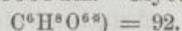


ammonico-ferrosus = $\text{FeOSO}^3\text{AmOSO}^6\text{HO} = 196$. Vgl. Chem. Apothekerb. 1867. S. 538) wird am besten folgendermaassen bereitet. Man verdünnt in einer Porzellanschale 5 Gewth. concentr. Schwefelsäure mit der vierfachen Menge Wasser, giebt 3 Th. Eisenfelle hinzu, lässt so lange auf einander einwirken, schliesslich unter Anwendung äusserer Wärme, als noch Wasserstoffgasentwicklung wahrgenommen wird, giesst dann auf ein Filter und süsst letzteres zu wiederholten Malen mit heissem Wasser aus. Während dem verdünnt man in einer zweiten Schale eine zweite gleiche Portion von derselben Schwefelsäure ebenfalls mit der vierfachen Menge Wasser, fügt kohlen-saures Ammon in Stücken allmählig zu, bis alle Säure neutralisirt ist, erwärmt die Flüssigkeit bis zum Sieden, giebt die Eisenlösung hinzu, lässt, wenn nöthig, noch etwas verdunsten, filtrirt heiss in eine mit warmem Wasser umgebene Schale, worin vorgängig ein wenig verdünnte Schwefelsäure gegeben worden, und stellt dann zum Krystallisiren bei Seite. Die Krystalle werden in einem Trichter gesammelt, mit etwas kaltem destillirten Wasser abgespült und auf Fliesspapier ausgebreitet getrocknet. Die Mutterlauge liefert nach abermaligem Verdunsten und Erkaltenlassen noch mehr Krystalle. — Diese sind wasserhell, von blässerer Farbe als die Eisenvitriolkrystalle und verändern sich, wenn gut getrocknet, weniger leicht als letztere, stehen aber doch dem durch Weingeist gefällten Salze an Beständigkeit nach.

Glycerinum.

(Principium dulce oleorum. Glycerin, Oelsüss, Oelzucker.)



Charakteristische Kennzeichen.

Farb- und geruchlose Flüssigkeit von dicker Syrupconsistenz und reinem süsslichen Geschmack, ohne Wirkung auf den polarisirten Lichtstrahl (daher auch das Polarisationsinstrument zur Erkennung zugemischten Zuckersyrups benutzt werden kann), siedet bei 290°C ., verdampft aber schon merkbar bei 110°C . Auf Platinblech geträpelt und über der Weingeist- oder Gasflamme allmählig erhitzt, verdampft das Präparat in dicken weissen Dämpfen, welche an der Flamme leicht Feuer fangen, und es bleibt auf dem Platinbleche nichts oder doch nur ein sehr geringer kohligter Ueberzug, welcher bei fortgesetztem Glühen verschwindet. Es ist mit Wasser, Weingeist, Aetherweingeist in jedem Verhältnisse mischbar, nicht aber mit reinem Aether und Chloroform. Mit reiner concentrirter Schwefelsäure in einem Reagircylinder zusammengebracht erleidet es keine Schwärzung und auch dann nicht, wenn der Cylinder eine kurze Weile in heisses Wasser getaucht wird.

*) Das spec. Gew. solchen Glycerins ist 1,267 bei 15°C . und verglichen mit Wasser von gleicher Temperatur. Bei einem spec. Gew. = 1,23, nach Ph. Germ., Helv., und Russ., enthält es noch gegen 10% austreibbares Wasser. Ph. Austr. fordert ein spec. Gew. = 1,25, ebenso Ph. Brit.

Prüfung.

a. Wärme: man giebt etwa 1 Grmm. von dem Präparate in ein dünnes Porzellanschälchen oder kleinen Porzellantiegel, erwärmt allmählig über der Lampe mit doppeltem Luftzuge und steigert die Hitze zuletzt bis zum Glühen — das Glycerin verdampft in dicken weissen Dämpfen und hinterlässt einen kaum wahrnehmbaren kohligen Rückstand (ein reichlicher poröser kohligter Rückstand würde auf eine zuckerige oder gummige Beimengung hinweisen). Wird der etwaige Rückstand zunächst mit einigen Tropfen reinen Wassers befeuchtet und ein Streifen rothen Lackmuspapiers damit in Berührung gebracht, so darf dieses nicht gebläuet werden (Abwesenheit organischsaurer Alkalisalze). Man giebt nun ein wenig verdünnte Essigsäure zu dem wässerigen Rückstand, erwärmt gelinde, verdünnt nochmals mit etwas Wasser, filtrirt, wenn nöthig, und prüft mit einigen Tropfen aufgelösten oxalsäuren Ammons — es darf keine Trübung eintreten (Abwesenheit von Kalk).

b. Reagenspapier: man verdünnt in einem Reagircylinder einige Gramme von dem Präparate mit der doppelten Menge Wassers und prüft die Lösung mit blauem und mit rothem Lackmuspapier — es darf weder eine saure noch eine alkalische Reaction sich zeigen.

Das Nichtgeröthetwerden des blauen Lackmuspapiers bei der vorhergehenden Prüfung schliesst allerdings das Vorhandensein freier Säure aus, nicht aber gebundener. Um nun, sowohl wenn eine saure Reaction eingetreten, als auch, wenn eine solche nicht stattgefunden, nach beiden Richtungen hin und auch über die Art der vorhandenen Säure oder des Salzes, wenn solches wünschenswerth, Auskunft zu erhalten, kann man noch nachstehende specielle Prüfungen vornehmen.

α) Prüfung auf Schwefelsäure, Salzsäure und Kleesäure: man vertheilt die im Vorhergehenden gewonnene wässrige Lösung in drei Reagircylinder, versetzt die eine Probe nach vorgängiger Ansäuerung mit wenig reiner Salpetersäure mit Chlorbaryumlösung, die zweite ebenfalls in gleicher Weise mit Höllesteinlösung, die dritte endlich nach vorgängiger Ansäuerung mit einigen Tropfen reiner Essigsäure mit einer Auflösung von essigsäurem Kalk — in keinem Falle darf auch nach längerer Zeit eine weisse Trübung stattfinden.

β) Prüfung auf Salpetersäure: Man giebt in ein Kelchglas etwa 5 C. C. schwefelsäurehaltige Stärkelösung (vgl. S. 82), darauf einige Tropfen von einer verdünnten Lösung (1:20) von reinem Jodkalium, endlich nahehin ein gleiches Volum von dem betreffenden Glycerin, rührt mit einem Glasstabe wohl um und senkt nun in die ungefärbt gebliebene Mischung einen Streifen blanken Zinkblechs — bei Anwesenheit auch der kleinsten Spur von Salpetersäure oder einem Salpetersäuresalze tritt von den Rändern des Zinkstreifens aus eine blaue Färbung ein. Gegenfalls zeigt sich nichts dergleichen.

γ) Prüfung auf Buttersäure: man giebt in einen Reagircylinder etwas von einer Mischung aus gleichviel reinem höchstrectificirten Weingeiste und reiner conc. Schwefelsäure, darauf ein mehrfaches Volum von dem fraglichen Glycerin, schüttelt, taucht den Cylinder in heisses Wasser und lässt eine Zeit lang darin verweilen — bei Anwesenheit von Buttersäure oder überhaupt einer flüchtigen fetten Säure wird sehr bald der charakteristische Geruch nach Fruchtäther bemerkbar (H. Perutz).

c. Schwefelwasserstoffwasser: man giesst einen weiten Reagircylinder zur Hälfte mit gutem Schwefelwasserstoffwasser voll, giebt dazu dem Volum nach $\frac{1}{4}$ — $\frac{1}{3}$ soviel von dem Glycerin und schüttelt — es darf keinerlei Trübung oder Färbung eintreten, welche auf Metallgehalt (z. B. Blei) hinweisen würde.

d. Weingeist: man übergiesst in einem Reagircylinder einige Gramme von dem Präparate mit dem 4—6fachen Volum stärksten Weingeistes und schüttelt gut untereinander — die Mischung darf nach einiger Zeit nicht trübe erscheinen und noch weniger weisse gallertartige Flocken absondern (Gummi, sogenannter flüssiger Leim). — Ist die Mischung klar geblieben, so giebt man nachträglich einen Tropfen dreifach-gewässerter Schwefelsäure hinzu, schüttelt und stellt das Gemisch ruhig bei Seite — es darf auch nach längerer Zeit weder Trübung noch Fällung sich einstellen, welche gegenfalls auf das Vorhandensein von Kalksalzen hinweisen würde.

e. Aetzkali: man versetzt in einem Reagircylinder einige Grmm. von dem Präparate mit dem gleichen Volum einer mit gleichviel Wasser verdünnten reinen Aetzkalilösung, giebt einen Tropfen Kupfervitriollösung hinzu, schüttelt und erwärmt durch Eintauchen des Cylinders in heisses Wasser — es darf auch nach längerer Zeit weder Bräunung noch Ausschei-

Prüfung auf
Säuren,

Blei,

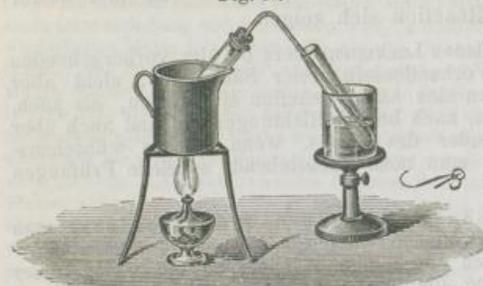
Gummi
und

Zucker.

Prüfung auf Ammoniak.

Fig. 18.

Mit diesem Versuche kann auch gleichzeitig die Prüfung auf Ammon (wenn das betreffende Glycerin ursprünglich sauer reagirte und zur Beseitigung dieser Reaction mit Salmiakgeist neutralisirt wurde) verbunden werden. Zu diesem Behufe benutzt man den in Figur 18 dargestellten Apparat; in der Vorlage ist ein wenig Wasser vorgeschlagen. Nach einer Zeit lang unterhaltener Erwärmung wird der Inhalt der Vorlage in zweckmässiger Weise (rothes Lackmuspapier, verdünnte salpetersaure Quecksilberoxydullösung, Nessler's Reagens (vgl. unter Hydrargyrum iodatum rubrum) auf Ammoniak geprüft.



Die vorstehenden Verhältnisse gelten in ihrer Gesamtheit nur vom vollkommen reinen Glycerin. Solches Glycerin ist z. B. das unter dem Namen *Price's patentirtes Glycerin*, durch Zerlegung von Palmöl mittelst überhitzter Wasserdämpfe gewonnen, gegenwärtig im Handel vorkommende Präparat. Nur solches reines Glycerin ist für die arzneiliche Anwendung geeignet. Glycerin findet aber auch in der Technik und Industrie vielfältige Verwendung und kommt zu solchen Zwecken, welche eine absolute Reinheit nicht erfordern, zu verhältnissmässig sehr niedrigen Preisen im Handel vor. Diese Glycerine sind mehrentheils mehr oder weniger von geringer Consistenz und niederem spec. Gewichte*), etwas gefärbt, selten vollkommen geruchlos und röthen durch einen Gehalt an flüchtigen, fetten Säuren Lackmuspapier, geben auch mit stärkstem Weingeist keine vollkommene Mischung. Diese Mängel, welche in den meisten Fällen die technische Verwendung des Glycerins wenig oder gar nicht beeinträchtigen, hängen mit dessen Gewinnungsweise zusammen und werden durch die unvollständige Reinigung, um Kosten zu sparen, bedingt. Ausserdem finden sich aber auch Glycerine im Handel vor, welche absichtlich verfälscht sind, so besonders mit Gummischleim, unkrystallisbarem Zucker (Glycose), flüssigem Leim, concentrirter Chlorcalciumlösung. Zur Erkennung solcher Zummischungen dienen die unter a., d., e. angegebenen Prüfungen und ebenso auch das Verhalten gegen concentrirte Schwefelsäure (vgl. S. 172).

Rohes Glycerin.

*) Beifolgende Tabelle giebt nach Schweickert den Gehalt an Wasserprocenten an, welche Glycerin von beigesetztem specif. Gewicht besitzt. (*Hager's Pharm. Centralhalle. 1868. S. 408.*)

Specif. Gewicht.	Wasser-%						
1,267	0	1,224	13	1,185	26	1,147	39
1,264	1	1,221	14	1,182	27	1,145	40
1,260	2	1,218	15	1,179	28	1,142	41
1,257	3	1,215	16	1,176	29	1,139	42
1,254	4	1,212	17	1,173	30	1,136	43
1,250	5	1,209	18	1,170	31	1,134	44
1,247	6	1,206	19	1,167	32	1,131	45
1,244	7	1,203	20	1,164	33	1,128	46
1,240	8	1,200	21	1,161	34	1,126	47
1,237	9	1,197	22	1,159	35	1,123	48
1,234	10	1,194	23	1,156	36	1,120	49
1,231	11	1,191	24	1,153	37	1,118	50
1,228	12	1,188	25	1,150	38		

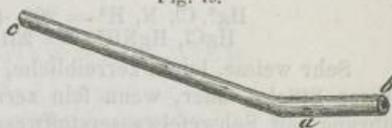
Graphites depuratus. (Gereinigter Graphit.)

Feines, fettig anzuführendes, aus Schüppchen bestehendes, glänzendes, schwarzes Pulver, geruch- und geschmacklos. Wird eine kleine Probe

Erkennung

davon in eine an beiden Enden offene Glasröhre von etwa 2—3“ innerer Weite, welche an einem Ende etwas gebogen ist (Fig. 19) bei a eingebracht und diese Stelle durch eine untergehaltene Weingeist- oder Gasflamme bis zum

Fig. 19.



Glühen erhitzt und dabei längere Zeit erhalten, so dürfen keinerlei sichtbare oder durch den Geruch wahrnehmbare Dämpfe auftreten, auch kein Sublimat im kälteren Theile der Röhre sich absetzen. Wird dann nach dem negativen Erfolge dieses Versuchs die Probe auf ein Platinblech ausgeschüttet und weiter und stärker erhitzt, so muss dieselbe ohne erheblichen Rückstand verbrennen. Ausserdem darf gereinigter Graphit beim Auskochen mit Wasser an dieses nichts abtreten, und es muss die abfiltrirte Flüssigkeit somit Reagenspapiere unverändert lassen und beim Verdunsten nichts zurücklassen. Officinelle Salzsäure, der ein wenig Salpetersäure zugefügt worden, damit bis zur Austreibung allen Chlorgeruchs erwärmt, darf ebenfalls nichts daraus aufnehmen, was man daran erkennt, dass die mit wenigem Wasser verdünnte Mischung ein Filtrat liefert, welches farblos oder fast farblos ist, beim Vermischen mit dem mehrfachen Volum guten Schwefelwasserstoffwassers weder bald, noch nach längerer Zeit eine farbige Trübung erleidet und auch bei nachherigem Zusatze von kohlen saurem Natron zu der noch schwefelwasserstoffhaltigen Mischung nicht gefällt wird. Finden alle diese Verhältnisse nicht statt, so ist der fragliche Graphit gar nicht oder nur unvollständig gereinigt und zur arznei-lichen Anwendung ungeeignet, nicht aber zu technischen Zwecken, welche nur sehr selten einen ganz reinen Graphit erfordern.

Die Prüfung eines rohen Graphit auf seinen Werth kann im Allgemeinen am schnellsten durch die Bestimmung seines Gehalts an verbrennlichen Theilen (Kohlenstoff) geschehen, und diese geschieht nach der Angabe von H. Schwarz am einfachsten auf die Weise, dass man eine abgewogene Menge des fraglichen Graphits mit überschüssigem Bleioxyd (gemahlene Bleiglätte) mischt, die Mischung in einen hessischen Tiegel einträgt, diesen gut bedeckt und nun bis zum Schmelzen des Bleioxyds erhitzt. Nach dem Erkalten findet man am Boden des zerschlagenen Tiegels einen Bleikorn, dessen Gewicht man bestimmt. Auf 207 Theile Blei rechnet man 6 Th. reinen Graphit (oder 34,5 Th. Blei auf 1 Th. Kohlenstoff).

und Prüfung.

Hydrargyrum.

(Argentum vivum, Mercurius vivus. Quecksilber.)

Hg = 100.

Flüssiges, silberglänzendes, schweres (13,4) Metall, weisses Papier, worüber es fließt, wenn rein, nicht beschmutzend; in einem Porzellan-tiegel in freier Luft über der Weingeistlampe erhitzt, ohne Rückstand sich verflüchtigt. Wird etwas davon mit verdünnter, eisenoxydulfreier, schwefelsaurer Eisenoxydlösung (gleiche Theile Lösung von 1,33 spec. Gew. und Wasser) eine Zeit lang geschüttelt, die Flüssigkeit dann mit rothem Blutlaugensalz geprüft, so darf nach wie vor keine Bläuung eintreten (Abwesenheit auch geringer Spuren leicht oxydirbarer Metalle).