

Bestimmung des Schmelzpunktes und des Siedepunktes.

Die Bestimmung des Schmelzpunktes wird nach Angabe des Arzneibuches in einem kleinen, an einem Ende offenen Glasröhrchen von höchstens 1 mm lichter Weite ausgeführt. In dieses bringt man soviel von der fein gepulverten, vorher in einem Exsikkator über Schwefelsäure wenigstens 24 Stunden lang getrockneten Substanz, daß sie nach dem Zusammenrütteln eine 2 bis höchstens 3 mm hoch auf dem Boden des Röhrchens stehende Schicht bildet. Das Röhrchen ist hierauf mit einem geeigneten Thermometer zu verbinden und in ein etwa 30 mm weites Reagensglas zu bringen, in welchem sich die zum Erwärmen dienende Schwefelsäure befindet. Alsdann wird allmählich und unter häufigem Umrühren die Schwefelsäure erwärmt. Derjenige Wärmegrad, bei welchem die undurchsichtige Substanz durchsichtig wird und zu durchsichtigen Tröpfchen zusammenfließt, ist als Schmelzpunkt anzusehen.

Die Bestimmung des Schmelzpunktes der Fette und der fettähnlichen Substanzen wird in einem dünnwandigen, an beiden Enden offenen Glasröhrchen von höchstens 1 mm lichter Weite ausgeführt. In dieses saugt man soviel von dem klar geschmolzenen Fette auf, bis es etwa eine 1 cm hoch auf dem Boden stehende Schicht bildet. Das Röhrchen läßt man 24 Stunden lang bei niedriger Temperatur (etwa 10°) liegen, um das Fett völlig zum Erstarren zu bringen. Erst dann ist das Röhrchen mit einem geeigneten Thermometer zu verbinden, und in ein etwa 30 mm weites Reagensglas zu bringen, in welchem sich das zum Erwärmen dienende Wasser befindet. Das Erwärmen soll allmählich und unter häufigem Umrühren des Wassers geschehen. Der Wärmegrad, bei welchem das Fettsäulchen durchsichtig wird und in die Höhe schnellt, ist als der Schmelzpunkt anzusehen.

Die Bestimmung des Siedepunktes geschieht, indem man die Flüssigkeit in ein kleines Destillationskölbchen mit seitlichem Abflußrohre bringt, in dessen Hals ein Thermometer luftdicht

2 Bestimmung des Schmelzpunktes und des Siedepunktes.

eingefügt ist, so daß das Quecksilbergefäß nicht in die Flüssigkeit taucht, sondern zwischen dieser und der Ansatzstelle des Abflußrohres sich befindet. Nachdem die Destillation einige Minuten gedauert, wird die Temperatur an dem Thermometer abgelesen. Liegt der Siedepunkt der Substanz unter 100° oder wenig darüber, so verbindet man das Abflußrohr mit einem Liebigschen Kühler, siedet die Substanz erheblich über 120° , so ersetzt man den Liebigschen Kühler durch ein Glasrohr von $\frac{1}{2}$ bis $\frac{3}{4}$ m Länge.

Das Arzneibuch schreibt in der Vorrede folgendes zu beachten vor:

1. Wo von Teilen die Rede ist, sind Gewichtsteile gemeint, wenn im Einzelfalle etwas anderes nicht ausdrücklich bestimmt ist.
2. Bei der Angabe der Lösungsverhältnisse bedeuten die Ausdrücke $1 = 10$, $1 = 20$ usw., daß ein Teil Substanz in neun, bezüglich neunzehn Teilen Flüssigkeit usw. zu lösen ist.
3. Unter Lösungen sind, soweit etwas anderes nicht ausdrücklich vorgeschrieben oder aus dem Zusammenhange zu entnehmen ist, wässrige Lösungen zu verstehen.
4. Die Lösungen von Reagentien entsprechen, wenn ein besonderes Lösungsmittel nicht angegeben ist, den in dem Reagentien-Verzeichnisse vorgeschriebenen Lösungen. Andererseits sollen die Stoffe, welche zur Herstellung der in letzterem Verzeichnisse genannten Lösungen verwendet werden, sowie die einfachen flüssigen oder trockenen Reagentien den im Arzneibuche enthaltenen Vorschriften entsprechen. Sind besondere Vorschriften nicht gegeben, so müssen die benutzten Stoffe rein sein.
5. Unter Wasser ist stets, auch bei den Aufgüssen und Abkochungen, destilliertes Wasser zu verstehen.
6. Bei den Wärmeangaben ist überall das 100 teilige Thermometer zur Grundlage genommen worden.
7. Unter einem Wasserbade ist, wenn im einzelnen Falle der Wärmegrad nicht vorgeschrieben ist, siedendes Wasser zu verstehen. An Stelle des Wasserbades ist die Verwöpfung des Dampfades, d. h. etwa 100° heißer Wasserdämpfe, zulässig.

8. Sind bei den Prüfungen besondere Wärmegrade nicht angegeben, so ist eine Wärme von 15 Grad gemeint. Auch die volumetrischen Lösungen sind bei dieser Wärme zu bereiten und zu verwenden.
Im übrigen ist unter gewöhnlicher Temperatur eine Wärme von 15° bis 20° zu verstehen.
9. Die qualitativen Untersuchungen sollen in der Regel in Probierrohren von ungefähr 20 mm Weite, und zwar, soweit im Einzelfalle nicht anders bestimmt ist, mit 10 cm der zu prüfenden Flüssigkeit ausgeführt werden.
10. Das Maß der Zerkleinerung ist in der Weise festgestellt, daß
grob zerschnittene Drogen mittels eines Siebes von 4 mm Maschenweite (Nr. 1),
mittelfein zerschnittene Drogen mittels eines Siebes von 3 mm Maschenweite (Nr. 2),
fein zerschnittene Drogen mittels eines Siebes von 2 mm Maschenweite (Nr. 3),
grobe Pulver mittels eines Siebes, welches 10 Maschen auf 1 cm Länge zeigt (Nr. 4),
mittelfeine Pulver mit einem solchen von 26 Maschen auf 1 cm (Nr. 5),
feine Pulver mit einem solchen von 43 Maschen auf 1 cm (Nr. 6)
hergestellt sein müssen.
- Die mit den Sieben Nr. 1 bis einschließlich Nr. 4 zerkleinerten Mittel sind von den beim Zerkleinern entstandenen feineren Teilen zu befreien.
11. Zur Bereitung pharmazeutischer Präparate sind die Pflanzenteile in getrocknetem Zustande zu verwenden, sofern das Gegenteil nicht ausdrücklich vorgeschrieben ist.
12. Bei Anfertigung von Extrakten, Teegemischen, Salben, Tinkturen usw. sind die in den betreffenden allgemeinen Artikeln enthaltenen Vorschriften zu beachten. Das Ausziehen zur Herstellung von Extrakten, Tinkturen usw. soll, wenn nicht etwas anderes vorgeschrieben ist, unter wiederholtem Umrühren oder Bewegen der Gemische erfolgen.