehen, die lose mit Baumwolle, gut gereinigten Abfällen von Badeschwamm, gekörnter vegetabilischer oder animalischer Kohle, kleinen Bimssteinstücken gefüllt sind, welchen Substanzen man nach Umständen noch chemisch wirkende, trockene oder flüssige Reinigungsmittel, wie Aetzkalk, Aetzkali, Schwefelsäure, feuchtes Eisenoxydhydrat, Chamäleonlösung untermengen oder sie damit befeuchten kann.

Nach Herstellung der ordnungsmässigen und soweit als thunlich luftdichten Verbindung beginnt man die Gasentwickelung, die in den meisten Fällen dadurch erfolgt, dass man der einen, im Entwickelungsgefäss bereits enthaltenen Substanz die andere, die Action herbeiführende, mit der nöthigen Vorsicht, gewöhnlich nicht auf einmal, sondern in angemessenen Pausen, zusetzt und nach Bedarf erwärmt. Das zuerst ausströmende Gas giebt man gewöhnlich verloren, ohne es erst durch Waschflasche und Reinigungsapparat zu leiten, weil es durch die in dem ersten Gefäss enthaltene atmosphärische Luft stark verunreinigt ist; aber auch aus der Rohrleitung und Waschflasche, wie aus dem Reinigungsapparat muss dieselbe durch Gas verdrängt werden, falls ihre Beimischung unstatthaft ist. Die Waschflasche kann man von Anfang an dadurch luftfrei halten, dass man sie vollständig mit Flüssigkeit füllt, und von dieser beim Beginn der Arbeit einen angemessenen Theil durch das sich entwickelnde Gas verdrängen lässt; bei dem trockenen Verfahren ist das gleiche Hülfsmittel nicht oder nur ausnahmsweise anwendbar. Das hinreichend luftfreie, nöthigenfalls durch ein besonderes, rasch auszuführendes Absorptionsverfahren, auf Luftgehalt geprüfte Gas kommt nun zur Aufsammlung für sich, oder auch zur Absorption (S. 34), welche letztere durch eine geringe und rasch vorübergehende Luftbeimischung meistens nicht erheblich beeinträchtigt wird. — Man versäume durchaus nicht die nöthige Vorsicht vor den frei entweichenden corrodirenden, entzündlichen und giftigen Gasen. — Das Ende der Gasentwickelung ist nach den S. 90 beschriebenen Erscheinungen zu beurtheilen; man sorge dann

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0121-9

rechtzeitig, dass nicht die Sperr-, Absorptions- oder Waschflüssigkeit in das Entwickelungsgefäss zurücksteigen kann. — Für die wenigen Gase, welche man auf trocknem Wege, durch Erhitzen oder Glühen mehr oder minder complicirter Verbindungen oder Gemenge darstellt, gelten dieselben allgemeinen Regeln.

Oft ist die Gasentwickelung nicht der Zweck, aber eine keinesweges zu vernachlässigende Nebenerscheinung chemischer Operationen, z. B. bei Zerlegung kohlensaurer Salze oder Schwefelverbindungen durch stärkere Säuren, bei Lösung von Metallen in oxydirenden und nicht oxydirenden Säuren, bei Behandlung von Phosphor mit Kalkhydrat u. s. w. Nicht selten treten hierbei giftige und entzündliche Gase auf, z. B. Stickstoffoxyd und salpetrige Säure, Schwefel- und Phosphorwasserstoff, freier Wasserstoff und als nicht seltene Verunreinigung Arsenwasserstoff. Man muss sich vor ihnen um so mehr hüten, als sie oft in grossen Mengen binnen kurzer Zeit frei werden und dann geradezu Vergiftungen herbeiführen und selbst die Nachbarschaft erheblich belästigen können. Wenn angänglich, leite man solche Gase sogleich in einen gut functionirenden Schornstein, wohl besorgt, dass sie sich nicht darin entzünden oder explodiren können, oder bewirke ihre Entwickelung an einem freien, luftigen, womöglich hoch gelegenen Platze, und hüte sich, sie einzuathmen.

Die Präcipitation.

Mit der Benennung Fällen, Niederschlagen oder Präcipitiren belegt man Vorgänge, durch welche in einer Flüssigkeit feste Abscheidungen erzeugt werden, die sich gewöhnlich bald zu Boden senken, bisweilen lange darin suspendirt bleiben, sich auch mitunter an der Oberfläche sammeln und in diesem letzteren Fall früher als Rahm, Cremor, unterschieden wurden. Die Fällung kann schon durch blosse Temperaturveränderungen erfolgen, und zwar ebensowohl durch Erhitzung, wie bei Kalkwasser und den wässrigen Lösungen von Calciumcitrat, Calcium- und Magnesiumbicarbonat, als durch Erkaltung, wie bei Mineralkermes und zahlreichen, in der Wärme gesättigten Lösungen; sie kann durch das Licht und die Electricität, wie durch Luftzutritt bewirkt werden, in welchem letzteren Fall allerdings die activen Bestandtheile der Luft, besonders Sauerstoff und Kohlensäure, als die eigentlichen Agentien zu betrachten sind, soweit nicht etwa die Lösung selbst lösend wirkende Bestandtheile, z. B. Kohlensäure, an die Luft abgiebt. Viele Lösungen werden dadurch gefällt, dass man eine Flüssigkeit zusetzt, welche mit dem Lösungsmittel mischbar ist, aber die darin enthaltene feste Substanz nur wenig oder gar nicht zu lösen vermag; so wird eine spirituöse Campherlösung durch Wasser, eine wässrige Kupferammoniumsulfatlösung durch Spiritus gefällt. Bisweilen sind solche, auf Entziehung des Lösungsmittels beruhende Fällungen auch von gewissen Veränderungen der gelösten Substanz begleitet, z. B. die sauren Lösungen des Antimon- und Wismuthchlorids, die auf Zusatz von Wasser basische Verbindungen abscheiden. Meistens wird die Fällung durch absichtlichen Zusatz eines anderen, wägbaren, chemisch wirksamen Stoffes herbeigeführt; dieser Stoff, das Fällungsmittel, kann gasförmig, flüssig oder fest sein, z. B. fällt Kohlensäure das Kalkwasser und schweflige Säure das Quecksilberchlorid, Schwefelsäure die Barytlösungen, metallisches Eisen die Kupferlösungen;

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0122-5

gewöhnlich ist das Fällungsmittel die wässrige Lösung eines gasförmigen, flüssigen oder festen Stoffes.

Die zur Fällung bestimmten Lösungen sollen immer vollständig klar und von darin suspendirten Stoffen, die sich dem Niederschlage beimischen könnten, frei sein, abgesehen von dem Ausnahmefalle, dass gerade, wie bei der sog. Schönung des Weines, die Beseitigung solcher suspendirten Stoffe der eigentliche Zweck des Verfahrens ist. Der Verdünnungsgrad der Lösungen ist für das Product von Wichtigkeit, da seine Vertheilung eine um so feinere sein wird, je verdünnter die Lösungen sind und umgekehrt; da aber auch die arzneiliche Wirkung des Productes von seinem Feinheitsgrade mit abhängig ist, wird man die für den Specialfall etwa bestehenden gesetzlichen Vorschriften in erster Reihe berücksichtigen müssen, nicht minder in Beziehung darauf, ob sie kalte, warme, heisse oder kochende Fällung anordnen, da auch die Fällungstemperatur von oft höchst wesentlichem Einfluss auf die Beschaffenheit des Productes und seine Assimilirbarkeit durch den Organismus ist. Niederschläge, deren feinpulvrige Zertheilung der krystallinischen Beschaffenheit vorzuziehen ist, wie z. B. beim Bleijodid, fällt man besser kalt als heiss und aus nicht gar zu verdünnten Lösungen, damit sich nicht der feinpulvrigen Hauptmasse des Niederschlages während des Erkaltens flittrige Krystalle beimengen, die sehr schwer fein zu reiben sind. Hieraus geht zugleich hervor, dass es nicht immer gleichgültig ist, ob man den Niederschlag bald oder erst nach längerer Zeit von der überstehenden Flüssigkeit trennt, und dass man sich auch hier nach den gegebenen Vorschriften zu richten hat. Sehr beachtenswerth ferner, aber häufig vernachlässigt und vielleicht deshalb gerade manchmal verkehrt angeordnet, ist die Reihenfolge, in welcher die Lösungen zu mischen sind; besonders wichtig ist sie in den Fällen, wo ein wesentlicher Ueberschuss der einen oder der anderen Lösung einen Niederschlag von anderer als der beabsichtigten Zusammensetzung erzeugen kann, der dann nur schwierig in den normalen Zustand zurückzuführen und von den aufgenommenen ungehörigen Bestandtheilen zu befreien ist, wie z. B. Eisen- und Zinkoxydniederschläge von basischem Salz.

Unter allen Umständen vermeide man plötzliche massenhafte Zusätze, durch welche, wenn auch nur stellenweise und rasch vorübergehend, das zugesetzte Mittel in namhaften Ueberschuss kommt. Wenn thunlich, sei aus demselben Grunde der Verdünnungsgrad der Flüssigkeiten kein allzusehr verschiedener, und ihre Durchmischung finde in regelmässiger, ununterbrochener Weise, nicht in willkürlichen Pausen statt. Die zur Erzeugung eines Niederschlages erforderliche Mischung von zwei Flüssigkeiten, A und B, kann in dreierlei Art erfolgen: entweder mischt man B zu A, oder A zu B, so dass im ersten Fall A, im zweiten B anfangs in sehr erheblichem, allmählig abnehmendem Ueberschuss ist; oder man trägt A und B in annähernd gleichbleibenden äquivalenten Mengen zusammen, so dass keines von beiden während der ganzen Dauer der Fällung in merklichen Ueberschuss geräth. Welche dieser Methoden man anzuwenden hat, ob nach beendeter Fällung A oder B in mässigem Ueberschuss bleiben soll, oder ob eine möglichst vollständige Ausgleichung beider zu erstreben ist, kann durchaus nicht als gleichgültig gelten, aber auch nicht im Allgemeinen, sondern nur nach einzelnen Gruppen oder im Specialfall entschieden werden. Zu berücksichtigen ist dabei, ob die Wahl des Verfahrens von Einfluss auf das

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0123-0

Endproduct sein kann; ob dasselbe vielleicht im Ueberschuss des einen oder andern Mittels löslich oder geneigt ist, besondere Verbindungen damit einzugehen; ob die Bildung gewisser Doppelverbindungen nach dem einen oder andern Verfahren möglich, vielleicht sogar beabsichtigt ist. Mitunter, namentlich bei Stoffen organischer Abkunft und bei analytischen Arbeiten, nimmt man auch partielle Fällungen vor, welche die Abscheidung gewisser Antheile bezwecken, worauf gewöhnlich die vollständige Fällung der abfiltrirten Flüssigkeit folgt.

Die Fällung selbst bewirkt man zweckmässig in der Art, dass man, um bei obigem Beispiel zu bleiben, die Flüssigkeit A (oder B) in ein geräumiges, haltbares Gefäss und in demselben durch kräftiges Umrühren mit einem verhältnissmässig dicken Stabe von Glas oder Holz in starke rotirende Bewegung bringt, welche ohne Unterbrechung, aber bisweilen in umgekehrter Richtung unterhalten wird, so lange der Zusatz der Flüssigkeit B (oder A) dauert. Dieser Zusatz erfolgt in einem gleichmässigen, dünnen Strahle, aus freier Hand, besser mittelst Ausflusshahn oder Heber, zu der schon in starker Bewegung befindlichen und auch nach beendetem Zusatz noch minutenlang kräftig weiter zu rührenden Flüssigkeit. — Will man A und B in immer ungefähr gleichen äquivalenten Mengen zusammenbringen, so setzt man zunächst einen Theil der zur Verdünnung dienenden, gewöhnlich wässrigen Flüssigkeit in dem Fällungsgefäss wie oben in lebhafte Bewegung, und lässt dann beide Flüssigkeiten gleichzeitig und in zweckentsprechendem Verhältniss unter fortdauerndem Umrühren, gleichfalls am besten mit Hülfe von Hahn oder Heber, hinzulaufen. — Zu etwa nöthigen Proben nimmt man kleine Mengen Flüssigkeit mit Pipette, Löffel oder Porzellantöpfchen auf und filtrirt sie erforderlichen Falles durch kleine, befeuchtete Papierfilter. — Nach beendeter Fällung lässt man den Niederschlag, gut bedeckt, kürzere oder längere Zeit, je nach den oben erwähnten Rücksichten, absetzen, um ihn darnach durch Dekantiren, Centrifugiren, auf dem Filter oder Spitzbeutel nach den S. 40 angegebenen Methoden auszuwaschen und, wenn nöthig, zu trocknen. — Fällung in Flaschen bei vermindertem oder ganz ausgeschlossenem Luftzutritt kommt nur ausnahmsweise vor und ist dann für sich zu besprechen.

Die Niederschläge selbst zeigen eine sehr verschiedene Dichtigkeit und Cohäsion, so dass sie sich bald rasch, ja fast augenblicklich wie das Chlorsilber, von der Flüssigkeit trennen, bald sich nur sehr langsam senken, wie Eisenoxyd- oder Thonerdehydrat, oder auch geraume Zeit in Suspension bleiben, wie die Eisentannate. Oft, aber nicht immer, hängt dieses Verhalten mit der, häufig nur mikroskopisch erkennbaren Form der kleinsten Theilchen des Niederschlages zusammen. Dieselben erscheinen amorph und flockig, wie z. B. das Calciumphosphat und Eisenoxydhydrat, oder amorph und käsig, wie das Chlorsilber und Caseïn, oder pulvrig, wie das Baryumsulfat und das, durch Eisenvitriol metallisch gefällte Silber und Gold, oder mikrokrystallinisch, wie das basische Wismuthnitrat und Calciumcarbonat, oder körnig und grobkrystallinisch, wie der Weinstein; dendritisch nennt man solche, durch Metalle bewirkte, metallische Ausscheidungen, welche durch Zusammengruppirung vieler kleiner Einzelkrystalle grössere, zweigförmige Verästelungen bilden. Mannichfach werden die Formen, in welchen die Niederschläge sich ausscheiden, durch den Grad der Verdünnung und die hiermit wie mit der Fällungstemperatur zusammenhängende Dauer der Ausscheidung, die Fällungs-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0124-6

methode, das Medium, innerhalb dessen die Zersetzung erfolgt, und durch die zufällige, absichtliche oder unvermeidliche Gegenwart anderer, nur im Ueberschuss vorhandener oder auch ganz fremder Stoffe beeinflusst. — Eine sehr mannichfaltige Anwendung findet das Fällungsverfahren schliesslich in der analytischen Chemie.

Identitätsbestimmung, Prüfung und Untersuchung der Arzneimittel.

Für eine erfolgreiche Wirksamkeit des Apothekers ist die gründlichste Kenntniss der Arzneistoffe dringend erforderlich; in ihr liegt der einzige Schutz gegen Annahme (Ankauf oder Herstellung im eigenen Hause) und Abgabe verunreinigter, verfälschter oder unwirksam gewordener Arzneimittel. Bevor ein Arzneimittel unter die Vorräthe eingereiht werden darf, ist es durchaus nothwendig, durch Identitätsreactionen die Natur desselben festzustellen, die Abwesenheit von Verunreinigungen und Verfälschungen darzuthun und eventuell den Gehalt an wirksamer Substanz in demselben zu ermitteln. Die Identitätsbestimmung und die Untersuchung der Arzneimittel kann auf sinnlichem, chemischem uud physikalischem Wege ausgeführt werden.

Identitätsbestimmung, Prüfung nnd Untersuchung der Arzneimittel auf sinnlichem Wege.

Zu beachten sind bei den chemischen und galenischen Präparaten Farbe, Geruch, Geschmack und Aggregatzustand, eventuell die krystallinische oder amorphe Beschaffenheit, der Grad der Festigkeit bei den starren, die grössere oder geringere Beweglichkeit bei den flüssigen Körpern, das Verhalten zu indifferenten Lösungsmitteln, sowie die Löslichkeit in Wasser, Aether oder Weingeist. Bei den Drogen ist das Vorhandensein aller botanischen Charaktere zu constatiren, namentlich Form und Grösse der Pflanzentheile, Anatomie derselben, sodann Farbe und Geruch und die Abwesenheit aller fremdartigen Bestandtheile, so diejenige von erdigen Stoffen, von Blattstielen an Blättern, von Blüthenstielen an Blüthen, soweit sie trennbar sind und abwesend sein sollen. Sofern das unbewaffnete Auge zur sicheren Erkennung der sichtbaren Eigenschaften nicht ausreicht, sind als Hülfsmittel die Lupe und das Mikroskop heranzuziehen.

Lupe und Mikroskop.

Die scheinbare Grösse eines Gegenstandes hängt von der Grösse des Bildes ab, welches durch unsere Augenlinse von demselben auf der Netzhaut geliefert wird. Das Netzhautbild ändert seine Grösse mit dem Sehwinkel, unter welchem der Gegenstand erscheint. Rückt der Gegenstand dem Auge näher, so wächst der Sehwinkel und damit die scheinbare Grösse des Gegenstandes, während umgekehrt mit abnehmender Entfernung desselben der Sehwinkel und mit ihm das Bild auf der Netzhaut sich verkleinert. Das Vergrössern des Sehwinkels und damit des Netzhautbildes lässt sich aber nicht beliebig weit fortsetzen, weil der Gegenstand dem Auge undeutlich erscheint, wenn er ihm näher gekommen ist, als die deutliche Sehweite erlaubt. Für jedes Auge giebt es eine Entfernung des deut-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0125-2

lichsten Sehens, welche bei normalen Augen etwa 25 cm beträgt. Näher gebrachte Objecte würden sich erst hinter der Netzhaut, ferner stehende schon vor der Netzhaut zu Bildern vereinigen, wenn nicht das Auge die Fähigkeit besässe, die Gestalt seiner brechenden Medien zu verändern. Diese Fähigkeit, das Accommodationsvermögen, besteht in einer Abplattung der Linse für zu nahe und in einer stärkeren Krümmung für zu ferne Objecte, wodurch bewirkt wird, dass das Bild stets auf der Netzhaut erscheint. Aber auch die Accommodation hat eine Grenze, unterhalb einer gewissen Sehweite ist der Sehwinkel für kleine Gegenstände ein so kleiner, dass eine Unterscheidung ihrer Merkmale nicht mehr möglich ist. Diejenigen Instrumente, welche nun für diese kleinen Gegenstände eine Vergrösserung des Sehwinkels herbeiführen, nennen wir **Mikroskope** und unterscheiden die einfachen von den zusammengesetzten Mikroskopen.

Das **einfache Mikroskop** oder **die Lupe** ist eine biconvexe Glaslinse von kurzer Brennweite. Sie dient zur Vergrösserung kleiner Objecte, welche, aus der Ferne betrachtet, im Ganzen oder in ihren Structurtheilen zu kleine Sehwinkel geben, und in der Nähe betrachtet, um den Sehwinkel zu vergrössern, dem unbewaffneten Auge eine unmögliche Accommodation zumuthen würden. Die Lupe vergrössert um so stärker, je kleiner ihre Brennweite ist; mit der Vergrösserungskraft wächst aber auch die sphärische und chromatische Aberration, und ist das Gesichtsfeld kleiner, sowie die Lichtstärke geringer. Zur Vermeidung dieser Uebelstände werden gute Lupen aus mehreren einzelnen biconvexen Linsen zusammengesetzt. Der Linsencomplex vertritt dann die Stelle der einfachen Biconvexlinse. Man nennt die Lupen, welche aus zwei Linsen bestehen, Doublets, eine Vereinigung von drei Linsen Triplets. Dieselben finden sich in bekannter Fassung meist von Horn, auch von Metall, zum Einschlagen eingerichtet, so dass nach Belieben die Linsen einzeln oder zusammen verwendbar sind. Diese Lupen werden bei der Beobachtung in freier Hand gehalten; sobald jedoch die Vergrösserung das Zehnfache des Objects übersteigt, ist zur Entstehung eines scharfen Bildes eine genauere Fixirung der Brennebene und parallele Einstellung zwischen Object und Linse erforderlich, aus welchem Grunde stark vergrössernde Lupen an Stativen befestigt sind, oder auch ein Gestell mit Objecttisch und beweglichem Beleuchtungsspiegel erhalten. Gute Lupen müssen deutliche und scharfe Bilder erzeugen, die Gegenstände dürfen durch dieselben nicht von farbigen Rändern umgeben gesehen werden.

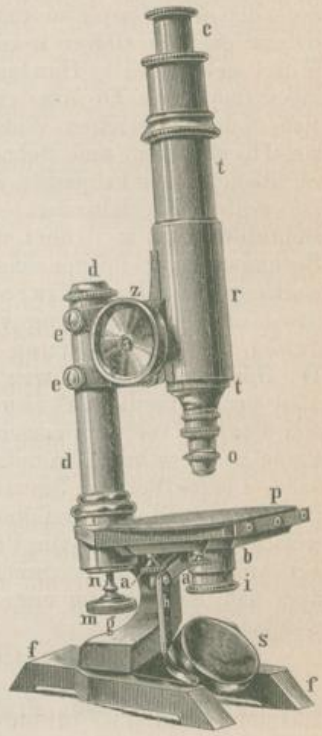
Eine bei weitem stärkere Vergrösserung als die Lupe gestattet das **zusammengesetzte Mikroskop.** Mit demselben betrachten wir durch ein einfaches Mikroskop, das Ocular, das von einer zweiten Sammellinse, dem Objectiv, bereits vergrösserte, reelle Bild eines Gegenstandes. Zur Veranschaulichung der einzelnen Mikroskoptheile soll die Fig. 100 dienen, welche ein grösseres Instrument, wie es jetzt gebräuchlich ist, im verkleinerten Massstab darstellt.

Ein Stativ von Metall mit festem Fusse *f* und der mit einem Gelenk versehenen Säule *g*, welche eine beliebige Neigung des Apparates, wie eine solche die Figur zeigt, gestattet, trägt in einem Halter *r* eine Messingröhre *tt*, an deren unterem Ende das Objectiv *o* angeschraubt und auf deren oberes Ende das Ocular *c* aufgesetzt ist. Der zu besichtigende sehr kleine Gegenstand wird auf einer Glasplatte auf einen in der Mitte durchbohrten Objecttisch *p* gelegt, welcher ebenfalls von dem Stativ getragen wird. Mittelst des Schraubenganges *z* kann man eine ungefähre Einstellung

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0126-8

des Objectes bewirken, indem man durch Umdrehen von *z* die Messingröhre *tt* und damit das Objectiv *o* dem auf dem Objecttisch *p* liegenden Gegenstande so nähert, dass der letztere ungefähr in dem Brennpunkt von *o* liegt. Nur einer sehr geringen Aenderung des Abstandes bedarf es dann noch, um den Gegenstand genau in den Brennpunkt des Objectivs zu versetzen, d. h. hier scharf einzustellen. Dieses geschieht durch die sogenannte Mikrometerschraube *m*. Das Gewinde *n* derselben läuft in einer Schraubenmutter, welche sich im untern massiven Theile der sonst röhrenförmigen Vertikalsäule *d* befindet. Innerhalb *d* setzt sich die Schraubenaxe ohne Gewinde bis in die Nähe von *e* fort und fasst hier lose in die konische Vertiefung eines prismatischen Messingzapfens ein, welcher mit dem Halter *r* fest verbunden ist und durch einen vorderen Spalt des Rohres *d* in dieses hineinragt. Dieser Zapfen wird durch eine im obersten Theile von *d* befindliche Spiralfeder auf das Ende der Schraubenaxe gedrückt. Dreht man nun die Schraube *m* aufsteigend, so bewegt sich Zapfen, Hülse und Mikroskoprohr nach aufwärts, indem zugleich die Spiralfeder in *d* mehr zusammengedrückt wird; während umgekehrt die genannten Theile sich nach abwärts bewegen und die Spiralfeder sich etwas ausdehnt.

Fig. 100.



Das so in der Röhre entstehende umgekehrte und vergrösserte Bild des Gegenstandes fällt in Folge der gegenseitigen Lage von Objectiv und Ocular genau in den Brennpunkt des letzteren. Der Beobachter sieht demnach das vergrösserte Bild abermals vergrössert und bekommt dadurch von dem Gegenstande selbst ein vielfach vergrössertes Bild. Das Product der Vergrösserungen von Objectiv und Ocular giebt die wahre Linearvergrösserung des Bildes im Vergleiche zum Objecte. Nur diese Vergrösserungszahl ist für die Angaben der Leistungen eines Mikroskops massgebend, im Quadrate derselben nach Flächenvergrösserung zu rechnen ist wissenschaftlich nicht gestattet. Um dem Objecte das nöthige Licht zu spenden, hat der Objecttisch *p* eine kreisrunde Oeffnung, deren Mittelpunkt in der verlängerten Axe des Mikroskoprohres liegt. Auf den Objecttisch wird der zu untersuchende Gegenstand, welcher sich auf Glasplatte mit oder ohne Deckglas befindet, so gelegt, dass er in der Mitte der Tischöffnung liegt. Unter dieser Oeffnung ist ein drehbarer Spiegel *s* angebracht, mit welchem zerstreutes Sonnenlicht oder künstlich erzeugte Lichtstrahlen durch die Tischöffnung auf den Gegenstand geworfen werden. Bei besonders starken Vergrösserungen ist in die Oeffnung des Tisches noch eine Sammellinse *i* in einer kleinen Messingröhre eingesetzt, welche die von dem Spiegel kommenden Lichtstrahlen auf einen Punkt des Objectes vereinigen. Die einfachen Objectiv- und Ocularlinsen sind im Mikroskop wieder, wie wir dieses schon bei der Lupe kennen lernten, durch eine Combination von Linsen ersetzt.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0127-4

Die Zubereitung der Objecte für die mikroskopische Untersuchung ist je nach der Natur derselben eine sehr verschiedene. Man legt in allen Fällen die Objecte auf kleine Glasplättchen und bedeckt sie eventuell mit Deckgläschen. Flüssigkeiten werden in dünner Schicht auf dem Glasplättchen ausgebreitet. Salzlösungen lässt man auf demselben krystallisiren und beobachtet die abgeschiedenen Krystalle, feste Körper werden meist befeuchtet auf das Plättchen gebracht. Von Wurzeln, Hölzern werden mit einem scharfen Messer dünne Schnitte angefertigt, von harten nicht schneidbaren Gegenständen werden auf einem Schleifstein genügend dünne Schliffe hergestellt. Die Aufbewahrung mikroskopischer Präparate geschieht zwischen der Glasplatte und dem Deckglase, meist in Glycerin, Kanadabalsam etc., die Gläser werden an einander durch Asphaltlack oder andere Mittel geklebt. Die Handhabung des Mikroskops und die Herstellung der mikroskopischen Objecte erfordert Geschick und Kenntniss, beides lässt sich nicht in wenigen Worten beschreiben. Eine ausführliche Anleitung zur Handhabung und Behandlung des Mikroskops, sowie zur Herstellung mikroskopischer Präparate zu geben, würde aber die Aufgabe des Werkes bei weitem überschreiten. Auf eine solche kann aber um so mehr verzichtet werden, weil über die mikroskopische Technik in letzter Zeit gute Specialwerke erschienen sind. Die für den Apotheker besonders empfehlenswerthen sind: Das Mikroskop, von Dr. H. Hager, Das Mikroskop und seine Anwendung von L. v. Thanhoffer, Stuttgart 1880, Hülfsbuch zur Ausführung mikroskopischer Untersuchungen von W. Behrens, Braunschweig 1883 (diesem ist auch die vorstehende Zeichnung entnommen), Lehrbuch der angewandten Optik in der Chemie von Dr. C. Gänge, Braunschweig 1886. In diesen Werken sind die Mikroskope aus verschiedenen optischen Werkstätten (Hartnack-Potsdam, Zeiss-Jena, Leitz-Wetzlar, Seibert & Krafft-Wetzlar, Winkel-Göttingen u. a.) in Bezug auf Leistungsfähigkeit und Preis einer Beurtheilung unterzogen, welche Unerfahrenen zur Richtschnur dienen kann. Als Regel gelte, dass bei Ankauf guter Instrumente nicht auf den Preis gesehen werden, und dass man sich nur an erste Firmen, welche fehlerfreie Arbeit garantiren, wenden soll.

Identitätsbestimmung, Prüfung und Untersuchung der Arzneimittel auf chemischem Wege.

Die chemische Prüfung der Arzneimittel hat sich auf Anstellung von Identitätsreactionen, auf den Nachweis von Verunreinigungen und Verfälschungen und auf die quantitative Bestimmung der wirksamen Bestandtheile zu erstrecken.

Um die chemische Prüfung der Arzneimittel erfolgreich ausführen zu können, ist die Kenntniss der analytischen Chemie durchaus erforderlich. Diese beschäftigt sich mit dem Studium der Methoden zur Bestimmung der qualitativen Bestandtheile und ihres quantitativen Verhältnisses in den chemischen Verbindungen und in den aus ihnen hervorgegangenen Substanzen, sowohl den natürlichen, als auch den künstlich dargestellten. Man bezeichnet sie als qualitative Analyse, sofern nur auf die Art, und als quantitative Analyse, sofern auf die Menge der Bestandtheile Rücksicht genommen wird. Zur Prüfung der Arzneimittel dient sowohl die qualitative, als auch die quantitative Analyse.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0128-9

Qualitative Bestimmung und Analyse.

Bringt man Elemente oder ihre Verbindungen in Wechselwirkung, so wird, wie man sagt, eine Reaction hervorgerufen. Die Reactionen entstehen zwischen Substanzen, welche sich in Lösung befinden — Analyse auf nassem Wege — oder der Einwirkung hoher Temperatur ausgesetzt sind — Analyse auf trocknem Wege. Die Reactionen müssen sich in allen Fällen durch auffällige Erscheinungen, z. B. durch Entstehen oder Verschwinden von Niederschlägen, Bildung von farblosen, gefärbten oder riechenden Gasen, Färbung der Lösungen oder Verschwinden von Färbungen etc. zu erkennen geben. Die Substanzen, welche die Reactionen hervorrufen, werden Reagentien genannt. Das Reagens, welches scharf in die Augen fallende Veränderungen hervorruft, heisst charakteristisches Reagens und die Reaction eine charakteristische. Eine empfindliche Reaction ist dagegen eine solche, zu deren Erzeugung nur eine sehr geringe Menge eines Elementes oder einer Verbindung gebraucht wird; das Reagens, welches eine solche hervorruft, nennt man ein empfindliches Reagens.

Nicht alle Reactionen der Elemente werden zur Erkennung derselben benutzt; die qualitative Analyse verwendet aus der grossen Reihe der von der allgemeinen Chemie untersuchten Reactionen nur die, welche für die betreffenden Elemente oder deren Verbindungen besonders charakteristisch sind. Jede Reaction ist von gewissen Bedingungen abhängig, welche durch die Eigenschaften der auf einander einwirkenden Substanzen und der aus dieser Einwirkung hervorgehenden bestimmt werden. Aus diesem Grunde ist es für eine erfolgreiche Ausführung qualitativer Analysen dringend erforderlich, die Eigenschaften der Verbindungen, welche in Wechselwirkung treten, und jener, welche die Producte der Reaction bilden, genau zu kennen. In vielen Fällen können wir aber die Elemente oder deren Verbindungen nur in dem Falle charakterisiren, wenn nur eins oder eine derselben zugegen ist, während es bei gleichzeitiger Anwesenheit mehrerer Elemente oder Verbindungen oft unmöglich ist, die Bedingungen der einzelnen Reactionen zu erfüllen, weil nicht selten die Gegenwart eines Körpers das Aufsuchen des andern stört. In solchen Fällen combinirt die qualitative Analyse die Reactionen dergestalt, dass ein System von Reactionen, ein systematischer Gang der qualitativen Analyse erhalten wird, mit Hülfe dessen das Aufsuchen der Elemente oder deren Verbindungen bei ihrer gleichzeitigen Gegenwart ermöglicht wird.

Chemische Reactionen werden sowohl zur Identitätsbestimmung der Chemikalien, wie zu derjenigen von Drogen des Pflanzen-, Thier- und Mineralreichs, und der aus diesen bereiteten galenischen Präparate benutzt. Zur Anstellung dieser ungemein wichtigen Prüfung wählt man die für den zu prüfenden Körper besonders charakteristischen Reactionen, wozu in der Regel nur geringe Mengen erforderlich sind. In zusammengesetzten Körpern ist die Anwesenheit eines jeden einzelnen Bestandtheils in geeigneter Weise darzuthun. Um die Identität von Drogen oder von aus diesen bereiteten galenischen Präparaten (z. B. Extracten und Tincturen) auf chemischem Wege festzustellen, ist es erforderlich, die wirksamen Bestandtheile derselben in genügend reinem Zustande zu isoliren. Das bei den einzelnen Drogen einzuschlagende Verfahren richtet sich nach den Eigenschaften und dem chemischen Charakter der wirksamen Bestandtheile derselben. Die chemische Prüfung der Arzneimittel auf Reinheit besteht in der Anstellung der für die Anwesenheit bestimmter fremder Körper

charakteristischen Reactionen. Sie hat sich auch auf den Nachweis solcher Körper zu erstrecken, welche erfahrungsmässig als technisch nicht vollkommen zu beseitigende Verunreinigungen oder als absichtliche Verfälschungen vorkommen, oder in Folge der Benutzung unreiner Materialien und in Folge unvorschriftsmässiger Darstellung vorhanden, oder endlich in Folge zu langer Aufbewahrung in den Arzneimitteln entstanden sein können. Die Ausführung einer vollständigen qualitativen Analyse, um die Abwesenheit einer jeden Verunreinigung darzuthun, dürfte in den seltensten Fällen erforderlich sein.

Der chemisch wohl geschulte Apotheker bedarf zur Ausführung der Prüfung von Arzneimitteln auf Reinheit eigentlich keiner bestimmten Anweisung. Wenn eine solche aber von den meisten neueren Pharmakopöen vorgeschrieben wird, so hat dieses seinen Grund zumeist darin, dass die Schärfe der verschiedenen Reactionen zur Erkennung eines Körpers nicht die gleiche ist, und dass in den weitaus meisten Fällen die Forderung der absoluten Abwesenheit von Verunreinigungen nicht gestellt, vielmehr eine Maximalgrenze angegeben wird, über welche hinaus eine Verunreinigung mit einem bestimmten Stoffe nicht gehen darf. Wenn deshalb zur Prüfung der Arzneimittel bestimmte Methoden vorgeschrieben werden, so müssen diese, wie Schlickum richtig bemerkt, 1) in der Theorie richtig, 2) im speciellen Falle brauchbar, 3) den Erfordernissen angepasst, 4) in der Ausführung praktisch sein, und 5) endlich nicht verhältnissmässig grosse Mengen, namentlich bei relativ theuren Mitteln, verbrauchen. Eine in der Theorie im Allgemeinen vollständig richtige Reaction kann im speciellen Falle unbrauchbar sein, weil Störungen durch die Gegenwart gewisser Bestandtheile des zu prüfenden Körpers selbst eintreten können. In solchen Fällen muss der zu prüfende Körper zuvor in zweckmässiger Weise, z. B. durch Entfernung der störenden Bestandtheile oder stärkere Verdünnung für die Prüfung geeignet gemacht werden. Eine jede Reaction muss aber auch den Erfordernissen sich anpassen, da ihre Empfindlichkeit bei Prüfung des einen Präparates eine zu grosse, bei dem andern eine zu geringe sein kann. Demgemäss muss dieselbe Modificationen erfahren, welche die Empfindlichkeit erhöhen oder abschwächen. Reactionen zum Nachweis gesundheitsschädlicher oder giftiger Substanzen in Medicamenten können in der Regel nicht scharf genug sein; hinsichtlich unschädlicher werden sie oft ganz unnöthig übertrieben. Handelt es sich um den Nachweis indifferenter Beimengungen in Chemikalien, so ist erst recht in der Auswahl der Reactionen und deren Ausführung ein Unterschied zu machen, da man nur in vereinzelten Fällen die vollständige chemische Reinheit verlangen darf, in den meisten Fällen sich mit der technisch leicht erreichbaren Reinheit, die bei den verschiedenen Chemikalien eine verschiedene ist, begnügen muss. In allen solchen Fällen muss die Empfindlichkeit der Reaction durch die Anwendung eines nicht zu scharfen Reagens, durch Normirung der Reactionsstärke, durch die Normirung einer gewissen Zeit, innerhalb welcher die Reaction nicht eintreten oder bis zu einer bestimmten Stärke sich vermehren darf und die Angabe der Quantität des Körpers, welche zur Prüfung verwandt werden soll, eine gewisse Begrenzung erfahren. Bei Ausführung von Reactionen können folgende Fälle eintreten: es ist keine Veränderung sichtbar, es tritt Opalisirung ein, es entsteht Trübung bis zur Undurchsichtigkeit, es entsteht Fällung oder Farbenveränderung. Dementsprechend finden wir in Pharmakopöen die allerdings eine verschiedene Auslegung gestattenden Ausdrücke:

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0130-9

ne mutetur, tantummodo opalescat, ne turbetur, je nachdem die vollständige Abwesenheit oder die Anwesenheit kleinerer oder grösserer Mengen der verunreinigenden Körper verlangt wird. Da die Schnelligkeit des Entstehens in vielen Fällen von der Menge eines vorhandenen Körpers und der Concentration der Lösung abhängig ist, so hat man in der Bestimmung der Zeitdauer der Beobachtung und der Concentration der Lösung weitere wesentliche Momente zur Begrenzung der Empfindlichkeit der Reactionen. Endlich müssen die Prüfungsmethoden auch in der Ausführung praktisch sein. Sie dürfen weder complicirte Apparate, noch aussergewöhnliche Geschicklichkeit in der Ausführung verlangen. Auch dürfen sie nicht zu viel Zeit in Anspruch nehmen. Ist es nothwendig, das Medicament zur Prüfung aufzulösen, so müssen die Methoden so beschaffen sein, dass möglichst mit einer Lösung sämmtliche Prüfungen auszuführen sind. Nur in den Fällen, wo das Wesen der Reaction unbedingt auf verschiedenem Wege bereitete Lösungen verlangt, müssen solche auch Anwendung finden. Die Benutzung nur solcher Quantitäten der Arzneimittel, welche zur Prüfung unbedingt erforderlich sind, rechtfertigt sich von selbst durch den hohen Preis mancher Arzneimittel. — Natürlich müssen auch die Prüfungen der Präparate in harmonischem Zusammenhange stehen mit den Prüfungen der Rohmaterialien, welche zur Darstellung jener dienten. An ein Präparat dürfen in der Regel keine höheren Anforderungen an Reinheit gestellt werden, als an die zu seiner Darstellung benutzten Materialien. Dass die Reagentien vollkommen rein sein müssen, bedarf kaum einer besonderen Erwähnung. Wenn deshalb auch für die einzelnen Arzneimittel Prüfungsvorschriften, welche den im Vorstehenden angedeuteten Anforderungen möglichst entsprechen, angegeben werden sollen, so wird doch in gewissen Fällen die Ausführung einer vollständigen qualitativen Untersuchung nicht zu umgehen sein. Für die Analyse organischer Körper ist ein allgemein anwendbarer systematischer Gang nicht oder nur schwer aufzustellen, da die Anzahl der organischen Körper eine zu grosse und die Trennung derselben meist sehr schwierig ist, dagegen sind für die Analyse anorganischer Körper eine grosse Anzahl wohl durchgearbeiteter Combinationen bekannt, welche sich durch mehr oder minder kleine Vorzüge und Nachtheile unterscheiden.

Sämmtliche Methoden zur qualitativen Untersuchung auf **Metalle** basiren im Wesentlichen auf der verschiedenen Löslichkeit der Schwefelverbindungen der Metalle. Man unterscheidet:

A. Metalle, deren Schwefelverbindungen in Wasser löslich sind.

1. Gruppe. Kalium, Natrium, Ammonium. Ausser den Schwefelverbindungen sind auch die kohlensauren und phosphorsauren Salze in Wasser löslich. Gemeinsame Reagentien, durch welche alle Metalle dieser Gruppe in Form unlöslicher Verbindungen gefällt werden, giebt es nicht.
2. Gruppe: Baryum, Strontium, Calcium, Magnesium. Die neutralen kohlensauren und phosphorsauren Salze derselben sind in Wasser unlöslich. Gemeinsame Reagentien, welche diese Metalle aus ihren Lösungen niederschlagen, sind kohlensaures Ammon und phosphorsaures Natrium.

B. Metalle, deren Schwefelverbindungen in Wasser unlöslich sind.

3. Gruppe: Aluminium, Chrom, Eisen, Nickel, Kobalt, Zink, Mangan. Die Schwefelverbindungen resp. Hydroxyde derselben

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0131-5

sind in verdünnten Säuren löslich. Schwefelwasserstoff fällt die sauren oder neutralen Lösungen nicht oder nur unvollkommen. Schwefelammonium fällt die Metallsalzlösungen in Form von Sulfiden (Eisen, Nickel, Kobalt, Zink, Mangan) oder von Hydroxyden (Aluminium, Chrom). Gemeinschaftliches Reagens ist das Schwefelammonium, dessen Ueberschuss den Niederschlag nicht wieder löst.

4. Gruppe: Silber, Quecksilber, Blei, Wismuth, Cadmium, Kupfer. Die Schwefelverbindungen sind in verdünnten Säuren und in Schwefelammonium unlöslich; sie werden aus saurer, neutraler und alkalischer Lösung durch Schwefelwasserstoff niedergeschlagen. Gemeinschaftliches Reagens ist Schwefelwasserstoff.

5. Gruppe: Arsen, Antimon, Zinn. Die Schwefelverbindungen sind in verdünnten Säuren unlöslich, aber in Schwefelammonium in Form von Sulfosalzen löslich. Sie werden aus saurer Lösung durch Schwefelwasserstoff niedergeschlagen.

Wir besitzen demnach in dem Schwefelwasserstoff, Schwefelammonium und kohlensauren Ammon allgemeine Reagentien, mit Hülfe derer wir die verschiedenen Gruppen der Metalle zu trennen im Stande sind.

Auch bei dem qualitativen Nachweis der Säuren kommt uns die Eintheilung derselben nach der verschiedenen Löslichkeit der Baryum- und Silbersalze zu statten. Wir unterscheiden darnach drei Gruppen.

Die erste Gruppe umfasst die Säuren, deren Baryumsalze in neutralen Flüssigkeiten unlöslich sind; die Repräsentanten dieser Gruppe werden mithin aus neutraler Lösung durch Chlorbaryum gefällt. Zu ihr gehören: Chromsäure, Schwefelsäure, Schweflige Säure, Kieselsäure, Kohlensäure, Kieselfluorwasserstoffsäure, Phosphorsäure, Borsäure, Oxalsäure, Fluorwasserstoffsäure.

Die zweite Gruppe umfasst Säuren, welche in mit Salpetersäure angesäuerter Lösung unlösliche Silbersalze geben. Die Repräsentanten dieser Gruppe werden also aus salpetersaurer Lösung durch Silbernitrat gefällt. Zu ihr gehören: Chlorwasserstoff, Bromwasserstoff, Jodwasserstoff, Cyanwasserstoff, Schwefelwasserstoff, Ferrocyanwasserstoff, Ferricyanwasserstoff.

Die dritte Gruppe umfasst nur die Salpetersäure und die Chlorsäure, deren Baryumsalze und Silbersalze in Wasser löslich sind.

Bei der Ausführung einer qualitativen Analyse sucht man sich zunächst durch eine Vorprüfung über die Natur der zu untersuchenden Substanz zu orientiren. Die Vorprüfung ist bei richtiger Durchführung im Stande, wichtige Anhaltspunkte zu liefern und die Ausführung der Analyse wesentlich zu erleichtern und abzukürzen. Feste Körper werden nach dem Zerreiben direkt zur Vorprüfung verwandt, Flüssigkeiten werden eingedampft und der Verdunstungsrückstand zur Vorprüfung benutzt.

Der hier aufgenommene systematische Gang der qualitativen Analyse anorganischer Körper ist in der Praxis bewährt gefunden. Derselbe nimmt Rücksicht auf die Anwesenheit der folgenden Metalle und Säuren:

Kalium, Natrium, Ammonium, Baryum, Strontium, Calcium, Magnesium, Aluminium, Chrom, Eisen, Nickel, Kobalt, Zink, Mangan, Silber, Quecksilber, Blei, Wismuth, Cadmium, Kupfer, Arsen, Antimon, Zinn, sowie

Schwefelsäure, Schweflige Säure, Schwefelwasserstoff, Kieselsäure, Kohlensäure, Phosphorsäure, Borsäure, Oxalsäure, Fluorwasserstoffsäure.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0132-0

Chlorwasserstoff, Bromwasserstoff, Jodwasserstoff, Cyanwasserstoff, Ferrocyanwasserstoff, Ferricyanwasserstoff, Salpetersäure, sowie auf Kohle und Schwefel.

Gang der qualitativen Analyse anorganischer Körper.

A. Vorprüfung.

I. Physikalische Eigenschaften.

Zu beachten sind: Krystallform, Farbe, Härte, Glanz (Geruch, Geschmack mit Vorsicht).

II. Erhitzen auf dem Platinblech.

Man beobachtet, ob der Körper schmilzt, verdampft, verbrennt oder Kohle abscheidet.

III. Erhitzen im einseitig geschlossenen Glasröhrchen.

Ein höchstens erbsengrosses Stück der zu untersuchenden Substanz wird zunächst gelinde, dann stärker, endlich bis zum Glühen erhitzt. Dabei sind folgende Fälle möglich:

a) Der Körper bleibt unverändert: Abwesenheit von organischen Verbindungen, wasserhaltigen Salzen, flüchtigen Körpern etc.

b) Der Körper verändert sich ohne zu schmelzen:
   1. aus weiss in gelb: Zinkoxyd,
   2. aus weiss in gelbbraun: Zinnoxyd,
   3. aus weiss in braunroth: Bleioxyd,
   4. aus weiss in gelbbraun: Wismuthoxyd,

   wenn die genannten Stoffe frei oder mit flüchtigen, nicht reducirenden Säuren verbunden sind.

c) Der Körper schwärzt sich, verkohlt; gleichzeitig findet Entwickelung von empyreumatischen Dämpfen statt: Organische Verbindungen.

d) Es entweicht Wasser:
   Hydratwasser, Krystallwasser (Prüfung durch Reagenspapier; alkalische Reaction: Ammoniak, saure Reaction: Schweflige Säure, Salzsäure etc.).

e) Es entwickeln sich Gase oder Dämpfe.
   1. Farblose Gase oder Dämpfe: Sauerstoff (Superoxyde, Chlorate, Quecksilberoxyd) ist durch Entflammung eines glimmenden Holzspanes zu erkennen; Schweflige Säure (Salze der Schwefelsäure und schwefligen Säure), Kohlensäure (Carbonate), Kohlenoxyd (oxalsaure Salze), Schwefelwasserstoff (Sulfide), Phosphorwasserstoff, Ammoniak, Cyan (Ammoniumverbindungen und Cyan).
   2. Gefärbte Gase: Untersalpetersäure (Nitrate), Jod, Brom (Jod- und Brommetalle).

f) Es bildet sich ein Sublimat.
   1. Das Sublimat ist weiss: Quecksilberoxyd- und Quecksilberoxydulsalze, Ammoniumsalze, Arsenigsäureanhydrid, Antimonoxyd. Beim Befeuchten des weissen Sublimates mit Natronlauge findet Schwärzung (Quecksilberoxydulsalz), eine gelbrothe Färbung (Quecksilberoxydsalz), Entwickelung von Ammoniak (Ammoniumsalze) statt, während Arsenigsäureanhydrid und Antimonoxyd ungefärbt bleiben.

2. Das Sublimat ist gelb: Quecksilberjodid (bei der Berührung mit einem Glasstab roth werdend), Arsensulfid (in Ammoniak löslich).
3. Das Sublimat ist rothgelb: Antimonsulfid (in Salzsäure löslich).
4. Das Sublimat ist braungelb: Schwefel (in der Wärme braune Tröpfchen bildend).
5. Das Sublimat ist grau bis schwarz: Quecksilber (Kügelchen oder Spiegel), Arsen (glänzender Spiegel), Jod (violetter Dampf).

IV. Erhitzen auf der Kohle.

Eine erbsengrosse Menge der zu untersuchenden Substanz wird, mit der doppelten bis dreifachen Menge Natriumcarbonat gemischt, in einem Grübchen eines flachen Stückes Holzkohle mit dem Löthrohr erhitzt. Regulinische Metalle werden ohne Zusatz von Natriumcarbonat erhitzt.

a. Der Körper schmilzt und zieht sich in die Kohle, oder es entsteht eine Perle: Salze der Alkalien.
b. Es bleibt ein unschmelzbarer, weisser Rückstand: Verbindungen der Erdmetalle, Aluminium- und Zinkverbindungen. (Zinkoxyd färbt sich in der Hitze gelb.) Nach dem Durchfeuchten mit Kobaltnitratlösung und Erhitzen in der Oxydationsflamme färbt sich Thonerde schön blau, Magnesia röthlich, Zinkoxyd grün, phosphorsaure und kieselsaure alkalische Erden schwach blau.
c) Es bleibt ein ungeschmolzener, dunkelgefärbter Rückstand: Platin, Eisen, Mangan, Kobalt, Nickel.
d) Es bildet sich ein Metallkorn ohne Beschlag:
Gold: gelb, ductil, nicht oxydirbar,
Silber: weiss, ductil, nicht oxydirbar,
Kupfer: roth, ductil, oxydirbar.
e) Es bildet sich ein Metallkorn mit Beschlag:
Blei: weisses, ductiles Metallkorn und gelber Beschlag,
Wismuth: weisses, sprödes Metallkorn und gelber Beschlag,
Zinn: weisses, ductiles Metallkorn und weisser Beschlag,
Antimon: weisses, sprödes Metallkorn und starker weisser Beschlag.
f) Es bildet sich nur ein Beschlag:
Zink: weiss, in der Hitze gelb,
Cadmium: rothbraun.
g) Es verflüchtigen sich ohne Bildung von Metallkorn oder von Beschlag: Arsen unter Entwickelung von Knoblauchgeruch, geruchlos Quecksilber.
h) Es entsteht eine gelbe bis braune Schmelze, welche, mit Wasser befeuchtet, metallisches Silber schwärzt: schwefelhaltige Verbindungen.

V. Schmelzen mit Soda und Salpeter auf dem Platinbleche:
gelbe Schmelze: Chromverbindungen,
grüne Schmelze: Manganverbindungen.

VI. Erhitzen in der Phosphorsalzperle.

Eine sehr kleine Menge der Substanz wird an die am Oehr eines dünnen Platindrahtes befindliche klare Phosphorsalzperle gebracht, diese sodann in der Oxydationsflamme und nachdem die hierbei auftretenden Erscheinungen beobachtet sind, in der Reductionsflamme anhaltend erhitzt.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0134-2

a) Die Perle ist gefärbt

in der Oxydationsflamme:	in der Reductionsflamme:
gelb: Eisenoxyd, Nickel, Uran,	Eisenoxyd (in der Hitze),
grün: Kupfer (blaugrün), Chrom, Uran (gelbgrün, nur in der Kälte)	Chrom, Uran,
blau: Kobalt, Kupfer,	Kobalt,
violett: Mangan,	Titan,
roth: Mangan,	Kupfer (rothbraun und undurchsichtig).

b) Die Perle ist ungefärbt, kalt emailleweiss: Erdalkalimetalle.

c) Die Perle enthält ein Skelett: Kieselsäure und Silicate.

VII. Färbung der Flamme.

Eine kleine Menge des zu untersuchenden Körpers wird, mit Salzsäure befeuchtet, am Oehr eines frisch ausgeglühten, dünnen Platindrahtes in den Schmelzraum der Flamme gebracht. Die Flamme wird gefärbt durch die Salze des

Natriums: gelb,
Kaliums, Rubidiums, Cäsiums: violett,
Lithiums: tief carminroth,
Calciums: gelbroth,
Baryums: gelbgrün,
Strontiums: carminroth,
Kupfers: blaugrün,
Thalliums: grün,
Arsens, Antimons: bläulich weiss,

und durch freie Borsäure: grün.

Bei Anwesenheit mehrerer dieser Salze verdecken sich die Einzelfärbungen mehr oder minder.

B. Auflösung.

I. Der Körper ist ein Metall oder eine Legirung.

a) Durch Salpetersäure werden nicht angegriffen: Gold und Platin; diese sind in Königswasser löslich.

b) Durch Salpetersäure werden oxydirt: Antimon und Zinn. Die entstehende Metazinnsäure und Antimonsäure sind in Salpetersäure unlöslich, dagegen in Königswasser löslich.

c) Alle übrigen Metalle werden von Salpetersäure gelöst.

Die von Salpetersäure durch Abdampfen möglichst befreite Lösung wird nach C. untersucht.

II. Der Körper ist nicht metallisch.

1. Man kocht eine Probe des Körpers mit Wasser.

a) Derselbe löst sich vollständig. Man löst eine zur Analyse erforderliche Menge, versetzt die Lösung mit wenig Salpetersäure und untersucht dieselbe nach C.; ein bei dem Ansäuern der Lösung entstehender Niederschlag kann aus Schwefelantimon (bei Anwesenheit von Schlippe'schem Salz), aus Schwefelarsen (bei Anwesenheit von sulfarsensauren und sulfarsenigsauren Salzen), aus Schwefel (bei Anwesenheit von Polysulfureten) bestehen.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0135-8

b) Er löst sich nicht oder nur zum Theil. Man verdampft eine Probe des Filtrates auf dem Platinblech; bleibt ein Rückstand, und ist also etwas gelöst, so behandelt man eine grössere Menge mit Wasser und untersucht die erhaltene Lösung ebenfalls nach C.

2. Der in Wasser unlösliche Rückstand wird zu einem Theile mit Salpetersäure und zum anderen Theile mit Salzsäure behandelt, nöthigenfalls gekocht. Die Säure, in welcher er sich am besten löst, wird zur Auflösung verwendet. Hierbei werden entweichen:
   Kohlensäure: geruchlos, trübt Barytwasser, womit ein Glasstab befeuchtet ist.
   Schwefelwasserstoff: am Geruch und der Schwärzung von Bleipapier zu erkennen.
   Schweflige Säure: am Geruch und der Bläuung von Jodsäurestärkepapier zu erkennen.
   Blausäure: am Geruch zu erkennen.
   Chlor: am Geruch zu erkennen, zeigt Hyperoxyde oder Chromsäure an.

   Ist die Auflösung durch Salzsäure erfolgt, so muss die Lösung vor der Behandlung mit Schwefelwasserstoff zur Prüfung auf Metalle mit Wasser stark verdünnt werden; aus der mit Salpetersäure bewirkten Lösung muss die überschüssige Salpetersäure zuvor durch Abdampfen entfernt werden.
3. Löst sich der Körper in beiden Säuren nicht oder nur zum Theil, so behandelt man ihn mit Königswasser. Wird hierdurch eine vollständige Lösung bewirkt, so dampft man dieselbe auf ein kleines Volumen ein, verdünnt den vom Säureüberschuss möglichst befreiten Rückstand mit Wasser und untersucht diese Lösung nach C.
4. Wird aber auch durch Königswasser keine vollständige Lösung erzielt, so filtrirt man die Flüssigkeit nach dem Verdünnen mit Wasser durch ein Filter von dem Ungelösten ab, sammelt dieses auf dem nämlichen Filter, wäscht mit Wasser aus und untersucht den „unlöslichen Rückstand" nach D. Das Filtrat wird auf ein kleines Volumen eingedampft, der hierdurch vom Säureüberschuss möglichst befreite Rückstand mit Wasser verdünnt und die Lösung, ohne auf eine durch Zusatz des Wassers entstandene Trübung (event. von Chlorblei, basischem Wismuthchlorid, Antimonchlorid herrührend) Rücksicht zu nehmen, nach C untersucht.

C. Prüfung auf Basen in der nach B erhaltenen Lösung.

I. Man versetzt die wässrige oder salpetersaure Lösung mit Salzsäure.

Niederschlag: Chlorsilber (AgCl), Chlorblei ($PbCl^2$), Quecksilberchlorür (Hg^2Cl^2).

Man kocht den Niederschlag mit Wasser. In Lösung geht, wenn genug Wasser vorhanden ist, das vorhandene Chlorblei; Kaliumchromat fällt daraus gelbes Bleichromat ($PbCrO^4$), Schwefelsäure weisses Bleisulfat ($PbSO^4$), welches in basisch weinsaurem Ammon löslich ist. Ungelöst bleiben Chlorsilber und Quecksilberchlorür. Diese werden mit Ammoniak digerirt. Es löst sich Chlorsilber, welches aus der eventuell filtrirten

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0136-3

Lösung durch Salpetersäure wieder ausgefällt werden kann, Quecksilberchlorür wird durch Ammoniak schwarz gefärbt $\left(Hg^2\frac{NH^2}{NO^3}\right)$ und bleibt ungelöst.

II. Die mit Salzsäure angesäuerte Lösung oder das Filtrat von dem durch Salzsäure erzeugten Niederschlage, oder die Lösung der ursprünglichen Substanz in Salzsäure oder Königswasser — nach Entfernung der überschüssigen Säure — wird mit Schwefelwasserstoff **vollständig gesättigt,** d. h. so, dass eine abfiltrirte Probe deutlich nach Schwefelwasserstoff riecht und durch weiteren Zusatz von Schwefelwasserstoff keine Veränderung erfährt.

a) Es entsteht kein Niederschlag oder nur eine milchige Trübung. Diese rührt von Schwefel her und deutet auf Anwesenheit reducirbarer oder oxydirender Substanzen, namentlich von Eisenchlorid, Chromsäure, schwefliger Säure, Chlor oder von einer zu grossen Menge Salpetersäure.

b) Es entsteht ein flockiger gefärbter Niederschlag: Schwefelverbindungen des Bleis, Quecksilbers, Cadmiums, Kupfers, Wismuths, Silbers, Arsens, Antimons, Zinns. Der Niederschlag wird auf einem Filter gesammelt und mit Wasser bis zur neutralen Reaction ausgewaschen, danach mit gelbem Schwefelammonium digerirt, die Lösung abfiltrirt, der Rückstand mit Wasser ausgewaschen und sodann Lösung und Rückstand getrennt untersucht.

1. In Schwefelammonium unlöslicher Theil.

Dieser enthält Schwefelblei (PbS), Schwefelquecksilber (HgS), Schwefelwismuth (Bi^2S^3), Schwefelkupfer (CuS), Schwefelcadmium (CdS) und wird mit verdünnter Salpetersäure digerirt.

α) Ungelöst bleiben Schwefel und Quecksilbersulfid. Schwefel bildet gelbe oder graue Klümpchen; Schwefelquecksilber ist schwarz, pulverig. Die Lösung desselben in Königswasser liefert nach dem Verdampfen auf ein kleines Volumen auf Zusatz von wenig Zinnchlorür einen weissen Niederschlag von Quecksilberchlorür, oder beim Erwärmen mit überschüssigem Zinnchlorür einen grauen Niederschlag von Quecksilber.

β) Die Lösung kann enthalten Blei-, Wismuth-, Kupfer-, Cadmiumnitrat. Man dampft die Lösung nach Zusatz von concentrirter Schwefelsäure bis zum Entweichen weisser Nebel ein, verdünnt mit Wasser und filtrirt.

1. Rückstand: Bleisulfat, löslich in basisch weinsaurem Ammon.
2. Das Filtrat wird mit Ammoniak übersättigt.
   a) Niederschlag: Wismuthhydroxyd ($Bi(OH)^3$). Die Lösung desselben in möglichst wenig Salzsäure wird durch Zusatz von viel Wasser weiss gefällt (BiOCl).
   b) Lösung kann Kupfer und Cadmium enthalten, sie ist bei Anwesenheit von Kupfer blau gefärbt; bei Abwesenheit von Kupfer fällt Schwefelwasserstoff vorhandenes Cadmium als gelbes Schwefelcadmium; bei Anwesenheit von Kupfer setzt man der Flüssigkeit vor dem Zusatz des Schwefelwasserstoffs Cyankalium bis zur Entfärbung hinzu.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0137-9

(Die gelbe Farbe des Schwefelcadmiums wird verdeckt, wenn Schwefelquecksilber in Folge Digestion mit zu starker Salpetersäure zersetzt oder das Blei nicht vollständig als Bleisulfat abgeschieden ist.)

2. In Schwefelammonium löslicher Theil.

In der Lösung sind die Schwefelverbindungen des Arsens, Antimons und Zinns enthalten.

Die Lösung wird mit Salzsäure übersättigt, der dadurch entstehende Niederschlag, welcher Schwefelarsen, Schwefelantimon und Schwefelzinn enthalten kann, wird abfiltrirt, durch Auswaschen vom Schwefelwasserstoff befreit und mit Ammoniumcarbonatlösung digerirt.

α) Die bei dieser Behandlung entstehende Lösung kann Schwefelarsen enthalten. Sie wird mit Salzsäure übersättigt und dann mit etwas Schwefelwasserstoff versetzt. Der gelbe flockige Niederschlag von Schwefelarsen wird in rauchender Salpetersäure gelöst. Die Lösung wird auf ein kleines Volumen eingedampft und der Rückstand in wenig Wasser gelöst. Ein Theil der Lösung wird mit Ammoniak übersättigt und mit Magnesiamixtur versetzt; es entsteht ein weisser krystallinischer Niederschlag von arsensaurem Ammonmagnesium, welcher sich nach dem Abfiltriren und Auswaschen durch Silbernitrat braun färbt (Bildung von Silberarseniat).

β) Der Rückstand kann enthalten Schwefelantimon und Schwefelzinn, welche beim Kochen mit concentrirter Salzsäure in Lösung gehen. Die Lösung prüft man:

1. Auf Antimon, indem man einige Tropfen auf Platinblech mit einem Stückchen Zink in Berührung bringt. Bei Anwesenheit von Antimon entsteht ein tief schwarzer, am Platin haftender, in Salzsäure unlöslicher Fleck.
2. Auf Zinn, indem man in die salzsäurehaltige Lösung ein Stückchen Eisendraht bringt und sie damit so lange digerirt, bis sie eine blassgrüne Farbe angenommen hat. Das Filtrat, mit wenig Quecksilberchloridlösung erwärmt, liefert einen weissen oder grauen, in Salzsäure unlöslichen Niederschlag von Quecksilberchlorür oder metallischem Quecksilber.

III. Man fällt das Filtrat vom Schwefelwasserstoffniederschlag oder, falls durch Schwefelwasserstoff keine Fällung entstanden war, die ursprüngliche Lösung der Substanz mit Ammoniak und Schwefelammonium unter Zusatz von Chlorammonium. Der Niederschlag wird, nachdem man sich überzeugt hat, dass ein weiterer Zusatz von Schwefelammonium keine weitere Fällung hervorbringt, abfiltrirt und gut ausgewaschen. Ein kleiner Theil desselben wird mit Natriumcarbonatlösung gekocht und filtrirt. Das Filtrat wird in zwei Theile getheilt. Einen Theil säuert man mit Essigsäure an und versetzt mit Chlorcalcium: ein weisser Niederschlag zeigt Oxalsäure an; den anderen Theil säuert man mit Salpetersäure an, versetzt mit molybdänsaurem Ammon und erwärmt: ein gelber Niederschlag zeigt Phosphorsäure an.

Sind Phosphorsäure und Oxalsäure zugegen, so untersucht man nach B, sind die Säuren abwesend, nach A.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0138-5

A. Der aus den Schwefelmetallen des Nickels, Kobalts, Mangans, Eisens, Zinks, den Hydroxyden des Chroms und Aluminiums bestehende Niederschlag wird mit kalter Salzsäure (von 5 % HCl) im Ueberschuss geschüttelt und der ungelöste Antheil von der Lösung durch Filtration und Auswaschen getrennt.

1. Der Rückstand kann enthalten Schwefelnickel (NiS) und Schwefelkobalt (CoS). Man bringt eine Spur des Niederschlags in die Phosphorsalzperle: Blaufärbung derselben zeigt Kobalt an. Den Rest des Niederschlags löst man in Königswasser, verdampft die Lösung bis auf ein kleines Volumen und theilt sie in zwei Portionen. Die eine Portion versetzt man mit Cyankalium im Ueberschuss, fügt einen oder zwei Tropfen Salzsäure hinzu und kocht einige Zeit. In der erkalteten Flüssigkeit wird Nickel durch einen grünen Niederschlag von Nickelcyanür auf Zusatz von verdünnten Säuren, oder durch einen schwarzen Niederschlag von Nickeloxyd bei der Einwirkung von Chlor auf Aetzkali erkannt.

   Die andere Portion der Lösung wird mit kohlensaurem Natrium gesättigt, mit Essigsäure angesäuert und mit einer frisch bereiteten Lösung von salpetrigsaurem Kalium versetzt. Ein gelber krystallinischer Niederschlag zeigt die Gegenwart von Kobalt an.

2. Die Lösung kann enthalten die Chlorüre des Eisens, Chroms, Aluminiums, Mangans und Zinks. Sie wird mit etwas Salpetersäure gekocht, um das vorhandene Eisenoxydulsalz zu oxydiren, sodann mit Ammoniak übersättigt und, falls ein Niederschlag entsteht, filtrirt.

   α) Der Niederschlag kann enthalten: Aluminiumhydroxyd ($Al^2(OH)^6$), Eisenhydroxyd ($Fe^2(OH)^6$), Chromhydroxyd ($Cr^2(OH)^6$). Man löst ihn in Salzsäure und kocht mit überschüssiger Natronlauge.

      1. Niederschlag: Eisenhydroxyd und Chromhydroxyd. Eine Probe desselben wird in Salzsäure gelöst und einige Tropfen Ferrocyankaliumlösung zugefügt. Blauer Niederschlag (Berlinerblau) zeigt Eisen an. Der Rest wird getrocknet, mit Salpeter und Soda in einem Porzellantiegel geschmolzen: gelbe Schmelze, welche mit Wasser eine gelbe Lösung giebt, die nach dem Ansäuren mit Essigsäure durch essigsaures Blei gelb gefällt wird (chromsaures Blei), zeigt Chrom an.
      2. Lösung kann Aluminium als Natriumaluminat ($Al^2(ONa)^6$) enthalten. Mit Chlorammonium versetzt entsteht ein weisser Niederschlag von Aluminiumhydroxyd.

   β) Das Filtrat von dem Niederschlage kann Mangan und Zink enthalten, und wird mit Natronlauge im Ueberschuss gekocht. Mangan scheidet sich in braunschwarzen Flocken ab, welche beim Schmelzen mit Soda und Salpeter auf dem Platinblech eine grüne Schmelze liefern. Die von dem Manganoxyduloxydhydrat abfiltrirte Flüssigkeit giebt bei Anwesenheit von Zink mit Schwefelwasserstoff einen weissen, in Essigsäure unlöslichen Niederschlag von Schwefelzink.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0139-3

B. Der Niederschlag kann enthalten die Schwefelverbindungen des Nickels, Kobalts, Eisens, Mangans, Zinks, die Hydroxyde des Aluminiums und Chroms, sowie phosphorsaure und oxalsaure alkalische Erden.

Hat man Oxalsäure gefunden, so glüht man den Niederschlag, löst dann in Salzsäure und fällt nochmals mit Ammoniak und Schwefelammonium. Das Filtrat enthält nun die vorher an Oxalsäure gebundenen alkalischen Erden als Chlorverbindungen. Der Niederschlag enthält die genannten Metallsulfide, resp. Hydroxyde und phosphorsaure alkalische Erden. Man behandelt den Niederschlag mit Salzsäure:

1. Rückstand enthält Nickelsulfid und Kobaltsulfid und wird nach C, III, A, 1, S. 119 untersucht.
2. Lösung enthält Schwefeleisen, Schwefelmangan, Schwefelzink, Aluminium- und Chromhydroxyd und phosphorsaure alkalische Erden. Dieselbe wird mit etwas Salpetersäure gekocht, um vorhandenes Eisenoxydulsalz in Oxydsalz umzuwandeln, alsdann mit Ammoniak übersättigt, und der entstehende Niederschlag von der Flüssigkeit sofort abfiltrirt.
   a) Die Flüssigkeit ist auf Mangan und Zink zu prüfen (C, III, A, 2, β, S. 119).
   b) Der Niederschlag wird in wenig Salzsäure gelöst, die Lösung mit 2—3 g concentrirter Schwefelsäure und 2—3 g Kaliumsulfatlösung versetzt und die Mischung so weit eingedampft, bis dicke weisse Dämpfe von Schwefelsäure sich verflüchtigen. Nach dem Erkalten wird die Masse mit der 3—4fachen Menge Alkohol ausgezogen, der Rückstand mit Alkohol ausgewaschen und dann mit verdünnter Salzsäure gekocht:
      1. Die alkoholischen Auszüge enthalten neben Spuren von Eisen, Chrom und Aluminium alle Phosphorsäure.
      2. Der Rückstand wird mit verdünnter Salzsäure gekocht:
         α) Die salzsaure Lösung kann die Chloride des Eisens, Chroms, Aluminiums, Calciums und Magnesiums enthalten. Sie wird mit Ammoniak übersättigt.
            1. Niederschlag: Eisenhydroxyd, Chromhydroxyd, Aluminiumhydroxyd. (Untersuchung geschieht nach C, III, A, 2, α, S. 119.)
            2. Filtrat enthält Calcium- und Magnesiumsalze. Die ammoniakalische Lösung giebt bei Anwesenheit von Kalk mit Oxalsäure weissen krystallinischen Niederschlag von Calciumoxalat. Das Filtrat von diesem giebt mit Natriumphosphatlösung weissen krystallinischen Niederschlag von phosphorsaurem Ammon-Magnesium.
         β) Der in Salzsäure unlösliche Rückstand kann die Sulfate des Calciums, Baryums und Strontiums enthalten. Der gut ausgewaschene Niederschlag wird wiederholt mit neuen Mengen Natriumcarbonatlösung gekocht und nach dem Auswaschen die der Hauptsache nach aus Carbonaten bestehenden Massen in verdünnter Essigsäure gelöst und die filtrirte Lösung nach C, IV, a, S. 121 auf Baryum, Strontium und Calcium untersucht.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0140-4

IV. Das Filtrat vom Schwefelammoniumniederschlag, welches zur Verjagung und Zersetzung des Schwefelammoniums eingedampft, alsdann mit Salzsäure angesäuert und filtrirt wird, oder die ursprüngliche Lösung der Substanz, oder das Filtrat vom Schwefelwasserstoffniederschlag wird mit Ammoniak und Ammoniumcarbonatlösung versetzt. Nachdem man erwärmt hat, bis keine Kohlensäureentwickelung mehr stattfindet, wird filtrirt und der Niederschlag gut ausgewaschen.

a) Niederschlag. Derselbe kann Baryumcarbonat, Strontiumcarbonat, Calciumcarbonat enthalten. Man löst denselben in verdünnter Essigsäure. Einen Theil der Lösung versetzt man mit gesättigtem Gypswasser: bleibt die Flüssigkeit klar, so kann nur Calcium zugegen sein, welches nach dem Uebersättigen mit Ammoniak durch oxalsaures Ammon als weisses, in Essigsäure unlösliches, oxalsaures Calcium gefällt wird. Entsteht durch Gypswasser ein Niederschlag, so können ausser Calcium auch Baryum und Strontium oder eines von beiden zugegen sein. Man fällt in diesem Falle aus einem zweiten Theil der Lösung Baryum und Strontium durch überschüssige Schwefelsäure völlig aus und prüft das Filtrat auf Calcium mit oxalsaurem Ammon. Um sodann die Anwesenheit von Baryum zu erkennen, füge man zu einem dritten Theil der Lösung Kaliumbichromatlösung: bei Anwesenheit von Baryum entsteht ein gelber Niederschlag von Baryumchromat. Das Filtrat von diesem giebt mit dem gleichen Volum Calciumsulfatlösung einen weissen Niederschlag von Strontiumsulfat.

b. Das Filtrat kann noch die Salze des Magnesiums, Kaliums, Natriums enthalten:

1. Ein Theil wird mit Ammoniak im Ueberschuss und danach mit Natriumphosphatlösung versetzt. Bei Gegenwart von Magnesium entsteht ein weisser krystallinischer Niederschlag von Ammonmagnesiumphosphat.
2. Ist Magnesium nicht zugegen (oder aber durch Barytwasser, dessen Ueberschuss durch Ammoniumcarbonat zu entfernen ist, ausgefällt worden), so werden einige Tropfen des Filtrates auf einem blanken Platinblech eingetrocknet, und der Rückstand geglüht. Bleibt hierbei kein Rückstand, so sind Kalium und Natrium abwesend; bleibt ein Rückstand, so verdampft man einen grösseren Theil des Filtrates und verjagt die Ammonsalze durch schwaches Glühen des Verdampfungsrückstandes.
   Den Rückstand prüft man:
   α) Auf Kalium. Man bringt eine geringe Menge desselben am Platindrahte in die Flamme eines Bunsen'schen Brenners. Die Flamme färbt sich violett und erscheint durch Kobaltglas betrachtet violettroth. Einen Theil des Rückstandes löst man in salzsäurehaltigem Wasser und versetzt 1) mit Platinchlorid, wodurch gelbes krystallinisches Kaliumplatinchlorid gefällt wird, und 2) mit Weinsäure, wodurch ein Niederschlag von saurem weinsauren Kalium entsteht.
   β) Auf Natrium. Die Flamme färbt sich gelb, die gelbe Färbung verschwindet bei Betrachtung durch Kobaltglas. Die wässrige Lösung des Rückstandes giebt mit Kaliumpyrantimoniat einen weissen krystallinischen Niederschlag von pyrantimonsaurem Natrium.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0141-0

Zum Nachweis von Ammonsalzen dient die ursprüngliche Substanz. Beim Erwärmen derselben mit Natronlauge entweicht Ammoniak, sofern Ammonsalze zugegen sind. Dieses giebt sich durch den Geruch, durch die Bildung weisser Nebel beim Nähern eines mit Salzsäure befeuchteten Glasstabes, durch Blaufärbung eines befeuchteten rothen Lakmuspapiers und durch Schwärzung eines mit Mercuronitratlösung betupften Papiers zu erkennen.

D. Die Untersuchung des in Säuren unlöslichen Rückstandes.

Derselbe kann enthalten: Kohle, Kieselsäure (Silicate), Chlorsilber, Chlorblei, Bleisulfat, Zinnoxyd, Antimonoxyd, Baryum-, Calcium-, Strontiumsulfat, Eisen-, Aluminium- und Chromoxyd, Flussspath. Die Wahl des Ganges der Analyse wird durch die folgenden, mit kleinen Mengen des Rückstandes ausgeführten Vorprüfungen bestimmt. Man prüft:

a) auf Kohle, welche nur vorhanden ist, wenn der unlösliche Rückstand schwarz oder grau gefärbt ist, durch Erhitzen auf dem Platinblech: Kohle verglimmt;
b) auf Schwefel durch Erhitzen in einer einseitig geschlossenen Glasröhre: Schwefel sublimirt;
c) auf Kieselsäure und Silicate durch Schmelzen mit Phosphorsalz am Oehre eines Platindrahtes: es entsteht ein sogenanntes Kieselsäureskelett in der Phosphorsalzperle;
d) auf Silber durch Digestion mit einer Lösung von Cyankalium: im Filtrat giebt sich das Silber durch Zusatz von Schwefelammonium zu erkennen;
e) auf Blei durch Uebergiessen des in Cyankaliumlösung unlöslichen Rückstandes mit Schwefelwasserstoffwasser: Schwärzung verräth die Anwesenheit von Blei;
f) auf Fluormetalle durch gelindes Erhitzen des Rückstandes mit concentrirter Schwefelsäure im Platintiegel, welcher mit einer Glasplatte bedeckt ist, in dessen Wachsüberzug Schriftzüge eingegraben sind: bei Anwesenheit von Fluormetallen erscheinen die Schriftzüge nach Entfernung des Wachses in das Glas eingeätzt;
g) auf Antimon- und Zinnoxyd durch Erwärmen mit gelbem Schwefelammonium und Zusatz von Salzsäure zum Filtrat: es entsteht ein flockiger, orangerother oder gelber Niederschlag;
h) auf Chromoxyd, Chromeisenstein durch Schmelzen mit Phosphorsalz am Oehre des Platindrahtes: es entsteht eine grüne Perle;
i) auf Thonerde durch die blaue unschmelzbare Masse, welche nach dem Befeuchten mit Kobaltnitratlösung und darauf folgendes Glühen resultirt.

Demnach gestaltet sich der Gang der Untersuchung wie folgt:

1. Ist Kohle gefunden, so entfernt man dieselbe vor der weiteren Untersuchung durch Rösten.
2. Ist Schwefel vorhanden, so erhitzt man zur Verflüchtigung des Schwefels im Porzellantiegel.
3. Sind Blei und Silber zugegen, so entfernt man aus dem ganzen Rückstand das Blei durch Erwärmen mit einer concentrirten

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0142-6

Lösung von essigsaurem Ammonium, prüft die erhaltene Lösung auf Blei, Chlor und Schwefelsäure, und entfernt aus dem hierbei bleibenden Rückstande das Silber mit Cyankaliumlösung. In der erhaltenen Lösung prüft man auf Silber und Schwefelsäure (Schwefelsäure kann durch den Gehalt des Cyankaliums an kohlensaurem Kalium in die Lösung gelangen).

4. Sind Antimon- und Zinnoxyd gefunden, so erwärmt man den gesammten unlöslichen Rückstand mit gelbem Schwefelammonium und zersetzt die erhaltene Lösung mit Salzsäure. Das abgeschiedene Antimon- und Zinnsulfid sind nach C, II, 2, β, S. 118 zu untersuchen.
5. Ist Chrom-, Eisen-, Aluminiumoxyd zugegen, so schliesst man den Rückstand — eventuell nach Entfernung der Kohle, des Schwefels, Silbers, Bleis, Antimons und Zinns — durch Schmelzen mit Kaliumbisulfat auf und untersucht die wässrige oder salzsaure Lösung der Schmelze nach C.
6. Sind Fluormetalle zugegen, so mischt man die ganze Menge des Rückstandes mit concentrirter Schwefelsäure bis zur Consistenz eines dünnen Breies und erhitzt die Mischung anfangs gelinde, später stärker, bis weisse Nebel von Schwefelsäure entweichen. Der auf diese Weise von Fluor befreite Rückstand wird nach 6 weiter untersucht.
7. Der von Kohle, Schwefel, Blei, Silber, Antimon, Zinn und Fluor befreite Rückstand oder falls diese nicht vorhanden waren, der in Säuren unlösliche Rückstand direkt wird mit vier Theilen kohlensaurem Natriumkalium und einem Theil Salpeter gemischt und so lange geschmolzen, bis die Masse ruhig fliesst. Nachdem die Schmelze erkaltet ist, kocht man dieselbe mit Wasser aus und wäscht den Rückstand so lange mit Wasser, bis das Waschwasser mit Chlorbaryum keinen Niederschlag mehr giebt. Lösung und Rückstand werden getrennt untersucht.

   Die Lösung untersucht man auf Säuren, namentlich auf Schwefelsäure und Kieselsäure nach E.

   Der Rückstand enthält die Basen; man löst ihn in Salzsäure und untersucht die Lösung auf Basen nach C.

E. Prüfung auf Säuren.

I. Bei der Vorprüfung wird gefunden: Kieselsäure, durch das sogenannte Kieselsäureskelett in der Phosphorsalzperle.

II. Bei dem systematischen Gange zur Aufsuchung der Metalle werden gefunden:

a) Bei dem Ansäuern mit Salzsäure durch Aufbrausen und Gasentwickelung:
   1. Kohlensäure (CO^2), welche Kalkwasser, womit ein Glasstab befeuchtet ist, trübt.
   2. Schwefelwasserstoff (H^2S), welcher Bleipapier schwärzt.
   3. Schweflige Säure, zu erkennen an dem Geruch und der Blaufärbung eines Jodsäurestärkepapiers. Gleichzeitige Abscheidung von Schwefel zeigt Unterschweflige Säure an.
   4. Blausäure, welche durch den Geruch zu erkennen ist.

b) Bei der Fällung mit Schwefelwasserstoff werden unter Ausscheidung von Schwefel zersetzt oder als Schwefelmetalle niedergeschlagen:

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0143-2

1. Chromsäure, welche zu Chromoxyd reducirt wird, wobei die gelbe oder rothe Flüssigkeit grün wird.
2. Die Säuren des Arsens und Antimons, welche unlösliche Schwefelmetalle geben.

c) Bei der Fällung mit Schwefelammonium werden niedergeschlagen: Phosphorsäure und Oxalsäure, sofern diese an alkalische Erden gebunden sind.

III. Die Lösung der Substanz, sofern nur Alkalimetalle zugegen sind, oder — bei Anwesenheit auch anderer Metalle — der mit einer Lösung von Natriumcarbonat erhaltene Auszug der Substanz, wird in folgender Weise untersucht. Jeder Versuch wird, wenn nicht das Gegentheil angegeben ist, mit einer neuen Portion der Lösung angestellt.

a) Man fügt zu einem Theil der mit Salpetersäure angesäuerten Lösung Chlorbaryum. Entsteht kein Niederschlag, auch nicht, wenn man die Flüssigkeit mit Ammoniak neutralisirt, so sind die Säuren der ersten Gruppe abwesend. Entsteht ein Niederschlag, welcher sich in Salpetersäure nicht löst, so ist Schwefelsäure zugegen; auf die übrigen Säuren der ersten Gruppe prüft man in diesem Falle durch specielle Reactionen:
   1. Phosphorsäure. Die Lösung giebt nach dem Ansäuern durch Salpetersäure mit molybdänsaurem Ammon einen gelben krystallinischen Niederschlag, welcher in Ammoniak löslich, in Salpetersäure unlöslich ist. Aus der ammoniakalischen Lösung dieses Niederschlages wird durch Zusatz von Chlorammon und schwefelsaurem Magnesium weisses krystallinisches phosphorsaures Ammonmagnesium gefällt (Arsensäure ist zuvor durch Schwefelwasserstoff zu entfernen).
   2. Borsäure. In die mit Salzsäure angesäuerte Lösung wird ein Streifen Curcumapapier getaucht: derselbe färbt sich, namentlich nach dem Trocknen, charakteristisch roth. Eine Portion der Lösung wird eingedunstet, der Rückstand mit concentrirter Schwefelsäure übergossen und die Mischung nach Zusatz von Alkohol angezündet: beim Umrühren mit einem Glasstab erscheint die Flamme grün gefärbt.
   3. Kieselsäure. Eine Portion der Lösung wird zur Trockne verdunstet, der trockne Rückstand mit Salzsäure durchfeuchtet und nach kurzem Verweilen mit Wasser ausgezogen: Kieselsäure bleibt als weisses Pulver zurück und wird in der Phosphorsalzperle erkannt.

b) Man fügt zu einem neuen Theile der salpetersauren Lösung salpetersaures Silber; entsteht kein Niederschlag, so sind die Säuren der zweiten Gruppe abwesend. Entsteht ein Niederschlag, so prüft man durch die speciellen Reactionen auf die Säuren der zweiten Gruppe.
   1. Jodwasserstoff. Der Silberniederschlag (AgJ) ist gelb und in Ammoniak und Salpetersäure unlöslich. Eine Portion der angesäuerten Lösung wird mit Eisenchlorid versetzt, gelinde erwärmt und Stärkelösung zugefügt; Blaufärbung zeigt Jod an, welches aus vorhandener Jodwasserstoffsäure durch Eisenchlorid abgeschieden wurde.
   2. Bromwasserstoff. Der Silberniederschlag (AgBr) ist gelblichweiss und in Ammoniak schwer löslich. Die Lösung wird mit

etwas Schwefelsäure, Schwefelkohlenstoff und darauf tropfenweise mit Chlorwasser versetzt und umgeschüttelt. Bei Gegenwart von Bromwasserstoff färbt sich der Schwefelkohlenstoff gelbroth oder gelb, wenn nur geringe Mengen Bromwasserstoff vorhanden sind. (Ueberschuss von Chlorwasser ist zu vermeiden, weil sich sonst farbloses, in Wasser lösliches Chlorbrom bildet.)

Um Bromwasserstoff neben Jodwasserstoff zu erkennen, versetzt man die zu untersuchende Lösung mit ein wenig verdünnter Schwefelsäure, etwas Schwefelkohlenstoff und sodann vorsichtig mit Chlorwasser. Bei Gegenwart von Jodwasserstoff färbt sich der Schwefelkohlenstoff violett. Auf weiteres vorsichtiges Zufügen von Chlorwasser verschwindet die violette Färbung, indem sich das Jod mit dem Chlor zu farblosem Chlorjod vereinigt und nun färbt sich auf weiteren Zusatz von Chlorwasser der Schwefelkohlenstoff gelb bis gelbroth, wenn Bromwasserstoff zugegen ist.

3. Salzsäure. Der Silberniederschlag (AgCl) ist weiss und leicht löslich in Ammoniak. Am Lichte färbt er sich erst violett, dann schwarz.

Bei Gegenwart von Brom- und Jodmetallen dampft man eine Portion der Lösung zur Trockne ein, reibt den Rückstand mit zweifach chromsaurem Kalium zusammen, bringt das Gemisch in eine kleine tubulirte Retorte, übergiesst mit concentrirter Schwefelsäure und erwärmt. Die übergehenden Dämpfe leitet man in ein Probirglas, welches wenig Ammoniak enthält. Bei Gegenwart von Chlor färbt sich das Ammoniak gelb und giebt nach dem Ansäuern durch Essigsäure mit essigsaurem Blei einen gelben krystallinischen Niederschlag von Bleichromat.

4. Cyanwasserstoff. Der Silberniederschlag ist weiss, in Ammoniak leicht löslich und lichtbeständig. Die Lösung giebt auf Zusatz von Natronlauge bis zur alkalischen Reaction und hierauf von schwefelsaurem Eisenoxyduloxyd und Salzsäure bis zur sauren Reaction einen Niederschlag von Berlinerblau. Bei Anwesenheit von Ferro- und Ferricyanwasserstoff braucht man zu dieser Prüfung die Filtrate von 5 und 6.

5. Ferrocyanwasserstoff. Eisenchlorid giebt in der angesäuerten Lösung einen blauen Niederschlag von Berlinerblau.

6. Ferricyanwasserstoff. Ferrosulfatlösung giebt einen tiefblauen Niederschlag von Turnbull's Blau.

c) Auf die zu der III. Gruppe gehörige Salpetersäure prüft man durch die folgenden Reactionen. Eine Portion der Lösung wird mit dem gleichen Volumen concentrirter Schwefelsäure gemischt und mit überschüssiger Eisenvitriollösung überschichtet: es tritt eine braune Zone an der Berührungsfläche beider Flüssigkeitsschichten ein. Bei Gegenwart von Jodmetallen wird die Lösung mit Bleiessig versetzt, einige Zeit stehen gelassen und das Filtrat vom Bleiniederschlag, wie geschildert, geprüft. Auch kann man bei Abwesenheit von Ammonsalzen durch Erhitzen mit Natronlauge und Zinkstaub an dem auftretenden Ammoniak Salpetersäure erkennen.

Zum Schluss sei bemerkt, dass, wenn die vorhandenen Metalle bereits bekannt sind, man solche Säuren, welche sich mit diesen Metallen nicht gleichzeitig in derselben Lösung befinden können, aus dem Kreise der Untersuchung ausschliessen kann.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0145-3

Quantitative Trennung und Maassanalyse.

Sobald die Pharmakopöen Prüfungsmethoden vorschreiben, und darnach die Entscheidung über die richtige Beschaffenheit eines Arzneimittels auf Grund der Methoden der Pharmakopöen getroffen werden muss, ist es, um jede subjective Beurtheilung auszuschliessen, wünschenswerth, bei einem jeden Präparate die ohne Nachtheil für die Heilwirkung zu gestattenden Grenzen einer Verunreinigung zahlenmässig anzugeben. Bei strenger Durchführung eines solchen Verfahrens würden sämmtliche Prüfungen der Arzneimittel auf Reinheit quantitative werden. In gewissem Sinne sind auch alle die von einigen Arzneigesetzbüchern angeführten Vorschriften, denen zu Folge abgewogene Mengen der Arzneimittel in einer bestimmt vorgeschriebenen Lösung zu bestimmten Prüfungen verwendet werden sollen, auch quantitative Bestimmungen zu nennen. Neben diesen ohne Kenntniss der eigentlichen quantitativen Analyse leicht ausführbaren Bestimmungen werden aber quantitative Untersuchungen von Arzneimitteln, in welchen es sich um die Ermittlung des Gehaltes derselben an wirksamen Bestandtheilen, an reiner Substanz oder der zulässigen Menge von fremden Stoffen handelt, mit Erfolg zur Beurtheilung der Güte und Brauchbarkeit der Arzneimittel herangezogen. Sowohl Chemikalien wie Drogen und die aus diesen bereiteten galenischen Präparate werden auf quantitativem Wege auf ihre Reinheit und ihren Werth untersucht. In Chemikalien werden vorhandene Verunreinigungen der Menge nach bestimmt, der Wassergehalt oder die Menge der wirksamen Bestandtheile ermittelt. So bestimmt man in den officinellen Bromsalzen die vorhandenen Chlormetalle, im gebrannten Alaun den Wassergehalt, im Chlorwasser und Chlorkalk den Gehalt an Chlor, im Essig den Gehalt an Essigsäure, im Bittermandelwasser die Blausäure, in den Eisenpräparaten den Gehalt an Eisen etc. In Drogen und den daraus bereiteten galenischen Präparaten wird die Menge des vorhandenen Wassers und die der Mineralbestandtheile bestimmt, sowie der Werth derselben, d. i. der Gehalt an wirksamen Stoffen ermittelt. Werthbestimmungen werden nur bei solchen Rohwaaren oder aus diesen bereiteten galenischen Präparaten vorgenommen, deren Heilwirkung oder Handelspreis durch einen meist nur kleinen Gehalt an bestimmten Stoffen bedingt sind. Hierher gehören die Bestimmungen des Morphins im Opium und seinen Präparaten, diejenige des Chinins in der Chinarinde, überhaupt des Alkaloïdgehaltes in den starkwirkenden Extracten und Tincturen. Diese Werthbestimmungen sind zur Zeit noch sehr wenig ausgeführt; zweifelsohne gebührt der Ausarbeitung praktischer Methoden zur Ausführung derselben unter den Aufgaben der pharmaceutischen Forschung ein hervorragender Platz. Die bei solchen Untersuchungen in Anwendung kommenden Methoden beruhen auf einer richtigen Auswahl und Anwendung geeigneter Lösungs-, Trennungs- und Fällungsmittel.

Zur Ausführung der verschiedenen quantitativen Bestimmungen dient sowohl die Gewichtsanalyse, wie auch die Maassanalyse.

Bei der Gewichtsanalyse wird der zu bestimmende Körper entweder als solcher isolirt und gewogen, oder durch ein Reagens in eine, ihrer Zusammensetzung nach bekannte Verbindung übergeführt und aus deren Gewicht berechnet. Bei der Maassanalyse wird der zu bestimmende Körper ebenfalls mittelst eines Reagens in eine genau bekannte Verbindung übergeführt, aber nicht das Reactionsproduct gewogen,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0146-9

sondern die Menge desselben aus dem zu seiner Bildung erforderlichen Volumen des Reagens berechnet.

Gewichtsanalyse.

In den weitaus meisten Fällen benutzt die Gewichtsanalyse zur Erreichung ihres Zweckes die Methode des Ausfällens des zu bestimmenden Körpers in Gestalt irgend einer unlöslichen Verbindung. Deshalb ist bei der Gewichtsanalyse nach der Auflösung der Substanz die Ausfällung die erste Operation, auf welche das Sammeln des Niederschlages auf dem Filter und dessen Auswaschen folgt, welches den Zweck hat, die Lösung, in der das Ausfällen geschah, zu entfernen. Das Trocknen und Glühen geschieht zur Entfernung des Wassers oder der Flüssigkeit, in welcher das Auswaschen erfolgte. Die abgeschiedene Verbindung darf sich bei der Temperatur, in welcher das Trocknen oder Glühen ausgeführt wird, nicht verändern, und muss eine gut bestimmbare und nicht veränderliche Zusammensetzung besitzen.

Die Mehrzahl der Methoden der quantitativen Analyse enthält einen Fehler, welcher durch die Unmöglichkeit entsteht, alle erforderlichen Bedingungen in der Praxis mit absoluter Genauigkeit zu erfüllen. Ist die abgeschiedene Verbindung z. B. nicht ganz unlöslich, so wird ein Verlust, verändert sich dieselbe beim Glühen, so kann ein Verlust oder eine Zunahme entstehen. Der Fehler guter Methoden ist gering, er beträgt höchstens 0,2% der aus der Berechnung sich ergebenden Menge.

Andere quantitative Bestimmungsmethoden beruhen auf der Flüchtigkeit oder Zerstörbarkeit gewisser Verbindungen bei höheren Temperaturen. So bestimmt man den Gehalt an Wasser aus dem Gewichtsverluste, welchen einzelne Körper beim Trocknen erleiden, den Gehalt an Asche organischer Körper durch Ermittelung des Glühverlustes etc.

Die bei den Gewichtsanalysen vorkommenden Operationen und Manipulationen müssen mit grösster Sorgfalt ausgeführt werden. Da die gewichtsanalytische Prüfung der Arzneimittel die Vertrautheit mit den Grundbegriffen der Gewichtsanalyse verlangt, so sollen die am häufigsten wiederkehrenden Manipulationen hier kurz besprochen werden.

Die Auswahl der Substanz. Bevor man an die quantitative Analyse einer Substanz herantritt, muss man Sorge tragen, dass letztere gleichförmig ist, und alle zufälligen Beimischungen entfernt sind, denn nur, wenn dieses der Fall ist, entsprechen die bei der Analyse erhaltenen Zahlen wirklich der Zusammensetzung der Substanz. Sofern nicht der Augenschein, z. B. die krystallinische Beschaffenheit bei chemischen Verbindungen die Gleichförmigkeit schon zeigt, sind Lupe und Mikroskop als Hülfsmittel heranzuziehen. Nur der qualitativen Zusammensetzung nach genau bekannte Verbindungen können einer quantitativen Analyse unterworfen werden, wenn es sich nicht etwa um die Bestimmung eines einzelnen Bestandtheiles handelt.

Die Zerkleinerung. Feste Körper, welche nicht leicht in Wasser oder Säuren löslich sind, müssen zuvor durch Zerreiben passend zerkleinert werden. Diese Zerkleinerung hat auch dann immer stattzufinden, wenn in den zu untersuchenden Körpern der Gehalt an Wasser durch Ermittelung des Gewichtsverlustes, welchen sie beim Trocknen in gewisser Temperatur erleiden, oder (bei organischen Verbindungen) der Gehalt an Mineralbestandtheilen aus dem Glühverluste ermittelt werden soll, und

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0147-5

geschieht zweckmässig je nach der Art und Härte der zu untersuchenden Substanzen in Porzellan- oder Achatreibschalen. Ganz harte Körper, z. B. Mineralien, zerstösst man zweckmässig in einem Stahlmörser, einem sogenannten Diamantmörser. In Fällen, wo die Zerkleinerung im Mörser nicht ausreicht, ist man genöthigt, durch Beuteln oder Schlämmen die weniger feinen Theile von den gröberen zu trennen. Durch Schlämmen lassen sich natürlich nur solche Substanzen in den nöthigen feinen Zustand überführen, welche durch Wasser in keiner Weise verändert werden.

Das Trocknen. Da die Körper auf ihrer Oberfläche Feuchtigkeit verdichten, so ist es nothwendig, das aufgenommene hygroskopische Wasser vor der Analyse durch Trocknen zu entfernen, um richtige Analysen zu erhalten. Die Art des Trocknens richtet sich nach der Beschaffenheit der zu untersuchenden Substanz. Schon an der Luft verwitternde, krystallwasserhaltige Salze werden nach dem Zerreiben zwischen mehreren Schichten Fliesspapier abgepresst, und dies zwischen frischen Schichten Fliesspapier so oft wiederholt, bis das Papier nicht mehr feucht wird. Salze, welche an der Luft nicht verwittern, trocknet man auf einem Uhrglase durch Liegen an völlig staubfreier Luft bis zum constanten Gewichte, oder, falls dieselben auch an trockener Luft kein Wasser verlieren, im Exsiccator. Solche Körper, welche sich ohne Zersetzung auf höhere Temperatur erhitzen lassen, befreit man durch Erhitzen von der hygroskopischen Feuchtigkeit. Das Erhitzen geschieht in einem Luftbade bei einer Temperatur, deren Höhe sich nach den Eigenschaften der zu untersuchenden Substanz richtet. Die vollständige Austrocknung kann nur durch das bei zwei auf einander folgenden Wägungen gleichbleibende Gewicht erkannt werden. Endlich giebt es auch noch Substanzen, welche geglüht werden müssen, um das hygroskopische Wasser vollständig zu entfernen. Das Glühen geschieht in einem Porzellan- oder Platintiegel. Die hier zur Entfernung der hygroskopischen Feuchtigkeit angegebenen Manipulationen werden auch zur quantitativen Bestimmung des Wassers in Salzen u. a. benutzt. Welche der Manipulationen Platz greift, richtet sich nach dem Charakter der Verbindung. Der Gewichtsverlust ist gleich dem vorhandenen Wasser. Oft verlieren solche Körper neben Wasser auch andere Substanzen; in solchen Fällen müssen die Manipulationen Aenderungen erfahren, oder dem zu trocknenden Körper Zusätze gemacht werden, über welche sich allgemeine Regeln nicht aufstellen lassen, da sie bei den einzelnen Körpern sehr verschieden sind. Das Trocknen der Substanzen geschieht in mit Deckel verschlossenen Tiegeln, oder zwei gut schliessenden, mit einer Metallklammer zusammengehaltenen Uhrgläsern. Beim Trocknen entfernt man die Klammer und stellt die Uhrgläser in einander, so dass das obere die zu trocknende Substanz enthält, nach dem Trocknen bedeckt man das die Substanz enthaltende Glas mit dem leeren und verschliesst mit der Klammer.

Das Abwägen. Die zu wägende Substanz wird in passenden Gefässen, welche sie vor jedem Luftzug schützen, auf die Waage gebracht. Als solche sind geeignet: mit Deckel versehene Tiegel, zwei gut schliessende Uhrgläser, welche durch eine Klammer zusammengehalten werden, mit Stopfen verschlossene Glasröhren u. a. m. Hygroskopische, flüchtige oder an der Luft veränderliche Substanzen dürfen niemals anders, unveränderliche Substanzen können auch in offenen Gefässen, niemals aber auf Papier gewogen werden, weil dieses hygroskopisch ist. Die zu wägenden Gefässe müssen möglichst übereinstimmend die

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0148-1

Temperatur des Raumes besitzen, sie dürfen niemals warm sein, weil sonst in Folge des aufsteigenden warmen Luftstromes falsche Resultate erzielt werden. Um der Absorption von Feuchtigkeit während des Abkühlens der Gefässe vorzubeugen, stellt man sie mit den getrockneten Substanzen in leicht transportable Exsiccatoren. Soll in einer Substanz die Menge der Feuchtigkeit oder der Glührückstand bestimmt werden, so wird die Substanz direkt in einen Tiegel abgewogen, dessen Gewicht zuvor bestimmt wurde. In diesem Falle giebt die Differenz zwischen dem Gewichte des leeren und des mit der Substanz gefüllten Tiegels die Menge des abgewogenen Objectes. Soll dagegen die Substanz behufs weiterer Operationen in Wasser oder Säuren gelöst werden, so bringt man dieselbe in einen Tiegel oder in ein Wägeröhrchen, wägt und schüttet sodann von dem Inhalt so viel als nöthig in das Glas, in dem die Lösung erfolgen soll, und wägt sodann das erstere Gefäss sammt der in ihr verbliebenen Substanz zurück. Die Differenz der zweiten Wägung mit der ersten ergiebt das Gewicht der zur Analyse genommenen Substanz. Die Menge des zu einer Analyse zu verwendenden Objectes richtet sich nach der relativen Menge der darin zu bestimmenden Bestandtheile. Im Allgemeinen gilt als Regel, so viel der Substanz in Arbeit zu nehmen, dass das Gewicht des schliesslich zu wägenden Productes gross genug ist, um Fehlerquellen, welche in der Methode liegen, sowie unvermeidliche Wägefehler unerheblich zu machen. Ein Milligramm zu viel oder zu wenig ist von bedeutendem Einfluss auf das Resultat der Analyse, wenn das Gewicht des Productes nur Milligramme beträgt, während derselbe kleine Fehler das Resultat nicht wesentlich beeinflusst, wenn das Product Decigramme wiegt. Diese Verhältnisse sind namentlich für quantitative Bestimmungen von Arzneimitteln, in welchen es sich oft um Ermittelung sehr kleiner Mengen (Alkaloïdgehalt in Extracten, Tincturen etc.) handelt, nie ausser Acht zu lassen.

Fig. 101.

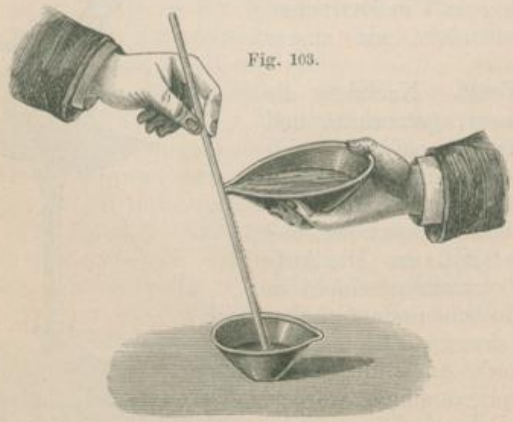
Das Auflösen. Nachdem die Substanz zerkleinert, getrocknet und abgewogen ist, ist sie, sofern es sich nicht um Wasserbestimmung durch den Verlust beim Trocknen oder die Bestimmung des Glührückstandes handelt, zunächst aufzulösen. Die Auflösung fester Substanzen geschieht in Bechergläsern, Kölbchen oder Schalen so, dass in dem Lösungsgefäss bequem die darauf folgende Ausfällung eines Bestandtheiles vorgenommen werden kann. Findet bei der Auflösung lebhafte Gasentwickelung statt, so werden Verluste durch Verspritzen dadurch vermieden, dass man die Auflösung in schräg stehenden Kochflaschen (Fig. 101), oder in einem mit Uhrglas bedeckten Becherglase ausführt und das Lösungsmittel in kleinen Portionen hinzufügt. Dieselben Vorsichtsmassregeln müssen beobachtet werden, wenn

die Auflösung durch Erhitzen beschleunigt werden soll. Die am Uhrglase haftenden Tropfen werden sorgfältig in das Becherglas zurückgewaschen. Soll die Lösung ohne Luftzutritt erfolgen, z. B. bei leicht oxydirbaren Körpern, so leitet man durch den Kolben, in welchem dieselbe ausgeführt wird, einen Strom Kohlensäure, oder bewerkstelligt die Lösung in einem mit Ventil versehenen Kölbchen, welches den Dämpfen den Austritt, nicht aber den Eintritt der Luft von aussen gestattet. Das Ventil (Fig. 102) ist ein Stück dickwandiger Kautschukröhre, welches oben durch einen massiven Glasstab verschlossen ist und seitlich einen Längsschnitt von etwa 1,0—1,5 cm hat. Bei der Werthbestimmung von Arzneimitteln ist es oft nicht möglich, die Substanz völlig in Lösung zu bringen. Es ist dieses auch nicht immer erforderlich, da es sich bei der Werthbestimmung solcher Arzneimittel, wie z. B. von Drogen und aus diesen bereiteten galenischen Präparaten, in der Regel nicht um eine vollständige Analyse derselben handelt, sondern um die quantitative Bestimmung der den Werth bedingenden Bestandtheile. Die zur Herstellung der betreffenden Lösungen, aus welchen die quantitative Abscheidung möglich ist, benutzten Methoden sind nach der Zusammensetzung der zu untersuchenden Substanz und dem chemischen Charakter des zu bestimmenden Körpers verschieden.

Fig. 102.

Das Eindampfen. Das Eindampfen von Flüssigkeiten geschieht in Schalen von Platin und Porzellan auf dem Wasserbade oder direkt über der Flamme an einem vor Staub geschützten Orte. Wird es über freiem Feuer ausgeführt, so trage man Sorge, dass die Flüssigkeit nicht in's Kochen geräth. Flüssigkeiten, welche Niederschläge enthalten, müssen unbedingt auf dem Wasserbade eingedampft werden; auf freiem Feuer

Fig. 103.



stossen namentlich solche Flüssigkeiten, welche krystallinische Niederschläge enthalten. Ebenso muss man sich des Wasserbades bedienen, wenn die Flüssigkeiten zur Trockne eingedampft werden sollen. Soll der Verdampfungsrückstand (nach dem Trocknen oder Glühen) gewogen werden, so hat das Abdampfen in einer gewogenen Schale zu geschehen. Ist die einzudampfende Flüssigkeit sehr gross, so concentrirt man sie zunächst

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0150-0

in einer grösseren Schale und bringt erst, nachdem sie stark eingeengt, in die gewogene Schale, in welcher das Abdampfen vollendet wird. Soll eine Flüssigkeit aus einer Schale in eine andere übertragen werden, so bestreicht man den Ausguss der Schale mit einer Spur Fett, lässt die Flüssigkeit an einem an die Ausgussstelle gehaltenen Glasstabe herunter in das andere Gefäss fliessen (Fig. 103, S. 130) und spült den in der Schale verbliebenen Rest mit kleinen Mengen Wasser nach.

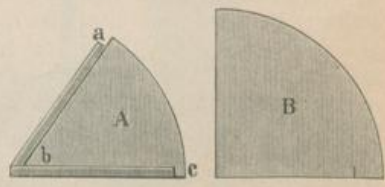
Das Schmelzen. Durch das Schmelzen mit verschiedenen Substanzen, z. B. kohlensaurem Natrium, Kaliumcarbonat und Salpeter, saurem schwefelsaurem Kalium u. a., werden Substanzen, welche in Wasser und Säuren unlöslich sind, in lösliche Verbindungen übergeführt. Das Schmelzen geschieht in Tiegeln, meist in Platintiegeln. Nur wo die chemische Natur der zu schmelzenden Substanzen die Anwendung von Platintiegeln verbietet (s. S. 166), bedient man sich der Silber- oder Porzellantiegel.

Die Fällung. Die Fällung geschieht, um mehrere gelöste Körper von einander zu trennen oder um eine gelöste Substanz in eine feste wägbare Form überzuführen. Sie ist die in der Analyse am häufigsten vorkommende Operation. Bei derselben wird der Lösung der Substanz der Regel nach ein Ueberschuss des Fällungsmittels, ebenfalls in Form einer Lösung, zugesetzt. Nachdem man mit einem abgerundeten Glasstabe umgerührt hat, lässt man den entstandenen Niederschlag sich absetzen und prüft die über demselben stehende klare Flüssigkeit durch weiteren Zusatz des Fällungsmittels auf vollständige Fällung. Ist diese noch nicht erreicht, so muss ein weiteres Quantum des Fällungsmittels zugesetzt werden, bis bei wiederholter Prüfung die Flüssigkeit klar bleibt. Die Bedingungen bei der Fällung, so die Concentration der Lösungen, die Temperatur, bei welcher die Fällung ausgeführt werden muss und die Zeitdauer, innerhalb welcher der Niederschlag von der Flüssigkeit zu trennen ist, die Gefässe und die am zweckmässigsten Verwendung findenden Reagentien richten sich nach jedem speciellen Fall.

Die Filtration. Die Filtration hat den Zweck, den gebildeten Niederschlag von der Lösung, in der er gebildet wurde, zu trennen.

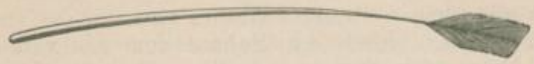
Das Filtriren geschieht bei quantitativen Bestimmungen ausschliesslich durch Papier. Man wählt fast ausschliesslich glatte, selten faltige Filter und macht sie von verschiedener Grösse, indem man das Papier nach verschieden grossen runden Schablonen von Pappe oder Blech, oder nach Schablonen, welche die Gestalt eines $^1/_4$ Kreises (Schablonen nach Mohr) haben, schneidet. Die Mohr'schen Schablonen lässt man zweckmässig in verschiedenen Grössen von Blech anfertigen. Das Papier, aus welchem das Filter geschnitten werden soll, wird doppelt zusammengefaltet, so dass die Kanten einen rechten Winkel bilden, alsdann in die Schablone A (Fig. 104) eingelegt, das Blech B, dessen Schenkel etwas kürzer sind als die der Grundfläche A, darüber geschoben und das überstehende Papier mit einer Scheere abgeschnitten. Die verschieden grossen Filter benutzt man je nach der Menge des Niederschlages. Man wählt Filter (und somit auch Schablonen), deren Ausdehnung im Radius 3, 4, 5, 6,5 und 8 cm beträgt, und wählt sie beim Gebrauche in der Art aus, dass sie von dem Niederschlage etwa nur zur Hälfte gefüllt werden, da sich Niederschläge,

Fig. 104.



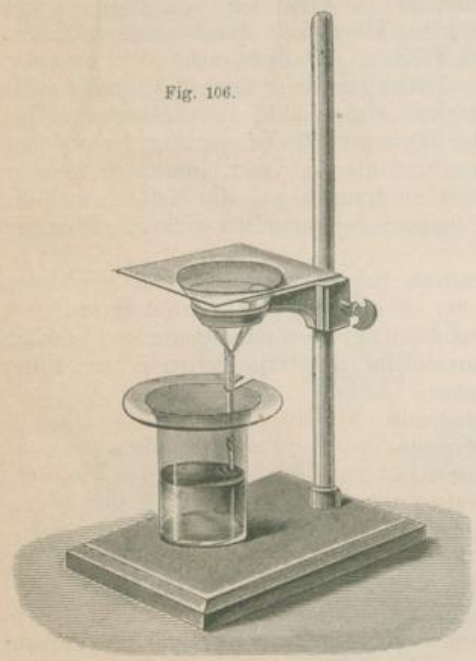
welche das Filter zu hoch anfüllen, nur schwierig ohne Verlust vollkommen auswaschen lassen. Die Glastrichter müssen einen Winkel von 60° bilden und vollkommen eben im Glase sein, der Rand des Filters darf nicht weniger als 5—10 mm von dem Rande des Filters entfernt sein. Das

Fig. 105.



Filter wird dicht an die Wandung des Trichters angedrückt und angefeuchtet. Das Wasser, welches man zum Anfeuchten benutzt, darf nicht herausgegossen werden, sondern muss durchfiltriren. Der Trichter ruht in einem Filtrirgestell; je nach Bedürfniss stellt man unter den Trichter ein Glas, Kolben oder Schale, wobei man das Ende des Trichters an die Wandung des Gefässes anlegt, damit die durchlaufende Flüssigkeit an demselben hinablaufe. Die Filtration wird in der folgenden Weise ausgeführt. Man bestreicht die Stelle des Gefässrandes, an welcher man ausgiessen will, mit einer kaum sichtbaren Spur Fett (Talg), hält an diese Stelle einen Glasstab und giesst die zu filtrirende Flüssigkeit vorsichtig demselben entlang an den Rand des Filters, bis das Filter zu etwa $^2/_3$ gefüllt ist. Zuerst filtrirt man nur die Flüssigkeit und erst, wenn sie abgetropft ist, bringt man den Niederschlag auf das Filter; die letzten Theile desselben spült man, indem man Wasser in das Gefäss fügt, heraus und wäscht den Niederschlag schliesslich mit Wasser oder einer anderen Waschflüssigkeit nach. An den Wänden haftende Theilchen des Niederschlages werden mit einer kleinen, scharf abgeschnittenen Federfahne (Fig. 105) oder mit einem Glasstabe, über dessen Ende ein kleines Stück Kautschuckschlauch geschoben ist, leicht abgelöst. Sehr selten nur ist es nöthig, die an den Wandungen haftenden Theile des Niederschlages in dem Gefässe wieder zu lösen und von Neuem zu fällen. Den Trichter und das Glas, in welchem das Filtrat gesammelt wird, bedeckt man während des Filtrirens mit einer passend ausgeschnittenen Glasplatte, um das Hineinfallen von Staub zu verhüten (Fig. 106).

Fig. 106.



Das Auswaschen. Das Auswaschen der Niederschläge geschieht entweder direkt nach der Fällung oder nach voraufgegangener Decantation. Das Auswaschen auf dem Filter geschieht gewöhnlich mit Wasser, zuweilen auch mit anderen Flüssigkeiten, wie Alkohol, Säuren, Ammoniak. Die in der Spritzflasche befindliche Auswaschflüssigkeit leitet man in einem dün-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0152-2

nen Strahle auf den von dem Niederschlag nicht eingenommenen Rand des Filters. Das Filter füllt man jedesmal voll Wasser und wartet, bis dasselbe vollständig von der Oberfläche abgelaufen ist. Das Auswaschen ist beendet, wenn sich die ablaufende Waschflüssigkeit frei von dem zur Fällung verwendeten Reagens erweist. Von Zeit zu Zeit ist deshalb eine besonders gesammelte Probe des Filtrates mit geeigneten Reagentien zu prüfen. Das Auswaschen muss an einem Tage beendet werden; Stehenlassen unausgewaschener Niederschläge auf dem Filter über Nacht und Beendigen des Auswaschens am anderen Tage ist auf keinen Fall zulässig.

Die Decantation wird meist in Verbindung mit der Filtration angewendet. Man filtrirt durch das Filter nur die Lösung, fügt zu dem in einem Glase befindlichen Niederschlag Wasser (wenn es erlaubt ist, kochendes Wasser), rührt mit einem Glasstabe um und filtrirt nach dem Absetzen die klare Lösung. Diese Operation wiederholt man mehrere Male, bevor man den Niederschlag selbst auf das Filter bringt.

Fig. 107.

Bemerkt soll endlich werden, dass das Filtriren und Auswaschen von Niederschlägen ganz bedeutend durch Benutzung von Wasserluftpumpen oder anderen Saugvorrichtungen sich beschleunigen lässt: Man legt zur Verstärkung des Filters einen kleinen Conus aus Platinblech unten in den Trichter, setzt diesen mittelst doppelt durchbohrtem Gummistopfen auf eine starke Flasche und saugt aus der anderen Durchbohrung die Luft ab (Fig. 107). Man benutzt hierzu entweder einen Aspirator oder eine Wasserluftpumpe. Die Metalltheile der aus Metall gefertigten Pumpen würden durch vorhandenes Chlor, Salzsäure etc. leiden, man bedient sich deshalb neuerdings häufig aus Glas hergestellter Saugpumpen.

Bestimmung des Gewichtes von Niederschlägen. a) Durch Glühen. Der ausgewaschene Niederschlag wird auf dem Filter zusammen mit dem Trichter getrocknet. Man bedeckt zu diesem Zwecke den Trichter mit einer runden Scheibe Papier, nimmt ihn in die linke Hand und biegt mit der rechten Hand den Rand des Papieres so ein, dass man einen festsitzenden Deckel erhält. Sodann stellt man den Trichter in ein Luftbad und trocknet bei 100°. Da bei dem Glühen das Filter auch mit verbrennt, so ist es nothwendig, das Gewicht der beim Verbrennen des letzteren zurückbleibenden Asche genau zu kennen. Das Glühen geschieht je nach der Eigenschaft der Niederschläge in Platin- oder Porzellantiegeln. Der Tiegel wird vorher geglüht und nach dem Erkalten gewogen. Wird der Niederschlag durch die beim Verbrennen des Papiers entstehende Kohle nicht verändert, und benutzt man Platintiegel, so lässt sich das Einäschern des Filters mit dem Glühen des Niederschlages vereinigen. Man wickelt den Niederschlag in das Filter ein, bringt denselben in den Tiegel, welchen man bedeckt und nur sehr gelinde erwärmt, damit vorerst das Papier verkohlt. Nach der Verkohlung nimmt man den Deckel ab, stellt den Tiegel

innerhalb des Dreiecks schräg und steigert die Hitze, bis das Filter vollständig verbrannt und ganz weiss geworden ist (Fig. 108). Man bringt nun den Tiegel mit einer Pincette oder Tiegelzange in einen Exsiccator, lässt erkalten und wägt ihn. Das Gewicht des Niederschlages findet man, wenn man von der durch diese Wägung gewonnenen Zahl das Gewicht des leeren Tiegels und der Filterasche abzieht. In den Fällen, wo Filterveraschung und Glühen des Niederschlages nicht vereint ausgeführt werden kann, verfährt man wie folgt: Man stellt den gewogenen Tiegel auf ein Stück schwarzes Glanzpapier, nimmt das Filter aus dem Trichter heraus und bringt den trockenen Niederschlag vorsichtig in den Tiegel. Durch vorsichtiges Drücken mit den Fingern auf die Aussenseite des Filters wird der Niederschlag so gut als möglich von dem Filter getrennt. Sodann faltet man das Filter zusammen, wickelt einen Platindraht spiralförmig um dasselbe und legt es einstweilen bei Seite, bis man mit Hülfe einer Federfahne die etwa auf das Glanzpapier gefallenen Theile des Niederschlages in dem Tiegel gesammelt hat. Man hält nun über den auf dem Glanzpapier stehenden Tiegel das in der Spirale eingewickelte Filter (Fig. 109), zündet es mit der Gaslampe an und entfernt sodann wieder die Flamme. Hat das Brennen und Glimmen des Filters aufgehört, so bringt man das Filter, indem es fortwährend über den Tiegel gehalten wird, in die Spitze der Flamme. Ist der Rückstand

Fig. 108.

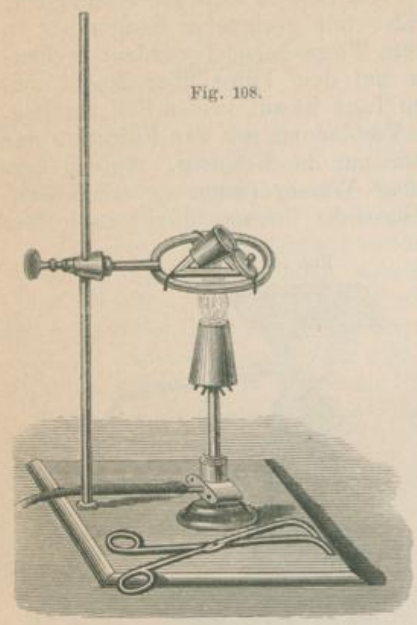
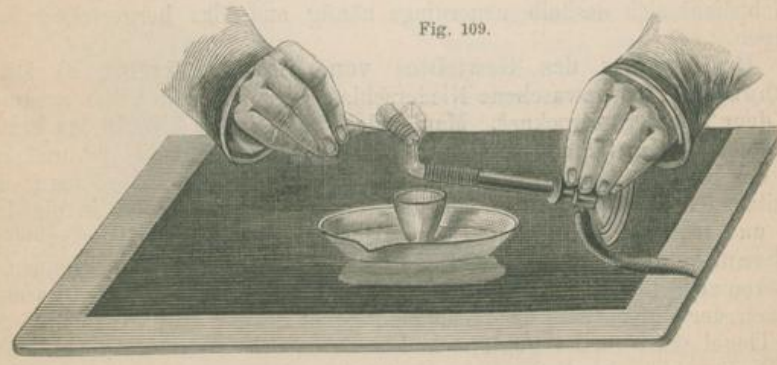


Fig. 109.



an der Spirale vollkommen weiss, so ist das Verbrennen des Filters beendet. Man zieht die Spirale auseinander, so dass die Asche direkt in den untergestellten Tiegel fällt. Nachdem die auf dem Glanzpapier befindlichen Aschentheilchen in den Tiegel gebracht sind, wird der Tiegel mit dem Niederschlag in einem Dreiecke über einer nicht russenden Flamme geglüht.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0154-3

Die Dauer und der Grad des Glühens ist sehr verschieden, meist genügt ein viertelstündiges Glühen über der einfachen Gaslampe, bisweilen muss man aber die Gebläselampe benutzen. Nach dem Erkalten im Exsiccator wird der Tiegel gewogen; das Mehrgewicht gegen die erste Wägung ergiebt das Gewicht des Niederschlages sammt der Filterasche.

b) Ist die Bestimmung in Folge der Zersetzbarkeit der Verbindung durch Glühen nicht möglich, so geschieht die Bestimmung auf einem gewogenen Filter. Das Filter, durch welches filtrirt und auf dem der Niederschlag gesammelt werden soll, muss vorher getrocknet und gewogen worden sein. Das Trocknen des Filters geschieht bei derselben Temperatur, bei welcher auch der Niederschlag getrocknet werden soll. Man legt das passend zusammengefaltete Filter zwischen zwei Uhrgläser, welche durch eine Klammer zusammengehalten werden, oder in eine leichte Glasröhre, welche durch Ueberschieben einer anderen, etwas weiteren, geschlossen wird. Nach dem Trocknen lässt man die dicht über einander geschobenen Uhrgläser oder die geschlossenen Glasröhren im Exsiccator erkalten, bevor man die Wägung ausführt. Die Trocknung ist erst dann als beendet anzusehen, wenn bei zwei auf einander folgenden Wägungen das Gewicht constant geblieben ist. Auf dem so vorbereiteten Filter wäscht und trocknet man den Niederschlag, wie oben angegeben ist. Ist der Niederschlag auf dem Trichter getrocknet, so nimmt man ihn sammt Filter aus dem Trichter, bringt ihn zwischen die beiden Uhrschälchen oder in die Glasröhre und trocknet bis zum constanten Gewicht bei der gleichen Temperatur, bei welcher das Filter getrocknet wurde. Das Mehrgewicht ergiebt das Gewicht des Niederschlages.

Ausrechnung der Analysen. Mit der Bestimmung des Gewichtes eines Niederschlages oder der Bestimmung des Verlustes beim Trocknen oder Glühen ist die quantitative Bestimmung zu Ende; ihr folgt die Berechnung. Ist der gewogene Körper selbst derjenige, dessen Menge ermittelt werden sollte, so gestaltet sich die Berechnung sehr einfach. Man berechnet stets auf 100 Theile, d. h. auf Procente der angewandten Substanz. Nach dem Ansatze:

$$a : b = 100 : x,$$

in welchem a die Menge der angewandten Substanz, b diejenige des Endproductes bedeutet, findet man in x leicht die Menge der zu bestimmenden Substanz in Procenten der angewandten Substanz.

Wenn jedoch aus der gefundenen Substanz erst die gesuchte Base oder Säure, ein Element oder eine Verbindung zu berechnen ist, so ist solches ohne Kenntniss der Molekulargewichte der Verbindung und der Atomgewichte ihrer Bestandtheile nicht ausführbar. Aus einer Menge schwefelsauren Baryums, welche aus einer schwefelsäurehaltigen Flüssigkeit erhalten worden ist, berechnet man beispielsweise die vorhandene Schwefelsäure (c) nach dem Ansatze

$$BaSO^4 : SO^3 = b : c$$
$$233 : 80 = b : c,$$

in welchem b die gefundene Menge schwefelsaures Baryum bedeutet und daraus nach dem Ansatze

$$a : c = 100 : x,$$

worin a die angewandte Menge der Substanz bedeutet, die in 100 Theilen derselben enthaltene Schwefelsäure.

Man berechnet bis zur zweiten Decimalstelle z. B. 15,23, weitere Ziffern haben keinen Werth.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0155-9

Maassanalyse.

Die Maassanalyse (Volumetrie, Titrirmethode) unterscheidet sich von der Gewichtsanalyse wesentlich dadurch, dass das Reactionsproduct nicht gewogen, sondern dass aus dem Volum des flüssigen Reagens, welches zur Umwandlung der zu bestimmenden Substanz in eine bekannte Verbindung erforderlich ist, die Menge derselben berechnet wird. Die Maassanalyse hat den Vorzug, dass die Menge eines Körpers in kurzer Zeit ermittelt werden kann, da die zeitraubenden Operationen der Gewichtsanalyse, das Auswaschen, Trocknen und Glühen von Niederschlägen entweder wegfallen oder umgangen werden können, und dass die Menge eines Körpers häufig auch in Lösungen bestimmt werden kann, welche noch andere Substanzen enthalten, wodurch deren Trennung von den zu bestimmenden Körpern entbehrlich wird. In Folge dieser Vortheile ist die Maassanalyse auch von den neuesten Pharmakopöen, wo irgend thunlich, zur Prüfung und Werthbestimmung der Arzneimittel herangezogen, für welche sie noch den weiteren Vorzug hat, dass die Ansprüche an Reinheit vielfach verschärft werden konnten, indem die Aufstellung von Grenzwerthen ermöglicht wurde, innerhalb deren Verunreinigungen zulässig sind. Jede chemische Reaction kann als Unterlage für eine volumetrische Analyse dienen, wenn sie gewissen Bedingungen genügt. Welches sind nun die Anforderungen, denen diese Reactionen genügen müssen? Sie müssen einmal unter den Bedingungen, unter welchen der Versuch angestellt wird, verlaufen, mit anderen Worten: Die bei der Reaction entstehenden Gewichtsmengen der Verbindungen müssen diejenigen sein, welche durch die Gleichungen ausgedrückt werden, da man nur nach bestimmten Verhältnissen zwischen den Molekulargewichten das Gewicht der reagirenden Substanzen in unbekannten Fällen erfahren kann. Zur Erläuterung des Gesagten mögen die folgenden Beispiele dienen.

$$\underset{36{,}4}{HCl} + \underset{40}{NaOH} = \underset{58{,}4}{NaCl} + \underset{18{,}0}{H^2O}$$

Bei dieser Reaction wirkt ein Molekül = 36,4 Theile (Gramme, Milligramme etc.) Salzsäure auf ein Molekül = 40 Theile Aetznatron, indem ein Molekül = 58,4 Theile Chlornatrium und ein Molekül = 18 Theile Wasser, entstehen. Eine jede willkürliche Menge Salzsäure, sie sei mit a bezeichnet, wird diejenige Menge Aetznatron, x, anzeigen, welche in dem gleichen Verhältniss zu a steht wie 36,4 : 40.

$$36{,}4 : 40 = a : x.$$

$$\underset{170}{AgNO^3} + \underset{58{,}4}{NaCl} = \underset{143{,}4}{AgCl} + \underset{85}{NaNO^3}$$

Bei dieser Reaction wirkt ein Molekül = 170 Theile Silbernitrat auf ein Molekül = 58,4 Theile Chlornatrium, indem ein Molekül = 143,4 Theile Chlorsilber und ein Molekül = 85 Theile salpetersaures Natrium gebildet werden. Die Menge Chlornatrium (x) wird sich aus der Menge des zur Reaction erforderlichen salpetersauren Silbers, welche wir a nennen wollen, nach der Gleichung

$$170 : 58{,}4 = a : x$$

ergeben. Weiterhin ist erforderlich, die Grösse, welche wir in den angeführten Beispielen mit a bezeichneten, d. i. die bei irgend einer Reaction benutzte Menge einer Substanz, genau zu bestimmen. Auf diese Be-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0156-5

stimmung haben Einfluss 1) die Stärke der einwirkenden Lösung und 2) die Genauigkeit, mit welcher man das Ende der Reaction zu bestimmen vermag. Was den ersten Punkt anbelangt, so benutzt man die zur Ausführung volumetrischer Analysen dienenden Reagentien (die Salzsäure in dem ersten Beispiel, das Silbernitrat in dem zweiten Beispiel) in Form von titrirten Lösungen, das sind solche Lösungen, welche in einem gegebenen Volumen der Lösung ein bestimmtes Gewicht der wirksamen Substanz enthalten. Den Titer einer Lösung nennt man das Gewicht der Substanz, welches in einem Cubikcentimeter der Lösung aufgelöst ist. Man kann nun volumetrische Analysen mit titrirten Lösungen beliebiger Concentration ausführen, wenn die Concentration sich innerhalb der zur Erreichung des Zweckes erforderlichen Grenzen hält; empfehlenswerth ist es jedoch, den Maassflüssigkeiten eine solche Concentration zu geben, dass gleiche Volumina einen gleichen Wirkungswerth haben, sie also gleichwerthig, äquivalent sind. Man giebt deshalb den Maassflüssigkeiten nur in Ausnahmefällen einen empirischen Wirkungswerth, der Regel nach aber eine solche Concentration, dass sie in 1000 ccm oder in 1 Liter das Aequivalent des Reagens (Wasserstoff = 1) in Grammen ausgedrückt (das Grammäquivalent) enthalten. Solche Lösungen heissen Normale, während $^1/_{10}$- resp. $^1/_{100}$-normal solche genannt werden, welche $^1/_{10}$ resp. $^1/_{100}$ der für normale erforderlichen Mengen wirksamer Substanz im Liter enthalten. Hierdurch ist, wenn es sich um die Darstellung der Normallösung eines Elementes handelt, die anzuwendende Menge der Titersubstanz ohne Weiteres gegeben. Von monovalenten Elementen wird das ganze Atomgewicht, von bivalenten Elementen das halbe Atomgewicht, in Grammen ausgedrückt, abgewogen und zu einem Liter Flüssigkeit aufgelöst u. s. w. Jod ist ein einwerthiges Element. 1 Atom = 127 Gewichtstheilen Jod ist äquivalent 1 Atom = 1 Gewichtstheil Wasserstoff. Deshalb enthält eine Normaljodlösung 127 g freies Jod in einem Liter, $^1/_{10}$-Normaljodlösung enthält 12,7 g, $^1/_{100}$-Normaljodlösung enthält 1,27 g Jod im Liter.

Bei der Darstellung von Normallösungen chemischer Verbindungen wird die in Grammen abzuwägende Menge der Titersubstanz nach dem einfachen oder mehrfachen Molekulargewichte oder einem Bruchtheile desselben bemessen, wobei die Valenz desjenigen Elementarbestandtheiles entscheidend ist, von welchem man annimmt, dass er der Maassflüssigkeit den Wirkungswerth ertheile. Es muss dieser wirksame Bestandtheil in einer, einem Atom Wasserstoff entsprechenden Menge in der Titersubstanz enthalten sein. Kaliumhydroxyd ist eine einsäurige Base, denn ein Molekül erfordert zur Neutralisation ein Molekül einer einbasischen Säure. 1 Molekül = 56 Gewichtstheile KaOH enthält 1 Atom = 39 Gewichtstheile Kalium, welches äquivalent ist 1 Atom = 1 Gewichtstheil Wasserstoff. Eine Normalkaliumhydroxydlösung enthält demnach 56 g Kaliumhydroxyd in einem Liter.

Schwefelsäure ist eine zweibasische Säure; ein Molekül derselben erfordert zur Bildung eines neutralen Salzes zwei Moleküle einer einsäurigen Base. 1 Molekül = 98 Gewichtstheile SH^2O^4 verlangen 2 Moleküle oder 112,0 Gewichtstheile Kaliumhydroxyd. Nun enthalten aber 2 Moleküle = 112 Gewichtstheile Kaliumhydroxyd 2 Atome = 78,0 Gewichtstheile Kalium, welche äquivalent sind 2 Atomen = 2 Gewichtstheilen Wasserstoff. Eine Normallösung von Schwefelsäure enthält deshalb, soll sie der Normal-Kaliumhydroxydlösung äquivalent sein, nur die

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0157-1

Hälfte des Molekulargewichtes der Schwefelsäure in Grammen, d. s. 49 g SH^2O^4 im Liter, während eine $^1/_{10}$- Normal und $^1/_{100}$- Normallösung zehn- und hundertmal weniger als 49 g im Liter enthalten.

Im Kaliumpermanganat ist der Sauerstoff der wirksame Bestandtheil, und zwar geben zwei Moleküle des Salzes fünf Atome Sauerstoff an oxydirbare Körper ab.

$$2\ KMnO^4 = 5O + 2\ MnO + K^2O.$$

5 Atome Sauerstoff sind äquivalent 10 Atomen = 10 Gewichtstheilen Wasserstoff. Eine Normallösung von Kaliumpermanganat wird demnach nur den zehnten Theil des Gewichtes zweier Moleküle Kaliumpermanganat, in Grammen ausgedrückt, im Liter enthalten.

Steht das Reagens chemisch rein zur Disposition, so ist die Herstellung solcher Lösung sehr einfach; man hat nur nöthig, die entsprechende, genau abgewogene Menge desselben in geeigneter Weise aufzulösen und die Lösung auf ein Liter zu verdünnen. Umständlicher gestaltet sich die Bereitung der Lösung, sofern die betreffenden Reagentien sich nicht in reinem Zustande abwägen lassen, wie z. B. die wasserhaltige Schwefelsäure. Ueber die Darstellung und Prüfung solcher Lösungen ist in dem den Reagentien gewidmeten Kapitel nachzulesen.

Zur Bereitung der Normallösungen und zur genauen Bestimmung des zu einer Analyse gebrauchten Volumens derselben sind eine Anzahl eigenartig geformter Gefässe erforderlich, über deren Beschaffenheit und Gebrauch der über die analytischen Apparate handelnde Abschnitt Aufklärung giebt.

Nachdem wir die erste Bedingung zur Ermittelung der Grösse a, die Verwendung von Reagentien in Form von Lösungen von bestimmtem Gehalte und die Nothwendigkeit, das Volumen derselben genau zu ermitteln, betrachtet haben, wollen wir jetzt der anderen nicht minder wichtigen Bedingung, der Bestimmung der Endreaction uns zuwenden. Will man die Gewichtsbeziehungen zwischen den Molekulargewichten zur volumetrischen Analyse anwenden, so ist die genaue Erkennung der Beendigung der Reaction durchaus nothwendig, d. h. man muss den Moment genau abpassen, wo die Wechselwirkung zwischen den Substanzen in derjenigen weder grösseren noch geringeren Menge vor sich geht, welche durch die Molekulargewichte ausgedrückt werden. Man benutzt dazu besonders in die Augen fallende Erscheinungen: Entstehen oder Verschwinden einer Farbe, Uebergang einer Farbe in die andere, das Auftreten oder Verschwinden eines Niederschlages. Bei manchen Methoden ist es das Reagens selbst, welches in Folge seiner Farbe durch einen geringen Ueberschuss das Ende der Reaction anzeigt, so z. B. bei den Bestimmungen mit Kaliumpermanganat, wo eine farblose oder schwach gelbliche Flüssigkeit plötzlich roth gefärbt wird, sobald ein geringer Ueberschuss des Kaliumpermanganats vorhanden ist. Bei anderen Methoden zeigt das Reactionsproduct das Ende der Reaction an, so z. B. das Silbercyanid bei der Bestimmung der Blausäure nach Liebig. Bei vielen maassanalytischen Operationen endlich erkennt man die Endreaction an der Veränderung einer fremden Substanz, welche man entweder der Untersuchungsflüssigkeit hinzufügt oder mit welcher man Tropfen der zu titrirenden Flüssigkeit ausserhalb dieser in Berührung bringt. Diese fremden Substanzen nennt man Indicatoren. Als solche benützt man Substanzen, welche die Hauptreaction nicht hindern, aber mit irgend einer der gegenseitig auf einander einwirkenden Substanzen eine charakte-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0158-6

ristische Färbung geben. Deshalb wird hier das Verschwinden oder Erscheinen einer Färbung der Moment der Beendigung der Reaction sein. So verwendet man bei der Analyse von Jodlösungen Stärkekleister als Indicator, mit welchem freies Jod eine dunkelblaue Färbung giebt; bei den Bestimmungen von Säuren und Basen Lackmuslösung oder Phenolphtaleïnlösung, welche sich durch Basen blau oder roth färben, mit Säuren rothe oder farblose Lösungen geben.

Die zur Anwendung kommenden Bestimmungsmethoden lassen sich nach Art der ihnen zu Grunde liegenden Reactionen und der dieselben begleitenden Erscheinungen in drei Gruppen theilen, nämlich in:

I. Sättigungsmethoden,
II. Oxydations- und Reductionsmethoden,
III. Fällungsmethoden.

I. Sättigungsmethoden.

Die Sättigungsmethoden basiren auf dem Zusammentritt von Säuren und Basen zu neutralen Salzen nach bestimmten, von stöchiometrischen Gesetzen vorgeschriebenen Gewichtsverhältnissen, und der Sichtbarmachung dieses Neutralisationsactes durch die charakteristische Wandlung, welche gewisse Farbstoffe bei der Neutralisation saurer oder basischer Flüssigkeiten erfahren. Man unterscheidet sie als Alkalimetrie, d. i. die Messung einer Base durch eine Säure, und als Acidimetrie, d. i. die Messung einer Säure durch eine Base. Als Normalflüssigkeiten dienen Normalsäuren (Oxalsäure, Salzsäure, Schwefelsäure) und normale alkalische Flüssigkeiten (Kaliumhydroxyd, Baryumhydroxyd, Ammoniak). Die Anzahl der Farbstoffe, welche bei den Sättigungsanalysen als Indicatoren in Vorschlag gebracht worden sind, ist eine sehr grosse. Neben dem altbewährten Lackmus sind der Farbstoff der Cochenille, Rosolsäure und Phenolphtaleïn, sowie Phenacetolin und Dimethylorange die am häufigsten gebrauchten. — Säuren und alkalische Flüssigkeiten werden nach Zusatz eines Indicators so lange mit den Normalsäuren oder normalen alkalischen Flüssigkeiten versetzt, bis der Farbenumschlag des Indicators die geschehene Neutralisation anzeigt (directes Titriren). Auch kann man der sauren oder alkalischen Flüssigkeit ein bestimmtes Volumen Normalbase oder Normalsäure mittelst einer Pipette zufügen und den Ueberschuss an Base oder Säure durch Normalsäure oder Normalbase zurückmessen (Rücktitriren). Flüssigkeiten, welche kohlensaure Salze enthalten, werden unter Benutzung eines gegen Kohlensäure unempfindlichen Indicators (Cochenille, Phenacetolin) direkt titrirt oder, nach Entfernung der Kohlensäure durch Kochen, durch Rücktitriren gemessen. Sättigungsanalysen dienen zur Werthbestimmung von zahlreichen Säuren (Essigsäure, Schwefelsäure, Salzsäure) und Basen (Kalilauge, Ammoniak, Kalkwasser, Kaliumcarbonat, Natriumcarbonat, Alkaloïden etc.).

II. Oxydations- und Reductionsmethoden.

Die Oxydations- und Reductionsmethoden gründen sich auf die Uebertragung von Sauerstoff von der Titersubstanz auf die titrirte Lösung oder umgekehrt unter gleichzeitiger Hervorrufung deutlich wahrnehmbarer Erscheinungen, welche das Ende der Reaction anzeigen. Oxydation und Reduction können sich direkt oder indirekt vollziehen.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0159-5

Bei der direkten Oxydation wird der übertragbare Sauerstoff von einer Sauerstoffverbindung unmittelbar abgegeben (Oxydation durch übermangansaures Kalium, Reduction durch arsenige Säure); bei der indirekten Oxydation geschieht die Abgabe des Sauerstoffs durch die Einwirkung eines zweiten Körpers (Oxydation durch Jod, Reduction durch Zinnchlorür). Der Wirkungswerth der bei diesen Methoden in Anwendung kommenden Titerflüssigkeiten richtet sich nach der Menge Sauerstoff, welche die Titersubstanz abzugeben oder aufzunehmen vermag. Ein Liter einer normalen Oxydations- oder Reductionsflüssigkeit enthält deshalb so viel der Titersubstanz, dass sie ein Grammäquivalent, d. s. 8 g Sauerstoff abzugeben oder aufzunehmen vermag.

Als Normal-Oxydationsflüssigkeiten dienen Kaliumpermanganatlösung und Jodlösung. Als Normal-Reductionsflüssigkeiten werden arsenige Säure und Zinnchlorür benutzt.

Die Benutzung des Kaliumpermanganats als direktes Oxydationsmittel gründet sich auf die beim Zusammentreffen des Salzes mit den oxydationsfähigen Substanzen, gemäss der Gleichung:

$$2KMnO^4 = K^2O + 2MnO + 5O$$

stattfindende Zersetzung. Zur Herstellung eines Liters der Normallösung dient mithin, wie schon oben gesagt, der zehnte Theil des Gewichtes zweier Moleküle in Grammen. Durch die bei der Oxydation stattfindende Entfärbung der rothen Lösung wird der Verlauf der Reaction wahrnehmbar. Ein besonderer Indicator ist deshalb nicht nothwendig.

Die Benutzung des Jodes als indirektes Oxydationsmittel gründet sich auf die Zersetzung des Wassers, nach der Gleichung:

$$H^2O + J^2 = 2HJ + O$$

bei Gegenwart eines oxydablen Körpers. Als Indicator benutzt man Stärkelösung, welche durch die kleinsten Mengen Jod eine tiefblaue Färbung annimmt. Da zwei Atome Jod ein Atom Sauerstoff liefern (und 1 At. Sauerstoff 2 At. Wasserstoff äquivalent ist), so hat man zur Darstellung eines Liters Normaljodlösung das Gewicht eines Atomes Jod in Grammen aufzulösen.

Die Anwendung der arsenigen Säure als Reductionsmittel gewissen Sauerstoffverbindungen gegenüber gründet sich auf die, in alkalischer Lösung gemäss der Gleichung:

$$AsH^3O^3 + O = AsH^3O^4$$

verlaufende Reaction. Sie dient auch zur volumetrischen Bestimmung des Chlors, welche sich auf die folgende, zwischen Chlor und arseniger Säure bei Gegenwart von Wasser stattfindende Umsetzung gründet:

$$AsH^3O^3 + 2Cl + H^2O = AsH^3O^4 + 2HCl$$

Da ein Molekül Arsenigsäureanhydrid zwei Atome Sauerstoff aufnimmt (und 2 At. Sauerstoff 4 At. Wasserstoff äquivalent sind), wenn es in Arsensäure übergeht, so wird man zur Herstellung einer Normallösung von arseniger Säure den vierten Theil des Molekulargewichts des Arsenigsäureanhydrids in Grammen zu einem Liter auflösen.

Oxydations- und Reductionsanalysen werden zur Werthbestimmung zahlreicher pharmaceutischer Präparate (Ferrum, Ferrum reductum, Ferrum oxydatum saccharatum, Aqua Chlori, Tinct. Jodi etc. etc.) benutzt.

III. Fällungsmethoden.

Die Fällungsanalyse umfasst diejenigen volumetrischen Methoden, bei welchen die Umsetzung der auf einander wirkenden Substanzen von

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0160-6

der Ausscheidung eines unlöslichen Körpers begleitet ist. In vielen Fällen ist es schwer, innerhalb einer getrübten Flüssigkeit das Ende der Reaction zu erkennen. Nur in einigen wenigen Fällen werden Indicatoren benutzt, welche eine hinreichende Empfindlichkeit haben; häufig muss man zur Einzelprüfung herausgenommener Tropfen schreiten (Tüpfelmethoden). Die einzelnen zur Werthbestimmung und Prüfung von Arzneimitteln dienenden Fällungsmethoden unterscheiden sich nach Art der Ausführung und Zusammensetzung der Normalflüssigkeiten. Die Bestimmung des Silbers, des Chlors in Chloriden, der Blausäure, des Phenols, des Zuckers und der Alkaloïde geschieht mit Hülfe der Fällungsmethoden.

Reagentien und analytische Apparate.

Reagentien.

Die Körper, welche die Gegenwart anderer durch irgend eine auffällige Erscheinung (Reaction) — Entstehen oder Verschwinden eines Niederschlages oder einer Färbung, Gasentwickelung etc. — anzeigen, nennt man Reagentien. Je nach dem Zwecke, welchen man durch ihre Anwendung erreicht, unterscheidet man allgemeine und besondere Reagentien. Zu den allgemeinen Reagentien zählt man diejenigen, welche dazu dienen, die Gruppe auszumitteln, zu welcher der zu untersuchende Körper zu rechnen ist; als besondere Reagentien bezeichnet man solche, welche auf einzelne bestimmte Körper hinweisen. Die Grenze zwischen allgemeinen und besonderen Reagentien kann nicht scharf gezogen werden; ein und dasselbe Reagens kommt einmal als besonderes, das andere Mal als allgemeines Reagens zur Anwendung. Die besonderen Reagentien unterscheidet man als charakteristische und als empfindliche. Ein charakteristisches Reagens ruft scharf in die Augen springende, keinen Fehlschluss zulassende Erscheinungen (Reactionen) hervor; empfindlich ist ein Reagens, wenn seine Wirkung noch deutlich ist, auch wenn nur eine sehr geringe Menge des zu ermittelnden Körpers zugegen ist. Viele Reagentien sind zugleich charakteristisch und empfindlich.

Es ist in der Regel erforderlich, dass die Reagentien chemisch rein sind, das heisst, sie dürfen ausser den Bestandtheilen, welche wir als ihre wesentlichen kennen, keine uns unbekannte Körper enthalten. Jedes Reagens, gleichviel, ob es selbst dargestellt oder gekauft wurde, muss deshalb einer sorgfältigen Prüfung unterworfen werden, bevor man es zu einer Untersuchung benutzt.

Viele Reagentien sind zugleich Arzneikörper und werden an ihre Reinheit in der Eigenschaft als Reagentien in der Regel keine höheren Anforderungen gestellt, wie in ihrer Eigenschaft als Arzneikörper. In einzelnen Fällen wird man je nach Gegenstand und Zweck der Untersuchung Reagentien von höherem Reinheitsgrade anzuwenden haben, z. B. absolut chlorfreie Salpetersäure. Die Prüfungen auf Reinheit der nachstehend aufgeführten Reagentien sind überall da, wo nicht anderes bemerkt ist, in derselben Weise anzustellen, wie die für die betreffenden Arzneimittel vorgeschriebenen Prüfungen.

Die Reinheit der Reagentien kann häufig durch unzweckmässige Aufbewahrung beeinträchtigt werden. Man hat darauf zu achten, dass die Substanz des Glases nicht von ihnen angegriffen wird, dass die

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0161-2

zugehörigen Glasstöpsel genau und fest schliessend eingeschliffen sind. Gläser, welche leicht flüchtige Substanzen, wie Bromwasser, Salpetersäure, Salzsäure etc. enthalten, versieht man ausser mit dem Stöpsel noch mit einer aufgeschliffenen Kapsel, welche an der Schlussfläche mit ein wenig Talg bestrichen wird. Die Aufbewahrung der Reagentiengefässe geschieht an einem Orte, welcher dem Temperaturwechsel wenig ausgesetzt und im Allgemeinen kühl ist; andernfalls passirt es leicht, dass sich bei zunehmender Wärme die Stöpsel, und zwar meist diejenigen solcher Gefässe lüften, deren Inhalt leicht Gase oder Dämpfe austreten lässt, wie die flüchtigen Säuren, Ammoniak etc., in Folge dessen leicht eine gegenseitige Verunreinigung der Reagentien eintreten kann. So ziehen die flüchtigen Säuren Ammoniak an, die Salpetersäure nimmt Salzsäure auf etc., und zwar finden diese Erscheinungen in um so grösserem Umfange statt, je mehr man die Reagentien in einem eng geschlossenen Raume, einem Kasten oder nicht ventilirten Schrank zusammendrängt. Man stellt deshalb zweckmässig diese leicht exhalirenden Reagentien, ebenso wie Schwefelwasserstoff und Schwefelammonium, nicht gemeinsam mit den übrigen Reagentien in denselben Verschluss. Auch vor Einwirkung des Lichtes sind die meisten Reagentien zu bewahren.

Bezüglich der Quantität des Reagens, welche einem zu prüfenden Körper zugesetzt werden muss, lässt sich das Folgende sagen. Man wird meist das Richtige treffen, wenn man ein jedes Mal vor dem Zusatz überlegt, welche Erscheinung man hervorrufen will, und welche Folgen eine zu geringe Menge oder ein Ueberschuss des Reagens hat. In vielen Fällen werden sehr geringe Mengen des Reagens genügen, grössere Mengen desselben aber auch ohne Nachtheil sein. Wo für den Eintritt einer charakteristischen Reaction die Quantität der anzuwendenden Reagentien von Bedeutung ist, wo also ein Ueberschuss anzuwenden oder derselbe zu vermeiden ist, wird im nachfolgenden Texte in jedem einzelnen Falle besonders hervorgehoben werden. Im Allgemeinen können für die Quantität der anzuwendenden Reagentien folgende Regeln dienen:

a) Reagentien, welche im Ueberschuss, also in solcher Menge angewendet werden müssen, dass ein weiterer Zusatz des Reagens keine fernere Veränderung der in Wechselwirkung gesetzten Substanzen veranlasst:

Acidum aceticum, wenn aus essigsaurer Lösung Zink von anderen Metallen durch Schwefelwasserstoff getrennt werden soll; falls oxalsaures Calcium von anderen nicht in Wasser, aber in Essigsäure löslichen Kalksalzen unterschieden, und die Fällung von Wismuthoxydsalzen durch Wasser verhindert werden soll.

Acidum hydrochloricum und andere Säuren bei Prüfung auf gebundene Kohlensäure und andere flüchtige Säuren, sowie zum Ansäuern von Flüssigkeiten, welche mit Schwefelwasserstoff geprüft werden sollen.

Acidum nitricum mit oder ohne Zusatz von Salzsäure, wenn dadurch niedere in höhere Oxydationsstufen übergeführt oder organische Substanzen zerstört werden sollen; bei Prüfung auf Chlorverbindungen durch Silbernitrat; zur Unterscheidung des schwefelsauren Baryums von dem kohlensauren und phosphorsauren Salze.

Acidum sulfuricum bei Prüfung auf andere Säuren (Borsäure, Oxalsäure, Essigsäure) und auf Blei, sowie in Verbindung mit Eisenvitriol bei Prüfung auf Salpetersäure.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0162-7

Acidum sulfurosum bei seiner Anwendung als Reductionsmittel für Arsensäure.

Acidum tartaricum bei Prüfung auf Kalium und zur Verhinderung der Fällung der Antimonsäure durch Wasser, der Thonerde und des Eisenoxyds durch Alkalien.

Ammonium carbonicum als Lösungsmittel für Schwefelarsen.

Ammonium chloratum bei Fällung der Thonerde aus ihren Lösungen in Kalilauge; zur Verhinderung der Fällung von Magnesium, Mangan, Zink, Nickel, Kobalt durch Ammoniak oder kohlensaure Alkalien.

Ammonium molybdaenicum bei Prüfung auf Phosphorsäure.

Amylum bei Prüfung auf Jod.

Aqua bromata bei der Anwendung als Oxydationsmittel.

Aqua Calcariae bei der Prüfung auf freie Kohlensäure; bei Unterscheidung einiger nicht flüchtiger organischer Säuren; zur Lösung des Morphins.

Aqua chlorata bei der Anwendung als Oxydationsmittel oder zur Zerstörung organischer Substanzen.

Aqua hydrosulfurata und **Schwefelwasserstoffgas** bei Prüfung auf Metalle.

Argentum nitricum zur Prüfung auf Chlor, Brom und Jod.

Ferrum sulfuricum bei Prüfung auf Salpetersäure.

Liq. Ammonii caustici, wenn saure Lösungen alkalisch gemacht werden sollen; nach der Behandlung saurer Lösungen mit Schwefelwasserstoff behufs Prüfung derselben mit Schwefelammonium; zur Unterscheidung von Verbindungen, welche durch Ammoniak vollständig, unvollständig oder gar nicht gefällt werden.

Liq. Ammonii sulfurati zur Fällung von Schwefelmetallen, Thonerde, Chromoxyd etc. aus alkalischen Lösungen; zur Trennung der in Schwefelammonium löslichen und nicht löslichen Schwefelmetalle.

Liq. Natri caustici bei Prüfung auf Ammoniumsalze; zur Trennung der in überschüssigem Aetznatron löslichen Metalloxyde (Zinkoxyd, Bleioxyd, Thonerde) von den nicht darin löslichen und von der Magnesia.

Natrium carbonicum bei Fällungen.

Stannum chloratum bei Reduction von Quecksilberlösungen zu Metall.

b) Reagentien, welche nicht im Ueberschuss angewendet werden dürfen:

Freie Säuren verhindern die Reaction des Eisenchlorids auf Essigsäure und sind zu vermeiden, wo in freien Säuren lösliche Niederschläge entstehen können.

Acidum hydrochloricum im grossen Ueberschuss hindert die Fällung des Wismuths als Wismuthoxychlorid durch Wasser.

Freie Salpetersäure, salpetrige Säure, schweflige Säure, freies Chlor, Brom, Jod und **Eisenoxydsalze** zersetzen Schwefelwasserstoff, sind also bei Anwendung desselben zu beseitigen.

Acidum tartaricum hebt bei hinreichender Menge die Fällung des Kalks durch Oxalsäure, der Aluminium- und Eisensalze durch Ammoniak auf.

Ammonium chloratum, nitricum und **aceticum** hindern bei gewisser Menge die Fällbarkeit von Basen, deren Salze mit Ammoniumsalzen leicht Doppelverbindungen eingehen.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0163-3

Kalium permanganicum darf niemals im Ueberschuss angewandt werden, wenn durch seine Entfärbung die Gegenwart desoxydirender oder organischer Substanzen nachgewiesen werden soll.

Liq. Ammonii caustici löst, im Ueberschuss angewandt, die durch dasselbe Reagens in Kupfer-, Zink-, Cadmium-, Silber- und Zinnoxydsalzlösungen erzeugten, und ausserdem eine Reihe anderer Niederschläge, namentlich die in Silberlösungen durch Salzsäure, Blausäure, Phosphorsäure, arsenige Säure und Arsensäure, kaustische, neutrale, saure und kohlensaure Alkalien gebildeten, auf.

Liq. Ferri sesquichlorati lässt, in grossem Ueberschuss angewandt, gefälltes Berlinerblau grün erscheinen.

Je nachdem man den zum Einwirken der Reagentien nothwendigen flüssigen Zustand durch Hitze oder durch nasse Lösungsmittel herstellt, unterscheidet man Reagentien zur Untersuchung auf nassem und trocknem Wege. Zu diesen gesellen sich noch die den quantitativen Bestimmungen dienenden volumetrischen Lösungen nebst den etwa erforderlichen Indicatoren. In der hier aufgenommenen Zusammenstellung der wichtigeren Reagentien sind nur die Eigenschaften derjenigen angegeben, welche ausschliesslich als Reagentien gebraucht werden; die Eigenschaften derjenigen aber, welche auch als Arzneimittel Anwendung finden, sind in dem späteren Texte (II. Theil) nachzusehen.

Reagentien zur Untersuchung auf nassem und trocknem Wege.

Acidum aceticum dilutum. Die Säure muss von Empyreuma, schwefliger Säure und Schwefelsäure, Salzsäure und metallischen Verunreinigungen frei sein.

Ihre Anwendung gründet sich auf ein ungleiches Lösungsvermögen für verschiedene Substanzen; so z. B. dient sie zur Unterscheidung des phosphorsauren von dem oxalsauren Kalk; nur der erstere ist in Essigsäure löslich. Sie dient auch zum Ansäuern von Flüssigkeiten, wenn Mineralsäuren vermieden werden sollen, weil diese zuweilen auf die sich abscheidenden Niederschläge lösend einwirken.

Acidum chloro-nitrosum. Eine Mischung von einem Theil reiner Salpetersäure vom specifischen Gewicht 1,85 und (theoretisch) 2,08 Theilen, gewöhnlich aber etwas mehr reiner Salzsäure vom specifischen Gewicht 1,124. Salpetersäure und Salzsäure zerlegen sich in der Art, dass freies Chlor, chlorsalpetrige Säure und Wasser entstehen ($3HCl + HNO^3 = 2Cl + NOCl + 2H^2O$). Diese Zerlegung hört auf, wenn die Flüssigkeit mit dem Gase gesättigt ist, sie beginnt sogleich wieder, wenn dieser Sättigungszustand durch Erwärmen oder durch Bindung des Chlors aufhört. Das Königswasser findet Anwendung als Lösungsmittel, namentlich für Gold und Platin, sowie Zinnober, Schwefelkies etc.

Acidum hydrochloricum. Die Säure muss von Chlor, schwefliger und Schwefelsäure, von arseniger Säure, sowie von Metallen frei sein. Sie dient als Lösungsmittel für eine grosse Anzahl von Körpern; zum Ansäuern neutraler oder alkalischer Lösungen behufs ihrer Prüfung mit Schwefelwasserstoff; zur Auffindung gebundener Kohlensäure; zur Erkennung geringer Mengen von Ammoniak; zur Ausscheidung der Kieselsäure aus ihren löslichen oder durch Säuren zersetzbaren Verbindungen; zur Erkennung von Superoxyden und mehreren Säuren, welche einen Theil ihres Sauerstoffs nur lose gebunden enthalten (wie Mangansuperoxyd,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0164-9

Chromsäure) und in Folge dessen bei der Behandlung mit Salzsäure unter Wasserbildung Chlor entwickeln; zur Erkennung von Silber- und Quecksilberoxydulverbindungen, mit welchen sie sich zu unlöslichen Verbindungen umsetzt.

Acidum jodicum. Im wasserfreien Zustande ein weisses Pulver oder kleine Krystallschuppen, im wasserhaltigen weisse, durchscheinende, glasglänzende Krystalle, welche sich in Wasser leicht lösen. Die wässrige Lösung scheidet auf Zusatz von schwefliger Säure Jod ab. Die Jodsäure dient zum Nachweise sehr geringer Mengen von schwefliger Säure; das sich ausscheidende Jod erkennt man an der Blaufärbung von Stärkelösung oder der violettrothen Färbung des mit der Flüssigkeit geschüttelten Chloroforms. Auch Morphin reducirt die Jodsäure unter Abscheidung von Jod.

Acidum nitricum. Die Salpetersäure muss von Schwefelsäure, Salzsäure, salpetriger Säure, von Jod, Jodsäure und von metallischen oder sonstigen feuerbeständigen Substanzen frei sein. Sie dient zum Auflösen von Metallen, Metalllegirungen und Schwefelmetallen, zur Ueberführung niederer in höhere Oxydationsstufen, zur Ansäuerung neutraler oder alkalischer Flüssigkeiten, zur Erkennung verschiedener Pflanzenbasen etc.

Acidum nitricum fumans. Darf nur Spuren Schwefelsäure und Salzsäure enthalten und dient zur Prüfung der nicht trocknenden Oele, des Zimmtöles etc.

Acidum oxalicum. Oxalsäure, $C^2H^2O^4 + 2H^2O$. Wasserhelle, farblose und geruchlose, säulenförmige Krystalle, welche sich in etwa 10 Theilen Wasser von 14°, in sehr wenig kochendem Wasser, auch leicht in Alkohol lösen, sehr sauer schmecken und reagiren. Bei gewöhnlicher Temperatur verwittern sie nicht, bei 100° schmelzen sie in ihrem Krystallwasser, verlieren dasselbe und verflüchtigen sich unter theilweiser Zersetzung in höherer Temperatur vollständig. Ihre wässrige Lösung giebt mit Kalkwasser einen weissen, in Essigsäure unlöslichen Niederschlag. Die Oxalsäure muss von Schwefelsäure, mineralischen und fremden organischen Substanzen vollkommen frei sein. Schwefelsäure verräth sich in der verdünnten Lösung auf Zusatz von Chlorbaryum durch wolkige Trübung. Fremde organische Substanzen geben sich beim Erhitzen auf dem Platinbleche durch Verkohlung zu erkennen; mineralische Substanzen (Alkali, Kalk) enthaltende Säure giebt beim Erhitzen einen feuerbeständigen Rückstand. Man wendet die Oxalsäure in einer 5%igen wässrigen Lösung an. Sie dient zur Auffindung von Kalk in löslichen Verbindungen und zur Unterscheidung des rothen und gelben Quecksilberoxyds. Ueber ihre Verwendung zu maassanalytischen Bestimmungen s. u. volumetrische Lösungen S. 160.

Acidum sulfuricum. Muss frei von feuerbeständigen Substanzen, insbesondere von Bleioxyd sein, darf salpetrige Säure, Salpetersäure, Salzsäure und Arsen nicht enthalten. Findet Anwendung zur Prüfung auf Salpetersäure mit Ferrosulfat, zum Freimachen und Austreiben anderer Säuren, zur Prüfung von Chloroform, zum Nachweis von Zucker, Gummi, und Erkennung einiger Alkaloïde.

Acidum sulfuricum dilutum. Wird zur Entwickelung von Wasserstoff und Schwefelwasserstoff, zum Nachweis von Baryum- und Bleiverbindungen, sowie zum Freimachen anderer Säuren benutzt. Der Grad der Reinheit muss demjenigen der unverdünnten Säure entsprechen.

Acidum sulfurosum. Schweflige Säure, $SH^2O^3 + aq$. Eine klare, farblose Flüssigkeit von dem stechenden Geruche des brennenden Schwefels, deren specifisches Gewicht mit dem Gehalt an schwefliger Säure steigt

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0165-5

und beispielsweise 1,0194 bei 3,5%, 1,048 bei 9,22% beträgt. Enthält gewöhnlich etwas Schwefelsäure, wenn sie vor Luftzutritt nicht vollständig geschützt wurde. Die Gegenwart kleiner Mengen Schwefelsäure ist in den meisten Fällen unschädlich. — Sie dient zur Reduction der Arsensäure zu arseniger Säure und zur Erkennung von Chlor unter Anwendung von Chlorbaryum.

Acidum tannicum. Man löst die Gerbsäure bei dem Gebrauche in 19 Theilen Wasser, oder hält eine Lösung in 16 Theilen Wasser und 3 Theilen Weingeist vorräthig. Sie dient zum Nachweis des Eisens, einiger Alkaloïde und diesen ähnlicher Stoffe. Die wässrige Lösung bewahrt man in gut verschlossenen Gefässen auf.

Acidum tartaricum. Muss von Schwefelsäure, Kalk und Schwermetallen frei sein, findet Anwendung als Reagens auf Kalisalze und wird erst bei dem Bedarf in 4 Theilen Wasser gelöst, da die wässrige Lösung nicht haltbar ist.

Aether. Der Aether dient zur Auffindung des freien Broms und Jods als Lösungs- und Fällungsmittel für manche Substanzen. Er wird am besten in Glasgefässen mit Glasstopfen aufbewahrt.

Ammonium carbonicum. Die Lösung von 1 Theil des Salzes in 15 Theilen Wasser und 3 Theilen Ammoniak. Sie muss klar und farblos, in der Wärme ohne Rückstand flüchtig sein. Das Salz darf weder durch Chlorammonium, schwefelsaures und unterschwefligsaures Ammonium, noch durch Kalk-, Bleiverbindungen und organische Substanzen verunreinigt sein. Man gebraucht dieses Reagens zum Fällen der alkalischen Erden und zur Trennung des Schwefelarsens von andern darin unlöslichen Schwefelmetallen.

Ammonium chloratum. Eine Lösung des Salzes in 9 Theilen destillirten Wassers; sie muss frei von schwefelsaurem Ammonium, Rhodanammonium, Baryumsalzen, metallischen Verunreinigungen (Kupfer, Blei und Eisen) und brenzlichen Producten sein. Dient als Reagens zur Ausscheidung der Thonerde aus ihrer alkalischen Lösung und zur Verhinderung der Ausscheidung von Magnesia durch Ammoniak.

Ammonio-Natrium phosphoricum. Phosphorsalz, $NH^4NaHPO^4 + 4H^2O$. Zur Darstellung des Phosphorsalzes werden 6 Theile phosphorsaures Natrium und 1 Theil Chlorammonium mit 2 Theilen Wasser zum Sieden erhitzt und die nach dem Erkalten ausgeschiedenen Krystalle durch Umkrystallisiren aus etwas Ammoniak enthaltendem Wasser gereinigt. Es bildet säulenförmige wasserhelle Krystalle. Beim Erhitzen wird es unter Verlust sämmtlichen Wassers und Ammoniaks in metaphosphorsaures Natrium, eine klare farblose Masse (Phosphorsalzperle) verwandelt. Die Phosphorsalzperle vermag eine Anzahl Metalloxyde zu gefärbten Gläsern zu lösen und dient deshalb, analog dem geschmolzenen Borax, zur Erkennung gewisser Metallverbindungen.

Ammonium molybdaenicum. Molybdänsaures Ammon, $(NH^4)^2MoO^4$. 1 Theil käufliche reine Molybdänsäure wird in 4 Theilen wässrigem Ammon gelöst, die Lösung schnell filtrirt und in 15 Theile Salpetersäure von dem specifischen Gewicht 1,2 gegossen. Man lässt die Lösung an einem gelinde warmen Orte stehen, damit sich etwa vorhandene Phosphorsäure als phosphormolybdänsaures Ammon abscheidet, giesst von dem etwa entstandenen Niederschlag ab und bewahrt sie in mit Glasstopfen verschlossenen Gefässen auf. Die wichtigste Verunreinigung der Lösung ist ein Gehalt an Phosphorsäure, welcher leicht erkannt wird, wenn man die

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0166-0

Lösung auf 40° erwärmt: ein gelber Niederschlag zeigt Phosphorsäure an. Das molybdänsaure Ammon dient zum Nachweise der Phosphorsäure.

Ammonium oxalicum. Oxalsaures Ammon, $(NH^4)^2C^2O^4 + H^2O$. Büschelförmig vereinigte Krystallnadeln oder Säulen, welche beim Erhitzen erst das Krystallwasser verlieren, dann sich unter vollständiger Zersetzung ohne Rückstand verflüchtigen. Es wird dargestellt durch Auflösen von 1 Theil Oxalsäure in 2 Theilen heissem Wasser und Uebersättigen mit Ammoniak. Beim Erkalten krystallisirt das Salz aus, welches man auf Fliesspapier trocknet. Die wässrige Lösung entwickelt, mit Natronlauge erwärmt, Ammoniak und giebt mit Gypswasser einen in Essigsäure unlöslichen Niederschlag. Das Salz muss frei von fremden organischen Substanzen, Schwermetallen und anderen feuerbeständigen Substanzen sein. Das Salz darf sich mithin beim Erhitzen auf dem Platinblech weder schwärzen, noch einen Rückstand hinterlassen. Die wässrige Lösung muss sich gegen Schwefelwasserstoff und Schwefelammonium indifferent verhalten. Das Reagens wird in 5%iger wässriger Lösung vorräthig gehalten, kann aber jederzeit auch durch Zusatz eines geringen Ueberschusses von Ammoniak zur Lösung der Oxalsäure (S. 145) bereitet werden. Es dient zum Nachweis des Kalks in neutralen, essigsauren und ammoniakalischen Lösungen.

Amylum. Das Stärkemehl dient in seiner, mit kochendem Wasser bereiteten, nur wenige Tage haltbaren Lösung zur Erkennung des Jods und seiner Verbindungen. Freies Jod erzeugt mit der Stärkelösung eine blaue Verbindung. Diese ist in Wasser nur zum Theil mit blauer Farbe löslich. Bei verhältnissmässig geringen Mengen Stärkemehl ist die Färbung dunkelgrün. In der Wärme verliert die blaue Lösung ihre Farbe, welche aber beim Erkalten wieder eintritt, wenn die Erhitzung nicht bis zur vollständigen Verflüchtigung des Jods fortgesetzt wurde. Die Stärkemehllösung wird zum Gebrauche frisch bereitet. Man benutzt zur Herstellung derselben Waizenstärkemehlpulver oder ein Stückchen Oblatenmasse. (S. auch Liq. Amyli unter Indicatoren S. 161.)

Aqua bromata. Bromwasser, Br + aq. Eine im gesättigten Zustande gelbrothe, in verdünntem gelbe Lösung von Brom in Wasser, welche den erstickenden Geruch und scharfen, zusammenschrumpfenden Geschmack des Broms besitzt und Stärkemehl oder dessen Lösung gelb bis gelbroth färbt. Man bedient sich des Bromwassers (1 + 40) an Stelle des Chlorwassers zu Oxydationen und zu einigen Alkaloïdreactionen.

Aqua Calcariae. Kalkwasser, $Ca(OH)^2$ + aq. Klare, farblose Flüssigkeit von stark alkalischer Reaction. Muss frei von Aetzalkalien sein, und dient als Reagens auf Weinsäure, Oxalsäure, Kohlensäure, sowie zum Auflösen des Morphiums.

Aqua chlorata. Cl + aq. Darf nur wenig oder keine Salzsäure enthalten. Salzsäurehaltiges Chlorwasser röthet, nachdem es mit überschüssigem Quecksilber bis zur vollständigen Absorption des Gases geschüttelt ist, blaues Lackmuspapier. Man bedient sich des Chlorwassers zum Nachweis des Broms und Jods in deren Salzen, sowie zur Ueberführung mancher Substanzen in höhere Oxydationsstufen. Die Aufbewahrung geschieht in völlig gefüllten, mit gut schliessenden Glasstöpseln versehenen Flaschen, vor Licht geschützt.

Aqua destillata. Muss frei von Ammoniak, Kohlensäure, Salzsäure und deren Verbindungen, Schwefelsäure und deren Salzen, Kalk, metallischen Verunreinigungen und festen Substanzen überhaupt sein. Da das destillirte Wasser fast bei allen Untersuchungen gebraucht wird, und zwar

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0167-6

oft in verhältnissmässig grosser Menge, so dass sich seine etwaigen Verunreinigungen während des Verlaufes der Untersuchungen oft erheblich concentriren und dadurch das Resultat wesentlich modificiren können, so ist die absolute Abwesenheit dieser Verunreinigungen durchaus erforderlich. Ein für analytische Zwecke vollkommen reines Wasser erhält man in folgender Weise: Man versetzt das destillirte Wasser tropfenweise mit übermangansaurem Kalium bis zum Eintritt der violetten Färbung, fügt sodann eine Lösung von Kalialaun bis zur schwach sauren Reaction hinzu, dekantirt und unterwirft die klare Flüssigkeit der Destillation, wobei nur diejenigen Theile des Destillates gesammelt werden, welche alle Kennzeichen der Reinheit tragen.

Aqua hydrosulfurata. Schwefelwasserstoffwasser, $H^2S + aq$. Ein mit Schwefelwasserstoffgas gesättigtes destillirtes Wasser. Es repräsentirt eine klare, farblose, neutrale Flüssigkeit von starkem und unangenehmem, an faule Eier erinnernden Geruche. Man bereitet es durch Einleiten des Gases in ausgekochtes, möglichst kaltes Wasser bis zur Sättigung. Die Sättigung des Wassers erkennt man, wenn man die Flasche mit dem Daumen verschliesst und ein wenig schüttelt. Wird hierbei der Daumen nach innen gezogen, so kann das Wasser noch mehr Gas aufnehmen, während die Operation zu Ende ist, sobald ein Druck nach aussen fühlbar ist. Das Schwefelwasserstoffwasser muss wohlverkorkt aufbewahrt werden, sonst erleidet es eine Zersetzung, indem sich der Wasserstoff zu Wasser, ein geringer Theil des Schwefels zu Schwefelsäure oxydirt, während sich der Rest des Schwefels abscheidet. Zweckmässig füllt man das Wasser gleich nach der Bereitung in kleinere Gläser, verkorkt diese gut und stürzt sie in mit Wasser gefüllten Töpfen um. Ein gutes Schwefelwasserstoffwasser schwärzt ein mit Bleizuckerlösung getränktes Papier bei der Annäherung. Ein durch Abscheidung von Schwefel getrübtes Wasser ist nicht mehr verwendbar; dasselbe durch Filtration zu klären, ist nicht rathsam, weil bei der Filtration viel Gas entweicht und der unvermeidliche neue Luftzutritt zu neuer Abscheidung von Schwefel disponirt. Das Schwefelwasserstoffwasser muss frei von Eisen sein, darf sich also auf Zusatz von Ammon nicht grün oder schwärzlich färben. Die Darstellung des Schwefelwasserstoffs geschieht gewöhnlich aus Schwefeleisen, welches man in kleine Stücke schlägt und mit verdünnter Schwefelsäure (1 + 4) oder Salzsäure (1 + 2) übergiesst:

$$FeS + 2HCl = FeCl^2 + H^2S.$$
$$FeS + SH^2O^4 = FeSO^4 + H^2S.$$

Zur Entwickelung des Gases und zum Einleiten desselben in Wasser dient zweckmässig der nebenstehende, ohne Erklärung verständliche Apparat (Fig. 110). Das in dem Gasentwickelungsgefässe *a* entwickelte Gas wird in *c* gewaschen, um es von Salzsäure und kleinen Mengen übergespritzten Eisensalzes zu befreien, und tritt in *d* in ausgekochtes destillirtes Wasser. Nach dem Gebrauche giesst man die Eisenlösung von dem unzersetzten Schwefeleisen ab, spült die Flasche wiederholt mit Wasser aus und übergiesst das Schwefeleisen mit Glycerin. Soll der Apparat wieder benutzt werden, so giesst man das Glycerin ab, spült mit Wasser und übergiesst abermals mit Säure. Das Schwefeleisen zeigt, unter Glycerin aufbewahrt, selbst nach langem Stehen eine blanke Oberfläche und tritt nach Entfernung des Glycerins beim Uebergiessen mit Säuren sofort mit diesen in Wechselwirkung. Lässt man dagegen das abgespülte Schwefeleisen feucht und der Luft ausgesetzt in der Flasche zurück, so oxydirt sich dasselbe

sehr rasch und wird völlig unbrauchbar. Sehr zweckmässig zur Entwickelung von Schwefelwasserstoff ist auch der von Debray zuerst zur Entwickelung von Wasserstoff empfohlene Apparat (Fig. 111), oder der Kipp'sche Apparat (Fig. 112). Für solche, welche häufig mit Schwefel-

Fig. 110.

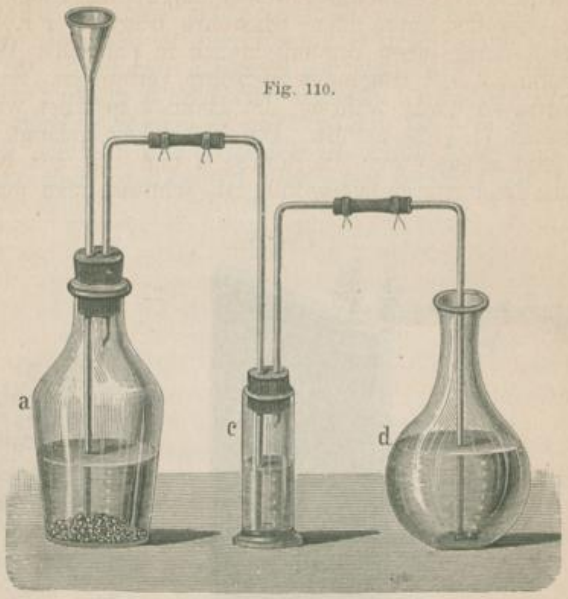


Fig. 111.

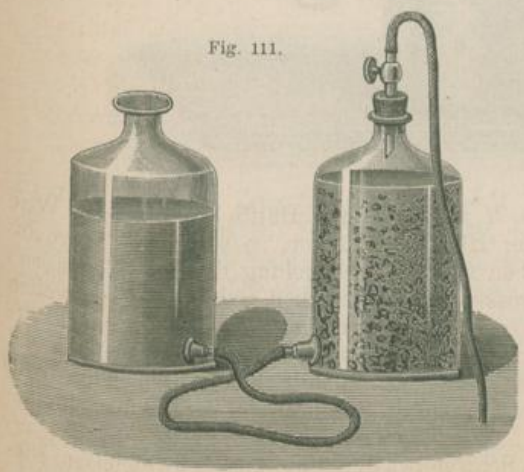
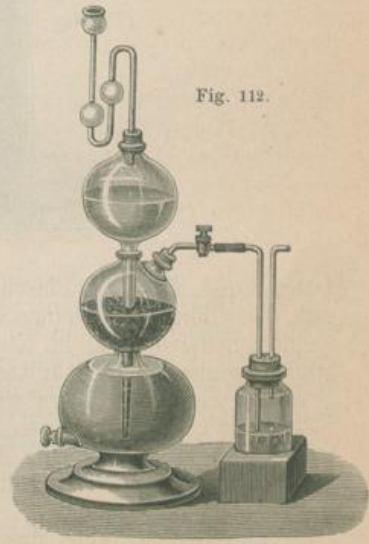


Fig. 112.

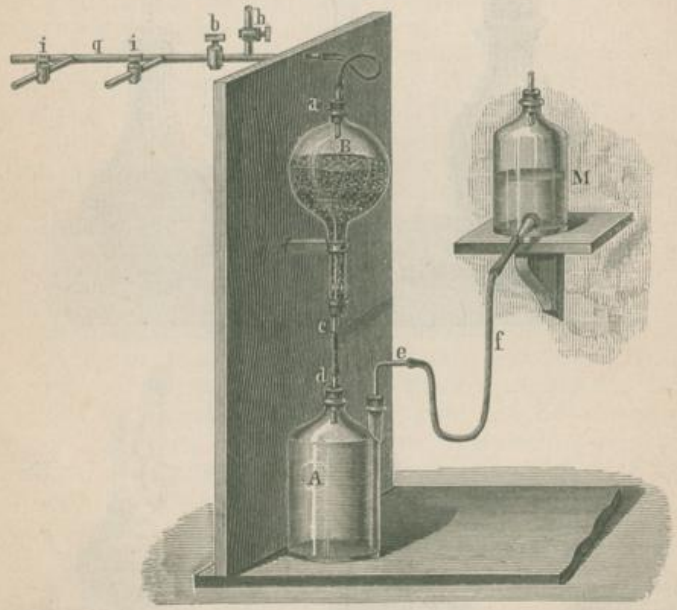


wasserstoff zu operiren haben, empfiehlt sich auch der von Brugnatelli construirte Apparat, wie er in der von Fresenius verbesserten Form in Fig. 113, S. 150 dargestellt ist. Der Kolben *B* enthält in seinem Halse grobe Glassplitter, in seinem Bauche Schwefeleisen in kleinen Stücken.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0169-0

Der den Hals schliessende Gummistopfen trägt eine etwa 1 cm im Lichten haltende Glasröhre *c*, welche mittelst eines Kautschukschlauches mit dem zur Flasche *A* führenden gleichweiten Rohre *d* verbunden ist. Die Röhre *e* reicht bis auf den Boden von *A* und steht durch den Kautschukschlauch *f* mit der Flasche *M* in Verbindung, welche durch einen Stopfen verschlossen ist, der eine oben und unten offene Glasröhre trägt. Der Kolben *B* ist bei dem Tubulus *a* durch einen Gummischlauch in passender Weise mit einer die Messinghähne *i*, *b*, *h* tragenden Bleiröhre verbunden. Soll der Apparat benutzt werden, so wird, während der Hahn *h* geöffnet wird, in *M* verdünnte Salzsäure (1 + 2) gefüllt. Die Flüssigkeit gelangt nach *A*, füllt die Flasche und steigt durch die Röhren *d* und *c* in den Kolben *B*. Sobald der Hals des letzteren fast gefüllt ist, schliesst man den Hahn *h* und

Fig. 113.



trägt Sorge, dass die Flasche *M* nur etwa zur Hälfte gefüllt ist. Wird nun der Hahn *b* und einer der Hähne *i* geöffnet, so steigt die Säure bis zu dem Schwefeleisen im Kolben *B*, die Entwickelung des Schwefelwasserstoffs beginnt und geht mit grosser Gleichmässigkeit weiter, weil die weiten Röhren *c* und *d* ein Herabsinken der entstandenen schweren Eisenchlorürlösung und ein Aufsteigen neuer Säure zum Schwefeleisen fortwährend gestatten. Die Berührung der Säure mit dem Schwefeleisen kann man steigern durch Höherstellen der Flasche *M*, wodurch der Druck der Flüssigkeit gesteigert wird.

Die Beobachtung, dass Schwefelwasserstoff, aus Schwefeleisen entwickelt, oft Arsenwasserstoff enthält, zwingt uns in manchen Fällen, namentlich bei forensischen Untersuchungen, die Entwickelung aus arsenfreien Sulfiden vorzunehmen. Als solche empfehlen sich Schwefelcalcium und Schwefelbaryum. Zur Darstellung des Schwefelcalciums macht man aus 7 Theilen entwässertem Gyps, 3 Theilen Kohlenpulver und 1 Theil Roggen-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf
urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0170-1

mehl mit Wasser einen steifen Brei, formt daraus Kugeln oder Cylinder, trocknet diese völlig aus und glüht sie bei starker Hellrothgluth. Bringt man diese Kugeln in eine Gasentwickelungsflasche, übergiesst sie mit Wasser und lässt zu der Mischung aus einer, in dem einen Tubulus der Entwickelungsflasche angebrachten Hahntrichterröhre tropfenweise, aber ohne dass Luftzutritt stattfindet, arsenfreie Salzsäure fliessen, so erhält man einen gleichmässigen Strom reinen, von Arsen freien Schwefelwasserstoffgases. An Stelle des Schwefelwasserstoffwassers wird in manchen Fällen Schwefelwasserstoffgas, namentlich bei starker Verdünnung der zu prüfenden Flüssigkeit, angewandt. In solchen Fällen benutzt man das Gas auch nur nach vorherigem Waschen. Die Benutzung des Schwefelwasserstoffs basirt auf der leichten Umsetzung der Metalloxyde mit Schwefelwasserstoff in Wasser und Schwefelmetalle. Da von diesen nur diejenigen der Alkali- und Erdalkalimetalle in Wasser löslich sind, die übrigen Metalle deshalb durch Schwefelwasserstoff als Schwefelmetalle niedergeschlagen werden, so besitzen wir in dem Schwefelwasserstoff ein ausgezeichnetes Mittel zur Erkennung der Metalle, zumal einige der durch denselben erzeugten Niederschläge — die Schwefelmetalle — eine charakteristische Färbung besitzen. Da aber ferner die Bedingungen, unter welchen die Fällung erfolgt, verschieden sind, so dass wir durch Abänderung derselben sämmtliche fällbare Metalle wieder in mehrere Gruppen theilen können, so haben wir in dem Schwefelwasserstoff auch ein unschätzbares Mittel zur Trennung der Metalle in Hauptgruppen. Je nachdem nämlich die entstehenden Schwefelverbindungen in einer Säure oder in einem Alkali löslich sind, können sie natürlich auch nur entstehen, wenn in dem ersteren Fall die Säure, in dem zweiten die Base eine Neutralisation erfahren hat. Es gründet sich auf die verschiedene Löslichkeit der Schwefelmetalle der systematische Gang der qualitativen Analyse; aber auch bei der Prüfung der Arzneimittel macht man von derselben ausgedehnte Anwendung. Schwefelwasserstoffwasser dient gewöhnlich nur zum Nachweise derjenigen Metalle, deren Schwefelverbindungen in verdünnten Säuren unlöslich sind (Silber, Blei, Quecksilber, Kupfer, Wismuth, Cadmium, Arsen, Antimon, Zinn). In Folge seiner leichten Zersetzbarkeit ($H^2S + O = S + H^2O$) dient dasselbe aber auch als starkes Reductionsmittel; so werden durch dasselbe z. B. Eisenoxydsalze zu Eisenoxydulsalzen reducirt, Chromsäure in Chromoxyd verwandelt etc.

Argentum nitricum. Als Reagens dient die Lösung des Salzes in 20—30 Theilen Wasser. Dieselbe darf weder freie Säure, noch fremde Basen, wie Kupfer-, Wismuth-, Zink-, Bleioxyd oder Alkalien enthalten. Sie wird zum Nachweise von Chlor, Brom, Jod, Cyan, von arseniger Säure und Arsensäure, von Ameisensäure und von Arsenwasserstoff benutzt. Zum Nachweise von Arsenwasserstoffgas bedient man sich auch einer 50%igen, stets frisch herzustellenden Lösung, welche unter Abscheidung eines gelben Doppelsalzes ($Ag^3As, 3AgNO^3$) zersetzt wird.

Baryum carbonicum. In Wasser aufgeschlämmtes kohlensaures Baryum. Zur Darstellung wird die Lösung von Chlorbaryum mit kohlensaurem Ammon versetzt, so lange noch ein Niederschlag entsteht. Man lässt denselben absetzen, wäscht ihn durch Dekantation so lange aus, bis das Waschwasser durch Silbernitratlösung nicht mehr getrübt wird und hebt ihn als dickliche Milch zum Gebrauche auf. Das kohlensaure Baryum muss frei von Alkalien sein; das mit demselben gekochte Wasser darf nach dem Abfiltriren keinen Rückstand hinterlassen. Es dient zur Fällung

einiger schwach basischer Oxyde, namentlich des Eisenoxydes und der Thonerde.

Baryum nitricum. Farblose, oktaëdrische, in Wasser lösliche, in Weingeist unlösliche Krystalle, welche durch Auflösen von 1 Theil kohlensaurem Baryum in 2,1 Theilen reiner Salpetersäure vom specifischen Gewicht 1,185 und 5 Theilen Wasser, und Eindampfen zur Krystallisation gewonnen werden. Das Salz darf keine freie Säure enthalten, Lackmuspapier also nicht röthen, und muss frei von Chlorverbindungen, Schwermetallen, Kalk und Alkalien sein. Chlorverbindungen geben sich auf Zusatz von salpetersaurem Silber durch Opalisirung oder weisse käsige Fällung zu erkennen; Kalk erkennt man in der durch Schwefelsäure vom Baryum befreiten Lösung durch Zusatz von Ammoniak und Oxalsäure an weissem pulverigem Niederschlag; Eisenoxyd und sonstige metallische Verunreinigungen werden durch Schwefelwasserstoff und Schwefelammonium, Alkalien und andere fremdartige feuerbeständige Substanzen in der vom Baryum durch Schwefelsäure befreiten Lösung des Salzes erkannt, wenn man diese eindampft und den Rückstand auf dem Platinblech erhitzt: Es darf kein Rückstand bleiben! Man benutzt das Salz in 5%iger Lösung als Reagens auf Schwefelsäure. In concentrirter Salzsäure und Salpetersäure ist das Salz fast unlöslich, in verdünnten Säuren schwerer löslich als in Wasser. Man reagirt deshalb nur in stark verdünnten Lösungen, um nicht durch abgeschiedenes Baryumnitrat getäuscht zu werden.

Baryum chloratum. Man benutzt die 5—10%ige Lösung des Salzes, welche von freier Säure, von Kalk, Metallen und Alkalien frei sein muss; sie darf Pflanzenfarben nicht verändern, durch Schwefelwasserstoff oder Schwefelammonium keine Färbung oder Fällung erleiden und muss nach dem Ausfällen mit verdünnter Schwefelsäure ein Filtrat geben, welches beim Verdampfen auf dem Platinblech nicht den geringsten Rückstand hinterlässt. Dient zum Nachweis von Schwefelsäure.

Benzolum. Benzol, C^6H^6. Ein aus dem Steinkohlentheer gewonnener Kohlenwasserstoff. Farblose, leicht brennbare, bei 80,5° siedende Flüssigkeit von eigenem Geruche, welche gegen 0° krystallinisch erstarrt, in Wasser unlöslich, mit absolutem Alkohol, Aether, Aceton mischbar ist. Specifisches Gewicht = 0,884. Es darf weder gelblich gefärbt sein noch, im Wasserbade verdampft, einen dunklen Rückstand hinterlassen, und dient als Lösungsmittel für Alkaloïde.

Benzinum Petrolei. Anwendung: Zur Lösung und Trennung gewisser Alkaloïde.

Bismuthum subnitricum. Das basische Wismuthnitrat dient in alkalischer Lösung als Reagens auf Traubenzucker und zur Identitätsbestimmung beim Morphin und Milchzucker.

Borax. Der geschmolzene Borax, die Boraxperle, dient zum Nachweis vieler Metalloxyde, welche sich mit dem borsauren Natrium zu gefärbten Gläsern vereinigen.

Bromum. Brom findet in Form von Bromwasser und als Bromdampf Verwendung. S. auch Aqua bromata.

Calcium hydricum. Kalkhydrat wird in Form eines feinen Pulvers verwendet. Man übergiesst reine Stücke von gebranntem Kalk in einer Porzellanschale mit etwa der Hälfte ihres Gewichtes Wasser. Die Verbindung des Kalks mit dem Wasser erfolgt unter Erhitzung, wobei der Ueberschuss des Wassers verdampft; sie bildet ein weisses lockeres Pulver von stark alkalischer Reaction, welches in wohl verschlossenen Gefässen aufzube-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0172-3

wahren ist, widrigenfalls es rasch erhebliche Mengen von Wasser und Kohlensäure aus der Luft aufnimmt. Man benutzt Kalkhydrat zum Nachweis des Ammoniaks in dessen Verbindungen, zur Bestimmung des Morphins im Opium etc.

Calcium sulfuricum. Schwefelsaures Calcium, $CaSO^4 + 2H^2O$. Man benutzt die gesättigte wässrige Lösung (Gypswasser). Zur Darstellung derselben schüttelt man Marienglas oder gepulverten Gyps wiederholt mit erneuten Portionen Wasser, um etwaige Verunreinigungen zu entfernen (für Marienglas ist kein Auswaschen erforderlich) und benutzt erst den Rückstand zur Darstellung des Reagens. Man macerirt denselben unter häufigem Umschütteln einige Zeit mit Wasser und filtrirt nach dem Absetzen. Das Gypswasser dient zum Nachweis der Oxalsäure, zur Unterscheidung des Calciums von dem Strontium etc.

Calcium chloratum. Chlorcalcium, $CaCl^2$, krystallisirt $CaCl^2 + 6H^2O$. Man benutzt die 10 %ige Lösung des krystallisirten Salzes, von dem specifischen Gewicht 1,043. Die Lösung muss klar, farblos und geruchlos, auch völlig neutral sein, darf mit kohlensäurefreiem Ammoniak keine Trübung geben (Abwesenheit von Thonerde und phosphorsaurem Kalk), durch Schwefelwasserstoff (nach dem Ansäuern mit Salzsäure) und Schwefelammonium nicht verändert werden (Abwesenheit von Metallen), und mit Kali oder Kalkhydrat kein Ammoniak entbinden. Chlorcalcium dient zur Unterscheidung mehrerer nicht flüchtiger organischer Säuren.

Carboneum sulfuratum. Schwefelkohlenstoff, CS^2. Farblose, stark lichtbrechende Flüssigkeit von ätherischem Geruche und grosser Flüchtigkeit; Siedepunkt 46°. Specifisches Gewicht 1,272 bei 0°. Mit Wasser ist der Schwefelkohlenstoff nicht mischbar, aber in Spiritus, Aether und Oelen leicht löslich. Von überschüssigem Schwefel, schwefliger Säure und Schwefelwasserstoff muss er frei sein, darf also keine gelbliche Farbe besitzen und beim Verdunsten in gewöhnlicher Temperatur keinen Rückstand hinterlassen, befeuchtetes Lackmuspapier nicht röthen und Bleizuckerlösung nicht bräunen. Man benutzt den Schwefelkohlenstoff gleich dem Chloroform zur Aufnahme und Kenntlichmachung kleiner Mengen von Brom und Jod, welche in wässrigen Flüssigkeiten im freien Zustande enthalten sind.

Charta exploratoria. Zur Darstellung der Reagenspapiere muss man rein weisses Papier wählen, welches durch wässrige Flüssigkeiten sogleich benetzt wird, ohne die aufgenommene Flüssigkeit durch Capillarität rasch weiter zu verbreiten. Häufig ist es zweckmässig, das Papier vor Tränkung mit dem in filtrirter Lösung anzuwendenden Farbstoff wiederholt auszuwässern oder auch mit verdünnter Säure auszuziehen. Bei der Anwendung der Reagenspapiere ist es häufig, besonders bei Prüfung concentrirter Salzlaugen rathsam, das Papier erst theilweise mit destillirtem Wasser und darnach einen Theil der befeuchteten Stelle mit der fraglichen Lösung zu benetzen, worauf man mit destillirtem Wasser abspritzt. Trockne Substanzen kann man unmittelbar auf das zuvor befeuchtete Papier legen, und nach Ablauf der zur Einwirkung erforderlichen Zeit abspritzen.

Charta exploratoria caerulea et rubra. Blaues und rothes Lackmuspapier. Zur Darstellung des blauen nnd rothen Lackmuspapiers verwendet man den intensiv blauen, oder durch wenig verdünnte Schwefelsäure oder Phosphorsäure roth gemachten filtrirten Auszug des kleinwürfligen, zuvor gewaschenen Lackmus. Das rothe Lackmuspapier muss vor dem Trocknen wiederholt mit destillirtem Wasser sorgfältig abgespült werden, um

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0173-9

jede Spur freier Säure zu entfernen. Je intensiver die Färbung des Papiers ist, desto geringer ist seine, immerhin aber bedeutende Empfindlichkeit. Das blaue Lackmuspapier wird von Säuren geröthet, indem die die blaue Farbe bedingenden Basen gebunden werden; schwache flüchtige Säuren vermögen diese Basen nur vorübergehend zu binden, bei ihrer Verflüchtigung tritt daher die blaue Farbe wieder hervor (Kohlensäure). Zu beachten ist, dass auch eine grosse Reihe neutraler Salze, besonders die aus starken Säuren und nicht sehr starken Basen gebildeten und die löslichen Salze der meisten schweren Metalloxyde auch bei Abwesenheit aller freien Säuren Lackmuspapier röthen. — Das rothe Lackmuspapier wird durch freie und kohlensaure Alkalien, durch Salze mit vorwaltender Basis und auch durch viele Neutralsalze mit starker Basis und schwacher Säure gebläut. Ammoniak bläut das Lackmuspapier nur vorübergehend; bei dessen Verflüchtigung tritt die rothe Farbe des Lackmuspapiers wieder hervor. Zur Darstellung des blauen Lackmuspapiers digerirt man 1 Theil gewaschenen Lackmus mit 6 Theilen Wasser, filtrirt, theilt die intensiv blaue Flüssigkeit in 2 Theile, sättigt in der einen Hälfte das freie Alkali, indem man wiederholt mit einem in sehr verdünnte Schwefelsäure getauchten Glasstab umrührt, bis die Farbe roth erscheint, mischt die noch blaue Hälfte hinzu, giesst alles in eine Schale und zieht Streifen Papier von oben angegebener Qualität durch die Tinctur. Zur Darstellung des rothen Lackmuspapiers rührt man die blaue Lackmustinctur wiederholt mit einem in verdünnte Schwefelsäure getauchten Glasstab um, bis ihre Farbe deutlich roth geworden ist. Mit dieser Tinctur werden sodann die Papierstreifen getränkt. Ueber die Bereitung einer sehr empfindlichen Lackmuslösung ist auch S. 162 nachzulesen.

Charta exploratoria lutea. Gelbes Reagenspapier. Curcumapapier. Zu seiner Darstellung werden Papierstreifen mit einer aus 1 Theil Curcumapulver und 6 Theilen verdünnten Weingeistes in der Kälte bereiteten Tinctur getränkt. Die schön gelbe Farbe dieses Papiers wird durch Alkalien und alkalische Erden in eine braune umgewandelt. Auch Borsäure färbt das Papier, aber erst beim Abtrocknen, rothbraun.

Die Reagenspapiere dienen zur Constatirung saurer und alkalischer Reaction, das Curcumapapier ausserdem zur Erkennung der Borsäure.

Chloroform. Es dient zur Kenntlichmachung kleiner Mengen von Brom und Jod, und als Trennungsmittel bei der Aufsuchung von Pflanzenbasen. Muss nach Umständen zuvor von etwaigem Alkoholgehalt befreit werden.

Ferrum sulfuratum. Schwefeleisen, FeS. Das Schwefeleisen dient nur mittelbar als Reagens, indem man es zu Darstellung des Schwefelwasserstoffs benutzt (s. unter Aqua hydrosulfurata). Es bildet eine grauschwarze, oft stahlblau angelaufene Masse von metallischem Ansehen, enthält zuweilen etwas Schwefel im Ueberschuss, oft auch ungebundenes metallisches Eisen. Der Gehalt an letzterem ist nachtheilig, weil sich aus einem solchen Präparate mit dem Schwefelwasserstoff zugleich freier Wasserstoff entwickelt. In geschmolzenem Zustande kommt das Schwefeleisen gegenwärtig so billig und gut in den Handel, dass man es am besten käuflich bezieht. Soll es selbst bereitet werden, so erhitzt man Eisendrehspäne in einem bedeckten hessischen Tiegel zur hellen Rothgluth und trägt dann Stücke Stangenschwefel nach und nach ein, bis der Inhalt des Tiegels vollständig in Fluss kommt. Man giesst die geschmolzene Masse auf Sand oder eine Eisenplatte aus.

Ferrum sulfuricum. Muss von freier Säure, von fremden Metallen

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0174-5

und von Eisenoxydsalz frei sein, und bei Benutzung zu quantitativen Bestimmungen auch genau den ihm zustehenden Wassergehalt besitzen. Für Untersuchungen der letzteren Art benutzt man aber zweckmässig das weit beständigere Ammonium-Ferrosulfat (Mohr'sches Salz), $FeSO^4(NH^4)^2SO^4 + 6H^2O$. Es dient zum Nachweis der Salpetersäure und zur Titerstellung von Kaliumpermanganatlösung.

Hydrargyrum bichloratum. Man benutzt die 5%ige Lösung des als Arzneimittel Verwendung findenden Salzes. Die Lösung dient als Reagens auf Ammoniak im destillirten Wasser, auf Alkalimonocarbonate in den Bicarbonaten des Kaliums und Natriums und zur Lösung des metallischen Eisens in Ferrum reductum.

Kalium aceticum. Die concentrirte Lösung des Salzes (in zwei Theilen Wasser) dient zum Nachweis freier Weinsäure, mit welcher sie sich zu schwer löslichem Weinstein umsetzt. Das trockne Salz dient zum Nachweis arseniger Säure, mit welcher geglüht das an seinem charakteristischen Geruch leicht erkennbare Kakodyloxyd entsteht.

Kalium chloricum. Das Salz muss von Chlorkalium, salpetersaurem und schwefelsaurem Kalium, Kalk und Schwermetallen frei sein und dient in Verbindung mit Salzsäure als Oxydationsmittel und zur Zerstörung organischer Substanzen bei Prüfung derselben auf anorganische Körper.

Kalium chromicum flavum. Gelbes, chromsaures Kalium, K^2CrO^4. Gelbe rhombische Säulen, in etwa 2 Theilen Wasser zu einer intensiv gelben Flüssigkeit löslich, welche sich auf Zusatz von Säure roth färbt, indem saures, chromsaures Kalium entsteht. Die gelbe Lösung entwickelt beim Erwärmen mit Salzsäure Chlorgas und färbt sich grün. Silbernitratlösung fällt die gelbe Lösung rothbraun. Die Lösung des Salzes muss frei von Chlorkalium sein, darf sich also nach dem Ansäuern mit Salpetersäure durch Silbernitratlösung nicht trüben. Das Reagens wird bei den quantitativen Bestimmungen des Chlors, Broms, Cyans als Indicator und zur Erkennung des Strychnins gebraucht.

Kalium cyanatum. Das Cyankalium dient auf trocknem Wege als ein sehr starkes Reductionsmittel und scheidet aus den meisten Sauerstoff- und vielen Schwefelverbindungen die Metalle regulinisch ab.

Kalium ferri-cyanatum. Ferricyankalium, $K^6Fe^2(CN)^{12}$. Rubinrothe, durchsichtige, gerade, rhombische Säulen, welche in 2 bis 3 Theilen Wasser, nicht in Weingeist löslich sind. Das trockne Salz ist luftbeständig, die Lösung reducirt sich im Licht allmählig zu Kaliumferrocyanat. Deshalb muss das Reagens stets erst unmittelbar vor der Anwendung, nach vorherigem Abwaschen, aufgelöst werden. Das Salz muss frei von Kaliumferrocyanat sein, die frisch bereitete Lösung darf sich deshalb durch Eisenchlorid nicht blau, sondern nur braun färben. Das Kaliumferricyanat dient zum Nachweis von Eisenoxydulsalzen, mit welchen es Turnbull's Blau bildet.

Kalium ferro-cyanatum. Ferrocyankalium, $K^4Fe(CN)^6 + 3H^2O$. Grosse citronengelbe, luftbeständige, quadratische Säulen oder Tafeln, welche sich etwa in 4 Theilen Wasser, nicht in Weingeist lösen. Das Salz muss frei von schwefelsaurem und kohlensaurem Kalium sein. Trübung der sehr verdünnten wässrigen Lösung durch Chlorbaryum verräth Schwefelsäure; kohlensaures Kalium giebt sich beim Uebergiessen des Salzes durch Aufbrausen zu erkennen. Man verwendet die 10%ige Lösung des Salzes zum Nachweis von Eisenoxydsalzen, mit welchen es Berlinerblau, und zum Nachweis von Kupfersalzen, mit welchen es braunrothes Kupferferrocyanür bildet.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0175-0

Kalium jodatum. Das als Reagens zu verwendende Salz muss frei von kohlensaurem, schwefel- und salpetersaurem Salz, Brom- und Chlorkalium, ganz besonders aber von jodsaurem Kalium sein. Man bedient sich des Jodkaliums zum Nachweise von salpetriger Säure und Chlor, meist unter Mitwirkung von Stärkelösung, Chloroform oder Schwefelkohlenstoff; ferner zur volumetrischen Bestimmung des Eisens in Eisenoxydsalzen etc. Zum Gebrauche wird es frisch aufgelöst.

Kalium nitrosum. Salpetrigsaures Kalium, KNO^2. Weisses krystallinisches Salz oder geschmolzene Massen in Stangenform, von neutraler Reaction, an feuchter Luft zerfliessend, auf Zusatz verdünnter Schwefelsäure Stickstoffoxydgas in reichlicher Menge entwickelnd. Die frisch bereitete Lösung des Salzes dient in mit Schwefelsäure angesäuerter Lösung zur Abscheidung des Jods aus seinen Salzen.

Kalium permanganicum. Es muss frei von schwefelsaurem, salpetersaurem, kohlensaurem und chlorsaurem Kalium, sowie von Chlorkalium sein und wird zum Nachweis von schwefliger Säure und empyreumatischen Stoffen, zur Erkennung von Zimmtsäure etc. gebraucht.

Kalium stibicum. Metantimonsaures Kalium, $K^2H^2Sb^2O^7 + 6H^2O$. Weisses, feines, körniges Pulver, löslich in 250 Theilen kalten und in 90 Theilen kochenden Wassers zu einer klaren, neutralen Flüssigkeit, welche durch Chlorkalium und Chlorammonium nicht gefällt wird, mit Chlornatrium aber einen krystallinischen Niederschlag giebt. Zu seiner Darstellung trägt man ein Gemenge von gleichen Theilen gepulvertem Brechweinstein und Salpeter in einen glühenden Tiegel ein. Nachdem die organische Masse verbrannt ist, glüht man den Inhalt noch eine Viertelstunde oder so lange, bis er ruhig fliesst. Nachdem die Schmelze erkaltet ist, wird sie mit warmem Wasser ausgezogen, wobei sich ein schweres, körniges oder sandiges Pulver absetzt, welches nach wiederholtem Waschen mit kaltem Wasser das reine metantimonsaure Kalium darstellt. Zur Herstellung der Lösung kocht man 1 Theil desselben mit etwa 200 Theilen Wasser, lässt erkalten und filtrirt. Die Lösung dient zum Nachweis von Natron in solchen Lösungen, welche keine anderen Basen als Kali und Natron enthalten; die Lösungen dürfen ausserdem keine freie Säuren enthalten, sind also zuvor durch Abdampfen, Glühen oder Neutralisation mit Kali davon zu befreien; auch dürfen sie nicht allzu verdünnt sein. Das sich abscheidende antimonsaure Natrium bildet einen krystallinischen Niederschlag, welcher als schweres, sandiges Pulver erscheint.

Kalium sulfo-cyanatum. Rhodankalium, KCNS. Farblose, lange, gestreifte Säulen oder Nadeln, welche in Wasser unter auffallend starker Abkühlung, auch in Weingeist löslich sind. Eisenoxydsalze färben die wässrige Lösung blutroth. Man verwendet eine 5%ige Lösung des Salzes zum Nachweis von Eisenoxydsalzen. Da sich die wässrige Lösung allmählig, auch in verschlossenen Flaschen, zersetzt — unter Bildung von Ammoniak —, so darf dieselbe nicht zu lange aufbewahrt werden.

Liquor Ammonii caustici. Die officinelle Ammoniakflüssigkeit, welche frei von Kohlensäure, Schwefelsäure, Salzsäure, Kalk, Metallen und organischen Substanzen sein muss. Sie wird in der Analyse ausserordentlich häufig gebraucht und zwar vorzugsweise, um saure Flüssigkeiten zu neutralisiren, Metalloxyde aus ihren Salzen auszufällen, zur Entdeckung von Kupfer in Silbersalzen, zum Auflösen von Schwefelarsen und Chlorsilber etc.

Liquor Ammonii sulfurati. Schwefelammonium, $(NH^4)^2S$ oder Mischung desselben mit $(NH^4)^2S^2$. Klare, farblose oder durch einen Ueber-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0176-6

schuss von Schwefel gelbe, nach Ammoniak und Schwefelwasserstoff riechende Flüssigkeit, welche auf Zusatz von Aetznatron Ammoniak, auf Zusatz von Säure (bei überschüssigem Schwefelgehalt unter Abscheidung eines weissen Niederschlages von Schwefel) Schwefelwasserstoff in reichlicher Menge entwickelt. Zur Darstellung des Reagens leitet man durch 3 Theile Ammoniakflüssigkeit gewaschenen Schwefelwasserstoff bis zur Sättigung und fügt dann 2 Theile desselben Ammoniaks hinzu. Bei der Einwirkung von Schwefelwasserstoff auf Ammoniak entsteht zuerst einfach Schwefelammonium, $(NH^4)^2S$, dann Ammoniumsulfhydrat, (NH^4SH); fügt man jetzt ebensoviel Salmiakgeist hinzu, als man gesättigt hatte, so erhält man einfach Schwefelammonium ($NH^4SH + NH^4OH = H^2O + (NH^4)^2S$). Man setzt nach obiger Vorschrift nur $^2/_3$ des Ammons hinzu, weil es besser ist, wenn das Reagens etwas Ammoniumsulfhydrat, als freies Ammon enthält. Das Einfach-Schwefelammonium ist anfangs farblos, färbt sich aber bei Einwirkung der Luft gelb, indem Ammoniak, Wasser und Zweifach-Schwefelammonium entstehen, [$2(NH^4)^2S + O = (NH^4)^2S^2 + 2NH^3 + H^2O$]. Bei noch weiter gehender Einwirkung des Sauerstoffs der Luft bildet sich zunächst noch höher geschwefeltes Schwefelammonium, später scheidet sich Schwefel ab, und es entsteht von Schwefelammonium freie Ammonflüssigkeit, aber gleichzeitig bildet sich unterschwefligsaures Ammon [$(NH^4)^2S^2 + 3O = (NH^4)^2S^2O^3$], welches neben Ammoniak in der Flüssigkeit gelöst bleibt.

Man bewahrt das Schwefelammonium in ganz angefüllten, wohl verschlossenen kleinen Flaschen auf. Es muss die oben angegebenen Eigenschaften besitzen, darf mit Bittersalzlösungen keinen Niederschlag geben und muss sich beim Verdampfen auf dem Platinblech vollständig verflüchtigen. Man zieht für analytische Operationen meist das gelb gewordene Schwefelammonium vor; rasch erhält man auch gelbes Schwefelammonium durch Digestion von Einfach-Schwefelammonium mit Schwefel. Das Reagens dient zur Fällung und Nachweisung derjenigen Metalle, deren Schwefelverbindungen in sauren Flüssigkeiten löslich sind (Eisen, Chrom, Zink) und zum Lösen von Schwefelarsen, Schwefelantimon und Schwefelzinn.

Liquor Ferri sesquichlorati. Die bis zur goldgelben Färbung mit Wasser verdünnte (arzneilich mit einem Gehalt von 10 % Eisen benutzte) Eisenchloridlösung wird als Reagens zum Nachweis des Cyans, der Rhodanwasserstoffsäure, der Ferrocyanverbindungen, der Essigsäure, der Carbolsäure, der Gerbsäure, sowie des Jods neben Brom benutzt. Sie darf weder überschüssige Säure, Chlor, Salpetersäure, Schwefelsäure, noch Eisenchlorür und fremde Metalle enthalten.

Liquor Natri caustici. Muss frei von Chlornatrium, schwefelsaurem Natrium, Kieselsäure, Thonerde, und durch Kohlensäure und organische Substanzen möglichst wenig verunreinigt sein. Das Reagens dient zum Nachweis des Ammoniaks, zur Erkennung der Thonerde und Zinksalze, zum Nachweis von Zucker im Glycerin etc.

Magnesium hydricum pultiforme. Breiförmiges Magnesiumhydroxyd, $Mg(OH)^2$ + aq. Der aus einer Lösung von 3 Theilen Magnesiumsulfat in 20 Theilen Wasser durch Natronlauge erhaltene, gut ausgewaschene und mit Wasser auf 10 Theile gebrachte Niederschlag. Zweckmässig löst man das schwefelsaure Magnesium in einem der Menge desselben entsprechend grossen tarirten Becherglase, fällt mit Natronlauge und wäscht den Niederschlag durch wiederholtes Anrühren mit Wasser und Dekantation so lange aus, als das ablaufende Wasser rothes Lackmuspapier bläut.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0177-2

Alsdann fügt man zu dem Niederschlage so viel destillirtes Wasser, dass das Ganze 10 Theile beträgt. Man kann auch — und dies ist einfacher — schwach geglühte und chlorfreie Magnesia usta mit Wasser anrühren und einige Tage stehen lassen, nach welcher Zeit die Magnesia in das Hydrat umgewandelt ist. Sehr zweckmässig verwendet man auch eine alkalisch reagirende Lösung von basisch essigsaurem Magnesium mit darin suspendirtem Magnesiumhydroxyd. Man erhält ein solches Präparat durch Aufkochen eines Gemisches von 25 g Essigsäure (Acid. acetic. dil.) mit 100 g destillirtem Wasser und 10 g chlorfreier Magnesia usta, und Verdünnen der Mischung mit Wasser auf etwa 150 g. Das Reagens dient zur Bindung der Blausäure bei der Gehaltsbestimmung des Bittermandelwassers, auch zur Neutralisation anderer saurer Flüssigkeiten, wenn deren Gehalt an Chlorwasserstoff in neutraler Lösung durch Silbernitrat bestimmt werden soll.

Magnesium sulfuricum. Die Lösung des Salzes in 9 Theilen Wasser. Sie wird zur Prüfung des Liq. Ammonii sulfurati auf einen unzulässigen Gehalt an freiem Ammoniak, sowie zur Erkennung von Arsensäure und Phosphorsäure benutzt.

Natrium aceticum. Die Lösung des Salzes in 4 Theilen Wasser. Man bedient sich ihrer zur Bindung der bei einer Doppelzersetzung frei werdenden starken (Mineral-)Säure, welche sich mit dem Natriumacetat unter Freiwerden von Essigsäure umsetzt.

Natrium carbonicum. Die Lösung des reinen Salzes in 4 Theilen Wasser wird zur Abstumpfung freier Säuren, zur Fällung vieler Metalloxyde etc. verwandt; das trockne Salz dient zur Reduction der Metalle aus ihren Verbindungen.

Natrium metallicum. Natrium, Na. Das Natrium ist ein silberweisses, glänzendes Metall von solcher Consistenz, dass es sich mit dem Messer schneiden lässt. Es kommt in fingerdicken Stangen, Stücken oder Würfeln in den Handel. Da es sich an der Luft rasch oxydirt, so bewahrt man es unter Petroleumbenzin oder Petroleum auf oder überzieht es durch Eintauchen in geschmolzenes Paraffin mit einer dünnen, gegen die Einwirkung der Luft schützenden Schicht. Man gebraucht das Natrium nach sorgfältiger Entfernung des Petroleums oder des Paraffins zur Prüfung des Paraffinum liquidum und einiger ätherischen Oele.

Natrium phosphoricum. Die 5%ige Lösung des officinellen Salzes findet als Reagens auf Magnesia Verwendung.

Natrium sulfurosum. Schwefligsaures Natrium, $Na^2SO^3 + 7H^2O$. Farblose, prismatische, an der Luft verwitternde und sich höher oxydirende Krystalle, welche sich leicht in Wasser, kaum in Weingeist lösen und alkalisch reagiren. Das Salz muss frei von Schwefelsäure sein und in wohl verschlossenen Gefässen aufbewahrt werden. Bei Bedarf in 9 Theilen Wasser zu lösen. Dient als Desoxydationsmittel.

Platinum bichloratum. Platinchlorid, $PtCl^4$. Platinschnitzel werden in Königswasser mit etwas überschüssiger Salzsäure unter mässigem Druck gelinde erwärmt, bis alles Platin gelöst ist. Die Lösung dampft man unter Zusatz von Salzsäure zur Trockne und löst den Rückstand in 10 Theilen Wasser. Die gelbe Lösung muss, zur Trockne verdampft, einen in Weingeist klar löslichen Rückstand geben. Platinchlorid dient zum Nachweis von Chlorkalium und Chlorammonium.

Plumbum aceticum. Die wässrige Lösung des reinen Salzes dient zur Auffindung kleiner Mengen von Schwefelwasserstoff.

Solutio Amyli s. Amylum und Liquor Amyli.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0178-8

Solutio Jodi. Jodlösung, J + aq. Eine Auflösung von Jod in jodkaliumhaltigem Wasser. Die Lösung, als welche man die volumetrische Jodlösung (s. S. 160) benutzen kann, dient zum Nachweis von Stärke in manchen Drogen, zur Erkennung von einigen Alkaloïden und als indirektes Oxydationsmittel.

Solutio Indici. Man zerreibt reines Indigotin mit der 20—30fachen Menge reiner concentrirter Schwefelsäure, lässt das Gemisch einen Tag lang bei gewöhnlicher Temperatur stehen, giesst in Wasser und zwar auf 1 g Indigotin beiläufig 1½ l Wasser; dabei scheidet sich unverändertes Indigotin und Indigomonosulfonsäure unlöslich ab; durch Absetzen und Filtriren erhält man eine Lösung von Indigodischwefelsäure, deren tief blaugefärbte Lösung zur Entdeckung von Salpetersäure, Chlorsäure und Chlor dient.

Spiritus. Alkohol verschiedener Stärke dient in der Analyse als Lösungsmittel und zum Ausscheiden gewisser Salze.

Stannum. Zinn, Sn. Weiches, geschmeidiges, leicht biegsames, beim Biegen knirschendes, fast silberweisses, an der Luft nicht anlaufendes, leicht schmelzbares Metall, welches von kalter Salzsäure fast nicht angegriffen, von heisser Salzsäure aber unter Entwickelung von Wasserstoff gelöst wird. Raspelspäne (Stannum raspatum) dienen in der Analyse als Reductionsmittel. Auch die Lösung des Zinns in Salzsäure (Zinnchlorür) wird in der Analyse als kräftiges Reductionsmittel angewendet.

Zincum. Zink, Zn. Man benutzt es in der sogenannten granulirten Form. Es muss in dem erreichbaren Grade frei von Arsen, Antimon, Phosphor und Schwefel sein. Nur solches Zink dürfte den analytischen Anforderungen genügen, von welchem das aus 2 g bei dem Auflösen in arsenfreier Salzsäure oder Schwefelsäure entwickelte Wasserstoffgas ein mit concentrirter Silberlösung (1 + 1) befeuchtetes Papier in keiner Weise verändert. Um ein richtiges Durchschnittsmuster zu erhalten, schmilzt man eine grössere Menge des käuflichen Productes im hessischen Tiegel und granulirt dieses durch Ausgiessen in Wasser. Man benutzt das Zink beim Arsennachweis zur Wasserstoffentwickelung.

Volumetrische Lösungen.

Normaltemperatur 15° C.

Die Darstellung der volumetrischen Lösungen geschieht auf direktem und indirektem Wege. Im erstern Falle wägt man die Substanz, deren Reinheit und vorschriftsmässige Beschaffenheit unzweifelhaft festgestellt sein muss, auf das genaueste ab und führt sie mit Hülfe einer Maassflasche durch Zusatz von reinem Wasser, bisweilen auch unter Vermittelung noch anderer Substanzen, in eine sorgfältig gemischte Flüssigkeit über, deren Volumen bei der Normaltemperatur genau 1 Liter oder das geforderte Multiplum davon beträgt. — Der zweite Weg ist einzuschlagen, wenn man nicht im Stande ist, die Reinheit, Stärke, den Gehalt oder die Concentration des Reagens unzweifelhaft festzustellen, wenn es sich, weil etwa allzu flüchtig oder allzu hygroskopisch, nicht genau abwägen lässt u. dergl. Man stellt dann eine Lösung her, welche annähernd die richtige oder etwas höhere (nicht geringere) Concentration hat, bestimmt ihren Gehalt, indem man genau das Volumen ermittelt, welches von der Lösung erforderlich ist, um mit einer bestimmten Menge einer geeigneten anderen, nach ihrer Beschaffenheit genau bekannten Substanz die Endreaction hervorzubringen, und nimmt schliesslich die etwa nöthige Verdünnung vor.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0179-6

Acidum hydrochloricum volumetricum. Normalsalzsäure. HCl, Mol.-Gew. 36,4, Aeq.-Gew. 36,4. 146 g Salzsäure von 1,124 specifischem Gewicht werden mit Wasser auf 1000 ccm oder so viel verdünnt, dass 25 ccm der Flüssigkeit zur Sättigung genau 25 ccm der Normalkalilauge verbrauchen. Zur Darstellung einer $^1/_{10}$-Normalsalzsäure werden 100 ccm Normalsalzsäure auf 1 l mit Wasser verdünnt.

Acidum oxalicum volumetricum. Normaloxalsäure. $H^2C^2O^4 + 2H^2O$, Mol.-Gew. 126, Aeq.-Gew. 63. Zur Darstellung von 1 l Normaloxalsäure werden 63 g reiner Oxalsäure in Wasser gelöst, und die Lösung bei 15° zu einem l verdünnt. Die Aufbewahrung der Lösung geschieht im Dunkeln, weil sie im Sonnenlichte allmählige, wenngleich nicht von Schimmelbildung begleitete Zersetzung erleidet. — Sie dient als Grundlage sowohl der acidimetrischen und alkalimetrischen, als auch der Oxydations- und Reductions-Normallösungen. Chemisch reine Oxalsäure wird durch Sublimation käuflicher Oxalsäure und Umkrystallisiren des Sublimats aus Wasser dargestellt. Die so gereinigte Säure dient zur Werthbestimmung der Handelswaare, von welcher dann entsprechend grössere Mengen als 63 g zur Darstellung der Normalsäure verwandt werden. Die Handelswaare enthält in den meisten Fällen etwa 99 Procent an reiner Säure.

Liquor Argenti nitrici volumetricus. Zehntel-Normalsilberlösung. $AgNO^3$, Mol.-Gew. 170, Aeq.-Gew. 170. Eine Lösung von 17 g salpetersaurem Silber zu 1 l Wasser, von welcher 25 ccm erforderlich sind, um aus 25 ccm Zehntel-Normalsalzsäure nach Absättigung derselben, mit Magnesium hydricum pultiforme alles Chlor als Chlorsilber abzuscheiden. Vor Licht geschützt aufzubewahren!

Liquor Jodi volumetricus. Zehntel-Normaljodlösung. J, Mol.-Gew. 254, Aeq.-Gew. 127. 12,7 g trocknen reinen Jods werden mit Hülfe von 20 g Jodkalium in Wasser zu 1 l gelöst. Die Anwendung eines reinen, über Schwefelsäure getrockneten Jods und eines von jodsaurem Salz freien Jodkaliums ist unerlässliche Bedingung. Dann kann der Titer als richtig angenommen werden. Die Lösung wird in nicht sehr grossen Flaschen mit Glasstöpsel an vor Licht geschütztem Orte aufbewahrt.

Liquor Kalii bromati volumetricus. Kaliumbromidlösung. KBr, Mol.-Gew. 118,8, Aeq.-Gew. 118,8. 5,94 g reinen trocknen Kaliumbromids werden in Wasser zu 1 l gelöst. Das Bromkalium muss bei 100° getrocknet und rein, namentlich frei von bromsaurem Kalium sein.

Liquor Kalii bromici volumetricus. Kaliumbromatlösung. $KBrO^3$, Mol.-Gew. 166,8, Aeq.-Gew. 166,8. 1,668 g (nach der Germ. irrthümlich nur 1,667 g) reinen trocknen Kaliumbromats werden in Wasser zu 1 l gelöst. Das Kaliumbromat muss frei von Bromkalium sein. Die Mischung von je 50 ccm der Kaliumbromid- und Kaliumbromatlösung muss nach Zusatz von 5 ccm Schwefelsäure so viel Brom entwickeln, dass zur Bindung des aus hinzugefügtem Jodkalium frei gemachten Jods 30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung erforderlich sind.

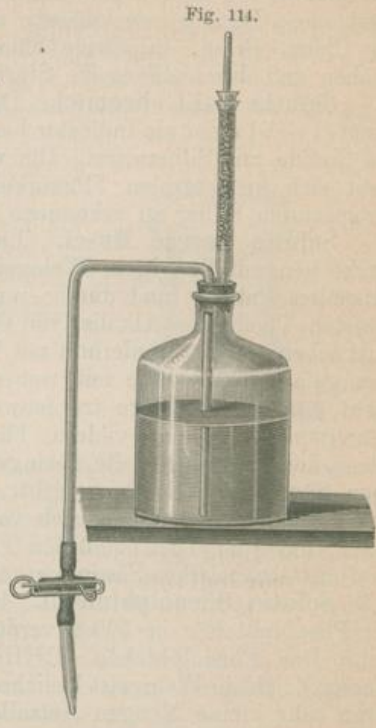
Liquor Kalii hydrici volumetricus. Normalkalilauge. KOH, Mol.-Gew. 56, Aeq.-Gew. 56. Reine, kohlensäurefreie Kalilauge, von welcher 25 ccm erforderlich sind, um 25 ccm Normaloxalsäure zu neutralisiren. Man bewahrt sie in Gefässen mit Glasstopfen auf, welche mit Paraffinsalbe bestrichen sind, oder besser in Flaschen, welche die Luft nur durch ein mit Natronkalk (zur Absorption der Kohlensäure) gefülltes Rohr eintreten lassen (Fig. 114).

Liquor Kalii permanganici volumetricus. Kaliumpermanganatlösung. $KMnO^4$, Mol.-Gew. 158,0, Aeq.-Gew. 158. Man benutzt eine

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0180-7

Zehntel-Normallösung, welche durch Auflösen von 3,16 g Kaliumpermanganat ($^2/_{10}$ Aeq., welche $^1/_{10}$ Aeq. zu Oxydationen verwendbaren Sauerstoff enthalten) in Wasser zu 1 l erhalten wird, oder eine empirische Lösung, welche z. B. nach Vorschrift der Ph. Germ. im Liter 1 g Kaliumpermanganat enthält. Die Lösung des übermangansauren Kaliums muss in Flaschen mit dichtschliessendem Glasstopfen aufbewahrt und vor der Einwirkung des direkten Sonnenlichtes geschützt werden. Da auch organische Substanzen und atmosphärische Stäubchen reducirend auf dieselbe einwirken, so controllirt man zeitweilig den Stand des Titers und bewirkt die Messung der Flüssigkeit nur unter Anwendung von Glashahn und Giessbüretten. Die Titerstellung erfolgt mit Oxalsäure oder mit metallischem Eisen. 1 ccm Zehntel-Normaloxalsäure entspricht 0,00316 Kaliumpermanganat; 0,1 g reinsten Eisendrahtes gebraucht nach seiner Auflösung in verdünnter Schwefelsäure 0,056428 g Kaliumpermanganat zur Oxydation.

Fig. 114.



Liquor Natrii chlorati volumetricus. Zehntel-Normalkochsalzlösung. NaCl, Mol.-Gew. und Aeq.-Gew. 58,4. 5,84 g reinen, trocknen Kochsalzes werden in Wasser zu einem Liter gelöst. 10 ccm dieser Lösung müssen nach Zusatz einiger Tropfen Kaliumchromatlösung 10 ccm der volumetrischen Silberlösung bis zum Eintritt einer schwachen Röthung verbrauchen; diese Röthung tritt genau genommen erst dann ein, sobald die letzteren 10 ccm, sei es auch nur um einen Tropfen, überschritten sind.

Liquor Natrii thiosulfurici volumetricus. Zehntel-Normalnatriumthiosulfatlösung. $Na^2S^2O^3 + 5H^2O$, Mol.-Gew. 248, Aeq.-Gew. 124. Weil aber 1 Aeq. Jod 2 Aeq. Natriumthiosulfat verbraucht, so werden nicht 12,4, sondern 24,8 g Natriumthiosulfat (Natrium subsulfurosum) in Wasser zu einem Liter gelöst. 25 ccm der Lösung müssen nach Zusatz von wenig Stärkelösung genau 25 ccm Zehntel-Normaljodlösung bis zur Blaufärbung verbrauchen. Die Lösung muss im Dunkeln aufbewahrt werden. Sie erleidet aber mit der Zeit eine Zersetzung unter Abscheidung von Schwefel und Bildung von schwefelsaurem Salz. Der Stand des Titers muss zuweilen controllirt werden.

Indicatoren.

Liquor Amyli. Als Indicator bei den Titrationen mit Jodlösungen. Die geringste Menge Jod färbt die Stärkelösung intensiv blau. Man bereitet dieselbe bei Bedarf durch Schütteln eines Stückchens weisser Oblate mit heissem Wasser und Filtration.

Die deutsche Pharmakopöe hat in dem **Liquor Amyli volumetricus,** welcher mit Unrecht die Bezeichnung „volumetricus" führt, eine haltbare

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0181-3

Stärkelösung aufgenommen. Zur Bereitung derselben werden 4 g Stärkemehl mit 20 g Chlorzink und 100 g Wasser unter Ersatz des Verdampfenden bis zur fast vollständigen Lösung des ersteren gekocht. Dann werden 2 g reinen trocknen Jodzinks zugesetzt, die Flüssigkeit auf 1 l verdünnt und filtrirt; sie muss farblos sein und nur schwach opalisiren. Man benutzt diese Lösung zweckmässig als Reagens auf oxydirende Substanzen, wie Chlor, Brom, salpetrige Säure, welche aus dem Jodzink Jod frei machen und durch dieses die Stärke blau färben.

Solutio Kalii chromici. Die Lösung des gelben chromsauren Kaliums (1 + 9) dient als Indicator bei der Bestimmung der Chloride, Bromide und Jodide mit Silbernitrat. Die vollständige Ausfällung der Chloride etc. giebt sich in neutralen Flüssigkeiten an der Ausscheidung von rothem chromsaurem Silber zu erkennen.

Solutio Laccae Musci. Lackmuslösung. Die durch wiederholtes Auskochen mit 85%igem Weingeist von dem durch Alkalien sich violett färbenden Antheile und durch einmaliges Ausziehen mit Wasser von dem grössten Theile des Alkalis, von Chlor und Schwefelsäure befreiten Lackmuskuchen werden wiederholt mit Wasser erschöpft und die filtrirten, rein blau gefärbten Auszüge mit reiner Schwefelsäure übersättigt und aufgekocht, sodann so lange tropfenweise mit Barytwasser versetzt, bis die Flüssigkeit eben eine violette Färbung angenommen hat. Die filtrirte Flüssigkeit wird durch die geringste Spur Alkali blau, durch die geringste Spur Säure zwiebelroth gefärbt. Die Lackmuslösung muss in offenen, durch einen Baumwollenpausch vor Staub geschützten, mehr breiten als hohen, nur zum Theil gefüllten Flaschen aufbewahrt werden. Sie dient als Indicator bei den Sättigungsanalysen.

Solutio Phenolphtaleïni. Phenolphtaleïnlösung. Eine Lösung von 1 g Phenolphtaleïn in 100 g verdünntem Spiritus. Eine farblose Flüssigkeit. Das Phenolphtaleïn ($C^{20}H^{14}O^4$) ist ein gelblichweisses, nicht in Wasser, leicht in Weingeist lösliches, krystallinisches Pulver, dessen Lösung durch sehr kleine Mengen Aetzalkalien violettroth gefärbt wird. Säuren, und zwar schon Kohlensäure, entfärben die rothe Flüssigkeit. Die Lösung des Phenolphtaleïns dient als Indicator bei der Alkalimetrie und Acidimetrie, ist jedoch bei Gegenwart von Ammoniaksalzen nicht brauchbar.

Tinctura Coccionellae. Cochenilletinctur. 3 g gepulverte Cochenille werden mit 50 ccm Spiritus und 200 ccm Wasser macerirt und filtrirt. Die Lösung muss rothgelb sein. Die Cochenilletinctur dient als Indicator bei der volumetrischen Bestimmung der Alkalicarbonate. Der Farbstoff derselben wird durch Alkali blau-violett, durch Säuren gelb; freie Kohlensäure beeinträchtigt die Erscheinungen, abweichend von Lackmus und Phenolphtaleïn, nicht.

Analytische Apparate.

Die zur Prüfung der Arzneimittel auf chemischem Wege erforderlichen Apparate und Geräthschaften, welche, wie die Reagentien, am zweckmässigsten in der Nähe desjenigen Ortes, an welchem die Prüfung der Arzneimittel vorgenommen wird, in verschliessbaren Schränken aufbewahrt werden, sind in dem Nachfolgenden in alphabetischer Ordnung behandelt.

Bechergläser. Gläser verschiedener Grösse von sehr dünnem, gleichmässigem, gut gekühltem Glase, welche, ohne zu zerspringen, einen plötzlichen Temperaturwechsel ertragen.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0182-9

Dreiecke von Platindraht in Eisendrahtring (Fig. 115) oder Dreiecke von Eisendraht oder Messingdraht mit Thonhülsen (Fig. 116) dienen zum Einsetzen der Tiegel.

Dreifüsse von Eisen oder Messing (Fig. 117) werden zum Erhitzen von Schalen, Kochflaschen etc. benutzt.

Drahtgewebe sind zum Erhitzen von Bechergläsern, Kochflaschen etc. über einer Weingeist- oder Gaslampe als Zwischenlage sehr geeignet. An Stelle derselben dient auch das Netzblech, d. i. ein über ein Stück dünnes Eisenblech genietetes Netz von Eisendraht, oder neuerdings Asbestpappe.

Fig. 115.

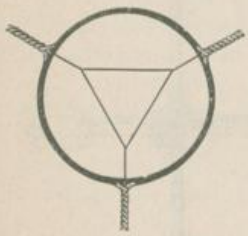


Fig. 116.

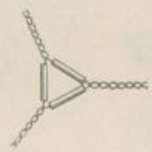


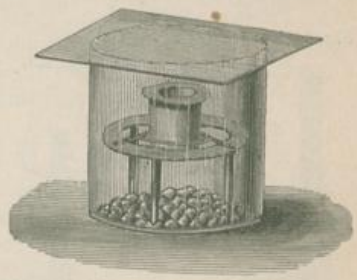
Fig. 117.

Exsiccatoren dienen zum Trocknen solcher Substanzen, welche bei höherer Temperatur verändert werden. Das Austrocknen geschieht am besten mittelst concentrirter Schwefelsäure, mit welcher die flache Schale *a* in Fig. 118 theilweise angefüllt ist. An Stelle der Schwefelsäure wird auch wasserfreies Chlorcalcium benutzt. Leicht transportable Exsiccatoren, welche dazu dienen, heisse Tiegel oder Schalen vor dem Abwägen erkalten zu lassen, haben die in Fig. 119 abgebildete Form.

Feilen. Dreieckige und runde für Glas und Kork dienen zum Zerschneiden von Glasröhren und Glasstäben und zum Durchbohren von Korken.

Fig. 118.

Fig. 119.



Filtrirgestelle aus Holz und Eisen (Fig. 120 und 121) werden in verschiedenen Formen benutzt.

Filtrirpapier. Ungeleimtes, möglichst weisses Papier, welches Flüssigkeiten rasch durchlaufen lässt und darin suspendirte Niederschläge, auch wenn sie feinpulverig sind, vollständig zurückhält. Das gewöhnliche, im Handel befindliche Filtrirpapier enthält stets grössere oder kleinere Mengen von fixen Bestandtheilen (Kieselsäure, Thonerde, Eisenoxyd, Kalk), welche zum grössten Theile durch Behandlung mit verdünnten Säuren in Lösung gehen. Für subtile Untersuchungen ist es deshalb nothwendig, sich des von diesen Verunreinigungen freien, sogenannten schwedischen Filtrirpapiers zu

bedienen oder das Papier zuvor einer Reinigung zu unterwerfen. Man übergiesst das Filtrirpapier, zu fertigen Filtern geschnitten, mit verdünnter Chlorwasserstoffsäure, lässt einige Tage in der Kälte stehen und wäscht darnach vollständig mit Wasser aus, bis durch Silbernitrat keine Chlorwasserstoffsäure mehr nachweisbar ist. Von den getrockneten Filtern muss

Fig. 120.

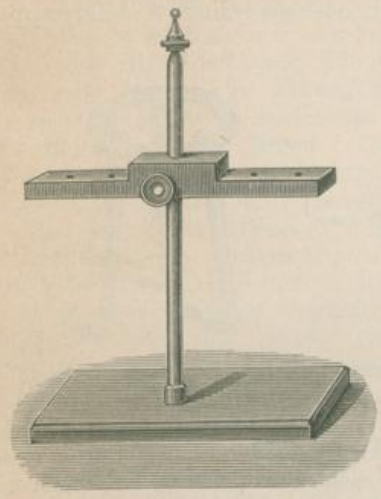
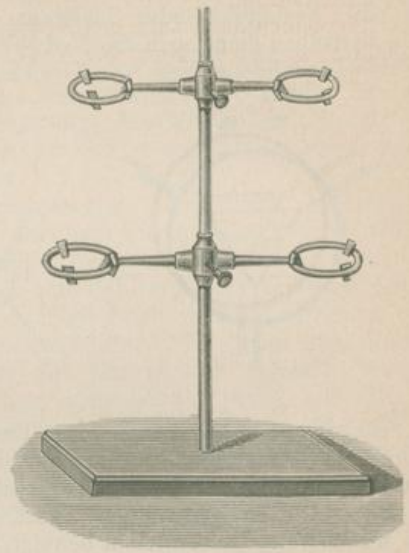


Fig. 121.



der Aschengehalt genau bekannt sein. Man verascht zu diesem Zwecke etwa 12 Stück Filter von bestimmter Grösse in einem tarirten Platintiegel. Der Rückstand wird gewogen und ein Zwölftel des Gewichtes für jedes Filter in Anrechnung gebracht. Mit Flusssäure ausgezogene Filter mit bekanntem Aschengehalt finden sich im Handel.

Fig. 122.

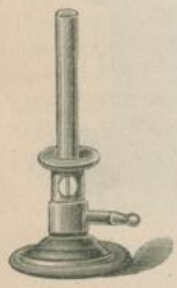


Fig. 123.

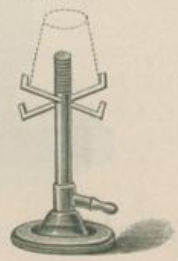
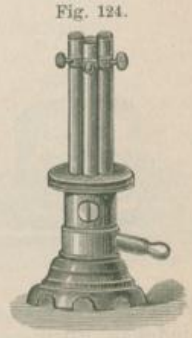


Fig. 124.



Gasentwickelungsapparate sind zur Entwickelung von Wasserstoff, Kohlensäure, Schwefelwasserstoff, Arsenwasserstoff und Chlor in den verschiedensten Formen gebräuchlich. Es sind unter Absorption (S. 35), Aqua hydrosulfurata (S. 149), Aqua chlorata und Arsen die gebräuchlichsten Formen nachzusehen.

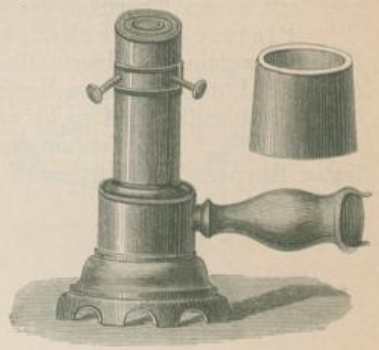
Gaslampen werden in den verschiedensten Formen benutzt (Fig. 122 bis 125).

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0184-0

Glasröhren. Sie werden in verschiedener Stärke und Weite, von leicht und schwer schmelzbarem Glase, theils beiderseits, theils nur an einer Seite offen, gebraucht und nach Bedarf gebogen, zerschnitten und zugeschmolzen.

Glasstäbe. Sie werden auch von verschiedener Länge und Stärke gebraucht, stets aber an den Enden rund geschmolzen.

Fig. 125.



Gummi dient in Form von Röhren (Schläuchen) von verschiedener Stärke zu Gasleitungen und zur Herstellung von Röhrenverbindungen.

Kohle dient als Unterlage, zum Theil auch als Reductionsmittel bei Löthrohruntersuchungen. Am besten ist die Kohle des Fichtenholzes geeignet, und zwar auf der Hirnseite, wo die Jahresringe zu sehen sind und wo sich die in Fluss gebrachten Substanzen minder als auf der Längsseite ausbreiten.

Kolben und Kochflaschen. Sie werden zum Erhitzen von Flüssigkeiten gebraucht und dienen als Vorlage bei Destillationen.

Löthrohr (Fig. 126). Es dient dazu, einen fortdauernden feinen Luftstrom in eine Flamme zu führen, in Folge dessen ein langer, spitzer blauer Flammenkegel entsteht, welcher von einem, besonders in der Längsrichtung über jenen ausgedehnten zweiten, dessen schwach gelbliche Farbe bei Tage kaum sichtbar ist, umgeben ist. Die innere Flamme wirkt vermöge ihres Gehaltes an Kohlenoxyd reducirend, die äussere Flamme wirkt oxydirend. Für Oxydationen und Reductionen bei Untersuchungen auf trocknem Wege ist das Löthrohr ein ganz unentbehrliches Instrument; es wird am zweckmässigsten an der Bunsen'schen Gaslampe gebraucht, welche man zu Löthrohrversuchen dadurch besonders geeignet macht, dass man in das Brennerrohr ein zweites, engeres, oben platt geschlagenes und schräg abgestutztes Rohr einschiebt, welches unterhalb den kleinen Cylinder, durch den das Gas in das Brennerrohr eintritt, so umschliesst, dass der Zutritt atmosphärischer Luft verhindert wird. Das Gas tritt in Folge davon mit einer breiten, leuchtenden Flamme aus, welche man mit Hülfe des Löthrohrs leicht zu einer oxydirenden oder reducirenden machen kann. Zur Erzeugung der Reductionsflamme bringt man die Spitze des Löthrohrs an den schmalen Rand der Flamme, ein wenig oberhalb der höchsten Stelle des schrägen Ausströmungsspaltes, lässt das Gas ziemlich reichlich ausströmen, bläst aber nur einen mässig starken Luftstrom ein, so dass nur eine unvollkommene Mischung von Gas und Luft stattfindet, und der innere Flammenkegel etwa auf den dritten Theil seiner Länge leuchtend bleibt und daselbst reducirend wirkt. Zur Erzeugung der Oxydationsflamme bringt man die Löthrohrspitze ein wenig weiter in die Flamme, der man einen schwächeren Gasstrom, dagegen einen etwas reichlicheren Luftstrom zuführt, so dass eine innige Mischung von Gas und Luft und ein spitzer

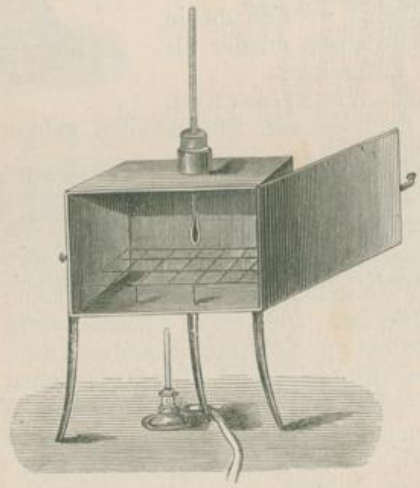
Fig. 126.

bläulicher Flammenkegel entsteht, welcher nur nach der Spitze hin ein wenig leuchtet. Der eigentliche Schmelzraum liegt an der schwach leuchtenden Spitze des inneren Flammenkegels, der Oxydationsraum im Mantel desselben.

Luftbad. Ein Kasten aus Kupferblech mit einer Thüre und einer von der Bodenfläche isolirten Bank zur Aufnahme der zu trocknenden Gegenstände. Die Erhitzung erfolgt durch eine Lampe, die Temperatur wird mit einem Thermometer gemessen (Fig. 127).

Platingeräthschaften. Platindraht. Stärkere und feinere Drähte, welche in einem Glase unter Wasser aufbewahrt werden. Sie dienen zu Löthrohruntersuchungen und zum Veraschen von Filtern. Platinblech. Dasselbe darf nicht zu dünn, etwa 40 mm lang und 25 mm breit sein und dient zum Verdampfen flüssiger und zum Schmelzen oder Glühen fester Körper. Platintiegel dienen zum Verdampfen von Flüssigkeiten,

Fig. 127.



Schmelzungen und Einäscherungen. Platingeräthe reinigt man am besten mechanisch durch Abreiben mit Seesand und, wo dieser nicht ausreicht, dadurch, dass man saures schwefelsaures Natrium auf ihnen zum Schmelzen bringt. Beim Glühen stellt man die Tiegel auf ein Dreieck, welches entweder ganz aus Platindraht oder aus Eisendraht gefertigt ist, welcher mit Thonröhren umkleidet ist. Man darf Platintiegel auch stets nur mit dem nicht leuchtenden Theile der Flamme glühen; beim Erhitzen mit einer russenden Flamme wird sprödes Kohlenstoffplatin gebildet, wodurch der Tiegel vollkommen verdorben werden kann. Aetzende und salpetersaure Alkalien, Baryumhydroxyd greifen beim Schmelzen das Platin an; ebenso Verbindungen, aus denen sich Phosphor, Arsen oder ein Schwermetall reduciren kann, desgleichen Brom und Jod und endlich mehrere Metalle, wie Blei, Wismuth, Zink, mit welchen das Platin leichtflüssige Legirungen eingeht. Alle solche Substanzen dürfen deshalb in Platingefässen keiner höheren Temperatur ausgesetzt werden.

Porzellangeräthschaften. Hierher zählen Abdampfschalen und Tiegel verschiedener Grösse.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0186-2

Reagensgläser. Röhrenförmige Gläser von dünner, gleichmässiger, namentlich auch in dem halbkugelförmigen Boden nicht verdickter Wandung, mit nach aussen umgelegtem Rande. Sie gehören zu den unentbehrlichsten Geräthschaften bei allen Untersuchungen auf nassem Wege und werden in sehr verschiedenen Grössen angefertigt und gebraucht. Gläser von 12 bis 15 cm Länge und 1—1½ cm Weite sind die gebräuchlichsten. Die Grösse und namentlich der Querschnitt der benutzten Gläser sind von Einfluss auf die Erkennung der innerhalb des Glases sich vollziehenden Reactionen,

Fig. 128.

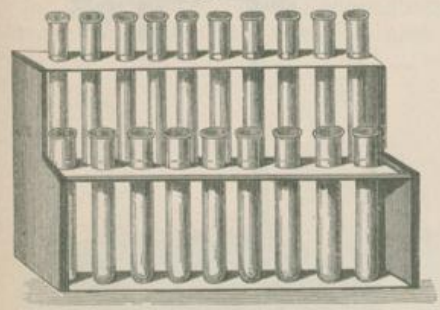


Fig. 129.

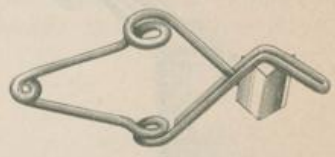
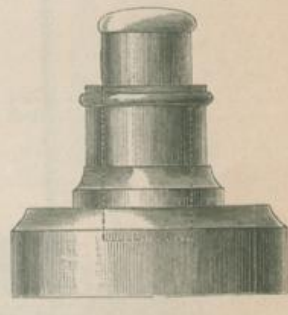


Fig. 130.

da z. B. die Trübung einer Flüssigkeit, besonders bei durchfallendem Lichte immer stärker erscheinen wird, je grösser ihr Durchmesser ist, es mithin nicht ausgeschlossen ist, dass eine in einem engen Glase kaum wahrnehmbare Trübung in einem weiten schon recht auffällig ist und umgekehrt. Deshalb ist der höchst zweckmässige Vorschlag gemacht worden, für die zur Prüfung der Arzneimittel dienenden Reagensgläser einen bestimmten Durchmesser festzusetzen, als welcher sich ein solcher von 1,2 cm empfehlen würde. Die Reagensgläser werden in einem Reagensgläsergestell (Fig. 128) aufgestellt. Beim Erhitzen eines Reagensglases bedient man sich oft recht zweckmässig eines Reagensglashalters (Fig. 129 und 130).

Fig. 131.



Reibschalen von Porzellan, Eisen, Achat oder Stahl dienen zum Zerreiben der zu untersuchenden Substanzen.

Der Stahlmörser (Diamantmörser, Fig. 131) dient namentlich zum Zerkleinern sehr harter Mineralien.

Retorten verschiedener Grösse von Glas, welche beim Gebrauche zweckmässig in Retortenhalter (Fig. 132 und 133) eingeklemmt werden.

Spirituslampen mit einfachem (Fig. 134) und doppeltem (Fig. 135) Luftzuge. (Berzeliuslampen), sofern Gas nicht zu Gebote steht.

Spritzflasche (Fig. 136). Als Wasserbehälter dient ein Stehkolben, so dass man nach Belieben kaltes und heisses Wasser anwenden kann.

Stative von Eisen oder Messing zum Erhitzen von Schalen, Bechergläsern etc. (Fig. 137).

Tiegelzange (Fig. 138) dient zum Einbringen von Tiegeln in das Feuer und zum Entfernen derselben vom Feuer, zum Halten des Platinblechs beim Verdampfen und Glühen etc.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0187-8

Titrirapparate. Die bei der volumetrischen Analyse zum Abmessen der Flüssigkeiten gebrauchten Apparate bestehen aus ausgemessenen Kolben, Cylindern, Pipetten und Büretten. Die beiden ersteren unter-

Fig. 132.

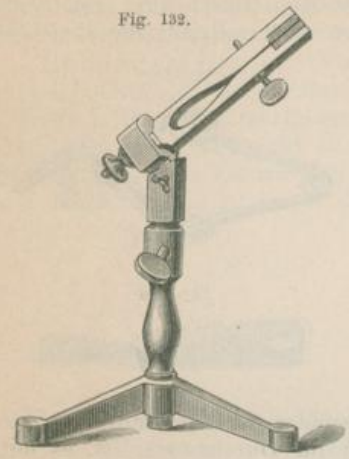


Fig. 133.

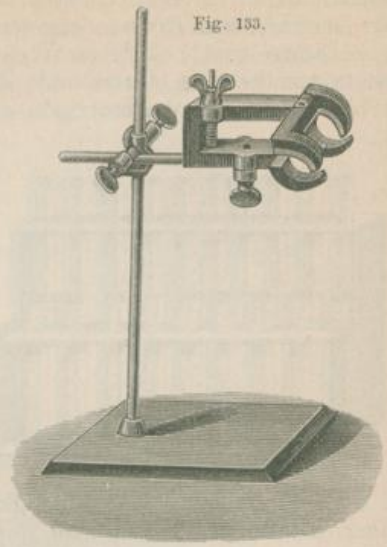


Fig. 135.

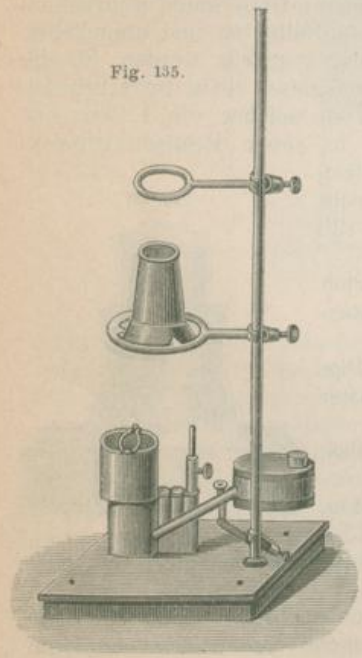
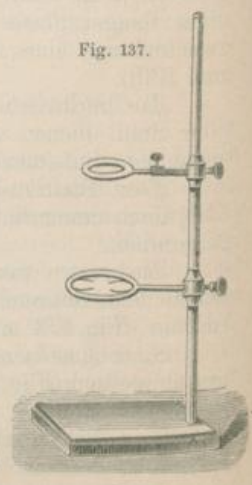


Fig. 134.

Fig. 136.

Fig. 137.



scheiden sich von den letzteren dadurch, dass Kolben und Cylinder bis zu den an ihnen befindlichen Marken ein bestimmtes Volumen von Flüssigkeit in sich fassen, die Pipetten und Büretten dagegen, wenn sie bis zu einer bestimmten Marke gefüllt sind, ein bestimmtes Volumen beim Aus-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0188-3

fliessen geben. Die Apparate werden mit Wasser bei einer Temperatur von 15° justirt. Die Messkolben (Fig. 139) sind gewöhnliche Kolben mit langem Halse, welcher in der Regel durch einen Glasstöpsel geschlossen werden kann. Das Volumen der in dem Kolben enthaltenen Flüssigkeit wird durch einen Strich auf dem Halse bezeichnet. Man benutzt Kolben von 1 l (1000 ccm), ½ l (500 ccm), von 250 ccm, 200 ccm und 100 ccm Inhalt. Dieselben dienen zur Bereitung der volumetrischen Lösungen, zur Titerbestimmung und zur Analyse selbst. Man bringt die abgewogene Menge des zu lösenden Körpers in den Kolben, fügt etwas weniger Wasser, als der Kolben fasst, hinzu, verschliesst und schüttelt um. Sobald die Lösung erfolgt ist, fügt man die noch fehlende Menge Wasser bis zum

Fig. 138.

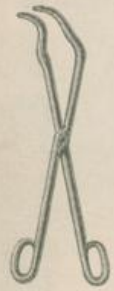


Fig. 139.

Fig. 140.

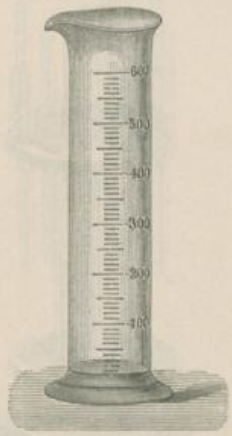
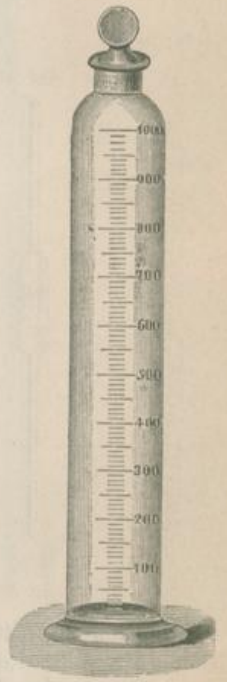


Fig. 141.



Strich hinzu, eventuell nachdem die Flüssigkeit die Temperatur von 15° angenommen hat.

Die Messcylinder (Fig. 140 und 141) zu 100, 200, 500 und 1000 ccm Inhalt dienen denselben Zwecken, wie die Messkolben und unterscheiden sich von diesen dadurch, dass man in einem und demselben Apparate einen Liter und alle seine Bruchtheile abmessen kann, da dieselben in Cubikcentimer eingetheilt sind. Mit sehr weiten Messcylindern kann man nicht dieselbe Genauigkeit erreichen, wie mit Messkolben.

Die Pipetten unterscheidet man als Messpipetten und Vollpipetten. Die Messpipetten (Fig. 142) sind beiderseits offene und gleichweite, aber oben und unten verengte Röhren, welche in $^1/_{10}$ oder $^2/_{10}$ ccm eingetheilt sind. Man gebraucht solche zu 10 ccm und 25 ccm Inhalt. Die Vollpipetten (Fig. 143) sind ebenfalls beiderseits offene,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0189-2

nach unten in eine Spitze auslaufende Glasröhren, welche in der Mitte eine kugelförmige oder bauchige Erweiterung haben, eine am Halse befindliche Marke bezeichnet die Menge Flüssigkeit, welche beim Ausfliessen herausläuft. Man benutzt Vollpipetten zu 1, 5, 10, 15, 25, 50 ccm, um ein bestimmtes Volumen einer Flüssigkeit aus einem Gefässe herauszunehmen. Nachdem man die Pipette in ein Gefäss eingetaucht hat, füllt man dieselbe durch vorsichtiges, nicht starkes Saugen bis über den Strich, bedeckt die obere Oeffnung mit dem Finger und nimmt die Pipette aus dem Gefäss, worauf man so viel Flüssigkeit aus der Pipette heraustropfen lässt, dass die Flüssigkeit bis zum Striche steht. Sodann verschliesst man die Oeffnung wieder mit dem Finger und bringt die Pipette in das Glas, in das man die Flüssigkeit füllen will. Nachdem die Pipette sich entleert hat, legt man die Spitze derselben an die feuchte Gefässwand, wobei in Folge

Fig. 142.

Fig. 143.

Fig. 144.

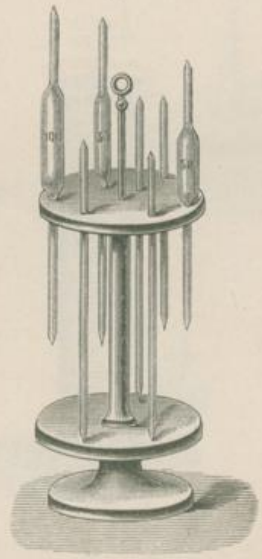
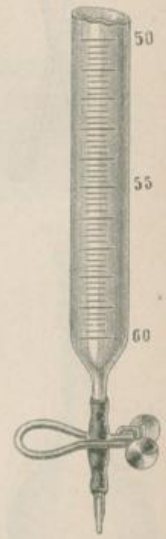


Fig. 145.



der Adhäsion der Flüssigkeit an der Glaswandung die noch in der Pipette haftende Flüssigkeit ausläuft. Niemals soll man die Pipette durch Ausblasen völlig entleeren. Die Pipetten bewahrt man in Pipettenetagèren auf (Fig. 144).

Die Büretten dienen zum Ausmessen eines willkürlichen Volumens einer Flüssigkeit. Man unterscheidet Büretten, welche die Anwendung von Kautschukverschluss gestatten und bei Titrationen von Flüssigkeiten, welche dieses Material nicht angreifen, angewendet werden, und Büretten ohne Kautschukverschluss, welche für solche Flüssigkeiten angewendet werden, die auf Kautschuk verändernd wirken oder selbst davon verändert werden können.

Die Quetschhahnbürette (Mohr'sche Quetschhahnbürette) ist eine cylindrische Glasröhre (Fig. 145), 50—100 ccm fassend und in $^1/_{10}$ oder $^2/_{10}$ ccm getheilt. Der untere Theil der Bürette geht in eine enge Röhre aus, über welche ein Kautschukröhrchen geschoben wird, in dessen freies Ende ein zu einer Spitze ausgezogenes Glasröhrchen befestigt wird. Ueber den frei gebliebenen Raum des Kautschukröhrchens schiebt man eine elastische

Klemme (Quetschhahn), welche die Bürette verschliesst, aber durch Drücken auf die Knöpfe eine sehr feine Regulirung des Ausflusses gestattet. Die Füllung der Bürette geschieht durch die obere Oeffnung, in welche man ein kleines Trichterchen bringt, welches man aber während der Titration nicht auf der Bürette belassen darf, weil sich hinterher noch in seinem Halse Tropfen sammeln und dem bereits gemessenen Büretteninhalte zugesellen können. Man füllt die Bürette bis über 0, bemüht sich, möglichst wenig Luftblasen zu erzeugen und bringt mit Hülfe des Quetschhahnes durch vorsichtiges Auslassen der Flüssigkeit das Niveau derselben bis auf den

Fig. 146.

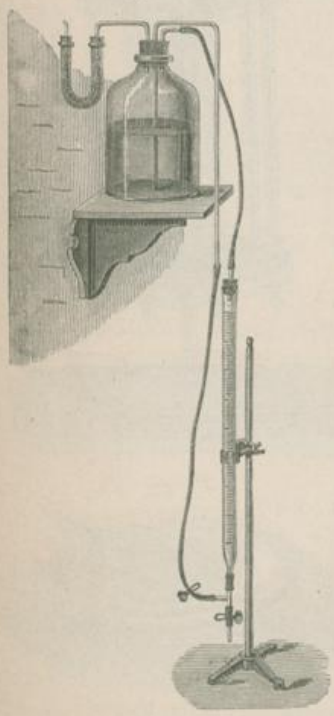


Fig. 147.

Fig. 148.

Fig. 149.

Fig. 150.

0-Punkt. Bei fortgesetztem Gebrauche einer Titerflüssigkeit bewirkt man die Füllung der Bürette durch seitlichen Zufluss von unten und erhält auf solche Weise die Zu- und Abflussbürette (Fig. 146), welche sich namentlich auch für durch die Luft leicht veränderliche Flüssigkeiten eignet.

Die Glashahnbürette (Fig. 147) dient zum Abmessen derjenigen Flüssigkeiten (z. B. Chamäleon), welche Kautschuk angreifen. Sehr dauerhaft ist die von Geissler construirte Bürette mit eingeschliffenem Glashahn (Fig. 148). Das Ablesen der Flüssigkeit wird durch die Anwendung eines Erdmann'schen Schwimmers sehr verschärft. Der Erdmann'sche Schwimmer (Fig. 149) ist ein kleines cylindrisches Hohlgefäss, welches mit einigen Tropfen Quecksilber angemessen beschwert und an beiden Enden zugeschmolzen ist. In seiner halben Höhe trägt der Schwimmer einen rund umlaufenden Kreisstrich, welcher der Graduirung der Bürette parallel ist. Dieses Zusammentreffen macht die genaueste Beobachtung

des Schwimmer- und damit des Flüssigkeitsstandes möglich (Fig. 150). Für dieselben Flüssigkeiten dient auch die Giessbürette von Gay-Lussac (Fig. 151) und Geissler (Fig. 152).

Fig. 151. Fig. 152.

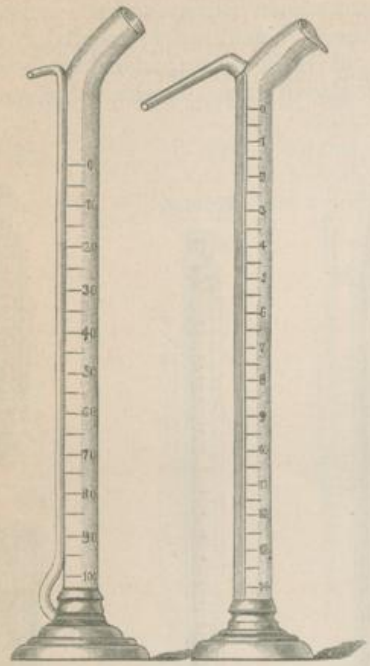


Fig. 153.

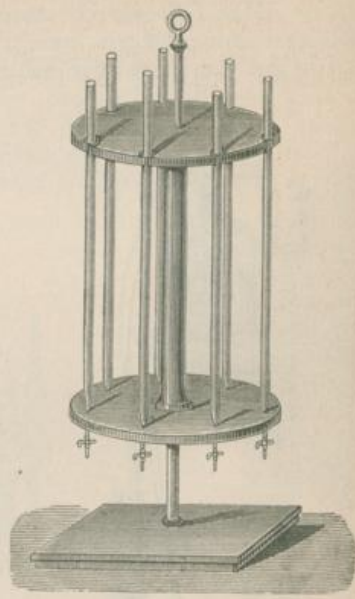


Fig. 154.

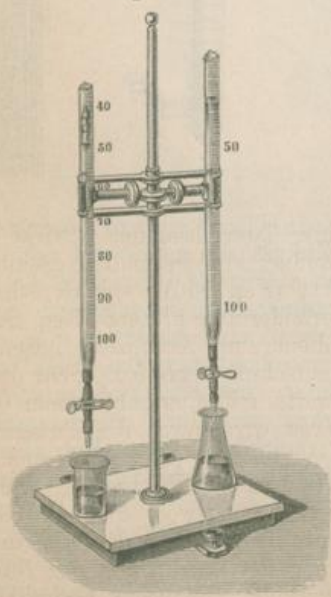


Fig. 155.

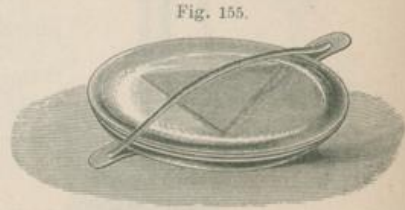
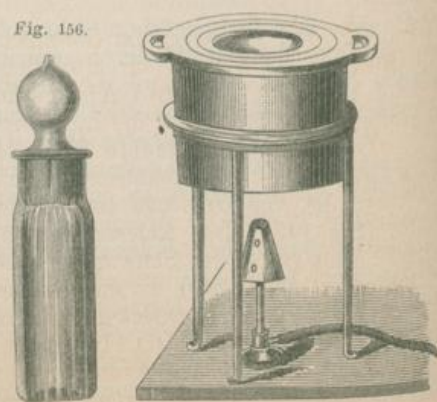


Fig. 157.

Fig. 156.



Quetschhahn- und Glashahnbüretten befestigt man gewöhnlich zu zweien, bisweilen auch zu mehreren auf einem sogenannten Bürettenstativ (Fig. 153 und 154).

Alle Messgefässe müssen genau den ihnen zukommenden Inhalt haben, sorgfältig getheilt und unter einander in genauer Uebereinstimmung sein; die zur Herstellung der volumetrischen Lösungen dienenden Stücke des Gewichtssatzes müssen nicht nur unter sich übereinstimmen, sondern auch den den Messapparaten zu Grunde gelegten Gewichten genau entsprechen.

Trichter in verschiedenen Grössen. Sie müssen gut gekühlt sein, damit sie den Temperaturwechsel ertragen. Der von den diametral gegenüber stehenden Neigungslinien gebildete Winkel muss möglichst genau 60° entsprechen, so dass sich ein Filter, durch zweimaliges rechtwinkliges Falten des Papiers gebildet, genau an die Wandungen anschliesst.

Uhrgläser. Man bedient sich ihrer von verschiedener Grösse zum Verdampfen geringer Mengen von Flüssigkeiten, zum Abwägen und Trocknen hygroskopischer Substanzen, Filter etc., welche zu diesem Zwecke zwischen paarweise zusammengeschliffene Uhrgläser, welche durch eine Klammer zusammenzuhalten sind, gebracht werden (Fig. 155).

Wägeröhrchen (Fig. 156) dienen zum Abwägen getrockneter Substanzen.

Wasserbad (Fig. 157). Zum Eindunsten von Flüssigkeiten, namentlich für quantitative Bestimmungen.

Identitätsbestimmung, Prüfung und Untersuchung der Arzneimittel auf physikalischem Wege.

Absolutes Gewicht.

Die chemische Waage.

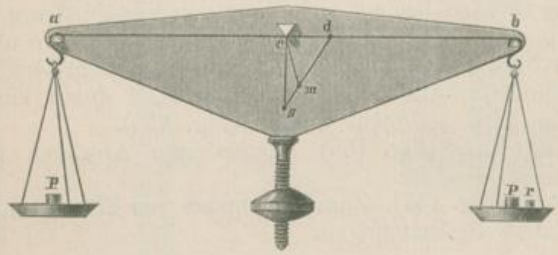
Die Summe des Druckes, welchen ein Körper in Folge der Anziehungskraft der Erde auf seine Unterlage ausübt, bezeichnet man als das absolute Gewicht des Körpers. Es ist proportional seiner Masse, dem Producte aus Volumen und Dichtigkeit. Zur Bestimmung des Gewichtes dient die Waage, deren Anwendung allgemein bekannt ist. Sie ist im Wesentlichen ein zweiarmiger Hebel mit gleich langen Armen; an dem einen wirkt das Gewicht der abzuwägenden Substanz, an dem andern ein äquivalentes Gewichtsstück. Die Haupttheile einer Waage sind ein mit einer Zunge versehener Waagebalken, der um eine horizontale, durch die Schneide gebildete feste Axe drehbar ist; das Lager, auf dem die in der halben Länge des Waagebalkens befindliche Axe ruht; und die auf beiden Seiten des Waagebalkens hängenden Waageschalen zur Aufnahme der zu wägenden Substanz und der Gewichte. Die zur Ausübung der Apothekerkunst erforderlichen Waagen, Tarirwaagen und Handwaagen sind für die meisten analytischen Bestimmungen nicht genau genug; man bedient sich zur genauen Gewichtsbestimmung der zu einer Untersuchung verwendeten Körper und der erhaltenen Educte und Producte einer sogenannten chemischen Waage, welche die Möglichkeit bietet, auch Bruchtheile eines Milligramms genau zu wägen.

Die Brauchbarkeit einer jeden Waage, so auch der chemischen Waage,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0193-4

hängt von ihrer Richtigkeit und ihrer Empfindlichkeit ab. Die Richtigkeit wird dadurch bedingt, dass der Schwerpunkt vertikal unter der Drehungsaxe (dem Unterstützungspunkte) liegt, dass die Aufhängepunkte der Waageschalen mit der Drehungsaxe in einer Ebene liegen, die Arme der Waage gleich lang und gleich schwer sind, d. h. die Aufhängepunkte der Waageschalen gleich weit von dem Unterstützungspunkte entfernt liegen, und dass der Waagebalken eine solche Festigkeit hat, dass er bei der Maximalbelastung der Waage keine merkliche Biegung erleidet. Die Empfindlichkeit einer Waage hängt im Wesentlichen von den folgenden Momenten ab: Der Schwerpunkt des Waagebalkens muss möglichst dicht unter der Drehungsaxe liegen. Zur Erklärung dieser Forderung möge die folgende Betrachtung dienen. In Fig. 158 verbindet die

Fig. 158.



Linie *a b* die Aufhängepunkte der Waageschalen, *c* ist die Drehungsaxe, *s* der Schwerpunkt des Waagebalkens. Sobald nun in die Waageschalen das gleiche Gewicht *P* gelegt wird, so wird der Schwerpunkt beider Gewichte mit *c* zusammenfallen, der Schwerpunkt des Waagebalkens und der beiden Gewichte wird nicht mehr in *s*, sondern zwischen *c* und *s*, aber vertikal unter der Drehungsaxe zu liegen kommen. Der Waagebalken bleibt im Gleichgewicht. Wird nun aber in die eine Waageschale ein zweites Gewicht *r* gelegt, so wird der gemeinschaftliche Schwerpunkt der Gewichte *P* und des Gewichtes *r* nicht mehr mit *c* zusammenfallen, sondern auf der Linie *ab* nach der Seite des Uebergewichtes nachrücken, und der gemeinschaftliche Schwerpunkt des Waagebalkens, der Gewichte *P* und *r* wird etwa in *m* auf der Linie *sd*, also nicht mehr vertikal unter die Axe *c* zu liegen kommen, weshalb sich der Waagebalken um die Axe drehen muss, bis dieses der Fall ist. Der Arm *ac* des Waagebalkens hebt sich, der Arm *cb* senkt sich, der stattfindende Ausschlag des Waagebalkens ist gleich dem Winkel *csm*. Je näher nun der Schwerpunkt *s* unter der Drehungsaxe *c* liegt, desto höher steigt auch der Punkt *m* hinauf und desto grösser ist der Ausschlag des Waagebalkens. Ferner muss der Waagebalken nicht zu kurz sein. Je länger der Waagebalken ist, desto grösser ist die Entfernung *cd* und um so mehr wird der Punkt *m* parallel mit *ab* von der Linie *cs* weggerückt. Der Ausschlag wird also grösser sein. Je länger mithin der Waagebalken, desto empfindlicher wird die Waage sein. Durch Anwendung von Waagebalken von sehr grosser Länge könnte man demnach die Empfindlichkeit einer Waage ganz ausserordentlich steigern, allein eine solche Waage würde beim Gebrauche sehr unbequem sein; damit sie handlich bleibt, darf man eine gewisse Grenze bei der Verlängerung des Waagebalkens nicht überschreiten. Auch muss der Waagebalken möglichst leicht sein. Liegt der Schwerpunkt des Waage-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0194-0 DFG

balkens in s, der der Gewichte P und r in d, so ist die Lage des gemeinsamen Schwerpunktes m von der Grösse der in s und d wirkenden Gewichte abhängig. Wirken in s und d gleiche Gewichte, so liegt m in der Mitte der Linie sd, wirkt aber in s ein kleineres Gewicht als in d, so rückt m höher nach d auf der Linie sd; der Ausschlag des Waagebalkens ist mithin grösser. Aber der Verminderung des Gewichtes des Waagebalkens bietet sich eine praktische Grenze, denn in jedem Falle muss dem Balken eine gewisse Festigkeit gewahrt bleiben, damit er durch die angehängte Last nicht gebogen werde. Um Festigkeit mit Leichtigkeit zu paaren, wendet man durchbrochene Balken an. Abgesehen von diesen Subtilitäten bei der Construction des Waagebalkens wird auch die chemische Waage schon deshalb noch im Stande sein, bei einem Uebergewichte einen Ausschlag zu geben, auf welches eine gewöhnliche Waage nicht mehr reagirt, weil die Reibung des Waagebalkens auf seiner Unterstützung und die Reibung der Waageschalen an dem Waagebalken auf das geringste Maass herabgesetzt sind. Mit feinen Stahlschneiden ruhen Waagebalken und Waageschalen in Achatlagern auf ihren Unterstützungen. Weitere Erfordernisse für eine chemische Waage sind: Das Lager für den Waagebalken muss von einem festen Zapfen, welcher sich vermittelst einer Schraube und eines hohen Messingstativs bewegen lässt, getragen werden. Das Stativ muss mit seinem Fusse in eine solide Holzunterlage eingelassen und das Holzbrett mit drei Stellschrauben versehen werden, welche das Horizontalstellen der Waage ermöglichen. Damit dieses immer leicht geschehen kann, ist die Waage mit einem Pendel zu versehen oder es ist eine Wasserwaage an dem Stativ anzubringen. Unerlässlich ist, dass die Waage eine gute Arretirung hat, d. h. dass sie während des Auflegens der Gewichte in unbeweglichen Zustand versetzt werden kann. Durch Drehen der ersterwähnten Schraube kann man den Zapfen und mit demselben das Lager des Waagebalkens herablassen, bis letzterer an einem an dem oberen Ende des Stativs angebrachten Messinggestell eine Unterlage findet. Durch Benutzung dieser Arretirung werden die Stahlschneiden und das Achatlager intact gehalten; es soll von derselben stets Gebrauch gemacht werden, bevor ein Gewichtsstück auf die Waageschale gelegt wird. Die Zunge der Waage, welche in der Weise an dem Waagebalken sitzt, dass sie zu einer durch die Aufhängepunkte der Waageschalen und den Unterstützungspunkt des Waagebalkens gezogenen geraden Linie senkrecht steht und dieselbe halbirt, muss gerade auf den mittleren Theilstrich einer gewöhnlich unterhalb angebrachten Scala zeigen, welche letztere die Schwankungen der Waage genau anzeigt. Der eine Arm des Waagebalkens hat eine Decimaltheilung, so dass mit Centigrammhäkchen Milligramme und deren Bruchtheile gewogen werden können. Würde man z. B. ein solches Häkchen auf den vierten der vom Unterstützungspunkte an gezählten Striche schieben, so würde dieses dieselbe Wirkung ausüben, als hätte man auf die Waageschale des eingetheilten Armes ein Gewicht von 4 mg gelegt. Zum Schutze vor Staub, Schmutz etc. ist die Waage mit einem Glaskasten umgeben. Nach dem Auflegen der Gewichte sind jedes Mal vor Ablesung der Scala die Thüren des Glaskastens zu schliessen, damit nicht durch den Luftzug die Regelmässigkeiten der Schwingungen gestört werden. Die Aufstellung der Waage geschieht an einem sicheren, nicht leicht zu erschütternden Platze derart, dass sie vor Ungleichheiten in der Erwärmung geschützt ist. Den schädlichen Einfluss der Feuchtigkeit hält man dadurch fern, dass man in dem Waagekasten ein Gefäss mit

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0195-5

Chlorcalciumstückchen oder Aetzkalk aufstellt. Für die meisten Zwecke genügt eine Waage, welche auf jeder Seite mit 100 g belastet werden kann und bei Belastung mit diesem höchsten zulässigen Gewicht bei Auflage von ½ mg noch einen deutlichen Ausschlag giebt.

Bei der Prüfung einer chemischen Waage ist besonders auf das Folgende zu achten: 1) Bei der im Gleichgewicht befindlichen freischwingenden Waage müssen die Schwingungsweiten auf beiden Seiten vom Nullpunkte der Scala gleich gross sein und mit jeder Schwingung sich etwas und gleichmässig verringern, schliesslich muss die Zunge auf dem Nullpunkt stehen bleiben. 2) Beschwert man die eine Waageschale der im Gleichgewicht befindlichen Waage mit einem sehr kleinen Gewichte, dessen Grösse sich nach der Empfindlichkeit richten muss, welche man von ihr verlangt, so muss ein beträchtlicher bleibender Ausschlag entstehen. Derselbe Ausschlag muss eintreten, wenn man die Waage zuvor auf beiden Seiten mit dem Maximum der Gewichte, welche sie nach ihrer Construction zu tragen bestimmt ist, beschwert und sodann auf die eine Waageschale das Uebergewicht bringt. 3) Vertauscht man die sich das Gleichgewicht haltende Belastung der Waageschalen, so muss die Einstellung der Waage die gleiche bleiben. 4) Wird die Waage wiederholt arretirt und ausgelöst, so muss sie stets eine unveränderte Endstellung annehmen.

Gewichte. Die Bestimmung des Gewichtes eines Körpers geschieht nun in der Weise, dass man ermittelt, wie viel Masseneinheiten eines anderen Körpers erforderlich sind, um dem von jenen auf seine Unterlage — die eine Waageschale — ausgeübten Druck das Gleichgewicht zu halten. Diese Masseneinheiten bezeichnet man als Gewichte. Als Einheit des jetzt gebräuchlichen Gewichtssystems gilt das Gewicht eines Cubikcentimeters Wasser von 4° C., und bezeichnet man diese Einheit als ein Gramm. Durch decimale Multiplication und Division dieser Gewichtseinheit ergeben sich die übrigen Gewichte, deren Namen man durch Vorsetzung der griechischen Vorsatzwörter Deka, Hekto, Kilo für die Mehrfachen des Gramms, und durch Vorsetzung der lateinischen Vorsatzwörter Deci, Centi, Milli für die Theile des Gramms vor das Wort selbst bildet:

1 Gramm	=	1	Gramm,
1 Dekagramm	=	10	„
1 Hektogramm	=	100	„
1 Kilogramm	=	1000	„
1 Decigramm	=	0,1	„
1 Centigramm	=	0,01	„
1 Milligramm	=	0,001	„

Das Gramm, seine Multipla und Bruchtheile eines Gewichtssatzes brauchen dem normalen Grammgewichte nicht absolut gleich zu kommen, müssen aber nothwendig unter sich genau übereinstimmen, d. h. 1 mg muss genau den tausendsten, 1 cg genau den hundertsten Theil, 10 g genau das Zehnfache des Grammstückes betragen. Die zum Wägen auf einer chemischen Waage dienenden Gewichte werden in einem gut schliessenden Etui in der Weise aufbewahrt, dass ein jedes Gewichtsstück ein abgesondertes Fach hat. Die grösseren Gewichte besitzen zweckmässig die Form eines Cylinders oder eines kurzen umgekehrten abgeschnittenen Kegels und sind oben mit einem Knopf als Handhabe versehen, die kleineren sind viereckige, an einer Ecke aufgebogene Blechstücke. Jedes Stück ist deutlich bezeichnet. Die Gewichte von 1 g aufwärts sind aus Messing gefertigt und galvanisch vergoldet oder

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0196-1

über der Vergoldung noch platinirt. Diejenigen von 0,5 g abwärts sind aus Platinblech hergestellt. Die Gewichte müssen gegen saure Dämpfe sorgfältig geschützt aufbewahrt, dürfen nie mit den Fingern, sondern stets nur mit einer feinen Pincette angefasst werden. Die Prüfung auf ihre Uebereinstimmung geschieht in der folgenden Weise: Man legt auf die eine Schale der Waage 1 g und bringt die Waage durch Auflegen einer beliebigen Tara (Messingblech, Stanniol) in das Gleichgewicht, nimmt sodann das Gramm weg und vertauscht es zunächst mit den anderen Grammstücken, dann mit derselben Gewichtsgrösse in kleinen Gewichten und beobachtet jedesmal, ob die Waage einen Ausschlag giebt. Sodann vergleicht man, ob das Zweigrammstück so viel wiegt, wie zwei einzelne Grammstücke, das Fünfgrammstück so viel als drei einzelne Gramme und ein Zweigrammstück, das Zwanziggrammstück so viel als 20 g in kleinen Gewichten u. s. w. Bei Vergleichung der kleineren Gewichte dürfen sich auf einer empfindlichen Waage gar keine Differenzen, bei der Vergleichung der grösseren Gewichte mit allen kleineren solche von $^1/_{10}$—$^2/_{10}$ mg ergeben. Beim Wägen legt man die Substanz immer auf dieselbe Schale, und zwar am bequemsten auf die linke Schale. Das Auflegen der Gewichte geschieht streng systematisch, so dass man das zu findende Gewicht in immer engeren Grenzen kennen lernt, bis man es schliesslich genau hat. Ein Beispiel soll dieses erläutern. Ein Platintiegel wiegt 12,543 g. Man legt auf die rechte Schale jetzt 20 g. Es ist zu viel, 10 g ist zu wenig; man nimmt jetzt 15 g, es ist zu viel, man nimmt die nächstfolgende Grösse 12 g, ist zu wenig; dann 13 g, ist zu viel, 12,5 g ist zu wenig; 12,6 g zu viel, 12,55 g ebenfalls zu viel; 12,54 g zu wenig, 12,543 g ist recht. Die Milligramme und deren Bruchtheile werden durch Aufhängen eines Centigrammreiterchens auf den getheilten Waagebalken ermittelt. Weitere Vorsichtsmassregeln sind auf Seite 128 nachzulesen.

Die pharmaceutischen Waagen.

Handelt es sich in der analytischen Chemie nur ganz ausnahmsweise darum, eine im Voraus bestimmte Menge eines Objectes bis auf Zehntel-Milligramme genau abzuwägen; besteht vielmehr dort in den weitmeisten Fällen die Aufgabe darin, das unbekannte Gewicht einer gegebenen Menge Substanz unter möglichster Vermeidung aller störenden Einflüsse (wie Verdunstung, Verwitterung, Aufnahme atmosphärischer Feuchtigkeit, Luftzug, von der Substanz oder vom Körper ausstrahlende Wärme) mit aller Schärfe festzustellen, so ist es ganz anders bei den eigentlich pharmaceutischen Arbeiten in der Receptur, am Handverkaufstische und im Laboratorium. Hier sind es in der Regel bestimmt vorgeschriebene Mengen der verschiedensten festen, flüssigen oder halbflüssigen Mittel, welche so rasch und genau, als die Umstände es gestatten, abgewogen werden müssen. Für Flüssigkeiten ist die Grenze der Genauigkeit gewissermassen durch die Natur, nämlich durch die Tropfengrösse, gegeben, besonders in den sehr zahlreichen Fällen, in denen verschiedene Flüssigkeiten in ein und dasselbe Gefäss zusammengewogen werden müssen. Das Gewicht eines einzelnen Tropfens, wie er bei Dispensation aus den Standgefässen fällt, pflegt zwischen 0,02—0,05 g zu schwanken; und da Flüssigkeiten fast ohne Ausnahme auf einer Tarirwaage abgewogen werden, ist auch für die difficilsten, in der Receptur vorkommenden Wägungen von Flüssigkeiten eine Waage ausreichend,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0197-7

welche bei einer Maximalbelastung von 500 oder äusserstens 1000 g für jede Schale auf Hinzufügung von 0,01 g noch einen Ausschlag giebt, der für die Spitze der Zunge $^1/_2$—1 mm beträgt.

Von halbflüssigen Substanzen sind es vorzugsweise die starkwirkenden Extracte, welche eine genaue Abwägung erfordern, für die jedoch eine Tarirwaage der genannten Art nicht immer ausreichend empfindlich ist. Man hilft sich dann gewöhnlich mit einer empfindlichen Handwaage, indem man das Extract auf ein Stückchen glattes weisses Papier bringt, dem ein genau gleich schweres als Gegengewicht dient. Die Mängel der Handwaage machen sich dabei natürlich ebenso wie in jedem anderen Falle, wo es sich um grosse Genauigkeit handelt, vollauf geltend.

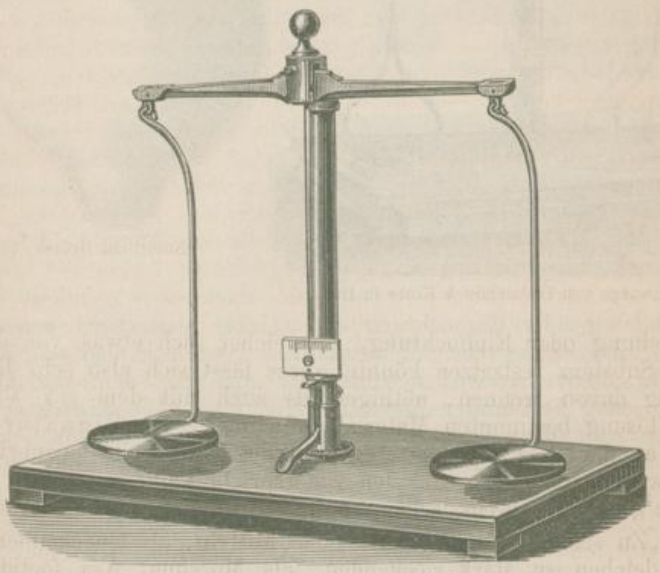
Die feinste Abwägung erfordern die den Giften beizuzählenden Substanzen und gestatten sie auch gewöhnlich, da sie meistens von fester Consistenz und leichttheilbar sind, oder stark verdünnte Lösungen darstellen, wie z. B. die 1—2%ige Blausäure oder die 1%ige Fowler'sche Arsenlösung, welche Flüssigkeiten man auf der Tarirwaage wiegt. Die Anwendung äusserst stark wirkender, vorzugsweise dem Pflanzenreich entstammender Gifte ist noch immer in der Zunahme begriffen, und giebt es unter ihnen solche, die schon in Bruchtheilen von Milligrammen bedenkliche Gesundheitsstörungen herbeiführen können und deren Maximaldosis auf $^1/_4$—$^1/_{10}$ Milligramm zu beschränken ist. Zur Abwägung so kleiner Mengen würde auch eine analytische Waage kaum genügen; doch kommen sie in der Praxis kaum jemals vor, weil sie in Wirklichkeit fast immer in der Mehrheit verordnet, mit grösseren Mengen anderer Mittel gemischt und dann wieder getheilt werden, und weil man sich im Nothfall mit Verreibungen hilft, indem man eine hinreichend genau abzuwägende Menge mit einer indifferenten Substanz, als die gewöhnlich der Zucker dient, auf das Zehn- oder Hundertfache verdünnt, und dann die diesem Verhältniss entsprechende Menge von der Verdünnung entnimmt. Immerhin sollte jeder Apotheker in der Lage sein, 1 Centigramm mit einer Fehlergrenze von höchstens 1 Milligramm abzuwiegen. Die feinsten gebräuchlichen Handwaagen, deren Maximalbelastung 1—5 g beträgt, könnten dieser Forderung noch genügen, soweit sie von der mechanischen Ausführung abhängt. Aber nur wenige Personen dürften im Stande sein, mit einer so empfindlichen Waage aus freier Hand eine so subtile Wägung mit genügender Sicherheit zu vollziehen, selbst ganz abgesehen von den Störungen, die jeder Luft- und Athemzug, die von der Hand ausstrahlende Wärme, die Schwierigkeit der Beobachtung durch das Auge, die Veränderlichkeit der hygroskopischen Waagenschnüre, das materielle Hemmniss, welches dieselben bei ihrer, durch die Kleinheit der Schalen bedingten, geringen gegenseitigen Entfernung der Zuführung oder Wegnahme von Substanz bieten; schliesslich ist es sogar oft schwierig, die abgewogene Substanz ohne allen durch Anhaften entstehenden Verlust von der mit 3 Löchern und 3 Schnüren versehenen Waageschale zu trennen. Hat ausserdem der Receptirende unmittelbar zuvor die Muskeln auch nur mässig angestrengt, wie z. B. durch Anstossen einer Emulsion oder Pillenmasse, oder ist er seelisch irgendwie erregt, so wird er sicherlich die Waage nicht so ruhig in der Hand zu halten vermögen, als der vorliegende Zweck es erfordert.

Es ist deshalb wünschenswerth, eine Waage zu besitzen, welche bei billigem Preise die genannten Uebelstände möglichst vollständig ausschliesst.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0198-3

Hierzu ist die Tragkraft der Waage auf etwa 10 g und der Durchmesser der Schalen auf etwa 4—5 cm zu beschränken, damit man niemals versucht und im Stande sei, auch grössere Wägungen darauf vorzunehmen. Die Länge des Balkens kann 12—15 cm, die Länge der nach unten gerichteten Zunge 9—12 cm betragen; die Spitze der Zunge bewegt sich vor einer kleinen vertikalen Scheibe mit etwa 20 gleichweit und etwa je 0,5—1,0 mm von einander abstehenden Theilstrichen. Die Waage ist in ein festes Stativ eingehängt, welches durch einen kleinen Hebelarm oder eine Excenterschraube die Arretirung und die Auslösung des Balkens, wie auch im letzteren Falle sein freies Spiel bewirkt, ohne dass man nöthig hat, Hebel oder Schraube festzuhalten. Die Schalen sind mittelst nur eines an ihrer Unterfläche festgelötheten oder weit ausgebauchten Drahtes, so dass ihre obere Fläche zum Gebrauche bequem frei liegt, mit den

Fig. 159.



Gehängen der Endschneiden verbunden. Sie haben, wie bei den Analysenwaagen, die Form eines sehr flachen Schachteldeckels, dessen nach unten gerichteter Rand die Unterlage, welche am besten aus einer Porzellan- oder Glasplatte besteht, zweckentsprechend nur an drei gleichmässig vertheilten Punkten berührt. Die richtige horizontale Einstellung kann man noch durch ein am Stativ angebrachtes Pendel oder eine Wasserwaage sichern, wird aber beides kaum bedürfen. Das Ganze bedeckt man mit einem, beim Gebrauch abzuhebenden Kasten oder einer Glocke von Glas.

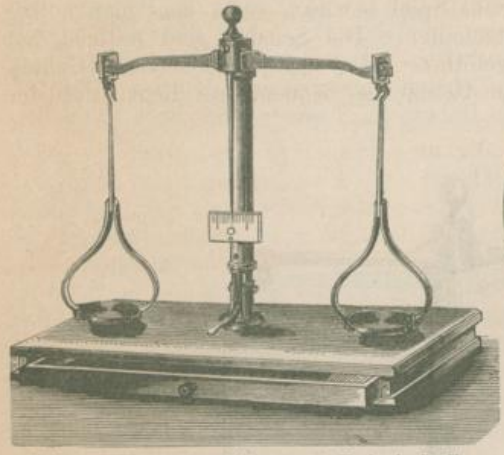
Unter dem Namen „Milligrammwaage" werden von der Firma Lietzmann und Krebs, Berlin S. W., Friedrichsstrasse 243, zu diesem Zwecke sehr geeignete kleine Waagen hergestellt (Fig. 159 und 160). Dieselben geben bei einer maximalen Belastung von 10 g auf 1 mg einen Ausschlag von 2—3 Theilstrichen = 2—3 mm, und kann namentlich die unter 160 abgebildete Waage sehr gut auch als Analysen-Waage

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0199-1

verwendet werden, falls es sich nur um Mengen bis zum Gewichte der Maximalbelastung von 10 g handelt.

Die einen integrirenden Theil der Waage bildenden Waageschalen sollen zur Aufnahme der abzuwägenden Substanz in der Regel nicht dienen, sondern nur als Träger kleiner, gleich schwerer, signirter, mit Griff und Ausguss versehener, sehr flacher und glatter Schälchen von Horn, Glas oder Porzellan nach Fig. 160a. Diese Schälchen haben keinerlei

Fig. 160.



Milligrammwaage von Lietzmann & Krebs in Berlin.

Fig. 160a.

Natürliche Grösse.

Durchbrechung oder Einbuchtung, in welcher sich etwas von der abgewogenen Substanz festsetzen könnte; diese lässt sich also sehr leicht und vollständig davon trennen, nöthigenfalls auch mit dem zur Verreibung oder Auflösung bestimmten Material aufnehmen. Die Signatur ist peripherisch an der dem Ausguss gegenüberliegenden Seite anzubringen. — Die Verwendung solcher Schalen widerspricht keineswegs dem Wortlaut oder dem Sinne der preussischen Apothekerordnung, in welcher es heisst:

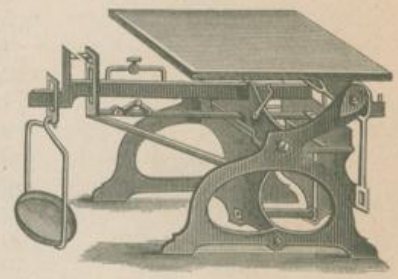
„Zu scharfen, heftig wirkenden Mitteln, als Quecksilbersublimat, imgleichen zu stark riechenden, als Moschus, Asa foetida, sollen besondere Mörser und Waageschalen gehalten werden."

Wenn es im Lauf der Zeit üblich geworden ist, bei den Alkaloïden, Arsenikalien und Mercurialien je eine complette, signirte Waage statt der blossen Waageschalen niederzulegen, so hat man sich eben den im Wortlaut des Gesetzes (das an anderen Stellen auch von completten Waagen spricht) liegenden Unterschied nicht gehörig klar gemacht. Wollte das Gesetz zu Abwägungen solcher Stoffe wirklich immer eine complette Waage haben, so müssten auch für alle Flüssigkeiten, welche Arsen, Quecksilbersalze, Blausäure, Moschus, Asa foetida u. dgl. enthalten, besondere Tarirwaagen vorhanden sein. Offenbar handelte es sich für den Gesetzgeber nur darum, für solche Stoffe aus verschiedenen der hier genannten Kategorieen, welche mit der Waageschale in unmittelbare Berührung kommen, auch gesonderte Waageschalen zu besitzen, ohne dass der sonstige mechanische Theil der Waage gleichfalls gesondert vorhanden zu sein braucht. Auch ist es jedenfalls besser, eine allen vernunftgemässen Ansprüchen genügende Waage mit vielen nach Bedarf auszutauschenden

Schalen, als viele complette Waagen zu haben, die aus den oben erwähnten Gründen durchaus nicht in allen Fällen leisten können, was doch zur Sicherung des Zweckes nothwendig ist.

Für die im Laboratorium und den Vorrathsräumen nöthigen Abwägungen grösserer Mengen sind die sog. Decimal-Tischwaagen (Fig. 161) sehr zu empfehlen, weil ihr freier, oberhalb des Index und der Gewichtsschale liegender Belastungsraum im Verhältniss sehr voluminöse Gegenstände, wie Kessel und Schalen, Ballons, Kolben und Retorten, Körbe, Säcke u. s. w. zu wiegen gestattet. Man wählt am besten solche, die, von den Stahl- und Messingtheilen abgesehen, ganz aus Eisen gefertigt, gut lackirt oder bronzirt, von 50—100 kg Tragkraft und ausreichender Empfindlichkeit sind, und giebt ihnen einen darüber zu stülpenden Schutzkasten von Holz. Waagen, deren Brücke oder Seitentheile aus Holz bestehen, können sich bei häufigem Temperatur- und Feuchtigkeitswechsel leicht werfen, erfordern auch vor jedem Gebrauche die Einstellung auf den Nullpunkt, weil das Gewicht der Brücke durch Aufnahme oder Verlust von Feuchtigkeit öfteren Schwankungen unterliegt.

Fig. 161.



In der Officin sind nur solche Waagen und Gewichte zulässig, welche den Präcisions-Charakter und den Präcisions-Stempel tragen. Der Aichordnung gemäss dürfen bei den

Waagen „diejenigen Gewichtszulagen, welche zur Ausgleichung vorgefundener Abweichungen von der Richtigkeit genügen sollen, oder welche bei unmerklich scheinenden Abweichungen von der Richtigkeit das wirkliche Vorhandensein hinreichender Richtigkeit durch die Hervorbringung eines noch genügend deutlichen Ausschlages erweisen sollen, höchstens betragen"

für Präcisionswaagen:

4,0 mg	für je 1 g (= 1/250)	der grössten zulässigen Last, wenn dieselbe 20 g oder weniger beträgt.
2,0 mg	„ „ 1 g (= 1/500)	der grössten zulässigen Last, wenn dieselbe mehr als 20 g, aber nicht mehr als 200 g beträgt.
1,0 mg	„ „ 1 g (= 1/1000)	der grössten zulässigen Last, wenn dieselbe mehr als 200 g, aber nicht mehr als 2 kg beträgt.
0,4 g	„ „ 1 kg (= 1/2500)	der grössten zulässigen Last, wenn dieselbe mehr als 2 kg, aber nicht mehr als 5 kg beträgt.
0,2 g	„ „ 1 kg (= 1/5000)	der grössten zulässigen Last, wenn dieselbe mehr als 5 kg beträgt.

für gleicharmige Handelswaagen:

0,4 g	für je 100 g (= 1/250)	der grössten zulässigen Last, wenn dieselbe 200 g oder weniger beträgt.
2,0 g	„ „ 1 kg (= 1/500)	der grössten zulässigen Last, wenn dieselbe mehr als 200 g, aber nicht mehr als 5 kg beträgt.
1,0 g	„ „ 1 kg (= 1/1000)	der grössten zulässigen Last, wenn dieselbe mehr als 5 kg beträgt.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0201-3

für ungleicharmige Handelswaagen:

1,2 g für je 1 kg (= 1/833) der grössten zulässigen Last.

Gewichte dürfen eine Abweichung vom Soll-Gewicht zeigen, welche höchstens beträgt:

bei einer Gewichtsgrösse von:	für Präcisionsgewichte:	für Handelsgewichte:
50 kg	5 g	10 g
20 „	4 „	8 „
10 „	2,5 „	5 „
5 „	1,25 „	2,5 „
2 „	0,60 „	1,2 „
1 „	0,40 „	0,80 „
500 g	250 mg	500 mg
200 „	100 „	200 „
100 „	60 „	120 „
50 „	50 „	100 „
20 „	30 „	60 „
10 „	20 „	40 „
5 „	12 „	32 „
2 „	6 „	24 „
1 „	4 „	20 „
500 mg	2 mg	—
200 „	2 „	—
100 „	2 „	—
50 „	1 „	—
20 „	1 „	—
10 „	1 „	—
5 „	0,5 „	—
2 „	0,4 „	—
1 „	0,2 „	—

Die vorstehenden Fehlergrenzen gelten nur für die im Verkehr benutzten Waagen und Gewichte; sie sind in jedem einzelnen Fall auf die Hälfte zu reduciren, wenn es sich um ihre Aichung handelt.

In jeder Apotheke sollte sich ein vollständiger, von 0,001 g bis 200 g reichender Satz Normalgewichte befinden, die ausschliesslich zur zeitweisen, jährlich mindestens zweimal vorzunehmenden Controllirung der im Gebrauch befindlichen Gewichte dienen. Selbstverständlich ist dazu auch eine ausreichend leistungsfähige Waage erforderlich.

Specifisches Gewicht.

Das **specifische** oder **Volumgewicht** einer Substanz ist der Ausdruck für das Verhältniss ihres absoluten Gewichtes zu ihrem Volumen, auf eine bestimmte Einheit bezogen. Als solche gilt allgemein für die Gase das Gewicht der reinen und trockenen atmosphärischen Luft bei der Temperatur von 0° C. und dem Druck von 760 mm, soweit man nicht an ihre Stelle nach neuerem Gebrauch als leichtestes von allen das Wasserstoffgas gesetzt hat; für die flüssigen und festen Körper

das Gewicht des reinen Wassers im Zustande seiner grössten Dichtigkeit, d. h. bei einer Temperatur von + 4° C., oder auch bei einer höheren Temperatur, welche dann gewöhnlich + 15 oder 17,5° C., für Spiritus auch + 15,55° C. beträgt. Für gleiche Volumina ist das absolute Gewicht des Wassers unter vorstehenden Bedingungen 773,4mal so gross als das der Luft und 11160mal so gross als das des Wasserstoffs.

In der Pharmacie kommt die Bestimmung des specifischen Gewichtes von Gasen wohl niemals, von festen Körpern nur selten vor. Um letzteres zu erfahren, wiegt man die Körper erst an der Luft, dann in Wasser von derselben Temperatur, und dividirt das zuerst gefundene Gewicht durch diejenige Gewichtsmenge, um welche jenes Gewicht bei der Wägung des Körpers in Wasser abgenommen hat, welche also dem Gewicht des verdrängten Wassers gleich ist. Wiegt z. B. ein Körper in der Luft 15 g, in Wasser 12 g, so ist sein specifisches Gewicht $= \frac{15}{(15-12)} = \frac{15}{3} = 5$. Kann man den Körper nicht in Wasser wiegen, weil er darin nur zum Theil einsinkt, darin löslich ist oder davon zersetzt wird, so muss man das Wasser durch eine andere, indifferente Flüssigkeit, wie Spiritus, Aether, Benzin u. dgl. ersetzen, aber das specifische Gewicht dieser Flüssigkeit selbst mit in Rechnung ziehen. Es wiege z. B. ein in Aether unlösliches Salz bei Wägung in der Luft 5,45 g, bei Wägung in Aether 4,85 g und dieser letztere besitze ein specifisches Gewicht von 0,720, so beträgt das Gewicht des verdrängten Aethers 0,60 g, das Gewicht eines gleich grossen Volumens Wasser $\frac{0,60}{0,720} = 0,833$, also das specifische Gewicht des Salzes $\frac{5,45}{0,833} = 6,542$. Bisweilen unterwirft man auch den Körper, der in diesem Falle von fester oder flüssiger Consistenz sein kann, einer Schwimmprobe, indem man ihn in eine indifferente Flüssigkeit bringt, deren specifisches Gewicht man durch feste oder flüssige Zusätze dahin führt, dass der hineingebrachte Körper sich darin schwebend hält, bei geringer Abkühlung der Flüssigkeit (deren Temperaturveränderung er nicht gleichrasch folgt) an ihre Oberfläche steigt, bei geringer Erwärmung der Flüssigkeit darin zu Boden sinkt. Hat man diesen Punkt erreicht, so bestimmt man das specifische Gewicht der Flüssigkeit, welches nun mit dem des Körpers übereinstimmt. In allen diesen Fällen muss der Körper von Hohlräumen frei sein, von der Flüssigkeit vollständig benetzt werden, und an seiner Oberfläche durchaus keine Luftblasen zeigen.

Sehr häufig ist das specifische Gewicht von Flüssigkeiten zu bestimmen. Wegen des sehr verschiedenen, immer aber merklichen Einflusses, welchen die Temperatur der Flüssigkeit darauf übt, muss dieselbe in jedem einzelnen Falle festgesetzt und entweder auf die Normaltemperatur, welche meist zu + 15 oder 17,5° C. angenommen wird, gebracht oder das Resultat darauf umgerechnet werden. Die Bestimmung geschieht durch direkte Wägung eines genau bekannten Volumens der fraglichen Flüssigkeit oder durch Einsenkung eines Schwimmkörpers. Für erstere Methode ist ein Gläschen von 10—100 ccm Inhalt mit verhältnissmässig engem Halse oder abgeschliffenem Rande, ein sogenannter Picnometer (richtiger Pyknometer), Fig. 162, 163, 164 und eine empfindliche Waage mit in sich genau übereinstimmen-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0203-5

dem Gewichtssatz erforderlich. Man setzt ein für allemal den Inhalt des Gläschens an reinem Wasser von Normaltemperatur nach Gewicht fest, nachdem man es auf das Sorgfältigste gereinigt und ausgetrocknet hat. Dann füllt man das gewogene, reine und trockene Gläschen mit der fraglichen Flüssigkeit, deren etwaiger Ueberschuss vollständig zu entfernen ist, setzt ihr Gewicht bei der Normaltemperatur fest und dividirt dasselbe durch das bekannte des Wassers. Enthält das Gefäss z. B. 16,31 g Wasser, 21,74 g der zu bestimmenden Flüssigkeit, so beträgt das specifische Gewicht der letzteren $\frac{21{,}74}{16{,}31} = 1{,}333$. Man bedient sich dieser Methode bisweilen in minder exacter Weise, um das specifische Gewicht einer durch Abdampfen zu concentrirenden Flüssigkeit, wie Aetzlauge, Salzlösung, Honig u. dgl. annähernd festzustellen.

Pyknometer

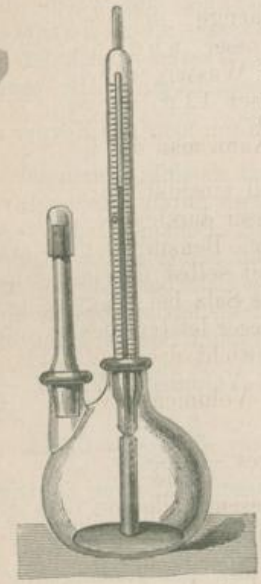
Fig. 162.

mit capillarisch durchbohrtem Stöpsel.

Fig. 163.

mit Trichterrohr und Marke.

Fig. 164.



mit Thermometer und Tubulatur.

Weit öfter bedient man sich der Schwimmkörper, die in solche von constantem Gewicht und veränderlichem Volumen, und in solche von veränderlichem Gewicht und constantem Volumen zu trennen sind. Erstere (Fig. 165) verdrängen so viel Flüssigkeit, als ihrem absoluten Gewicht entspricht; sie sinken daher in leichteren Flüssigkeiten tiefer, in schwereren weniger tief ein. Der Grad der Einsenkung wird an einer Scala abgelesen; die Empfindlichkeit des Instrumentes ist um so grösser, je geringer der Querschnitt der Scala im Verhältniss zu dem Volum des eingetauchten Theiles ist; seine Genauigkeit hängt von der Zuverlässigkeit der Theilung ab; letztere ist entweder direkt auf das specifische Gewicht bezüglich, mit Zunahme desselben immer kleiner werdend und gewöhnlich um je 0,005 fortschreitend; oder sie ist für die ganze Länge der Scala gleichmässig und bezieht sich in diesem Fall, je nach dem speciellen Zweck und Urheber auf sog. Grade, zu deren Uebertragung in das specifische Gewicht man besonderer Tabellen bedarf. Für den pharmaceutischen Gebrauch müssen die Scalen mindestens von 0,700 bis 2,000 reichen; da bei dieser grossen Differenz aber die Theilstriche, auch bei verhältnissmässig grosser Länge der Scala, sehr nahe zusammenfallen, pflegt man die Scala in 2—8, ja selbst bis 19 Theile und ebenso viele Einzelinstrumente zu zerlegen, wodurch natürlich der Preis in gleichem Sinne vervielfacht und die Benutzung, wenn man nicht schon zuvor die Dichtigkeit der Flüssigkeit annähernd kennt, erschwert wird. Das Schlimmste ist, dass man mit Scalenaräometern im Allgemeinen nur die zweite Decimale mit einiger

Zuverlässigkeit bestimmen kann, und dass die Prüfung der Instrumente nicht nur eine sehr zeitraubende Arbeit ist, sondern sich auch nicht ohne Hülfe anderer, mathematischer und physikalischer Geräthe ausführen lässt.

Fig. 165.

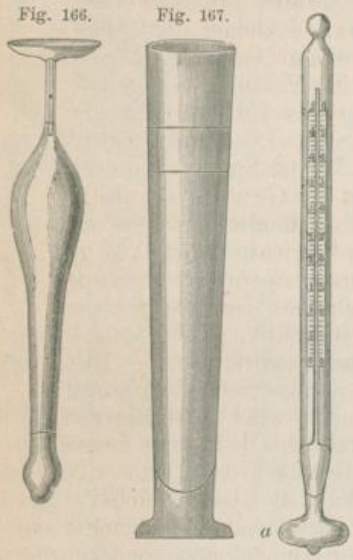
Schwimmkörper, welche stets bis zu einem genau bestimmten Punkt ihres sehr dünnen Halses dadurch eingesenkt werden, dass man die, ausserhalb der Flüssigkeit bleibende, zu einem Teller erweiterte Verlängerung des Halses mit der dazu erforderlichen Menge von Gewichten belastet, wurden von Nicholson eingeführt. Sie sind um so empfindlicher, je kleiner der Querschnitt des, aus praktischen Gründen auf wenige Centimeter Länge zu beschränkenden Halses im Verhältniss zum Volumen des eingetauchten Theiles ist; durch Verlängerung des Halses kann die Empfindlichkeit noch merklich gesteigert werden. Die Genauigkeit hängt davon ab, dass das absolute Gewicht der Spindeln zu dem Volumen des einzusenkenden Theiles und zu der Gewichtseinheit der aufzulegenden Gewichte in einem ganz bestimmten, unabänderlichen Verhältniss steht. Beträgt z. B. die Gewichtseinheit 0,04 g, so muss ein Schwimmer, der bei der Normaltemperatur in reinem Wasser bis zur Marke einsinkt, also unbelastet dem specifischen Gewicht 1,000 entsprechen soll, das absolute Gewicht von $1000 \times 0{,}04 = 40$ g besitzen und genau 40 ccm Wasser verdrängen. — Das Princip des Nicholson'schen Aräometers wurde meines Wissens zuerst durch Wittstock unter Beihülfe eines sehr zuverlässigen Glasbläsers, Zorn, für die Pharmacie nutzbar gemacht. Die in Glas ausgeführten Schwimmer waren für die specifischen Gewichte von 0,700—1,200 und von 1,200—1,850 oder 1,900 berechnet; die Gewichtseinheit betrug 0,001 Unze, d. i. annähernd 29,232 mg. Diese, besonders nach Beseitigung des Unzengewichtes höchst unbequeme und kaum noch controllirbare Gewichtseinheit; die Nothwendigkeit, specifische Gewichte auch jenseits jener Grenzen, und zwar von etwa 0,650—2,250 bestimmen zu können, sowie einige andere Unvollkommenheiten der bisherigen Spindeln, veranlassten den Verfasser (Hirsch), durch den gen. Zorn Instrumente herstellen zu lassen, welche auch sehr weit gehenden Anforderungen mit grösster Zuverlässigkeit genügen. Sie bestehen aus 3 Spindeln gleicher Form und Grösse (Fig. 166), einem Glascylinder, einem Thermometer, einem Satz Gewichte und einer Pincette. Die Gewichtseinheit beträgt 0,04 g; das absolute Gewicht der Spindeln, die unbelastet in Flüssigkeiten von 0,650, 1,000 und 1,400 bei der Normaltemperatur bis zur Marke einsinken, dem entsprechend 650, 1000 und $1400 \times 0{,}04$ g oder 26, 40 und 56 g; das Volum jeder Spindel bis zur Marke oder die dadurch verdrängte Flüssigkeitsmenge 40 ccm. Die erste Spindel ist für Flüssigkeiten von 0,650—1,100, die zweite für solche von 1,000—1,600, die dritte für solche von 1,400—2,300 benutzbar; bei stärkerer Belastung tritt, weil sie den Schwerpunkt zu hoch legt, naturgemäss Schwanken ein. — Das zur Aufnahme der Flüssigkeit dienende Glasgefäss, der Kürze wegen Cylinder genannt (Fig. 167), hat die Form eines abgestutzten, nach unten sich verjüngenden und in einen halbkugelförmigen Boden verlaufenden Kegels mit solidem Fuss. Es bedarf etwa 100 ccm Flüssigkeit und ist mit zwei Horizontallinien versehen, welche die Grenzen bezeichnen, bis zu denen es mindestens gefüllt werden muss, oder höchstens gefüllt werden darf, damit es nach Einsenken der Spindel weder an Flüssigkeit fehle, noch ein

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0205-6

Theil davon überlaufe. — Das in halbe Grade getheilte, sehr empfindliche Thermometer (Fig. 168), ist mit einem flachen, dosenförmigen Ansatz, *a*, versehen, welcher dazu dient, die Flüssigkeit, deren Schichten in dem verhältnissmässig hohen Cylinder, besonders bei künstlicher Abkühlung und Erwärmung, leicht verschiedene Temperaturen zeigen können, rasch und sicher durch Heben und Senken zu mischen. Seine Dimensionen sind so gewählt, dass es den Cylinder bei völligem Einsenken noch ein wenig überragt, aber doch nur etwa halb so viel Flüssigkeit als eine Spindel, verdrängt, daher sehr bequem gehandhabt werden kann. — Bei den Spindeln, dem Thermometer und dem Cylinder sind scharfe Ecken, Kanten und Einschnürungen sorgfältig vermieden, so dass sie sich durch Ab- und Ausspülen und Wischen auf das Leichteste reinigen und trocknen lassen. — Die systematisch von 1 bis zu 200 Gewichtseinheiten à 0,04 g fortlaufenden, für alle Fälle ausreichenden Gewichte sind genau gearbeitet und durch die Präcisionsgewichte der Apotheke leicht zu controlliren; für Bestimmung der vierten Decimale sind noch Gewichte von 0,1, 0,2 und 0,5 Einheiten, also von 0,004, 0,008 und 0,020 g beigegeben. — Die Empfindlichkeit ist so gross, dass, wenn man die Spindeln in Aether, starken Spiritus, Chloroform, concentrirte Schwefelsäure genau bis zur Marke eingesenkt hat und nun vorsichtig noch eine einzige Gewichtseinheit, 0,04 g, auf den Teller legt, die Spindeln noch bezw. um 14, 9, 4 und 2,5 mm tiefer sinken, ohne dass etwa Temperaturschwankungen mitwirken. — Das in den Hals der Spindeln eingelassene, die Marke tragende Emailstäbchen ist nicht, wie früher, eingekittet, sondern mit dem Teller dicht verschmolzen, was allerdings die Herstellung des Instrumentes nicht unwesentlich erschwert, dagegen aber den grossen Vortheil bietet, dass nun in keiner Weise mehr Flüssigkeit in das Innere der Spindel dringen und sich ihr Gewicht durch etwaiges Abspringen von Kitt nicht mehr vermindern kann.

Gewichts-Aräometer von Hirsch und Zorn.

Fig. 166. Fig. 167. Fig. 168.

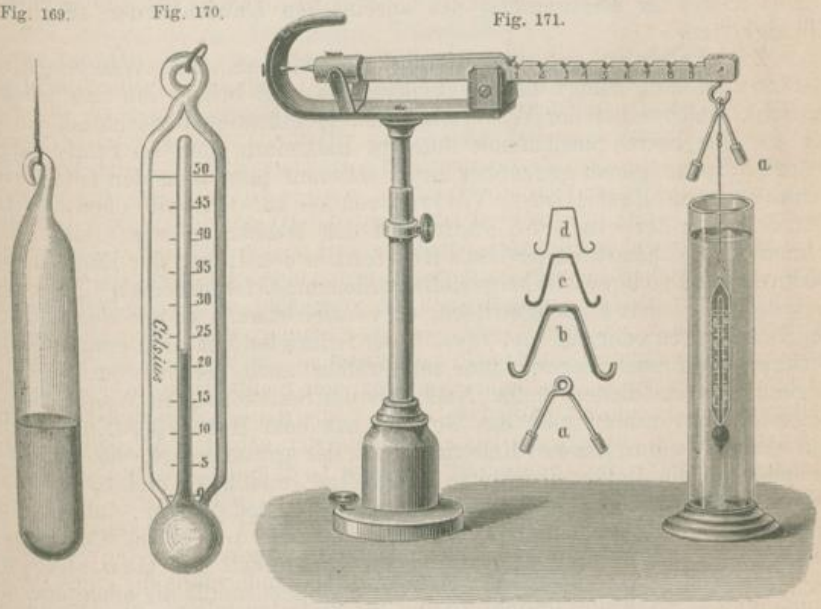


Die Prüfung dieses Aräometers nach allen seinen Theilen ist sehr leicht und sicher auszuführen. Man überzeugt sich zunächst mittelst einer guten Receptirwaage, ob der Gewichtssatz in sich richtig ist und ob die Spindeln genau 650, 1000 und 1400 Gewichtseinheiten wiegen. Dann senkt man die sorgfältig abgewischten, fettfreien, leichteren Spindeln in destillirtes Wasser von + 15° C., worin die eine unbelastet, die andere durch 350 Gewichtseinheiten beschwert, genau bis zur Marke einsinken müssen. Zur entsprechenden Prüfung der dritten Spindel stellt man mit Hülfe der mittleren eine Flüssigkeit vom specifischen Gewicht 1,400 (oder ein wenig mehr) bei + 15° C. her und überzeugt sich, ob die noch zu prüfende dritte Spindel in ihr genau bis zur Marke einsinkt (oder bei etwa erforderlicher Belastung genau dasselbe Resultat wie die andere giebt).

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0206-2

Eine dritte Art von Schwimm- oder Senkkörpern besteht aus einem einfachen, nach Belieben massiven oder hohlen und im letzteren Fall gewöhnlich mit Thermometer versehenen Glaskörper (Fig. 169, 170), welcher so schwer sein muss, dass er in jeder Flüssigkeit bis zu etwa 2—2,3 specifischem Gewicht untersinkt und auch bei der Benutzung stets vollständig in der Flüssigkeit untergetaucht sein muss, welche Bedingung man aus Unkenntniss hier und da nicht erfüllt, daher durchaus falsche Resultate erhält. Dieser Schwimmkörper wird beim Gebrauche mittelst eines feinen Platindrahtes an einer empfindlichen Waage aufgehängt und bildet dann mit den zugehörigen Gewichten die nach ihrem Erfinder benannte Mohr'sche Waage, welche später, namentlich durch Westphal, Reimann u. A. wichtige Verbesserungen erfuhr.

Fig. 169. Fig. 170. Fig. 171.



Der Glaskörper, der gewöhnlich nur 8—10 ccm, bisweilen noch viel weniger Flüssigkeit verdrängt, pflegt nach Umfang und Gewicht nicht genauer bestimmt zu werden. Man hängt ihn mittelst eines feinen Platindrahtes unter der Endschneide einer empfindlichen Waage auf, deren Balken schon zuvor von der Mittelschneide bis zu dieser Endschneide in 10 genau gleiche, durch tiefe und scharfe Einschnitte bezeichnete Abtheilungen getheilt ist, bringt die Waage in's Gleichgewicht, was bei der Westphal'schen Modification (Fig. 171) durch ein von dem (ungleicharmigen) Waagebalken untrennbares Gegengewicht geschieht, lässt ihn dann in destillirtes Wasser von + 15° C. so tief eintauchen, dass bei horizontaler Stellung des Balkens der einfache, dünne Platindraht in geringer Entfernung von seiner Zusammenschlingung das Niveau des Wassers schneidet, und stellt das Gleichgewicht durch Belastung der Waagschale oder Anhängen von Gewichten an der Endschneide wieder her. Bedingung für die Richtigkeit des Resultates und für alle späteren

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0207-8

Wägungen ist eine völlig horizontale Aufstellung der Waage und die vollständige Benetzbarkeit des eingetauchten Körpers durch das Wasser oder die sonst zu prüfende Flüssigkeit. Ist der Körper, etwa durch Berührung mit den blossen Händen, irgendwie fettig, so verdrängt er, der unvollständigen Benetzung entsprechend, eine grössere Menge Wasser, als ihm eigentlich zukommt, und der dadurch hervorgebrachte Fehler wird unter sonst gleichen Umständen um so grösser, je geringer die Dimensionen des eingesenkten Körpers sind. Man formt nun ein oder mehrere Häkchen und Reitergewichte (Fig. 171 *a, b, c, d*), welche genau dem Gewicht, bezw. $^1/_{10}$, $^1/_{100}$, $^1/_{1000}$ desjenigen Gewichtes gleich sind, um welches der Senkkörper durch das vorschriftsmässige Eintauchen in Wasser leichter geworden ist, und benutzt dieselben in bekannter Weise durch Einhängen in den Haken der Endschneide oder in die Einschnitte des Balkens zur Bestimmung des specifischen Gewichts der fraglichen Flüssigkeiten.

Zur Prüfung auf ihre Richtigkeit stellt man die Waage genau horizontal auf, hängt den Senkkörper an und bringt ihn in's Gleichgewicht, welches bei der Westphal'schen Modification erreicht ist, sobald der in eine Spitze auslaufende kürzere Balkenarm der im Stativ angebrachten Spitze genau gegenüber liegt. Hierauf lässt man den fettfreien Senkkörper in destillirtes Wasser von + 15° C., wie oben, so tief ein, dass nur der einfache Platindraht das Wasser an seiner Oberfläche schneidet, und hängt das grösste Gewicht in den Haken der Endschneide, wodurch das Gleichgewicht hergestellt werden muss. Ist hierdurch die Richtigkeit des Gewichtes nachgewiesen, so vergleicht man es mit den übrigen, gleich schweren oder auf $^1/_{10}$, $^1/_{100}$, $^1/_{1000}$ reducirten auf einer empfindlichen Waage, wozu nach deren Autor unmittelbar auch die Westphal'sche in folgender Weise dienen kann. Nachdem der Senkkörper in Wasser richtig eingestellt ist, nimmt man das Gewicht aus dem Haken der Endschneide und ersetzt es durch zwei Reitergewichte der grössten Art, die man nach einander in die Balkeneinschnitte 9 und 1, 8 und 2, 7 und 3, 6 und 4, zuletzt beide in den Einschnitt 5 hängt: durch jede dieser, immer $^{10}/_{10}$ ergebenden Combinationen muss das Gleichgewicht wieder vollständig hergestellt werden, wodurch ebensowohl die Richtigkeit der Gewichte wie der Balkentheilung erwiesen wird, während andernfalls die einen oder die anderen, oder beide unrichtig sind. Um festzustellen, ob das nächstkleinere Gewicht $^1/_{10}$ des grösseren wiegt oder nicht, hängt man das kleinere in den Haken der Endschneide, das grössere in den Balkeneinschnitt 9, worauf die Waage bei richtigen Verhältnissen wiederum genau einspielen wird u. s. w.

Die Ausführung der Bestimmungen mit einem oder dem anderen der vorgedachten Instrumente erfordert, um zu richtigen Resultaten zu führen, die Beachtung einiger allgemeinen Regeln, zunächst die Prüfung des Instrumentes selbst und seiner etwaigen Hülfsapparate. Alle in Gebrauch kommenden offenen oder geschlossenen Gefässe, Schwimmkörper und Thermometer sollen höchst sorgfältig gereinigt, von Rauhigkeiten und Einschnürungen, welche die Reinigung erschweren, namentlich auch von Fett, welches die vollständige Benetzung durch wässerige Flüssigkeiten verhindert, durchaus frei sein. Oft ist auch vollständige Trockenheit erforderlich, die bei Hohlgefässen, welche man nicht mechanisch trocknen kann, am leichtesten durch Ausspülen mit reichlichem starkem Spiritus, Auslaufenlassen und Ausblasen mit dem

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0208-4

Blasebalg nach S. 73 erreicht wird. Wo ein wenig Feuchtigkeit nicht schadet, spült man das Gefäss wiederholt mit der zu bestimmenden Flüssigkeit aus, die man aber nicht fort-, sondern zu der übrigen zurückgiesst. Die Flüssigkeiten sollen im Allgemeinen klar oder doch nur in geringem Grade durch suspendirte Stoffe getrübt sein; hauptsächlich aber ist es erforderlich, dass sie gleichmässig gemischt sind, was nicht gerade selten übersehen wird, und dass sie eine Temperatur besitzen, welche von der für das Instrument geltenden Normaltemperatur nicht oder nur wenig abweicht, widrigenfalls eine Correction eintreten muss. Bei den sog. Picnometern hat man darauf zu achten, dass weder Luftblasen eingeschlossen sind, noch überschüssige Flüssigkeit an den Aussenwandungen haftet. Schwimmkörper, besonders Scalenaräometer, soll man mit ihrem verhältnissmässig dicken Halse nur um sehr wenig tiefer in die Flüssigkeit, namentlich in minder leicht bewegliche, eintauchen lassen, als das Endresultat erfordert.

Hat man, wie bei Apotheken-Revisionen, das specifische Gewicht vieler Flüssigkeiten nach einander zu bestimmen, so empfiehlt es sich, dieselben zunächst gemeinschaftlich eine oder einige Stunden lang in einem Raume von annähernd + 15° C., wo auch die Wägung selbst vorzunehmen ist, aufzustellen, damit sie eine gleichmässige, der normalen nahe liegende Temperatur erlangen. Dann ist es gut, eine gewisse Reihenfolge zu beobachten, durch welche die Zahl der in völlig trocknem Zustande zu verwendenden Gefässe möglichst eingeschränkt und die Gefahr, eine nachfolgende Flüssigkeit durch Reste der vorhergehenden, trotz inzwischen erfolgten Ausspülens, zu verunreinigen, wesentlich verringert wird. Unter Zugrundelegung derjenigen Flüssigkeiten, welche nach der Ph. Germ. II. bei Apotheken-Revisionen auf ihr specifisches Gewicht zu prüfen sind, schlagen wir dafür folgenden Gang vor, welcher nur 4 völlig trockene Cylinder oder sonstige offene Hohlgefässe erfordert und selbst ein Ausspülen zwischen den durch Klammern { verbundenen Flüssigkeiten nach sorgsamem Ausgiessen entbehrlich macht.

I.

	Spec. Gewicht bei + 15° C.
Acidum sulfuricum	1,836—1,840
„ „ dilutum	1,110—1,114
Mixtura sulfurica acida	0,993—0,997
Acidum nitricum	1,185
„ hydrochloricum	1,124
(„ „ dilutum	1,061)
„ phosphoricum	1,120
„ aceticum dilutum	1,041
Liquor Aluminii acetici	1,044—1,046
„ Ammonii acetici	1,032—1,034
„ Kalii acetici	1,176—1,180
„ Kalii carbonici	1,330—1,334
„ Kalii caustici	1,142—1,146
„ Natri caustici	1,159—1,163
„ Ferri acetici	1,081—1,083
„ „ sesquichlorati	1,280—1,282
„ „ sulfurici oxydati	1,428—1,430

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0209-2

	Spec. Gewicht bei + 15° C.
Liquor Ammonii caustici	0,960
„ „ „ spirituos. [nach der Ph. Germ. I.]	0,808—0,810
„ „ carbonici [nach der Ph. Germ. I.]	1,070—1,074
„ „ „ pyro-oleosi [nach der Ph. Germ. I.]	1,070—1,074
„ „ succinici [nach der Ph. Germ. I.]	1,050—1,054)
„ Plumbi subacetici	1,235—1,240
„ Stibii chlorati [nach der Ph. Germ. I.]	1,34—1,36)

II.

Aether	0,724—0,728
Spiritus aethereus	0,807—0,811
„ Aetheris chlorati [nach der Ph. Germ. I.]	0,838—0,842)
„ „ nitrosi	0,840—0,850
„ dilutus	0,892—0,896
„ (rectificatissimus)	0,830—0,834
Aether aceticus	0,900—0,904
Tinctura Opii simplex	0,974—0,978
„ „ crocata	0,980—0,984

III.

Chloroformium	1,485—1,489
nach Ausblasen mit dem Blasebalg:	
(Aether Petrolei [nach der Ph. Germ. I.]	0,670—0,675
Benzinum Petrolei	0,64—0,67)

IV.

Glycerinum	1,225—1,235.

Zu bemerken ist, dass die bei der Mehrzahl der vorstehenden Flüssigkeiten noch gestattete Schwankung von 0,004 zwar im Allgemeinen als durch die Umstände gerechtfertigt gelten kann, dass sie aber zu dem Normalgehalt der betreffenden Flüssigkeiten in durchaus keinem constanten Verhältniss steht, und dass es im Grunde richtiger wäre, die Grenzen festzustellen, innerhalb deren der Normalgehalt gewisser Flüssigkeiten schwanken darf und darnach die Grenzzahlen für die specifischen Gewichte festzusetzen, als umgekehrt und ohne Rücksicht auf die eigentliche Bedeutung der zugelassenen Schwankung dem Gehalt gegenüber, zu verfahren. Uebrigens haben in dieser Hinsicht die letzten Jahrzehnte viele namhafte Verbesserungen gebracht.

Nicht selten tritt an den Apotheker, besonders im Laboratorium, die Aufgabe heran, aus einem gefundenen specifischen Gewicht den Gehalt einer Flüssigkeit an fester oder wasserfreier Substanz zu berechnen, oder sie auf einen anderen Verdünnungsgrad zu bringen.

Da es heutzutage für die meisten, hier in Frage kommenden Flüssigkeiten Tabellen giebt, welche mit hinreichender Genauigkeit den Gehalt für ganze fortlaufende Reihen von Verdünnungen angeben, so ist jene Aufgabe gewöhnlich sehr leicht zu erfüllen; doch versäume man nie, einen darnach berechneten und hergestellten Verdünnungsgrad auch praktisch zu prüfen, da nicht jede Tabelle zuverlässig ist, manche auch

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0210-3

leicht zu übersehende Druckfehler enthält, und Irrthümer bei der Berechnung und Wägung nicht unmöglich sind. An die Stelle der Wägung darf man hier niemals die Messung treten lassen, wenigstens nicht ohne Rücksicht auf das specifische Gewicht; doch sind auch dann Ungenauigkeiten wegen der, beim Mischen stattfindenden, nicht allgemein vorauszusehenden und zu berechnenden Zusammenziehung oder Ausdehnung keineswegs ausgeschlossen. Nur bei Spiritus, für dessen Gehalt nach Gewicht und nach Volumen und die bei seiner Verdünnung eintretenden Nebenerscheinungen sehr genaue Beobachtungen zahlreich veröffentlicht sind, kann man sich auch des Maasses bedienen, wenn man dabei allgemein nach Volumprocenten rechnet; ein praktischer Vortheil liegt darin aber nicht für den Apotheker, dem das Gewicht in allen seinen Abstufungen weit bequemer als das Maass zur Hand ist.

Wenn für den vorliegenden Zweck keine Tabellen existiren oder alsbald zu beschaffen sind, so muss man die Berechnung auf das specifische Gewicht der vorhandenen, der gesuchten und der die Verdünnung bewirkenden Flüssigkeit gründen. Freilich kann eine allgemeine Formel der Zusammenziehung oder Ausdehnung nicht Rechnung tragen, welche bei der Mischung verschiedener Flüssigkeiten bald in dem einen, bald in dem anderen Sinne stattfindet; immerhin aber ist deren Wirkung auf das Endresultat kein sehr bedeutendes, und wenn man die Vorsicht übt, bei Verdünnungen eine kleine Menge weniger von der zur Verdünnung dienenden Flüssigkeit zu verwenden, als die Berechnung ergiebt, wird man nie in den bisweilen sehr unangenehmen Fall kommen, die Verdünnung zu weit getrieben zu haben. Die bei der Prüfung sich etwa ergebende Differenz von dem beabsichtigten Endresultat ist dann durch eine zweite Berechnung, bei welcher jene Factoren verschwindend klein sind, sehr leicht auszugleichen. Niemals soll man sich darauf einlassen, eine Verdünnung oder auch Concentration nach Gutdünken vorzunehmen; der Aufwand an Mühe und Zeit, der zur Erreichung eines exacten Resultates auf diese Weise erfordert wird, ist in der Regel weit grösser, als bei sachgemässer Berechnung; häufig wird dabei aber auch das Resultat selbst in verdriesslicher und schwer zu corrigirender Weise unrichtig gemacht.

Die zur Berechnung dienende Formel lautet

$$x = \frac{p \,.\, (s - s')}{s \,.\, (s' - s'')},$$

und zwar bedeutet darin

x das gesuchte absolute Gewicht der Verdünnungsflüssigkeit,
p das absolute Gewicht der zu verdünnenden Flüssigkeit,
s das specifische Gewicht eben derselben,
s′ das gesuchte specifische Gewicht,
s″ das specifische Gewicht der Verdünnungsflüssigkeit.

Wären z. B. 1305 g Liquor Stibii chlorati von 1,685 durch Zusatz von Salzsäure von 1,060 auf das specifische Gewicht 1,350 zu bringen, so würde die Berechnung ergeben:

$$x = \frac{1305\,g \,.\, (1{,}685 - 1{,}350)}{1{,}685 \,.\, (1{,}350 - 1{,}060)} = \frac{1305\,g \,.\, 0{,}335}{1{,}685 \,.\, 0{,}290} = \frac{437{,}175\,g}{0{,}48865} = 894{,}6\,g.$$

Verdünnt man thatsächlich die 1305 g flüssiges Antimonchlorid von 1,685 mit 894,6 g Salzsäure von 1,060, so findet, von einer kleinen

Temperatursteigerung begleitet, eine geringe Contraction statt, so dass das erhaltene specifische Gnwicht bei der Normaltemperatur nicht, wie verlangt, 1,350, sondern 1,365 beträgt, und zur Stellung auf 1,350 laut Rechnung noch weitere 83,4 g derselben Salzsäure erforderlich sind. — Bei geringeren Unterschieden der Concentration, als in dem hier gewählten Beispiel, ist auch die Differenz des thatsächlichen Resultates von der Berechnung wesentlich geringer, oft ganz unerheblich.

Schmelzpunkt und Siedepunkt.

Die Temperatur, bei welcher ein fester Körper flüssig wird, bezeichnet man als den Schmelzpunkt desselben, diejenige, bei welcher ein geschmolzener oder an und für sich flüssiger Körper unter dauerndem Aufwallen in den dampfförmigen Zustand übergeht, als den Siedepunkt. Schmelzpunkt sowohl als Siedepunkt sind unter normalem Druck völlig constant und unveränderlich, und bilden deshalb nicht nur sehr charakteristische physikalische Eigenschaften, sondern auch wichtige Anhaltspunkte für die Beurtheilung der Reinheit des betreffenden Körpers. Die Bestimmung des Schmelzpunktes und des Siedepunktes benützt man deshalb mit Erfolg für die Feststellung der Identität und Reinheit auch pharmaceutischer Präparate, sofern sich diese ohne Zersetzung verflüssigen oder verflüchtigen lassen.

Die Bestimmung des Schmelzpunktes solcher Substanzen, deren Schmelztemperatur innerhalb der Grenzen liegt, welche man mit einem Quecksilberthermometer bestimmen kann, wird in folgender Weise ausgeführt. Eine kleine Menge der nöthigenfalls zuvor bei 100° getrockneten und fein zerriebenen Substanz wird in das untere Ende eines capillar ausgezogenen Röhrchens der beistehenden Form (Fig. 172) gebracht, so dass sie das Röhrchen, dessen Ende zugeschmolzen ist, etwa 1 cm hoch ausfüllt. Durch sanftes Klopfen mit dem Finger und eventuell durch Hülfe eines dünnen Platindrahtes gelingt es leicht, die Substanz in dieser Weise unterzubringen. Das so vorbereitete Röhrchen befestigt man nun mittelst eines Kautschukringes derartig an einem Quecksilberthermometer, dass der die Substanz enthaltende Theil derselben in die gleiche Höhe mit der Quecksilberkugel gelangt (Fig. 173). Das Thermometer wird alsdann, wie die Fig. 174 veranschaulicht, befestigt und in ein hinreichend grosses Becherglas eingetaucht, welches zu ⅔ mit Wasser, Schwefelsäure oder Paraffin gefüllt ist, je nachdem der Schmelzpunkt der Substanz unter 80°, über 80° aber unter 180°, oder über 180° liegt. Nun wird durch eine Gasflamme langsam erhitzt, währenddem man die Flüssigkeit behufs möglichst gleichmässiger Erwärmung umrührt. Man beobachtet nun genau die Veränderungen, welche der Körper bei der Zunahme der Temperatur erleidet, und liest die Temperatur des Thermometers in dem Moment ab, wo die Verflüssigung des Körpers stattfindet. Diese bezeichnet den Schmelzpunkt desselben. Zu beachten ist, ob der Körper plötzlich „glatt" sich verflüssigt, oder ob das Schmelzen sich innerhalb mehrerer Grade vollzieht, ob der Körper vor dem Schmelzen erweicht oder bei dem Schmelzen sich zersetzt.

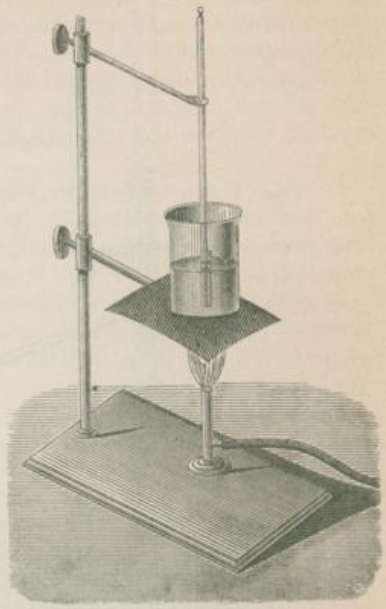
Fig. 172.

Fig. 173.

Die Bestimmung des Siedepunktes flüssiger und auch fester

Körper geschieht durch Destillation derselben aus tubulirten Retorten oder sogenannten Siedekölbchen (Fig. 175), welche nach Umständen mit einem Liebig'schen Kühler verbunden sind oder nicht (Fig. 176 und 177). Man wählt Destillationsgefässe von 25—100 ccm Inhalt, welche mit einem passenden Korkstopfen verschlossen sind, in dessen Bohrung ein Thermometer so befestigt ist, dass er die Glaswandung und die Flüssigkeit bei ihrem späteren Sieden nicht berührt, vielmehr frei in dem Theile des Destillationsgefässes hängt, welchen später die Dämpfe der Flüssigkeit passiren müssen. Man füllt nun etwa bis zur Hälfte mit der zu untersuchenden Flüssigkeit an, erwärmt vorsichtig den Inhalt zum Sieden, während man das Destillat in geeigneten Gefässen auffängt, und beobachtet, bei welcher Temperatur die Destillation beginnt und wann sie beendet ist. Die beobachtete Temperatur zeigt den Siedepunkt der Flüssigkeit an.

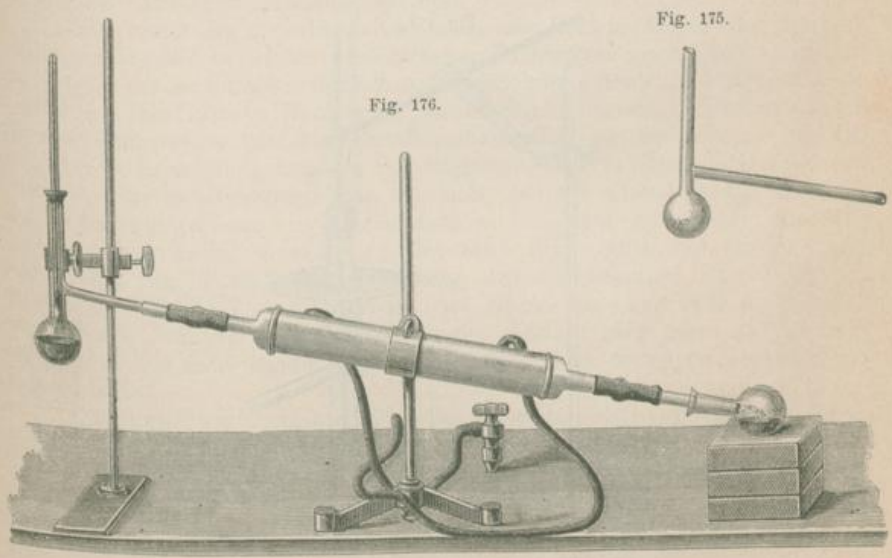
Fig. 174.



Da der Fall eintreten kann, dass bei dieser Art der Bestimmung ein Theil des Quecksilberfadens sich nicht im Dampfe der siedenden Flüssigkeit befindet, mithin weniger warm ist als das übrige Quecksilber des Thermometers, so bedarf in solchem Falle der direkt

Fig. 175.

Fig. 176.



beobachtete Siedepunkt noch einer Correctur. Zu diesem Zwecke legt man an das Thermometer *a* (Fig. 178) ein zweites Thermometer *b* in der durch die Zeichnung veranschaulichten Weise an, schützt dieses

durch die Pappscheibe *c* vor der strahlenden Wärme der Flamme, und beobachtet die Temperatur am Thermometer *a* und am Thermometer *b*, sowie die Länge des ausserhalb des Destillationsgefässes befindlichen Queck-

Fig. 177.

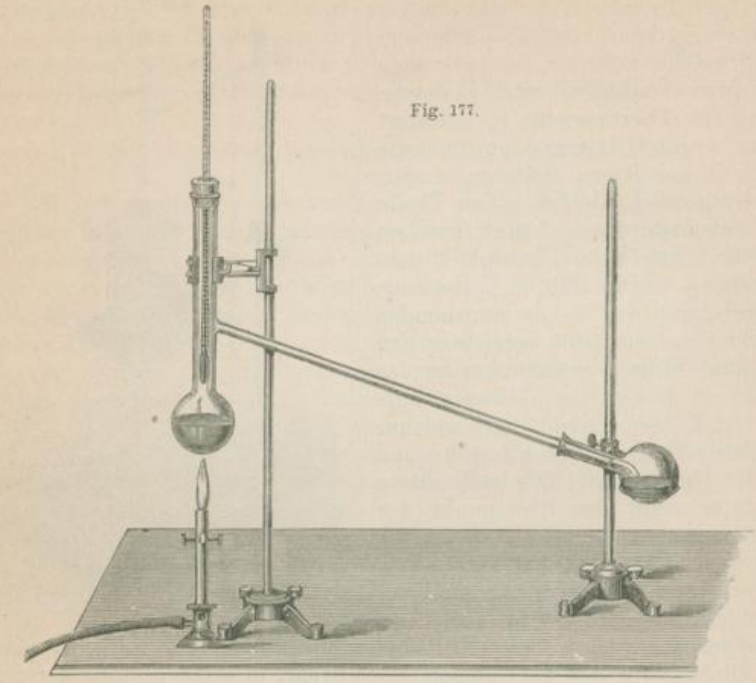
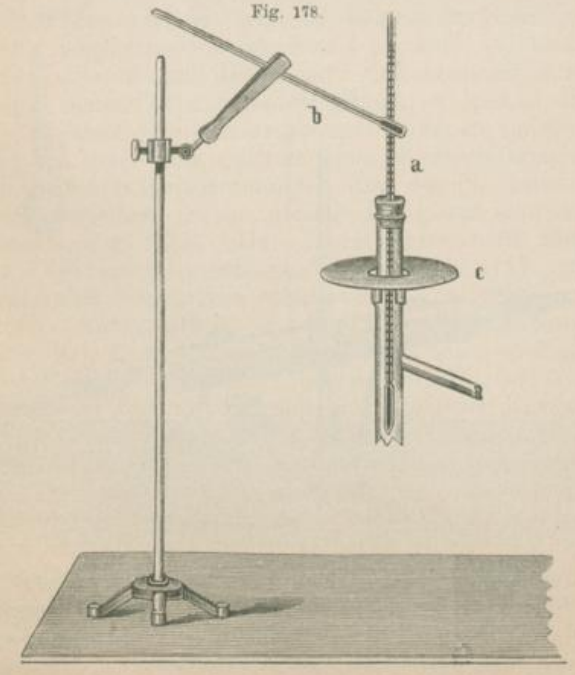


Fig. 178.



silberfadens. Zeigt dann *a* die Temperatur T°, *b* die Temperatur t°, und ist die Länge des Quecksilberfadens N, so ist zu dem direkt beobachteten Siedepunkte N [(T — t) . 0,000154] zu addiren. 0,000154 ist der Ausdehnungscoëfficient des Quecksilbers im Glase für je 1° C.

Die Correctur lässt sich vermeiden, wenn man Thermometer benutzt, deren Scala, soweit sie im vorliegenden Falle beobachtet werden muss, innerhalb des Dampfraumes liegt, oder die bei höher siedenden Flüssigkeiten zu gleichem Behuf erst bei 100° beginnt, wie bei den ZINKE'schen Thermometern, wodurch bezweckt wird, dass sich der Quecksilberfaden ganz im Dampfe der siedenden Flüssigkeit befindet.

Bei genauen Bestimmungen muss der Siedepunkt auch auf den normalen Barometerstand umgerechnet werden, da der Siedepunkt durch den atmosphärischen Druck beeinflusst wird. Nach KOPP geschieht dieses mit annähernder Genauigkeit, wenn man für je 2,7 mm Differenz zwischen dem beobachteten und dem normalen Barometerstande (760 mm) 0,1° C. in Anrechnung bringt, und zwar bei niedrigerem Druck diesen Werth audirt, bei höherem vom beobachteten Siedepunkt abzieht.

Polarisation.

Die Polarisation des Lichtes wird zur Prüfung der Arzneimittel bislang nur in beschränktem Umfange benutzt; und zwar findet die lineare Polarisation bei der Prüfung derselben gar keine Anwendung, während die Circumpolarisation oder Circularpolarisation als Maass bei der quantitativen Bestimmung und der Prüfung gewisser Substanzen auf Reinheit mit Erfolg herangezogen worden ist. Obschon die Polarisation des Lichtes seither von keiner Pharmakopöe berücksichtigt wurde, so soll an dieser Stelle ihr doch ein kurzer, ihr Wesen und ihre Anwendung behandelnder Abschnitt gewidmet werden.

Man nennt Licht polarisirt, wenn die Schwingungen der Aethertheilchen, welche bei einem gewöhnlichen Lichtstrahl nach allen möglichst senkrecht zur Axe liegenden Richtungen erfolgen, durch gewisse Umstände auf eine bestimmte Richtung beschränkt werden. Man muss die lineare Polarisation von der Circularpolarisation unterscheiden. Bei der linearen Polarisation gehen die Schwingungen nur in einer unveränderten Richtung der Schwingungsebene vor sich; bei der Circularpolarisation ist die Schwingungsebene eines Lichtstrahles in jedem Zeitpunkte ebenfalls nur eine bestimmte, dieselbe erleidet aber mit fortschreitender Zeit auf dem Wege der Fortpflanzungsrichtung des Lichtstrahles eine Drehung. Ein polarisirter Lichtstrahl verhält sich rings um seine Axe nicht mehr gleichförmig, wie der gewöhnliche Strahl, sondern zeigt nach zwei Seiten, nämlich in der Schwingungsebene und senkrecht zu derselben verschiedene Eigenschaften.

Lineare Polarisation. Dieselbe kann durch Reflexion oder durch Brechung hervorgebracht werden.

Polarisation durch Reflexion. Ein auf den, unter einem Winkel von 35° 25′ gegen die Vertikale geneigten Glasspiegel *O P* in der Richtung *a b*, d. h. unter 54° 35′ zum Einfallsloth *x y* treffender Strahl (Fig. 179) wird nach der Richtung *b c* reflectirt, ist dann aber auch polarisirt, denn nur dann, wenn er auf einen mit dem Spiegel *O P* parallel stehenden zweiten Spiegel *Q R* fällt, wird er in der Richtung *c d* völlig reflectirt; es wird die Intensität des reflectirten Strahles *c d* abnehmen, sobald der

Parallelismus beider Spiegel aufhört, die Reflexionsebene des oberen Spiegels nicht mehr mit der unteren zusammenfällt. Die Reflexion des Lichtstrahles *bc* wird ganz aufhören, sobald sich die Reflexionsebenen beider Spiegel unter einem rechten Winkel kreuzen, wenn sich also der Spiegel *Q R* gegen seine Anfangsstellung um 90° gedreht hat. Bei weiterer Drehung des Spiegels wird die Reflexion wieder beginnen und ihr Maximum erreichen, wenn der Winkel, den die Reflexionsebene des oberen Spiegels mit der des unteren macht, 180° beträgt (Fig. 180), bis endlich bei weiterer

Fig. 179.

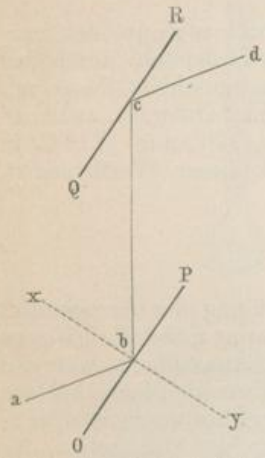


Fig. 180.

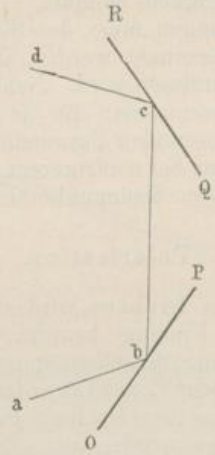
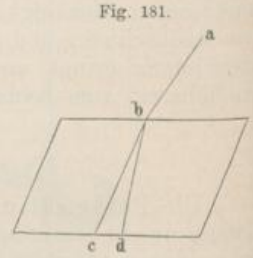


Fig. 181.



Drehung, nämlich bei 270° wiederum die Reflexion aufhört. Der Winkel, unter welchem Licht von einer Substanz reflectirt werden muss, um vollständig polarisirt zu werden, heisst der Polarisationswinkel, und die Einfallsebene, unter welcher der Strahl diese Eigenschaft erlangt, die Polarisationsebene.

Die Polarisation des Lichtstrahles erfolgt ausser durch Reflexion auch durch doppelte Brechung desselben. Viele Körper zerlegen den einfallenden Lichtstrahl in zwei gebrochene Strahlen, sie brechen doppelt; zu diesen gehört der Kalkspath. Durch ein Kalkspathrhomboëder sieht man einen Gegenstand doppelt. Trifft auf eine seiner Flächen (Fig. 181) ein Lichtstrahl *a b*, so wird dieser bei seinem Eintritt an den Kalkspathkrystall gespalten, bei *c d* treten zwei getrennte Strahlen aus. Die austretenden Strahlen haben zwei Richtungen, weil der eine stärker als der andere gebrochen ist. Beide Strahlen sind polarisirt, und zwar, wie die Prüfung mittelst des Spiegels ergiebt, senkrecht zu einander polarisirt.

Um die durch Brechung erhaltenen polarisirten Strahlen für Polarisationsapparate zu verwenden, ist es erforderlich, nur einen derselben, und zwar in der Richtung des einfallenden Lichtes, austreten zu lassen, den anderen zu beseitigen. Dieses geschieht am einfachsten, indem man den Kalkspath zu einem Nicol'schen Prisma gestaltet. Dasselbe wird in folgender Weise hergestellt. Aus einem Kalkspathrhomboëder spaltet man parallel seinen Flächen eine vierseitige Säule mit rhombischem Querschnitt, zerschneidet dieselbe diagonal von nahezu einer stumpfen Ecke zur anderen (*m n* Fig. 182) senkrecht zum Hauptschnitte in zwei Keile und kittet die-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0216-8

selben, wohl geschliffen, mittelst Canadabalsam in der gleichen Lage wieder zusammen. Trifft nun ein Strahl $a\,b$ die Fläche des oberen Prismas, so wird dieser in den ordentlichen Strahl $b\,c$ und den ausserordentlichen $b\,d$ zerlegt; der erstere wird an der Balsamschicht total reflectirt und seitlich nach e abgelenkt, wo er von der innen geschwärzten Hülle absorbirt wird, während der letztere durch die Balsamschicht in das untere Prisma eindringt, nach f gebrochen wird und dort nach abermaliger Brechung parallel dem Strahle $a\,b$ austritt (Fig. 182). Eine jede Vorrichtung, durch welche Licht polarisirt wird, also z. B. den Spiegel $O\,P$ in Fig. 179, nennt man Polarisator oder Polariseur, diejenige, durch welche man die Polarisation erkennt, also z. B. den Spiegel $Q\,R$ in Fig. 179, Polariskop oder Analysator.

Fig. 182.

Circularpolarisation. Weisses Licht geht durch zwei, bei gleicher Richtung ihrer Hauptschnitte hinter einander liegende Nicol'sche Prismen (Polarisator und Analysator) hindurch, das Gesichtsfeld ist hell; stellt man aber den Analysator so, dass seine Polarisationsebene sich mit derjenigen des Polarisators rechtwinklig kreuzt, so geht kein Licht aus dem Analysator, das Gesichtsfeld erscheint dunkel. Legt man nun zwischen Analysator und Polarisator, die gegen einander auf Dunkel eingestellt sind, eine Röhre mit Rohrzuckerlösung, welche an beiden Enden mit Glasplatten verschlossen, und deren Längswandungen zur Abhaltung fremden Lichtes mit einer undurchsichtigen Hülle umgeben sind, so zeigt sich, dass das Gesichtsfeld hell geworden ist und erst wieder eine Verdunkelung eintritt, wenn man das analysirende Prisma um einen gewissen Winkel nach rechts dreht. Der Winkel, um welchen man den Analysator drehen muss, damit wieder Verdunkelung des Gesichtsfeldes eintritt, nennt man den Drehungswinkel oder Rotationswinkel; er giebt das Maass der stattgefundenen Ablenkung der Polarisationsebene. Wie der Rohrzucker und eine Anzahl anderer Substanzen eine Drehung des Analysators vom Nullpunkte aus nach rechts erfordern, um zu dem Punkte zu gelangen, bei welchem das durchgehende Licht verschwindet, so erfordern andere Substanzen eine Drehung des Analysators nach links, damit Verdunkelung des Gesichtsfeldes eintritt. Die ersteren Substanzen bewirken eine Ablenkung der Polarisationsebene nach rechts, die letzteren nach links. Diese Erscheinung der Schwingungsebene hat man mit dem schon am Anfang dieses Kapitels erwähnten Namen Circularpolarisation belegt; man nennt die Substanzen, welche sie hervorrufen, circularpolarisirende oder optisch active, und theilt sie in rechts- und linksdrehende. Die Circularpolarisation bewirken einzelne feste Stoffe, so z. B. der Bergkrystall, namentlich auch viele organische Körper in aufgelöstem Zustande, z. B. Zucker, Weinsäure, Alkaloïde etc.

Der Grad der Drehung von Flüssigkeiten ist von der Dichte und Länge ihrer Schichten abhängig. Auch ist das Drehungsvermögen verschiedener Körper sehr ungleich und wechselt bei demselben Körper mit der Natur des Lösungsmittels und der Temperatur. Nach Landolt versteht man unter specifischer Drehung denjenigen Winkel, um welchen die Polarisationsebene abgelenkt wird, wenn der Lichtstrahl durch eine

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0217-3

0,1 m (100 mm) lange Schicht einer Flüssigkeit geht, welche in jedem Cubikcentimeter 1 g drehender Substanz enthält. Die specifische Drehung von Flüssigkeiten anderer Dichte oder Concentration muss aus dem gefundenen Drehungsgrade und dem Gehalte an drehender Substanz oder ihrem specifischen Gewichte durch die folgende einfache Gleichung berechnet werden, falls überhaupt die Drehungsgrade der Menge der drehenden Substanz, wie z. B. beim Zucker, bei jeder Dicke und Concentration proportional bleiben.

Bedeutet

- α den für einen bestimmten Strahl beobachteten Ablenkungswinkel,
- l die Länge der angewandten Flüssigkeitssäule in Decimetern,
- d die Dichte der drehenden Flüssigkeit,
- p die Gewichtsmenge activer Substanz in 100 Gewichtstheilen Lösung,
- $c = p\,d$ die Anzahl Gramme activer Substanz in 100 ccm Lösung,

so berechnet sich das specifische Drehungsvermögen $[\alpha]$ activer Körper aus den Messungen von α, l und d durch die Formel:

$$[\alpha] = \frac{\alpha}{l \,.\, d},$$

oder bei festen activen Körpern, welche mit Hülfe eines inactiven, chemisch indifferenten Lösungsmittels in den flüssigen Zustand übergeführt werden müssen, sofern der Gehalt an activer Substanz auf 100 Gewichtstheile Lösung bezogen wird, aus den Messungen von α, l, p und d durch die Formel:

$$[\alpha] = \frac{100 \,.\, \alpha}{l \,.\, p \,.\, d} \text{ oder } = \frac{100 \,.\, \alpha}{l \,.\, c}.$$

Kennt man aber die specifische Drehung einer circumpolarisirenden Substanz, so kann der Gehalt einer Flüssigkeit an dieser Substanz durch Beobachtung ihrer Circumpolarisation bestimmt werden, wenn man nur die Länge der Flüssigkeitsschicht kennt. Das Gewicht P des die Drehung bewirkenden Stoffes in Grammen für 1 ccm Lösung erfährt man nach dem Ansatze:

$$P = \frac{\alpha}{[\alpha] \,.\, l}.$$

Hierauf beruht die technische Anwendung der Circumpolarisationserscheinungen für die Bestimmungen von Zucker (s. Saccharum).

Zur Messung der Drehung dienen die Circumpolarisationsapparate. Die Einstellung derselben geht von der schon erwähnten Thatsache aus, dass zwei Prismen bei den beiden möglichen, um 180° Winkeldrehung verschiedenen Stellungen ihrer Hauptschnitte das Licht ungeschwächt durchlassen, bei den beiden um je 90° von jenen abweichenden Stellungen letzteres den Analysator nicht zu durchdringen vermag. Wird nun zwischen beide Prismen ein die Schwingungsebene drehender Körper gebracht, so wird die Schwingungsebene um einen gewissen Betrag um die optische Axe des Instruments gedreht; es muss mithin dem Analysator durch Drehung eine andere Stellung gegeben werden, um zu der Richtung der Schwingungsebene wieder senkrecht zu stehen. Diese Drehung wird gemessen; sie giebt ein Maass für die Menge drehender Substanz. Die erforderliche Drehung erkennt man an der Verdunkelung

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0218-9

des Gesichtsfeldes nur bei Verwendung von monochromatischem Lichte, z. B. einer an sich nicht leuchtenden, aber durch Einwirkung auf Chlornatrium sich gelb färbenden Flamme; verschiedenfarbige Strahlen erleiden eine ungleich starke Drehung; bei Benutzung von polychromatischem Lampenlicht gelingt daher niemals die Verdunkelung des Gesichtsfeldes, da bei jeder Stellung des Analysators nur eine bestimmte Farbe, deren Schwingungsebene zu derjenigen der letzteren gekreuzt steht, ausgelöscht werden kann. Die bei zusammengesetztem Lichte zu verwendenden Apparate sind sämmtlich auf die violette Farbe (Uebergangsfarbe), welche sich bei der geringsten Aenderung der parallelen Lage der Nicol'schen Prismen — in Blau oder Roth — ändert, berechnet.

Die zu prüfenden Flüssigkeiten müssen klar, wenn möglich farblos sein, und werden in Glas- oder Metallröhren gefüllt, welche an beiden Enden durch Glasplatten mit überfassenden Verschraubungen verschliessbar sind. Die äusseren Flächen dieser Glasplatten müssen trocken und blank sein. Die meist übliche Länge der Röhren beträgt **200 mm**; auch benutzt man **100 mm** lange Röhren, besonders für stark drehende Flüssigkeiten und sind in diesem Falle die gefundenen Drehungsgrade zu verdoppeln. Zusätze von Klärungsmitteln geschehen nach bestimmten Volumenverhältnissen, um aus der beobachteten Drehung die wirkliche Drehung berechnen zu können.

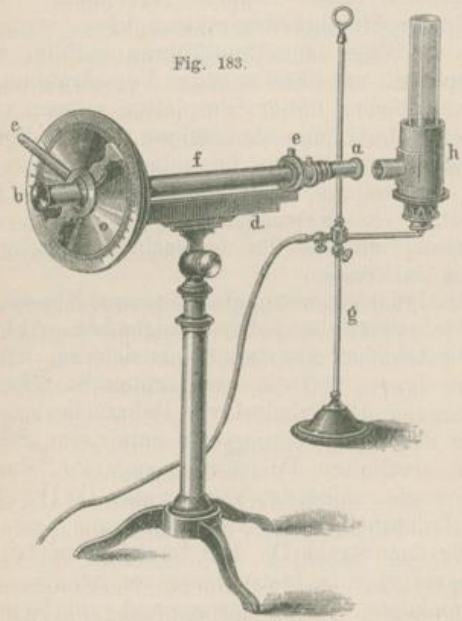
Man kann die Polarisationsapparate in zwei Klassen theilen, nämlich die sogenannten Polaristrobometer, welche den Ablenkungswinkel in Kreisgraden zu bestimmen gestatten und sich zur Untersuchung aller activen Substanzen eignen, und die sogenannten Saccharimeter, welche speciell zur Bestimmung des Gehaltes von Rohrzuckerlösungen eingerichtet sind und an Stelle der Kreistheilung eine empirische Scala besitzen. Die in dem Folgenden erwähnten Polarisationsapparate, das Polaristrobometer von Wild, sowie einige der sogenannten Halbschattenapparate bedienen sich als Lichtquelle einer Natriumflamme, sie geben daher den Rotationswinkel für den Strahl D. Die Saccharimeter, so der Soleil-Ventzke'sche Apparat und die Instrumente von Scheibler, Hoppe-Seyler, wie auch der sogenannte Halbschattenapparat mit Keilcompensation von Schmidt & Haensch, bei welchen weisses Licht (Gaslampe) benutzt wird, liefern die Ablenkung für die sogenannte Uebergangsfarbe, d. h. die Complementärfarbe für mittlere gelbe Strahlen. Der hierauf bezügliche Drehungswinkel und die specifische Rotation werden nach Biot mit αj resp. $[\alpha]j$ (*jaune moyen*) bezeichnet. Da die Wellenlänge des mittleren gelben Lichtes kleiner ist, als die des Strahles D, so werden die Werthe für αj stets grösser sein, als diejenigen für αD, das ist der Drehungswinkel für den Strahl D. Bei Quarz ist $\alpha D = 21{,}67^\circ$, und $\alpha j = 24{,}5^\circ$. Darnach wäre $\alpha j = 1{,}1306\ \alpha D$ und $\alpha D = 0{,}8845\ \alpha j$. Uebrigens ist das Verhältniss von αD zu αj bei verschiedenen Substanzen wegen ihrer ungleichen Dispersion von einander abweichend gefunden worden.

Der am längsten bekannte Polarisationsapparat von Mitscherlich, welcher allerdings zur Zeit für die Technik nicht mehr von Bedeutung ist, trägt auf einem horizontalen Lager, welches auf einem Stative ruht, in einem Abstande von 200 mm die beiden Nicol'schen Prismen. Der dem Lampenlicht zugekehrte Polarisator ist durch eine Klemmschraube feststellbar; in der ihn umfassenden Hülse ist noch zur Vermehrung der Lichtstärke und Erzeugung eines runden Gesichtsfeldes

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0219-8

eine kleine Convexlinse angebracht; der Analysator befindet sich im Centrum einer in 360 ° getheilten Kreisscheibe und ist mit einem Zeiger versehen, mit welchem er auf derselben gedreht werden kann. Sobald dieser Zeiger auf 0 ° einsteht, müssen beide Nicols gekreuzt sein, darf also kein Licht vom polarisirenden Nicol durchgelassen werden; ist dieses nicht der Fall, so muss durch Lösen und Wiederbefestigen der am Polarisator befindlichen Klemmschraube diesem die richtige Lage gegeben werden. Man legt beim Gebrauche das mit der zu prüfenden Flüssigkeit gefüllte Rohr zwischen beide Prismen; ist der Körper drehend, so wird das Gesichtsfeld bei Benutzung von polychromatischem Lichte (Lampenlichte) aufgehellt

Fig. 183.



Mitscherlich'scher Polarisationsapparat.

Erklärung der Buchstaben.

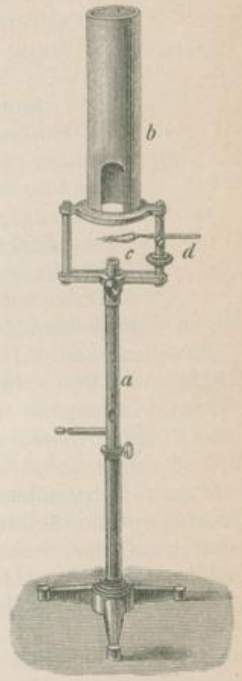
a Polarisator.
b Analysator.
c Griff für die drehbare Fassung des Analysators.
d Horizontale Messing- oder Holzschiene.
f Flüssigkeitsröhre.
g Gaslampe.
h Blechkamin, inwendig mit weissem Thon ausgekleidet und mit seitlicher Oeffnung; dient dazu, ein möglichst intensives Licht in den Apparat zu senden und fremdes Licht abzuhalten.

und farbig erscheinen. Man dreht nun den Zeiger so lange, nach rechts oder links, je nachdem der Körper rechts oder links drehend ist, bis die violette Farbe erscheint und liest auf der Kreistheilung die Drehung ab. Bei Benutzung von monochromatischem Lichte (z. B. bei gelbem Natriumlicht) wird das Gesichtsfeld nach Einlegung des drehenden Körpers nur aufgehellt, nicht farbig erscheinen, und muss bis zu dem Wiedereintritt der Verdunkelung der Zeiger auf der Kreisscheibe gedreht werden, um den Drehungswinkel zu erfahren. Bei einem einigermassen grossen runden Gesichtsfelde tritt vollständige Verdunkelung nicht ein, sondern es zeigt sich nur ein vertikaler schwarzer Streifen, dessen Ränder allmählig heller werden.

Das Polaristrobometer von Wild besitzt zwischen dem polari-

sirenden und analysirenden Nicol, von welchen das erstere sich drehen lässt, ein Savart'sches Polariskop (bestehend aus zwei aufeinander gekitteten Kalkspathplatten von bestimmter Dicke und in eigenthümlicher Weise geschnitten), wodurch eine Anzahl paralleler, schwarzer Interferenzstreifen entstehen, welche bei gewissen Stellungen des Polarisators verschwinden. Sie erscheinen im Polarisationsapparate am deutlichsten bei gekreuzter Stellung der die Interferenzstreifen hervorrufenden Kalkspathplatten zur Polarisationsebene, und verschwinden bei paralleler Stellung. Dieser Punkt kann scharf beobachtet werden und bildet das Merkmal der Einstellung. Als Lichtquelle dient ein Brenner mit Natriumflamme (Fig. 184).

Fig. 184.



Lampe für eine Natriumflamme nach Laurent.

Dieselbe besteht aus einem vertikal verstellbaren Bunsen'schen Brenner *a*, über welchem sich der mit Ausschnitt versehene Blechkamin *b* befindet. An der drehbaren Säule *d* ist horizontal eine kleine Stange, die am Ende ein Bündel feiner Platindrähte trägt, welche zu einem spitzen Löffel *c* gebogen sind, angebracht. Füllt man die Höhlung desselben mit gut getrocknetem Kochsalz und rückt den Löffel an den vorderen Rand der Flamme, so zieht sich das geschmolzene Salz in die Spitze empor und bildet bei der Verdampfung eine intensiv gelbe Färbung.

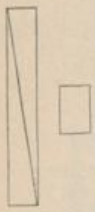
Die Halbschattenapparate sind darauf basirt, dass Unterschiede in der Helligkeit auch von Ungeübten und Farbenblinden leicht zu erkennen sind. Das kreisrunde Gesichtsfeld erscheint in zwei Hälften getheilt, welche innerhalb gewisser Lagen des analysirenden Nicols ungleich stark verdunkelt sind, bei einer bestimmten Stellung aber eine gleichförmige schwache Beschattung zeigen. Halbschattenapparate sind construirt von Jelett, Cornu und Laurent. Ein namentlich für Zuckerbestimmungen dienender Apparat ist der Halbschattenapparat mit Keilcompensation und Ventzke'scher Scala von F. Schmidt und Haensch.

Ein Polarisationsapparat, der nur als Saccharimeter verwendet wird, ist ferner der Soleil-Ventzke'sche Apparat. Bei diesem Apparate geschieht die Messung der Drehung nicht durch Drehen des einen Prismas, des Analysators, sondern erfolgt durch eine besondere Vorrichtung. Zwischen die beiden Prismen, dicht vor dem Polarisator, ist eine Quarzplatte eingeschaltet von 3,75 mm Dicke, welche aus zwei senkrecht zur Axe geschnittenen, neben einander gekitteten Quarzplatten zusammengesetzt ist, von denen die eine rechts, die andere links dreht, und das zusammengesetzte Licht so stark dreht, dass bei gekreuzten Prismen das Gesichtsfeld violett erscheint. Bei geringster Aenderung der Lage der Prismen ändert sich diese Farbe, so dass dann die eine Hälfte der Quarzplatte röthlich, die andere blau gefärbt erscheint. Bringt man eine drehende Flüssigkeit zwischen die gekreuzten Prismen, so summirt sich die Drehung derselben zu der in gleicher Richtung drehenden Quarzhälfte; die Farbe dieser Hälfte wird eine andere. Die Farbengleichheit wird nun nicht durch Drehung des Analysators, sondern durch den sich hinter dem Analysator befindenden sogenannten Rotationscompensator hergestellt. Dieser setzt sich zusammen aus einer rechtsdrehenden Quarzplatte und zwei keilförmig geschliffenen Platten von links-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0221-4

drehendem Quarz, welche sich über einander verschieben lassen, so dass ihre Gesammtdicke entweder gleich der rechtsdrehenden Platte oder grösser resp. kleiner gemacht werden kann (Fig. 185). Dadurch kann man dieses Plattenpaar zusammen vorwiegend rechts- oder linksdrehend machen, je nachdem man die Dicke der vorderen, zusammengesetzten Platte vermindert oder vermehrt, da bei gleicher Dicke die zweite Platte die Wirkung der ersteren aufhebt. Mit dem einen Keile der Platte ist eine Scala verbunden, welche die Stellung der Keile durch ein kleines Fernrohr zu controlliren gestattet. Stehen die beiden Keile genau über einander, sind also die erste und zweite Platte gleich dick, so fallen Nullpunkt der Scala und des Nonius zusammen. Wenn nun eine drehende Flüssigkeit die Farbengleichheit der beiden Hälften der vor dem Polarisator befindlichen, im vertikalen Kreisdurchmesser getheilten Quarzscheibe gestört hat, so kann diese nur durch Verschiebung der Keile wiederhergestellt werden, indem man umgekehrt denselben Unterschied in der Farbe zwischen den beiden Platten am Analysator herbeiführt, welchen die drehende Flüssigkeit auf der getheilten Platte am Polarisator bewirkt. Bei einer rechts drehenden Flüssigkeit ist das Plattenpaar so stark linksdrehend zu machen, dass die Drehung der Flüssigkeit dadurch aufgehoben wird; bei einer linksdrehenden Flüssigkeit ist umgekehrt die linksdrehende Wirkung der Keile um denselben Betrag zu vermindern, als die Flüssigkeit nach links dreht. Um solche Beträge ist die Stellung der Keile zu einander zu verschieben; die Verschiebung, auf der Scala abzulesen, giebt das Maass für die Drehung des Prüfungsobjectes. Die Eintheilung der Scala hat mit den Winkelgraden nichts zu thun. Man hat nicht nöthig, die Plattenhälften auf Violett umzustellen, sondern kann jede beliebige Farbe wählen; dazu besitzt der Apparat noch einen sogenannten Regulator, welcher aus einem drehbaren Nicol'schen Prisma und einer Quarzplatte besteht, welche vor dem Polarisator angebracht sind. Fällt das durch dieses Prisma polarisirte Licht auf die Quarzplatte, so erleidet es Rotationsdispersion, und je nach der Stellung des Nicols zu dem Polarisator wird dasselbe gewisse Farbenstrahlen nicht durchlassen, so dass durch Drehung des Nicols der Ton der Färbung der Quarzplatte beliebig geändert werden kann, wodurch die Verwendung des Apparates für Flüssigkeiten von allen Farben ermöglicht ist.

Fig. 185.



Wie schon erwähnt, sind die Scalen an allen Apparaten mit Ausnahme der an den Soleil-Ventzke'schen Winkelgrade und bei gleicher Röhrenlänge direkt vergleichbar. 1° entspricht 2,890050 Scalentheilstrichen am Soleil-Ventzke'schen Apparate, und 1 Theilstrich des letzteren ist gleich 0,346015°.

Das starke Drehungsvermögen des polarisirten Lichtes durch Alkaloïde in Auflösungen ist bislang nur bei den China-Alkaloïden im Vereine mit dem mikroskopischen und chemischen Verhalten für eine Methode zur Prüfung der Reinheit benutzt worden; die drehende Wirkung der Zuckerarten verwendet man zur quantitativen Bestimmung des Zuckers in zuckerhaltigen Stoffen, wie auch im Harn der Diabetiker; auch dient die Polarisation als Hülfsmittel zur Beurtheilung der Reinheit der Weine und ätherischen Oele (s. unter Chininum, Olea aetherea, Saccharum und Vinum).

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0222-0

D. Die pharmaceutische Buchführung.

Die Ansichten über die Nothwendigkeit einer geordneten Buchführung und die ihr etwa zu gebende Ausdehnung sind bei den Apothekern von jeher sehr getheilt gewesen, was seinen Grund gewiss zum grossen Theil darin hat, dass ihnen während ihrer Lehr- und Conditionszeit nur äusserst selten Gelegenheit geboten ist, in den Mikrokosmos dieser Aufgabe einzudringen, so dass dieselbe für fast jeden neuen Besitzer ein völliges Novum ist, das er nach seiner Eigenart behandelt. Er ist dabei um so mehr auf Selbsthülfe angewiesen, wenn eine sehr natürliche Scheu ihn hindert, einerseits seine Unkenntniss Anderen einzugestehen und ihnen andererseits einen genauen Einblick in seine pekuniären und geschäftlichen Verhältnisse zu gestatten. Nimmt man hinzu, dass etwa die Hälfte aller besitzenden Apotheker in Deutschland (und wohl auch anderwärts) sich in der traurigen Lage befindet, zu keiner Zeit einen Lehrling oder Gehülfen dauernd engagiren und aus den Geschäftserträgnissen bezahlen zu können, so ist es wohl erklärlich, wenn bei sehr vielen für eine umständliche Buchführung weder Zeit noch Lust vorhanden ist. Wozu, falls ihn nicht eine ganz besondere Veranlagung und Neigung dazu treibt, sollte ein Mann, der sich Tag und Nacht plagt, des Lebens Nahrung und Nothdurft zu erringen, und dessen Jahresabschluss eine Gesammtbruttoeinnahme von 5, 6, vielleicht höchstens 10000 Mark erweist, — wozu sollte ein solcher wohl eine auf Grossbetrieb und Massenumsatz berechnete sogenannte doppelte Buchführung einrichten, — wozu sich in die Fiction versetzen, der Verwalter eines Vermögens zu sein, aus dem er zu jeglicher Ausgabe erst das benöthigte Geld vereinnahmen und dem er jede Einnahme an Geld oder Geldeswerth als anderweitig zu buchende Ausgabe wieder zuzuführen hat? — Ganz anders verhält es sich mit grossen und selbst mittleren Geschäften, wo der Besitzer für eine solche Buchführung Zeit hat oder einen eigenen Buchhalter dafür anstellt, wo eine Freude am Erwerb die Mühe vergütet, wo der mehr und mehr kaufmännische Betrieb allgemein oder für gewisse Branchen auch eine kaufmännische Berechnungsart zur Nothwendigkeit macht. Diesen möge das Studium der Schriften von M. Feldbausch, C. Blell und G. Hartmann empfohlen sein, die sich redlich bemüht haben, die kaufmännische Buchführung durch mancherlei Vereinfachungen auch für den kleineren Betrieb der Apotheken nutzbar zu machen. Auf eine allgemeine Annahme dieses Rechnungswesens seitens der Apotheker ist jedoch sobald wohl nicht zu zählen; vielmehr gilt hier aus obigen Gründen ganz besonders das alte Wort: „Eines schickt sich nicht für Alle!“ — Auf eine, schon lange vor der Selbstständigkeit begonnene, jetzt 40 Jahre zurückreichende, eigene, sorgfältige Buchführung blickend, sind wir weit entfernt, deren Nothwendigkeit in Abrede zu stellen oder ihre Vortheile zu unterschätzen; wir sind aber von jeher bemüht gewesen, das angestrebte Ziel auf dem kürzesten Wege zu erreichen und dabei alle für den Betrieb und für den Besitzwechsel wissenswerthen Verhältnisse so klar zu legen, dass sie sich gewissermassen auf einen Blick aus den übersichtlichen Zusammenstellungen der Monate, Jahre und Jahrzehnte, nach Möglichkeit beweiskräftig, ergeben. Es sei noch darauf hingewiesen, dass die z. Z. in

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0223-6

Deutschland gültige Gewerbegesetzgebung den Apotheker wenigstens indirekt zur Führung von Büchern, aus deren Jahresabschluss seine Vermögenslage deutlich zu ersehen ist, verpflichtet; und dass es für seine Creditbedürfnisse und für die aus irgend einem Grunde sich ergebende Nothwendigkeit des Verkaufs, namentlich beim Todesfall des Besitzers, von der grössten Wichtigkeit ist, die Geschäftsverhältnisse buchmässig klar legen zu können. — In dem Rahmen der nachfolgenden Darstellung dürften Besitzer kleinerer und grösserer Geschäfte alles für ihre speciellen Verhältnisse Erforderliche vorfinden, und wenn sie unter Beibehaltung der Hauptgrundzüge das für sie Entbehrliche streichen, auf die einfachste Weise zu der Lösung der eigentlichen Hauptfrage kommen: „welche über das Maass der Nothwendigkeit hinausgehenden Ausgaben gestattet das Geschäft", oder: „wie gross ist der nach Deckung aller ordnungsmässigen Ausgaben nachweislich bleibende Reingewinn?"

Die Buchführung zerfällt in vier Haupttitel: Einnahme, Ausgabe, Creditverhältnisse, Rentabilität.

A. Einnahme.

1. Die gesammten Einnahmen, geschäftliche wie aussergeschäftliche, werden, der Regel nach täglich und unmittelbar beim Einlegen des baaren Betrages in die Kasse, unter ihren zuständigen Titeln in ein durchweg zweckgemäss liniirtes Einnahme- und Ausgabebuch eingetragen, welches monatlich abgeschlossen und mit dem Kassenbestand verglichen wird.

2. Die geschäftlichen Einnahmen werden nochmals für sich gebucht und dabei, unter Beifügung von Datum und Receptzahl sowie Soll- und Ist-Einnahme, zugleich in ihre einzelnen Quellen zerlegt, nach folgendem Schema:

(Monat) Januar (Jahr) 1887.

Datum	Receptzahl	Receptur			Handverkauf			Einnahme		Nachzahlung aus den Vorjahren
		Baar	Conto	Nachzahlung	Baar	Conto	Nachzahlung	Soll	Ist	
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11

3. Als Beläge oder als Beweismittel für die Richtigkeit dieser, hier der Kürze wegen mit den laufenden Nummern 1—11 bezeichneten Positionen dienen:

a) Das Einnahme- und Ausgabebuch (A, 1), welches in der Einnahme-Colonne unter gleichem Datum die Position 10, und falls Nachzahlungen aus den Vorjahren stattgefunden haben, die Summe von Position 10 und 11 angiebt.

b) Das als Geschäftspertinenz zu betrachtende Recept-Journal, welches nach folgendem Schema eingerichtet ist:

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0224-2

Datum	Laufende Nr. des Receptes	Name des Patienten	Copie des Receptes	Name des Arztes	Preis	Geleistete Zahlung
α	β	γ	δ	ε	ζ	η

Die Positionen α, β entsprechen den obigen Positionen 1, 2, während sich aus der täglichen Summa, bezw. Differenz der Positionen ζ und η die obigen Positionen 3 und 4 ergeben oder berechnen. ζ und η werden täglich controllirt, um festzustellen, ob für alle Posten, welche nicht als bezahlt gebucht sind, Beläge vorhanden, oder ob etwa umgekehrt für bezahlte Posten Beläge zurückgeblieben und ob sie in diesem Fall mit Zahlungsvermerk versehen sind. — Alle nicht bezahlten Posten, auch die aus dem Handverkauf stammenden, werden in das Contobuch (s. unten sub d) eingetragen; die täglichen Notirungen desselben stimmen in ihrer Summa mit der Summa der obigen Positionen 4 und 7, oder mit dem Receptur- und Handverkaufs-Conto, überein. Ueber das Copiren der Recepte vgl. unten S. 207.

c) Die in der Officin verwahrten Recepte, Receptbücher und Bestellzettel, sowie die von dem Geschäftspersonal gemachten Notizen über die dem Publikum auf mündliche Bestellung creditirten Waarenbezüge; letztere, wenn nicht gerade sonstige, schriftliche Beläge von demselben Tage vorliegen, werden in ein besonderes Buch eingetragen, was viel weniger Zeit erfordert, daher auch weniger leicht vergessen wird, als die jedesmalige Anlage eines besonderen Zettels. — Die sub c erwähnten Beläge in ihrer Gesammtheit erweisen die Richtigkeit der Positionen 4 und 7, auf die einzelnen Schuldner vertheilt.

d) Das Contobuch. Jeder einzelne Creditposten, wie er sich vorstehend aus c ergiebt, wird in chronologischer Ordnung und unter Hinweis auf die entsprechenden laufenden Nummern des Receptjournals der Regel nach täglich in ein besonderes Contobuch eingetragen, und bei erfolgender Zahlung, eventuell nach Uebertragung auf das Conto der einzelnen Schuldner, unter einer bezüglichen Bemerkung („bezahlt", „übertragen") mit Beifügung des Datums, wieder gelöscht.

Nach diesen Eintragungen wird für jeden Schuldner ein besonderer Contozettel angelegt, der am Kopf den Namen des Schuldners trägt, darunter in ganz von selbst sich ergebender chronologischer Ordnung und in kürzester Bezeichnungsweise (z. B. 705 — als laufende Nummer des Receptes —, Senf, Thee, Carbol u. dgl.) Art und Preis des creditirten Gegenstandes. Die Zettel kommen in genau alphabetischer Ordnung in eine verschliessbare Receptmappe, welche durch 20—24 Blätter von Pappe in ebenso viele, den einzelnen Buchstaben entsprechende Abtheilungen zerlegt ist, und in der sich bequem 1000—1500 solcher einzelnen Blätter, nach Bedarf auch mehr, unterbringen, auch äusserst rasch einzeln herausfinden lassen.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0225-8

Contobuch und Contozettel bleiben in persönlicher Verwahrung des Geschäftsvorstandes. Sie dienen als Belag für die Creditpositionen 4, 7, wie für die Debetpositionen 5, 8, 11; sie gewähren eine äusserst schätzbare und bequeme Controlle über jeden gewährten Credit, jede Ab- und Nachzahlung, etwa verabsäumte Buchung oder Streichung bezahlter Forderungen, und lassen etwaige Verluste von Belägen nicht unbemerkt geschehen. Da die Beläge bei der Bezahlung regelmässig zurückgegeben, oder aber mit Zahlungsvermerk versehen, oder vernichtet werden, so ergiebt sich bei dem, regelmässig nach Monatsschluss stattfindenden Vergleich der Contozettel mit den Belägen sofort, ob eine Nachzahlung (s. sub e) nicht gebucht, der Belag für einen bezahlten Posten nicht gelöscht oder vernichtet, oder der Belag für einen unbezahlten abhanden gekommen ist. — Wer sein Geschäft ohne fremde Hülfe führt, bedarf natürlich nicht dieses Controllverfahrens.

e) Das in der Officin befindliche, äusserst wichtige Buch für sämmtliche Nachzahlungen, welche sich auf bereits gebuchte Beträge beziehen, mögen sie erst vom vorhergehenden Tage, aus einer früheren Zeit des laufenden Monats und Jahres, oder aus den Vorjahren stammen. Aus diesem Buch findet die regelmässige tägliche Uebertragung in Contobuch und Contozettel (d) statt; insonders dient es als Belag für die Positionen 5, 8 und 11. Seine genaue Führung ist von der grössten Bedeutung für das ganze Rechnungswesen und für das Urtheil des Publikums über die Reellität des Geschäftes.

f) Durch Rechnung ergeben sich schliesslich die Positionen 6 und 9:

Position 6, der baare Handverkauf, ist $= 10 - (3 + 5 + 8)$.
Position 9, die Soll-Einnahme, ist $= 3 + 4 + 6 + 7$.
Position 10, die Ist-Einnahme, ist $= 3 + 5 + 6 + 8$.

Sie muss, wie schon unter a angegeben, mit dem Einnahme- und Ausgabebuch übereinstimmen.

Position 11 gehört, als auf die Vorjahre bezüglich, nicht in die Rechnung des laufenden Jahres, ist aber hier mit angeführt, damit nicht dahin gehörige Posten übersehen und dann irrthümlich dem baaren Handverkauf, Position 6, zugerechnet werden.

g) Die Differenz von 9 und 10 für das ganze Rechnungsjahr soll mit der Summe der am Schluss der gleichnamigen Periode unbezahlt gebliebenen Posten übereinstimmen. Gewöhnlich wird sich hierbei ein kleines Manco ergeben, welches von den Abzügen herrührt, die für leer zurückgebrachte Gefässe, Rabattbewilligungen und unter sonstigen Titeln und Vorwänden gemacht werden und die wegen ihres geringen Einzelbetrages nicht Jeder zu buchen pflegt. Erreicht die Differenz aber einen nennenswerthen Betrag, so versäume man nicht, ihren Ursachen nachzuforschen.

Die gesammten Einnahmen, geschäftliche wie aussergeschäftliche, werden allmonatlich, nach Titeln übersichtlich geordnet, in das Haupt-Cassabuch übertragen. Dieses lautet etwa wie folgt:

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0226-3 DFG

Einnahmen und Ausgaben im Jahr 1887.

Titel der Einnahmen	Januar	Februar	März	April	Mai	Juni	Juli	August	September	October	November	December	Summa
Vortrag	691 35	1380 84	2884 37	2223 49									
Baare Geschäfts-Einnahmen	2070 03	1841 87	2033 68										
Nachzahlungen aus dem Jahre 1887	121 34	154 35	128 86										
Nachzahlungen aus dem Jahre 1886	59 99	8 60	12 45										
Nachzahlungen bis zum Jahre 1885	50 —		30										
Rückzahlungen	200 —		150										
Vorschüsse und Darlehen													
Miethe		687 50											
Gutachten und Untersuchungen		8 —											
Reisekosten und Diäten													
Litterarische Arbeiten		36 20											
Zinsen für Darlehen u. Werthpapiere	46 —	18 75											
Dividende für Feuer- und Lebensversicherung													
Diversa, als:													
Verkauf alter Materialien													
Verkauf von Werthpapieren													
etc.													
Summa der Einnahmen	3238 71	4136 11	5239 36										
Ausgaben laut umstehender Specification	1857 87	1251 74	3015 87										
Bleibt Vortrag	1380 84	2884 37	2223 49										

Hier haben wir auf einem Blatte nach ihren verschiedenen Titeln, die man ja noch beliebig vermehren kann, alle Einnahmequellen für das ganze Jahr klar und übersichtlich zusammengestellt; wir können mit einem Blick die geschäftlichen und aussergeschäftlichen Posten, über deren Grenzen ja so verschiedene Ansichten bestehen, von einander trennen; wir haben die während derselben Zeiträume entstandenen Ausgaben summarisch zur Hand, ziehen sie von den Einnahmen ab und erhalten so die Abschlüsse für jeden einzelnen Monat, in der letzten Colonne für das ganze Jahr, die wieder mit den summarischen Posten und Abschlüssen des Einnahme- und Ausgabebuches übereinstimmen, so dass immer das eine durch das andere controllirt wird.

Einige Blätter am Ende des Haupt-Cassa-Buches werden zur Wiederholung des obigen Schema benutzt, mit dem Unterschiede, dass man an Stelle der Monatsnamen Jahreszahlen setzt, nach Ablauf von 10 Jahren die Quersummen durch 10 dividirt, und die so erhaltenen Durchschnittsposten des abgelaufenen Jahrzehnts zu bequemem Vergleich dem folgenden Jahrzehnt in der ersten Colonne voranträgt.

Was das oben erwähnte Copiren der Recepte in ein ausschliesslich dazu bestimmtes Buch betrifft, so ist es an manchen Orten allgemein, an anderen gar nicht üblich, während man an noch anderen ausschliesslich die bei Empfang der Arznei sofort bezahlten Recepte zu copiren pflegt.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0227-9

Nach eigener Kenntniss aller drei Methoden geben wir dem durchgängigen Copiren sämmtlicher Recepte den Vorzug. Von den vielen dafür sprechenden Gründen sei nur angeführt, dass man sich weit weniger leicht irren wird, wenn man ein Recept abschreibt, als wenn man es nur liest; dass man auch nach Rückgabe des Receptes die Verordnung durchsehen und die Arznei auf's Neue anfertigen kann, auch wenn das Recept nicht zurückgebracht wird oder verloren gegangen ist; dass das Receptbuch einen vortrefflichen Nachweis über Art und Umfang der Receptur bildet; dass daraus Recepte, die dem Publikum oder durch irgend welchen Unfall dem Apotheker abhanden gekommen oder beschädigt und verstümmelt worden sind, ersetzt werden können u. a. m. — Allerdings hat man sich auf das Aeusserste zu hüten, beim Copiren selbst einen Fehler zu begehen. Ausgeschlossen wäre ein jeder Fehler durch ein rein mechanisches Verfahren, namentlich durch die Copirpresse; aber abgesehen davon, dass ihre Benutzung sehr oft durch Mangel an Zeit ausgeschlossen sein möchte, giebt nicht jede Tinte Abdrücke, besonders nicht wiederholte; und auf trocknem Wege, z. B. durch Bleistift erzeugte Niederschriften lassen sich in dieser Art gar nicht copiren. Es wäre zu erwägen, ob mit Hülfe der Photographie hinreichend rasch, deutlich und billig Copieen herzustellen wären. Sie würden, gleich den durch die Copirpresse gewonnenen, den grossen Vorzug der Unfehlbarkeit haben, die Eigenart des ordinirenden Arztes wiedergeben, und gelegentlich zu äusserst wichtigen Beweismitteln werden können. So lange man freilich des vollen Tageslichtes oder einer kostspieligen künstlichen Beleuchtung zu photographischen Aufnahmen bedarf, würde man die Recepte oft tagelang zurückhalten müssen, um sie in dieser Weise billig zu reproduciren. Vielleicht führt der Hinweis auf die Nützlichkeit eines solchen Verfahrens dereinst zu einer brauchbaren Erfindung.

B. Ausgabe.

1. Die gesammten Ausgaben, geschäftliche wie aussergeschäftliche, werden, der Regel nach täglich und unmittelbar bei Entnahme des baaren Betrages aus der Kasse, unter ihren zuständigen Titeln in die Ausgabe-Colonne des Einnahme- und Ausgabe-Buches (A, 1) eingetragen.

2. Eine nochmalige besondere Buchung der geschäftlichen Ausgaben, etwa in übersichtlicher Verbindung mit den aussergeschäftlichen, nach folgendem Schema:

Datum	Titel der Ausgaben	Geschäfts-Ausgaben:			Wirthschafts-Ausgaben	Privat-Ausgaben	Summa
		Waaren	Laufende Bedürfnisse	Inventarium			

ist nach mehrjähriger sorgfältiger Führung wieder aufgegeben worden. Die Anzahl der Colonnen, auch wenn man sie auf das Doppelte vermehrt,

bleibt zu klein, um vielfach wünschenswerthe, augenblickliche Auskunft über specielle Ausgabetitel zu gewähren; und es kann, wenn man sich nicht einer besonderen, verschiebbaren, mit den Titelköpfen versehenen Schablone als Hülfsmittel beim Eintragen der einzelnen Posten bedient, gar zu leicht vorkommen, dass man sie hier und da in falsche Colonnen bringt, was, wenn es übersehen wird, zu falschen Resultaten führt, wenn es bemerkt wird, verdriessliche Berichtigungen nöthig macht.

Weit besser geschieht die Sonderung der geschäftlichen und aussergeschäftlichen Ausgaben in analoger Weise wie die der Einnahmen (S. 207) bei der allmonatlichen Uebertragung in das Haupt-Cassabuch, und nach demselben Schema:

Ausgaben im Jahr 1887.

Titel der Ausgaben	Januar		Februar		März		April	Mai	Juni	Juli	August	September	October	November	December	Summa
Geschäftliche Ausgaben:																
Gehalt und Lohn	200	—	200	—	245	—										
Heizung und Beleuchtung	107	—	23	26	108	78										
Steuern und Lasten					86	10										
Waaren	366	16	390	23	1027	24										
etc. etc.	218	35	201	55	608	10										
Aussergeschäftliche Ausgaben:																
Hausgeräthe			3	—	8	50										
Kleidungsstücke			2	20	23	—										
Wirthschaft	250	—	210	—	300	—										
etc. etc.	716	36	221	50	609	15										
Summa der Ausgaben	1857	87	1251	74	3015	87										

Entweder trennt man dabei, wie vorstehend, die geschäftlichen und aussergeschäftlichen Ausgaben gleich räumlich und in sich alphabetisch geordnet, oder man bringt sämmtliche Posten in nur ein gemeinsames Alphabet, was um so weniger bedenklich ist, als eine absolut richtige und genaue Sonderung, namentlich in Bezug auf Wohnung, Heizung, Beleuchtung, Beköstigung, Steuern, Dienstpersonal u. a. m. doch nicht durchführbar ist. — In wie viele Einzelposten man die Ausgaben zerlegen will, ist ganz dem eigenen Ermessen überlassen; eine zu knappe Zahl kann gelegentlich zu weiteren, dann immer etwas umständlichen Trennungen Anlass geben; eine weiter gegriffene verursacht keine oder höchstens eine ganz verschwindende Mehrarbeit; nur der Uebersichtlichkeit wegen ist es wünschenswerth, sämmtliche Ausgabetitel auf einer einzigen (Doppel-)Seite zu vereinigen, was bei dem gewöhnlich zu dem Haupt-Cassabuch verwendeten Folioformat sehr gut eine Theilung in 50—60 Einzelposten gestattet. — Das folgende kleine Schema giebt in gedrängtester Form eine Uebersicht sämmtlicher geschäftlicher Ausgaben einschliesslich Beköstigung des Personals und der, damals nur aus 2—4 Köpfen bestehenden Familie des Besitzers, während eines neunzehnjährigen Zeitraumes (1856–1874), nach Procenten der wirklichen, rein geschäftlichen Einnahmen:

Ausgaben im Durchschnitt von neunzehn Jahren in Procenten der Einnahmen:

Waaren	35,244
Zinsen	29,379
Wirthschaft	9,490
Gehalt und Lohn	5,255
Heizung und Beleuchtung	2,407
Instrumente und Utensilien	1,938
Steuern und Lasten	1,324
Feuerversicherung und Schornsteinfeger	0,477
Drucksachen, Papier und Schreibmaterialien	0,272
	85,786

Die überschiessenden 14,214% bilden den erzielten Reingewinn, der wesentlich zur Bestreitung der in Vorstehendem noch nicht gedeckten Lebensbedürfnisse und zu allmähligen Abzahlungen des Anlagekapitals dient. In neuerer Zeit hat sich der Procentsatz der erheblichsten Ausgaben wohl ziemlich allgemein verschoben, indem die Waaren und der Zinsfuss billiger, die Wirthschaftsführung, Gehälter und Löhne theurer geworden sind. Auch sind ja selbstverständlich die Preise, zu denen Waaren und Geld, Lebensbedürfnisse und Dienstleistungen aller Art zu beschaffen sind, in verschiedenen Gegenden und Orten nicht gleich. Im grossen Ganzen aber dürfte auch heute noch der alte Satz seine Richtigkeit haben, dass bei einem, zu vernünftigem Preise erkauften, mittleren Geschäft die Waaren- und Geschäftsunkosten rund 50%, die Zinsen des Anlagekapitals rund 30% der wirklichen, rein geschäftlichen Einnahmen absorbiren. Angenommen ist dabei, dass die für das Geschäft und die Wohnung des Besitzers erforderlichen Räumlichkeiten nicht noch besondere Miethskosten verursachen, dass hingegen darüber hinausgehende Räume oder Erträge des Grundstückes als aussergeschäftliche zu betrachten sind, wie sie ja auch beim Kauf als besonderes Object behandelt zu werden pflegen.

3. Als Beläge oder als Beweismittel für die Richtigkeit der in Ausgabe gestellten Posten dienen:

a) das Einnahme- und Ausgabebuch (A. 1) nebst dem in der Officin befindlichen Ausgabebuch für kleine, aus der Tageskasse geleistete Zahlungen;

b) das Facturenbuch, welches in seiner ersten Hälfte die Copieen der Facturen, vielleicht auch der Bestellungen, im zweiten die Conto-Correnten der Lieferanten enthält;

c) die chronologisch und jahrgangsweise geordneten Geschäftsbriefe, welche, als die Originale der sub b erwähnten Facturen, ein eigenes Facturenbuch, welches immerhin das Nachschlagen und die Uebersicht sehr erleichtert, wenigstens theilweise ersetzen können;

d) die chronologisch und jahrgangsweise geordneten Frachtbriefe, Postscheine und Quittungen;

e) die etwa fortlaufend mit ortsansässigen Geschäftsleuten und Hypotheken-Gläubigern geführten Quittungsbücher.

Wirthschafts- und Privatausgaben, soweit sie sich auf Baarkäufe beziehen, für welche Rechnungen und Quittungen nicht ausgestellt zu werden pflegen, können freilich nach ihrer Höhe nicht unanfechtbar

nachgewiesen werden, lassen sich aber, soweit sie als nothwendig und standesgemäss zu betrachten sind, nach ortsüblichen Verhältnissen wenigstens annähernd abschätzen.

Die bereits erwähnte, allmonatliche Uebertragung der Ausgabeposten in das Haupt-Cassabuch gewährt ganz dieselben Vortheile, die schon oben S. 207 hinsichtlich der Einnahmetitel hervorgehoben sind; gleich diesen überträgt man sie schliesslich ebenfalls nach Jahrgängen, um mit Bequemlichkeit das Mittel aus längeren Zeitabschnitten sofort ziehen zu können.

C. Creditverhältnisse.

Sie sind in mehrfacher Hinsicht in's Auge zu fassen, nämlich insoweit sie den Erwerb der Apotheke, die regelmässige Fortführung des Geschäfts und den, von letzterem dem Publikum zu gewährenden Credit betreffen. Eine Vermögensbilanz schliesst sich zweckmässig Jahr für Jahr an.

Die den Erwerb der Apotheke betreffenden Notizen nebst den dazu gehörigen Nachweisen über den Schulden- und Hypothekenstand pflegt man, als nicht für jeden im Hause Verkehrenden zugänglich, in dem gewöhnlich unter Verschluss gehaltenen Haupt-Cassabuch oder in einem eigenen Geheimbuch niederzulegen, wohin auch die Vermögensbilanz gehört.

Der Erwerbspreis ist voll einzutragen, ganz gleichgültig, ob das dazu erforderliche Vermögen ganz oder theilweise eigenes oder geliehenes ist. Die meist nicht unerheblichen Nebenkosten an Stempeln und Gebühren, Besitztitel, unerlässlich nothwendigem Mobiliar, Umschreibung von Hypotheken, Drucksachen und Anzeigen etc., kurz an allen, mit dem Erwerb unmittelbar verbundenen einmaligen Ausgaben schreibt man dem Erwerbspreise als Anlagekapital mit zu. Dasselbe geschieht mit solchen späteren Ausgaben, durch welche eine wirkliche dauernde Mehrung oder wesentliche Verbesserung des unbeweglichen oder nicht als wieder verkäufliche Waare zu betrachtenden Besitzstandes nachweislich herbeigeführt wird. Dagegen kann der blosse Ersatz alter und mehr oder minder entwertheter Gebrauchs- und Einrichtungsgegenstände durch andere, wenn auch werthvollere, als eine Erhöhung des Anlagekapitals nicht füglich gelten. — Diesem Besitzthum stellt man zunächst die darauf verwendeten fremden Gelder gegenüber, in der Reihe geordnet, welche sie im Grund- oder Hypothekenbuche einnehmen, bezw. nach der Zeit, zu welcher sie aufgenommen sind. Jedem Posten fügt man das Wesentlichste der Darlehensbedingungen bei, namentlich den Zinsfuss, die Zinstermine, die Rückzahlungs- und Kündigungsfristen, auch etwaige Bestimmungen darüber, ob letztere beide nur für den Gläubiger oder nur für den Schuldner, oder für beide gleich verbindlich sind. Ob man auch sein eigenes, auf den Erwerb verwendetes Kapital dem Schuldenverzeichniss beifügen will, erscheint von unserem Standpunkte, obwohl es kaufmännisch als selbstverständlich gelten wird, ziemlich gleichgültig, denn es ist ebenso selbstverständlich, dass man Eigenthümer desjenigen Antheiles ist, auf welchem keine sonstigen Verpflichtungen ruhen. Da aber der Werth dieses Antheiles naturgemäss vielfachen Schwankungen unterliegt, hat eine dafür ausgeworfene Ziffer nur eine gewisse historische Bedeutung; in Wirklichkeit kann er ebenso gut viel grösser, wie auch erheblich kleiner

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0231-0

sein. Die Verzinsung des eigenen Vermögens muss natürlich das Geschäft ebenso wie die des fremden tragen. Immer hat man zu berücksichtigen, dass, wenn auch der Besitzer selbst höchst selten eines Einblickes in diese ihm wohlbekannten Verhältnisse bedarf, sie bei einem Besitzwechsel unerlässlich klar gelegt werden müssen, und dass ein solcher Besitzwechsel in zahlreichen Fällen gerade erst dann eintritt, wenn der bisherige Besitzer wegen Erkrankung nicht mehr völlig dispositionsfähig, oder wohl gar verstorben ist. Die dann bei ungeordneter Buchführung entstehenden Weiterungen sind meist sehr zeitraubend, kostspielig und haben den Erben schon oft ungeheure Verluste, besonders im Verkaufspreise, gebracht.

Der Credit, welchen der Apotheker bei seinen regelmässigen Waarenbezügen geniesst, pflegt drei oder sechs Monate zu betragen. Wer es ermöglichen kann, gegen Baarzahlung gleich nach Empfang der Waare zu kaufen, wird davon vielfache Vortheile haben; leider kann es nicht Jeder, weil die Arzneiempfänger ihrerseits mit der Bezahlung sich nicht sehr zu beeilen pflegen. Ueber die Waarenschulden geben die Conto-Correnten des Facturenbuches ordnungsmässigen Aufschluss. Wo sie nicht geführt werden, müssen es an ihrer Stelle die Geschäftsbriefe und Rechnungen thun. Immer, besonders aber im letzteren Fall, ist es gut, ein Buch anzulegen, in welches alle zu leistenden Zahlungen, sie mögen heissen wie sie wollen, chronologisch eingetragen werden, und zwar nach dem Datum ihres Ursprungs, ihrer Fälligkeit und ihrer Erledigung. Man gewinnt dadurch jederzeit einen klaren Ueberblick der noch vorliegenden und der bereits gelösten pekuniären Verpflichtungen.

Wie der von dem Publikum beanspruchte Credit speciell für jeden einzelnen Schuldner zu buchen ist, wurde schon oben sub A, c, d (S. 205) gezeigt. Man bemühe sich, soweit es die Umstände irgend gestatten, diesen Credit auf das geringste Maass zu beschränken. Zumal neue, mit Oertlichkeit und Publikum noch wenig bekannte Besitzer werden von schlechten Zahlern, denen Niemand mehr borgen mag, gern heimgesucht. Man suche auch die Zahlungsfristen, die oft genug noch nach altem Brauch bis „Neujahr“ laufen, wenigstens auf das Halbjahr abzukürzen. Ostern und Michaeli (31. März und 30. September) sind dabei aus vielen wirthschaftlichen Gründen dem Johannis- und Neujahrstermin (30. Juni und 31. December) vorzuziehen; doch muss man sich dabei nach dem Ortsgebrauch richten, besonders wenn man auf die Concurrenz Rücksicht zu nehmen hat. Das Specificiren von Arzneirechnungen, besonders wenn sie zum grossen Theil aus pfennigweise geborgten Handverkaufsartikeln bestehen, sollte man allgemein abzustellen bemüht sein. Man stelle auf vorgedruckten Formularen summarische Rechnungen „laut Belägen“ über das letzte Halbjahr aus, und füge am Fusse in kleinem Druck die Notiz zu: „Auf Verlangen wird specificirte Rechnung ausgestellt“; diese Notiz kann man erfahrungsmässig bald weglassen, weil nur Wenige darauf Bezug zu nehmen pflegen. Durch kurze, gemeinschaftliche Bekanntmachungen der durch ihre örtliche Lage concurrirenden Apotheker lassen sich manche Uebelstände und Missbräuche abstellen; uns wenigstens ist es schon vor einem Vierteljahrhundert in dieser Weise gelungen, die althergebrachten massenhaften Weihnachtsgeschenke, das ganzjährige Creditiren, die Rabattbewilligungen, die Trinkgelder, den Zwei- und Dreipfennig-Verkauf u. a. m. zu beseitigen; freilich muss Einer dem Andern sein redlich erworbenes Brot gönnen, nicht seinen eigenen

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0232-6

Kundenkreis auf Kosten der Nachbarn oder ganzer grosser Bezirke zu erweitern suchen, wofür es leider an Beispielen nicht fehlt.

Die in streng alphabetischer Ordnung aufbewahrten und in sich wieder chronologisch geordneten Beläge werden halbjährlich oder in ortsüblichen Fristen für jeden Einzelschuldner genau summirt, Summa und Datum deutlich auf die Rückseite des letzten Blattes vermerkt, und unter laufender Nummer nach streng alphabetischer Ordnung der Schuldner, deren Namen die etwa nöthigen Angaben des Standes, der Wohnung, der Vornamen und sonstigen Unterscheidungsmittel gleich beizufügen sind, die Eintragung in das gewöhnlich sog. Jahres-Rechnungsbuch bewirkt, welches zweckmässig nach folgendem Schema liniirt ist:

Laufende Nr.	Name, Stand, Wohnung der Schuldner	— 1885	1886	1887		Zahlung		Bemerkungen	Verlustliste
1.	Anton Carl, Prof. 10/1.			25	40	25	40		

Man findet hier auf einen Blick die säumigen Schuldner heraus. Die beispielsweise aus dem Jahr 1885 herrührenden Beträge müssen vor Schluss des Jahres 1887 eingeklagt sein, wenn man sich nicht dem Einwand der Verjährung aussetzen will. Ob von der Klage ein Erfolg zu erwarten ist, muss man bei den jetzigen hohen Gerichtskosten vorher im Einzelfall erwägen; oft stellt sich durchschnittlich die Sache so, dass man gar nichts bekommt, wenn man nicht klagt, und dass man vielleicht die Hälfte der Forderungen rettet, wenn man Klage erhebt. Was man in dieser Hinsicht gethan und was man sonst etwa über den einzelnen Schuldner zu notiren hat, kommt in die Rubrik „Bemerkungen". Aussichtslose Posten stellt man vor Anlegung jedes neuen Schuldnerverzeichnisses in die „Verlustliste" und trägt sie demgemäss nicht auf's Neue vor. Gewöhnlich suchen die bösen Schuldner nach wiederholt fruchtlosem Mahnen anderswo ihren Credit zu erproben, und kommen dann nach einiger Zeit mit alter Dreistigkeit wieder; die Verlustliste lehrt, was man von ihnen zu erwarten hat.

Die Vermögensbilanz ist aus den Abschlüssen, welche das in angegebener Weise geführte Rechnungswesen ergeben hat, leicht aufzustellen. Es treten dabei einige Fragen auf, über die man sich von Anfang an schlüssig zu machen hat, um nicht bald nach der einen, bald nach der anderen Methode zu verfahren; nämlich ob man Grundstück und Gebäude, Geschäftseinrichtung, Waarenlager und Betriebsberechtigung je für sich oder gemeinschaftlich nach dem summarischen Erwerbspreis buchen; ob man diesen letzteren, soweit nicht nach S. 211 eingreifende Werthveränderungen stattgefunden haben, im Einzelnen oder im Ganzen beibehalten, oder ob man daran nach kaufmännischer Weise Zu- und Abschreibungen vornehmen will. Uns scheint es nicht nur am einfachsten, sondern auch am zweckmässigsten, die einmal festgestellten Anfangswerthe, nach Belieben einzeln oder summarisch, gleichmässig beizubehalten, und nur ganz aussergewöhnlichen und erheblichen Aenderungen, wie z. B. Vergrösserung oder Verkleinerung des Grundstückes,

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0233-2

Neubauten, Anlage oder Aufgabe von Neben- und von Concurrenz-Geschäften, in der Bilanz Rechnung zu tragen. Das Waarenlager, dessen Werth 5% des Erwerbspreises selten übersteigen, oft noch viel weniger betragen wird, kann bei regelmässigem Betriebe als dauernd gleichwerthig gelten; wer Spekulationshandel treibt, mag dafür seine getrennte Buchführung halten. Der eigentliche Geldwerth des ganzen Besitzthums kann überhaupt durch diese Buchungen allein nicht festgestellt werden (vgl. unten „Rentabilität") und ist ziffermässig im Grunde nur durch den Verkauf zu ermitteln. — Für einige andere Activposten, die zwar buchmässig ganz genau feststehen, deren Eingang aber erfahrungsmässig niemals ohne Abzüge und Verluste erfolgt, oder die Coursschwankungen unterliegen, wirft man einen Procent- oder Courswerth aus, der bei den Passiven, die man natürlich voll bezahlt, wegfällt, wenn nicht etwa der ungewöhnliche Fall vorliegt, dass man Coursschwankungen unterworfene Papiere als solche geliehen und ebenso zurückzuerstatten hat. Man stellt daher die Rechnung nach dem Nennwerth und nach dem angenommenen Realwerth wie folgt auf:

		Nennwerth		Procent- und Cours-werth	Realwerth		Bemerkungen
1887. 31. December.	Activa:						
	Apotheken-Grundstück und Geschäft	175000	—		175000	—	
	Baarer Kassenbestand . .	728	50		728	50	
	Ausstehende Forderungen:						
	Geschäftliche aus 1887 .	1236	45	95	1174	63	
	„ „ 1886 .	218	20	75	163	65	
	„ bis 1885 .	36	35	50	18	17	
	Aussergeschäftliche . .						
	Fonds:						
	Staatspapiere	8500	—	104,5	8882	50	
	Eisenbahn-Prioritäten .	6500	—	103,75	6743	75	
	Summa	192219	50		192711	20	
	Passiva:						
	Hypothekenschulden an:						
	A	60000	—		60000	—	
	B	40000	—		40000	—	
	C	30000	—		30000	—	
	Sonstige Darlehen von:						
	D	7500	—		7500	—	
	Waarenschulden	525	10		525	10	
	Summa	138025	10		138025	10	
	Bilanz.						
	Activa				192711	20	
	Passiva				138025	10	
	Vermögen den 31. Dec. 1887				54686	10	

(Namens-Unterschrift.)

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0234-7

Der Werth der Privat-Einrichtung ist hier nicht mit aufgenommen, weil sie mit dem Geschäft nichts zu thun hat und auf seine Abschätzung ohne Einfluss ist.

D. Rentabilität.

Schon oben (S. 210) wurde erwähnt, dass bei einem, zu vernünftigem Preise (einschliesslich Grundstück) erkauften, mittleren Geschäft die Waaren- und Geschäfts-Unkosten rund 50%, die Zinsen des Anlagekapitals rund 30% der wirklichen Geschäfts-Einnahmen absorbiren. Zu ersterer, auf langjähriger Erfahrung zahlreicher Fachgenossen beruhender Angabe sei bemerkt, dass sich für gleichen Umsatz der Waarenverbrauch relativ geringer stellt, wenn die Receptur, höher, wenn der Handverkauf überwiegt; dass hingegen auch die für die Receptur erforderlichen Arbeitskräfte kostspieliger als die für den Handverkauf ausreichenden sind, hierdurch also ein gewisser Ausgleich eintritt. Die zweite Angabe beruht auf der Voraussetzung, dass der Erwerbspreis das Sechs- bis Siebenfache des Umsatzes betrage und der Zinsfuss sich innerhalb der Grenzen von 5—4% bewege. Schon vor hundert Jahren, wie jüngst College Peters in seinen interessanten Berichten „aus pharmazeutischer Vorzeit“ S. 85 und 86 durch eine Denkschrift des Nürnberger Apothekercollegiums nachweist, galt der sechs- bis siebenfache Preis des Jahresumsatzes als üblicher Erwerbspreis einer Apotheke, und im grossen Ganzen ist er es auch heute noch, wo man in den Fachkreisen viel genauer zu rechnen gelernt hat, geblieben. Bisweilen sinkt er bei kleinen, schwer verkäuflichen Geschäften auf das Fünffache, wie er andererseits bisweilen auf das Zehnfache und mehr getrieben wird, wenn besondere Gründe für den Käufer vorliegen, ein ganz bestimmtes Geschäft zu erwerben, von dem sich der Besitzer nur gegen ungewöhnliche Vortheile trennen will. Wer solchen Liebhaberpreis bezahlt und annimmt, muss sich klar darüber sein, dass aus den Geschäftserträgen allein die mit dem Betrieb verbundenen unerlässlichen Ausgaben an Geschäftsunkosten, Zinsen und Lebensunterhalt nicht bestritten, noch viel weniger Ueberschüsse für die Amortisation zurückgelegt werden können. Wer ohne solche ganz besondere Gründe die allergewöhnlichste Vorsicht ausser Acht lässt, soll sich nachträglich nicht beklagen; noch weniger soll man aus solchen Ausnahmefällen, die freilich nur gar zu gern zu Exemplificationen benutzt werden, Schlüsse auf das grosse Ganze ziehen. Concurse und Zwangsverkäufe kommen ja bei den Apotheken Deutschlands immer noch sehr selten vor, und wie wäre das möglich, wenn der Erwerbspreis zu den Erträgen in einem gar so grossen Missverhältnisse stände, wie Viele, gleichfalls schon seit hundert Jahren, behaupten.

Eine viel ventilirte und auch sehr beachtenswerthe Frage ist die, wie man den Gewinn aus Artikeln berechnen soll, die, wenn auch nicht der freien Concurrenz anheimgegeben, so doch der Pharmacie nur aufgedrungen sind, und deren sich gleichwohl ohne staatliches Machtgebot sehr Viele nicht erwehren können; wir meinen die sog. Specialitäten. Wer sie neu einführt, möge sich vor etwaiger Unverkäuflichkeit durch den Vorbehalt der Rücklieferung *in natura* schützen, auch wohl prüfen, ob er durch die Einführung in irgend welcher Weise sein sonstiges Geschäft schädigt. Wer den Specialitäten-Vertrieb als Geschäfts-Pertinenz mit erkaufen soll, möge sich von seinem Umfange ausreichende Kennt-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0235-3

niss verschaffen und nicht übersehen, dass einmal, wie nur zu wünschen, dieser Vertrieb, soweit er in mehr oder minder maskirten Geheimmitteln besteht, sein jähes Ende finden kann. Ueber einen geringen Umsatz an solchen und einigen anderen Artikeln, namentlich natürlichen und künstlichen Mineralwässern, Verbandstoffen u. dgl. kann der Käufer wohl hinweggehen, indem er ihn dem sog. Handverkauf gleich erachtet; übersteigt er aber 6, 8, 10% des Gesammtumsatzes, so wird er besser von dem eigentlichen Medicinalgeschäft getrennt behandelt und nach wesentlich niedrigerem Maassstabe bezahlt.

Weniger zur Veröffentlichung und zur Empfehlung, als zur eigenen Belehrung und um für den Todesfall den nicht sachverständigen Erben einen zuverlässigen Anhalt über den Werth des Geschäftes zu geben, worin ja der Regel nach das ganze Vermögen des Apothekers angelegt ist, haben wir uns bemüht, für fünfundzwanzig auf einander folgende Jahre den alljährlichen Ertragswerth des eigenen Geschäftes festzustellen. Es ist dies nur möglich auf Grund einer geordneten Buchführung; mit ihrer Hülfe aber ist der Ertragswerth sehr leicht zu bestimmen und bietet dann unseres Erachtens die sicherste Basis für die Rentabilität und die Werthbestimmung eines Geschäftes, mögen die Einnahmequellen und die Lasten, wie auch der Zinsfuss sein, welche sie wollen. Ein der wirklichen Praxis entnommenes Beispiel möge das Verfahren erläutern:

I.	Es betrugen:		
	a) die gesammten Jahres-Einnahmen . .	M.	44729. 25.
	b) die gesammten Jahres-Ausgaben . .	„	44700. 67.
II.	In vorgenannten Summen sind enthalten:		
	a) aussergeschäftliche Einnahmen aller Art (genau specificirt) in Summa	M.	16759. 55.
	b) Aussergeschäftliche Ausgaben aller Art (genau specificirt) in Summa	„	25611. 87.
III.	Es betragen mithin:		
	a) die geschäftlichen Einnahmen (I. a — II. a)	M.	27969. 70.
	b) die geschäftlichen Ausgaben (I. b — II. b)	„	19088. 80.
	also der Ueberschuss an geschäftlichen Einnnahmen	M.	8880. 90.
	Diesem Ueberschuss an geschäftlichen Einnahmen treten hinzu:		
	an vermehrtem Baarbestand . .	M.	28. 58.
	„ vermehrten Aussenständen gegen das Vorjahr . .	„	72. 38.
	„ verringerten Waarenschulden (vacant) gegen das Vorjahr . .	„	— —
		M.	100. 96.
	Hingegen kommen davon in Abzug:		
	an verringertem Baarbestand . .		— —
	„ verringerten Aussenständen gegen das Vorjahr . .		— —
	„ vermehrten Waarenschulden (vacant) gegen das Vorjahr . .		— —
	also beträgt der reine Ueberschuss nach Bestreitung aller ordnungsmässigen Geschäfts-Ausgaben	M.	8981. 86.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0236-9

IV. Der wirkliche Ertragswerth des Geschäftes, mit andern Worten die Summe, für welche das Geschäft in dem abgelaufenen Jahre nach Bestreitung aller ordnungsmässigen Geschäftsausgaben die landesüblichen Zinsen aufbrachte, ist hiernach gleich:

dem wirklich während desselben Jahres verzinsten Kapital	M. 98450 —
und dem (durch Multiplication mit 20) kapitalisirten reinen Ueberschuss . . .	„ 179637. 20.
In Summa	M. 278087. 20.

Bezahlt nun Jemand das Geschäft nach diesem Abschluss, abgesehen von den Nebenkosten der Erwerbung, mit vollen 278087 M. 20 Pf., so wird er zwar bei sonst unveränderten Umständen alle für den Geschäftsbetrieb, die Verzinsung (zu 5%) und den nothwendigen Bedarf der Familie [1]) erforderlichen Mittel daraus gewinnen, aber für unvorherzusehende Ausgaben und Verluste, wie zur allmähligen Amortisation des Anlagekapitals wird ihm nichts übrig bleiben (die Zinsen des etwaigen eigenen Vermögens muss das Geschäft natürlich ganz für sich abwerfen). Er muss deshalb billiger anzukommen suchen und wird dann, bei obiger Verzinsung, 5% derjenigen Differenz erübrigen, um welche er beim Kauf den angenommenen Ertragswerth kürzt; z. B. 2500 M. bei einer Reduction um 50000 M.

Es sei gestattet, einige schon vor zehn Jahren über denselben Gegenstand gemachte und auch wohl heut noch gültige Bemerkungen hier kurz zu rekapituliren:

In der Regel wird sich für den jungen Käufer die Sache dadurch günstiger gestalten, dass er noch keine oder wenigstens keine grosse eigene Familie besitzt, und dass er zur Ausnutzung seiner persönlichen Thätigkeit oft besser befähigt ist, als der im Dienst ergraute Vorbesitzer. Auch wird er selten ganz ohne eigene Mittel sein, obwohl sich bemerkenswerther Weise die Pharmaceuten vorzugsweise aus den Familien der vermögenslosen Aerzte, Geistlichen, Lehrer, Beamten rekrutiren. Und so ist es nicht minder bemerkenswerth, dass eine verhältnissmässig sehr grosse Anzahl von Apothekenbesitzern zur Selbstständigkeit gelangt ist, viel weniger mit Hülfe des eigenen geringen Vermögens, als mit Hülfe des persönlichen und des Realcredites, der den Apothekern und den als solid geltenden Apotheken auch heute noch vielfach in höherem Maasse als anderen Gewerben gewährt wird.

Wenn trotzdem nicht jeder Pharmaceut die Selbstständigkeit erreicht,

---

[1]) Wir rechnen diesen hierher als naturgemäss und dem Sinne des Gesetzgebers entsprechend. In einer, die Anlegung von Filial-Apotheken betreffenden preussischen Ministerial-Verfügung vom 7. Februar 1848 heisst es in dieser Beziehung: „Das Geschäft (nämlich die Filiale) muss so viel abwerfen, dass mit der Leitung desselben ein examinirter und vereideter Gehülfe beauftragt werden kann. Sobald der Gewinn so hoch steigt, dass auch nur mit mässigen Ansprüchen während des ganzen Jahres eine Haushaltung dabei bestehen kann, so steht der Ertheilung der Concession zu einer neuen eigenen Apotheken-Anlage nichts weiter im Wege.“ Die Filiale muss also die einzelne Person des Geschäftsvorstandes (der hier ausnahmsweise nicht Besitzer ist), die selbstständige Apotheke den Besitzer und seine Familie (oder Haushaltung) ernähren.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0237-5

so theilt er eben das allgemeine Loos, das nicht jedem Theologen eine Pfarre, nicht jedem Juristen eine Rathsstelle oder Advocatur, nicht jedem Oeconomen ein Rittergut, nicht jedem Arzt eine lohnende Praxis, ja nicht einmal dem fleissigen Tagearbeiter die Sicherheit bietet, dass er an jedem Tage Gelegenheit haben werde, seinen nothdürftigen Lebensunterhalt zu erwerben.

Im Speciellen hat der Käufer ausser den schon erwähnten Gesichtspunkten noch eine grosse Anzahl anderer zu berücksichtigen, soweit ihm bei den seinerseits zu erfüllenden Gegenleistungen eine Auswahl gestattet ist. Dahin gehören Oertlichkeit und lokale Verhältnisse, letztere namentlich auch bezüglich der etwa herrschenden Confessionen und der Schulen; ferner Geschäftsumfang, grössere oder geringere Schwierigkeit und Mühseligkeit des Betriebes, Verhältniss von Receptur und Handverkauf, Anzahl der Aerzte und etwaiger hervorragender Ruf von einzelnen derselben, Stadt- und Landpraxis, Credit- und Rabattverhältnisse, Wohlstand der Bevölkerung, Fremdenverkehr; baulicher Zustand und Einrichtung des Hauses und Geschäftes, Rücksicht auf bestehende oder zu erwartende Concurrenzgeschäfte; persönliche Beziehungen aller Art, soweit ihnen ein nennenswerther Einfluss auf das Geschäft zuzuschreiben ist.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-11289-p0238-1