

Namens, wirklicher Zinnober war und als Nebenproduct bei der Darstellung von Spiessglanzbutter durch Destillation eines innigen Gemenges aus schwarzem Schwefelantimon und Aetzsublimat, und weitere Erhitzung (Sublimation) des Rückstandes gewonnen wurde.

Indicum. (Pigmentum indicum. Indigo.)

Erkennung
und

Wenig dichte, dunkelblaue Massen von mattem erdigen Bruche, oder, wenn gemahlen, feines dunkelblaues Pulver; beim Reiben Kupferglanz zeigend, geruchlos, beim Erhitzen auf einem Metallblech oder in einem dünnen flachen Porzellanschälchen in purpurnen Dämpfen sich theilweise verflüchtigt, zuletzt verbrennend mit Hinterlassung von röthlichweisser Asche. Wird eine kleine Probe von dem Pulver in einem trockenen Reagircylinder mit rauchender Schwefelsäure übergossen und geschüttelt, so wird es zu einer tiefblauen Flüssigkeit gelöst, welche in Wasser getropft diesem die gleiche Farbe ertheilt.

Prüfung

a. Wärme: man giebt in ein tarirtes kleines dünnes flaches Porzellanschälchen 2 Grmm. von dem, zum feinsten Pulver zerriebenen Indigo (das zu zerreibende Material darf nicht von einem einzelnen Stücke, sondern von einer grössern Menge des vermischten Gruses entnommen sein) 2 Grmm. ab, breitet dieses in dem Schälchen aus, stellt dieses durch längere Zeit in einem bis auf 100° C. erwärmten Raume auf und bestimmt den Gewichtsverlust. Dieser entspricht dem Gehalte des lufttrockenen Indigos an hygroskopischer Feuchtigkeit.

Man erhitzt nun das Schälchen über der Gaslampe oder Weingeistlampe mit doppeltem Luftzuge allmählig stärker bis zum Glühen, erhält es dabei, bis der Inhalt vollständig eingäschert ist, lässt dann erkalten und wägt von Neuem. Das Gewicht des Rückstandes entspricht dem Gehalte von 2 Grmm. des lufttrockenen Indigos an mineralischen Theilen, welche bei einigermaßen gutem Indigo nicht 10 % übersteigen sollten.

auf Gyps,

b. Wasser: man übergiesst in einem kleinen Setzkolben etwa 2 Grmm. von dem feingepulverten Indigo mit nahehin der 15fachen Menge Wasser, erwärmt unter zuweiligem Umschütteln bis zum Kochen, lässt dann absetzen und giesst dann die überstehende Flüssigkeit auf ein vorher genässtes Filter. Man vertheilt das klare Filtrat in zwei Reagircylinder und giebt zu dem einen Antheil ein wenig aufgelöstes oxalsaures Ammon, zu dem andern ein wenig aufgelöstes Chlorbaryum — in beiden Fällen darf nur eine unbedeutende Trübung erfolgen (Abwesenheit beigemengten schwefelsauren Kalks).

Eine derartige Verfälschung des Indigos kommt vor und wird auf die Weise erzielt, dass man die unlösliche blaue Gypsmaße, welche bei der Neutralisation der verdünnten schwefelsauren Indigolösung durch mit Wasser zu einer Milch zerührten kohlen-sauren Kalk entsteht, nach Abgiessen der überstehenden blauen Flüssigkeit (indigblaueschwefelsauren Kalk enthaltend) mit gemahlenem Indigo anrührt und das Gemisch dann trocken werden lässt. Solcher verfälschter Indigo hinterlässt auch beim Erhitzen an der Luft eine reichliche Menge Asche, und diese liefert beim Auskochen mit Wasser eine Flüssigkeit, worin ebenfalls in der oben bezeichneten Weise Kalk und Schwefelsäure nachgewiesen werden können.

auf Stärke,

c. Jodlösung: man giebt auf den in dem Kolben zurückgebliebenen Rückstand von Neuem etwas Wasser, ausserdem einige Tropfen officinelle reine Salzsäure, erhitzt abermals bis zum Kochen, lässt absetzen, giesst die überstehende Flüssigkeit auf dasselbe Filter und prüft das Filtrat mit

einem Tropfen Jodlösung — es darf keine Bläuung eintreten, gegenfalls ist die Waare mit Stärkemehl verfälscht.

d. Aetzkalkilösung: der Rückstand in dem Kölbchen wird abermals mit etwas Wasser verdünnt, Aetzkalkilösung bis zur stark alkalischen Reaction hinzugegeben, die Mischung eine Zeit lang unter gelindem Erwärmen, durch Eintauchen des Kölbchens in heisses Wasser, tüchtig geschüttelt, darauf das Ganze auf dasselbe Filter gegeben. Das alkalische Filtrat wird tropfenweise mit Salzsäure bis zur schwachsauren Reaction versetzt und nun ein Tropfen Eisenoxyd- oder Eisenchloridlösung zugefügt — es darf keine Bläuung eintreten, gegenfalls ist der betreffende Indigo mit Berlinerblau verfälscht.

auf Berlinerblau.

Wenn, nachdem die vorstehenden Prüfungen die Abwesenheit grober Verfälschungen ergeben, noch weiter die Güte des fraglichen Indigo, d. h. dessen Reichthum an blauem Farbestoffe (Indigblau) annähernd festgestellt oder verschiedene Sorten desselben in dieser Beziehung mit einander verglichen werden sollen, so kann dies auf verschiedene Weise geschehen.

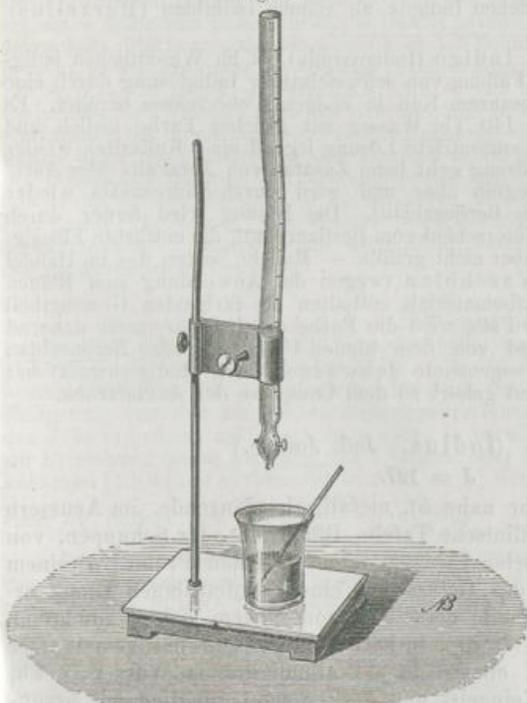
Quantitative Prüfung.

α. Drei Decigramme des wohl ausgetrockneten feinen Pulvers werden mit der doppelten Menge gepulverten schwefelsauren Kalis gemischt, die nochmals gut getrocknete Mischung in ein tarirtes Kölbchen von 70—80 C. C. räumlichem Inhalt, worin bereits $4\frac{1}{2}$ Grmm. reine concentrirteste Schwefelsäure abgewogen worden, geschüttelt, das Ganze durch Umschütteln wohl vermischt, das Gefäss mit einem Korke verschlossen und durch einige Stunden an einem mässig warmen Orte hingestellt.

Nach Verlauf dieser Zeit giebt man soviel Wasser zu, dass das Gewicht des Ganzen das 200fache vom Gewichte des Indigos (also 60 Grmm.) beträgt, schüttelt um und lässt die Flüssigkeit sich klären. Drei Gramme von dieser Lösung müssen 1000 C. C. (1 Liter) Wasser noch eine schöne blaue Farbe ertheilen, so dass diese noch leicht sich wahrnehmen lässt, wenn etwas von der Flüssigkeit auf einen flachen Porzellanteller gegossen wird — gegenfalls gehört der Indigo nicht zu den bessern Sorten, deren Gehalt an Indigblau doch mindestens 70 % beträgt.

β. Man verdünnt 20 Grmm. von der obigen Lösung (1 Decigramm Indigo entsprechend) in einem Literkolben mit Wasser zu 1000 C. C., misst hiervon 100 C. C. ab und fügt von einer titrirten Lösung von übermangansaurem Kali ($\frac{1}{1000}$ Salz enthaltend) aus einer in Zehntel-C. C. getheilten Bürette (Fig. 21) unter Umrühren mit einem Glasstabe solange hinzu, bis die reine blaue Farbe verschwunden und nur noch ein Stich in das Grünlichgelbe sichtbar ist. Reines

Fig. 21.



krystallisirtes Indigblau (Indigotinum crystallisatum) in gleicher Weise behandelt lieferte eine Flüssigkeit, wovon 100 C. C. 41 Zehntel C. C. von der Lösung des

übermangansaurer Kalis zur Erreichung des gleichen Zweckes erforderten. Jemehr also bei Prüfung von rohem Indigo, welche zur Controle mehrmals wiederholt wird, die Zahl der verbrauchten Zehntel C. C. jener Zahl sich nähert, desto reicher an Indigblau ist der geprüfte Indig. Allerdings fällt bei dieser Art der Prüfung, welche zuerst von Fr. Mohr in Vorschlag gebracht worden, das Resultat etwas höher aus als der Wirklichkeit entspricht, weil in dem Indigo ausser Indigblau noch andere Substanzen vorhanden sind, welche wie dieses auf die Uebermangansäure desoxydierend einwirken. Wenn man jedoch mit hinreichender Vorsicht verfährt und mit dem Zutropfen des Reagens einhält, sobald die grünlichgelbe Farbe eingetreten, so ist der Irrthum nicht erheblich, und das Verfahren hat wegen seiner leichten und schnellen Ausführbarkeit für die Praxis grossen Werth.

Indigprobe
von Berze-
lius.

7. Fünf Gramme reinen Aetzkalks (gebrannter Marmor oder gebrannte Austerschaalen) werden in einem Porzellanmörser mit Ausguss mit Wasser (von 1 Liter oder 1000 C. C. entnommen) zu einem dünnen Breie gelöst, darauf 5 Grmm. von dem trockenen fein zerriebenen Indigo eingeührt und das Ganze hierauf mit dem übrigen Wasser in eine etwa 1200 C. C. fassende Flasche sorgfältig eingespült. Man giebt nun noch 10 Grmm. krystallinisches schwefelsaures Eisenoxydul hinzu, verschliesst das Gefäss mit einem gut passenden Stöpsel luftdicht und stellt die Flasche durch mehrere Stunden unter öfterem Umschütteln an einem mässig warmen Orte. Man lässt hierauf erkalten und absetzen und lässt mittelst eines zuvor mit Wasser gefüllten zweischenkeligen Heberrohrs, dessen räumlicher Inhalt bekannt ist, 200 C. C. von der klaren Flüssigkeit in ein Becherglas, an dessen äusserer Seite eben die Höhe bezeichnet ist, bis zu welcher 200 C. C. plus den Inhalt des Hebers reichen, abfliessen, giebt etwas Salzsäure zu und lässt die Luft einwirken, bis der reducirte Indigo sich wieder in Indigblau verwandelt und als solches abgeschieden hat. Es wird auf einem tarirten Filter gesammelt, ausgewaschen, getrocknet und gewogen. Das Gewicht entspricht dem Gehalte von 1 Grmm. des fraglichen Indigos an reinem Indigblau (Berzelius).

Indig-
carmin.

Der sogenannte lösliche Indigo (Indigcarmin) ist im Wesentlichen indigblauschwefelsaures Kali, durch Fällung von schwefelsaurer Indiglösung durch eine concentrirte Lösung von kohlen-saurem Kali in einigem Ueberschuss bereitet. Es ist ein dunkelblaues Pulver in 140 Th. Wasser mit gleicher Farbe löslich und aus solcher Lösung durch eine concentrirte Lösung irgend eines Kalisalzes wieder fällbar. Die blaue Farbe der Lösung geht beim Zusatze von Aetzkali- oder Aetznatronflüssigkeit in schön citrongelb über und wird durch Säurezusatz wieder blau (Unterschied vom löslichen Berlinerblau). Die Lösung wird ferner durch Chlorwasser entfärbt (weiterer Unterschied vom Berlinerblau), die entfärbte Flüssigkeit durch Schwefelwasserstoff aber nicht gefällt. — Manche Sorten des im Handel unter den Namen Neublau, Waschblau (wegen der Anwendung zum Bläuen der Wäsche) vorkommenden Farbematerials enthalten als färbenden Gemengtheil lösliches Indigblau. In solehem Falle wird die Farbe durch Chlorwasser dauernd zerstört (wesentlicher Unterschied von dem blauen Cyaneisen oder Berlinerblau enthaltenden Neublau). — Der sogenannte schwarze Indig (Indigschwarz) hat mit dem Indig nichts gemein und gehört zu dem Complexe der Anilinfarben.

Iodum. (Iodina. Jod. Jodine.)

J = 127.

Charakteri-
stische Kenn-
zeichen.

Schwere (spec. Gew. sehr nahe 5), metallisch glänzende, im Aeussern dem Graphit ähnliche, krystallinische Tafeln, Blättchen oder Schuppen, von eigenthümlichem Geruche; beim Erhitzen einer kleinen Probe in einem Reagircylinder schmelzend, das Gefäss mit einem violettblauen Dunst erfüllend und in dem obern Theile desselben von Neuem sich verdichtend. In reinem Wasser sehr wenig ($\frac{1}{6000}$), in jodwasserstoffsäurehaltigem Wasser (saure wässrige Jodlösung), ebenso in jodkaliumhaltigem Wasser (2 Th. Jodkalium für 1 Th. Jod), Weingeist und Aether sehr reichlich mit braunrother Farbe, in Chloroform mit carminrother, in Schwefelkohlenstoff mit violettrother Farbe löslich. In einer wässrigen Lösung von unterschwefelig-

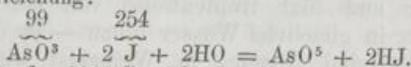
saurem Natron eingetragen, muss es anfangs farblos und ohne allen Rückstand aufgenommen werden — gegenfalls enthält es fremde Einnengungen (z. B. Graphit).

Das nicht raffinierte englische Jod, welches gewöhnlich in festen zusammengepressten Massen im Handel vorkommt, darf nicht unmittelbar zu arzneilichen Zwecken benutzt werden. Es ist unrein und enthält unter andern fast immer Jodeyan, einen sehr giftigen Körper. Man erkennt diese letztere Verunreinigung, wenn man etwa 3–6 Grmm. von dem fein zerriebenen Jod in einem Kölbchen mit etwas Wasser schüttelt, darauf die Flüssigkeit abfiltrirt, das Filtrat mit wässriger schwefeliger Säure bis zur vollständigen Entfärbung versetzt, darauf Eisenvitriollösung, dann etwas Aetzkalilauge und endlich nach vorgängigem Schütteln Salzsäure bis zur sauren Reaction zufügt — wenn Jodeyan vorhanden gewesen war, entsteht in letzter Instanz allmählig ein Niederschlag von Berlinerblau.

Prüfung auf
Jodeyan.

Zur Feststellung des Gehalts rohen Jods an reinem Jod kann eine titrirte Lösung von unterschwefeligsaurer Natron oder an dessen Stelle von Cyanquecksilber benutzt werden. 14 Grmm. unterschwefeligsaurer Natron und ebenso 3,556 Grmm. Cyanquecksilber zu 1000 C. C. Flüssigkeit gelöst, entsprechen 7,17 Grmm. reinen Jods, $\frac{1}{100}$ C. C. folglich = 0,717 Milligrmm. Jod. Bei Ausführung der Prüfung wird 1 Grmm. (= 1000 Milligrmm.) des fraglichen Jods in einem kleinen Setzkolben abgewogen, eine Auflösung von 2 Grmm. Jodkalium in der 10fachen Menge Wasser aufgegossen, durch Umschwenken die Auflösung des Jods bewirkt und die Flüssigkeit schliesslich in einem Halbliterkolben auf 500 C. C. verdünnt. Von dieser Flüssigkeit werden 50 C. C. (100 Milligrmm. Jod enthaltend) in ein Becherglas abgelassen und dazu unter Umrühren mit einem Glasstabe von dem titrirten Reagens aus einer in Zehntel-C. C. graduirten Bürette (Fig. 1 S. 1 oder Fig. 21 S. 191) zugegeben, bis beim Umschütteln oder Umrühren eine schwache gelbliche Färbung bleibt. Die verbrauchte Anzahl von Zehntel-C. C. von dem Reagens mit 0,717 multiplicirt ergibt, in Milligrmm. ausgedrückt, den Gehalt an reinem Jod in 100 Milligrmm. des fraglichen Jods. Hätte man also ein wenig über 139 Zehntel-C. C. von dem Reagens verbraucht, so würde hieraus die absolute Reinheit des fraglichen Jods sich ergeben, denn $139 \times 0,717 = 99,66$. — Jedenfalls wird es gut sein, da hinreichendes Material vorhanden, den Versuch noch ein- oder zweimal zu wiederholen und so die richtige Ausführung zu controliren. — In Ermangelung der genannten titrirten Flüssigkeiten kann die Feststellung des Werthes rohen Jods auch ex tempore mittelst der officinellen Lösung von arsenigsaurem Kali ($\frac{1}{100}$ arsenige Säure enthaltend) geschehen. Arsenige Säure in kohlen-saurer alkalischer Lösung und Jod wandeln sich unter Theilnahme von Wasser wechselseitig um in Arsensäure und Jodwasserstoffsäure, welche beide vom Alkali aufgenommen werden, entsprechend der nachstehenden Gleichung:

Quantitative
Feststellung



folglich sind 99×90 oder 8910 Gewichtstheile von der erwähnten arsenikalischen Flüssigkeit aequiv. 254 Jod oder 35,08 = 1. 50 C. C. der oben erwähnten Jodlösung würden somit, bei absoluter Reinheit des Jods, 3,508 Grmm. oder 3508 Milligrmm. von der alkalischen Arsenigsäurelösung zur vollständigen Absorption des Jods erfordern, um so weniger aber, je unreiner das letztere. Wären daher zur Erreichung dieses Zweckes nur 3 Grmm. oder 3000 Milligrmm. von der arsenikalischen Flüssigkeit verbraucht worden, so ist der Gehalt des betreffenden rohen Jods an reinem Jod $\frac{100 \times 3000}{3508} = 85,5$.

Der Versuch selbst wird ganz wie im Vorhergehenden ausgeführt, nur dass das Reagens nicht von einer abgemessenen, sondern abgewogenen Menge (wozu man sich der Bürette Nr. 1 bedienen kann) entnommen wird.

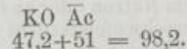
Eine mit Hülfe der doppelten Menge reinen Jodkaliums bewirkte und auf 1000 C. C. verdünnte Lösung von 6,35 Grmm. reinen Jods in Wasser (somit $\frac{1}{20}$ Aeq. entsprechend, dann $\frac{127}{20} = 6,35$), wovon demnach 1 C. C. 6,35 Milligrmm. Jod enthält, wird maassanalytisch zur quantitativen Bestimmung der Blausäure (vgl. S. 30), der schwefeligen Säure (vgl. S. 50), der arsenigen (vgl. Kali-arseniosum) und der antimonigen Säure (Stibio-Kali tartaricum) benutzt. Dass die Lösung zu

Titrirte
Jodlösung
als Reagens.

diesem Behufe mit grösster Sorgfalt bereitet und nachträglich auch deren Richtigkeit constatirt werden muss, ist selbstverständlich. Das letztere geschieht am einfachsten mittelst einer auf 1000 C. C. verdünnten Lösung von 3,15 Grmm. reinem Cyanquecksilber in Wasser, wovon je 1 C. C. oder je 10 C. C. je 1 C. C. oder je 10 C. C. von der Jodlösung absorbiren muss, denn $\frac{126}{\text{HgCy}} + 2 \frac{254}{\text{J}} = \text{HgJ} + \text{CyJ}$, folglich 3,15 = 6,35. Die beiden Producte der Reaction, Jodquecksilber und Jodcyan, bleiben in der wässerigen Flüssigkeit farblos gelöst, das erstere durch Vermittelung des vorhandenen Jodkaliums.

Kali aceticum.

(Acetas kalicus, Terra foliata Tartari. Essigsäures Kali, geblätterte Weinsteinerde.)



Erkennung.

Weisses, schuppig-krystallinisches Salzpulver, an der Luft schnell feucht werdend, in Wasser sehr löslich zu einer neutralen oder doch fast neutralen Flüssigkeit, welche beim Zusatze von Eisenchloridlösung klar bleibt und dunkelroth sich färbt, und worin eine kalt gesättigte Lösung von saurem weinsäuren Natron einen krystallinischen Niederschlag (Weinstein) veranlasst. Wird etwas von dem trockenen Salze in ein Gemisch aus gleichen Gewichtstheilen höchstrectificirten Weingeistes und concentrirter Schwefelsäure eingetragen, und das Gemisch mässig erwärmt, durch Eintauchen des Cylinders in heisses Wasser, so entwickelt sich der bekannte Geruch nach Essigäther (Unterschied vom ameisensäuren Kali, welches unter gleichen Verhältnissen den Geruch nach Ameisenäther giebt).

Prüfung.

a. Wasser: man übergiesst in einem Probircylinder etwa 4 Grmm. von dem Salze mit gleichviel (4 C. C.) destillirtem Wasser und schüttelt — es muss leicht und vollständig sich lösen, und einige Tropfen von dieser Lösung zu wenigem reinen Wasser zugefügt, dürfen diesem weder eine erheblich saure, noch eine alkalische Reaction ertheilen.

b. Weingeist: man giesst etwas höchst rectificirten Weingeist in einen Reagircylinder und fügt tropfenweise von der soeben erwähnten Lösung des Präparats in gleichviel Wasser hinzu — es darf keine Trübung eintreten. Gegenfalls sind fremde, in Weingeist wenig lösliche Salze (schwefelsaures Kali, Chlorkalium) in mehr als zulässiger Menge vorhanden. — Geringe Spuren der genannten Salze, welche jedoch der arzneilichen Anwendung des Präparats keinen Eintrag thun, werden erforderlichen Falls mittelst verdünnter Lösungen von salpetersaurem Baryt und Silberoxyd unter nachträglichem Ansäuern mit reiner Salpetersäure erkannt.

c. Schwefelwasserstoffwasser: man vermischt den übrigen Theil der wässerigen Lösung oder eine neue Portion davon mit dem mehrfachen Volum guten Schwefelwasserstoffwassers — es darf keinerlei Fällung oder Färbung eintreten, welche, die eine wie die andere, auf fremde metallische Verunreinigungen hinweisen würden.

Liquor Kali acetic.

Eine Auflösung von essigsäurem Kali in dem doppelten Gewichte destillirten Wassers und ein specifisches Gewicht = 1,176—1,180 bei 15° C. zeigend ist unter dem Namen Kali aceticum solutum (Liquor Kali acetic) officinell. Es ist eine klare farblose Flüssigkeit, fast geruchlos und neutral, wird durch Eisenchloridlösung roth gefärbt und giebt mit einer kalt gesättigten Lösung von saurem weinsäuren Natron einen weissen krystallinischen Niederschlag. Das Verhalten gegen