# Chemischer Theil.

Von

Dr. **Hermann Thoms.**

# Einleitung.

Die selbst dargestellten oder von chemischen Fabriken bezogenen chemischen Körper befinden sich selten im Zustande vollkommener chemischer Reinheit. Die Art der Darstellung bringt es in den meisten Fällen mit sich, dass den Präparaten verunreinigende Körper anhaftend bleiben, die oft nur sehr schwierig — durch häufiges Umkrystallisiren, wiederholtes Fällen, Auswaschen von Niederschlägen, mehrmaliges Destilliren oder Sublimiren u. s. w. — zu beseitigen sind.

Die chemischen Körper nun, welche als Arzneimittel Verwendung finden, sollten stets den grösstmöglichen Grad chemischer Reinheit besitzen, eine durchaus nothwendige und gerechte Forderung. Der Staat hat dem Apotheker daher auch die Pflicht auferlegt, darüber zu wachen, dass die von ihm den Kranken verabreichten Arzneimittel sich in gutem Zustande befinden, und giebt in besonderen Gesetzbüchern (Pharmakopöen) genaue Vorschriften an, welches die Eigenschaften der Arzneimittel, wie die letzteren von anderen ähnlichen zu unterscheiden sind, und auf welche Weise endlich der Grad der Reinheit der Arzneimittel zahlenmässig festgestellt werden kann. Durch Revisionen, welche im Auftrage des Staates in den Apotheken von Sachverständigen in regelmässigen Zwischenräumen vorgenommen werden, wird die Güte der von den Apotheken geführten Arzneimittel stetig kontrolirt.

Ein ideales chemisches Arzneimittel wäre ein solches, welches eine völlige chemische Reinheit zeigt. Die Darstellung solcher Körper ist aber, wie erwähnt, oft mit so grossen Schwierigkeiten verknüpft und würde die Arzneimittel oft so unnöthig vertheuern, dass die Pharmakopöen, und unter diesen auch das für den deutschen Apotheker zur Zeit gültige Arzneibuch für das Deutsche Reich, bei einer grösseren Anzahl Arzneikörper gewisse Grenzen gezogen haben, bis zu welchen Verunreinigungen — natürlich unschädlicher und für den Krankheitsverlauf unwesentlicher Natur — die Präparate begleiten dürfen.

Die Forderungen, welche das Arzneibuch des deutschen Reiches an die Beschaffenheit der Arzneimittel stellt, sind im Allgemeinen

zwar streng, aber immerhin gut erfüllbar. Wo eine völlige Reinheit eines chemischen Präparates ohne grosse Schwierigkeiten erzielt werden kann, da verlangt auch das Arzneibuch, dass nur dieses reine Präparat für medicinale Zwecke in den Apotheken vorräthig gehalten wird.

Die Prüfung und Werthbestimmung der chemischen Arzneimittel geschieht nach den Grundsätzen, wie sie die qualitative und quantitative chemische Analyse darbieten.

Die Eigenschaften chemischer Körper können durch ihre Krystallform, durch ihren Geschmack oder Geruch, ihre Färbung oder Farblosigkeit, Löslichkeit in Wasser, Weingeist, Aether, Chloroform und anderen Flüssigkeiten, durch ihren Schmelz- und Siedepunkt hinlänglich gekennzeichnet werden.

Die Identität eines Arzneikörpers wird durch chemische Reaktionen (sog. Identitätsreaktionen), die nur für die vorliegende chemische Verbindung zutreffend sind, festgestellt. In manchen Fällen sind aber solche eigenthümlichen Reaktionen für Körper nicht auffindbar, und muss dann durch gleichzeitige Betrachtung der Eigenschaften des Körpers und seines Verhaltens gegenüber anderen Körpern die Identität erwiesen werden. Die Reaktionen bestehen in Veränderungen, die gewisse Körper von bekannter Zusammensetzung (Reagenzien) auf andere Körper ausüben. Das Auftreten bestimmter Färbungen oder einer Entfärbung, das Entstehen von Niederschlägen, die Entwickelung von Gasen u. s. w. sind solche Reaktionen.

Die Prüfung der Arzneimittel sind meist qualitativer Art. Man stellt die Abwesenheit gewisser möglicher Verunreinigungen fest, indem man die Methoden der qualitativen chemischen Analyse zum Nachweis derselben heranzieht. In einigen Fällen lässt das Arzneibuch eine annähernde quantitative Prüfung ausführen, d. h. die Menge des anwesenden verunreinigenden Körpers abschätzen. Das geschieht z. B. bei den Reaktionen, die in Fällungen bestehen. Je nach der Stärke der beim Zusatz eines Reagenzes auftretenden Trübung bestimmt das Arzneibuch die Verwendbarkeit oder Unbrauchbarkeit eines Arzneikörpers. Wird beim Zusatz eines Reagenzes zu einer Lösung eine sehr geringe, die Durchsichtigkeit der Flüssigkeit nicht völlig aufhebende Trübung erzeugt — das Arzneibuch bezeichnet eine solche mit dem Ausdruck Opalescenz[1]) —

[1]) Das Wort leitet sich ab vom Mineral Opal. Opalisiren, Opalescenz nennt man die Eigenschaft eines festen oder flüssigen Körpers, wie mancher Opal, halbdurchsichtig weiss zu erscheinen.

so wird in vielen Fällen das Arzneimittel zur medicinischen Verwendung für brauchbar erklärt, während ein stärkere Trübung oder Niederschläge gebendes Präparat verworfen wird.

Die vom Arzneibuch vorgeschriebenen quantitativen Bestimmungen sind theils gewichtsanalytische, theils maassanalytische.

In dem vorliegenden chemischen Theile der pharmaceutischen Waarenkunde sind die Prüfungen und Werthbestimmungen mit besonderer Berücksichtigung der vom Arzneibuch aufgeführten Arzneikörper und im Anschluss an die Fassung der einzelnen Prüfungsvorschriften desselben bearbeitet. Den Einzelartikeln steht ein Verzeichniss der gebräuchlichsten Reagenzien und volumetrischen Lösungen, sowie ein Verzeichniss derjenigen Körper voran, auf welche das Arzneibuch wiederholt prüfen lässt.

---

# Verzeichniss der gebräuchlichsten Reagenzien und volumetrischen Lösungen.

**Aether.** Das Präparat von den Eigenschaften, wie sie das Arzneibuch angiebt.

**Aetznatron — Natrum causticum fusum.** Die wässerige Lösung des Aetznatrons (1 + 5) soll den Eigenschaften der Natronlauge *(Liquor Natri caustici)* des Arzneibuches bezüglich ihrer Reinheit entsprechen. Man bewahrt das Aetznatron in Glasflaschen auf, die mit einem paraffinirten Kork verschlossen sind.

**Alkohol, absoluter — Alcohol absolutus.** Der absolute Alkohol des Handels enthält gegen $98^1/_2$ Gewichtsprocente Aethylalkohol ($C_2H_5OH$). Ein solches Präparat hat das spec. Gew. 0,795 bis 0,800.

Absoluter Alkohol darf entwässertes Cuprisulfat nicht blau färben. Geschieht dies, so ist der Alkohol zu wasserhaltig. — Absoluter Alkohol ist sehr flüchtig und zieht aus der Luft leicht Wasser an; er muss deshalb in gut verschlossenen Flaschen aufbewahrt werden.

**Ammoniakflüssigkeit — Liquor Ammonii caustici.** Das Präparat vom spec. Gew. 0,960 enthält $10^0/_0$ $NH_3$.

Käuflicher Salmiakgeist enthält manche Verunreinigungen, welche ihn als Reagenz nicht geeignet erscheinen lassen. Man reinigt zweckmässig selbst ein solches Präparat. Das geschieht, indem man einen möglichst reinen Salmiakgeist vom spec. Gew. 0,910 aus einem Glaskolben mit langem Halse, dessen Verbindung mit dem Liebig'schen Kühler durch eine noch einige Centimeter aufsteigende und erst dann in den Kühler mündende Glasröhre hergestellt ist, sehr langsam destillirt. In die Vorlage giebt man wenig reines destillirtes Wasser und bringt später das Destillat mit reinem, destillirtem Wasser auf das angegebene specifische Gewicht.

**Ammoniumcarbonatlösung — Ammonium carbonicum.** Man löst 1 Th. Ammoniumcarbonat in einer Mischung aus 3 Th. Wasser und 1 Th. Ammoniakflüssigkeit.

Das Ammoniumcarbonat besteht aus einem Gemisch von saurem Ammoniumcarbonat und Ammoniumcarbaminat, welches Gemisch beim Lösen in ammoniakalischem Wasser in neutrales Ammoniumcarbonat übergeht (s. Bd. II.).

**Ammoniumchloridlösung — Ammonium chloratum.** 1 Th. Ammoniumchlorid ist in 9 Th. Wasser zu lösen. — Das Präparat des Arzneibuches kann hierzu verwendet werden.

**Ammoniumoxalatlösung — Ammonium oxalicum.** 1 Th. Ammoniumoxalat ist in 19 Th. Wasser zu lösen. — Ammoniumoxalat $\begin{matrix} COONH_4 \\ COONH_4 \end{matrix} + H_2O$ muss in reinster Form als Reagenz zur Verwendung kommen.

Es muss vollständig frei sein von schwefelsaurem Salz, von Chlorid, von Metallen. Glüht man 1 g im Platintiegel, so darf kein Rückstand hinterbleiben.

**Amylalkohol — Alcohol amylicus.** Als Reagenz findet der Gährungsamylalkohol vom Siedepunkt 130° Verwendung.

**Barytwasser — Aqua Barytae.** Man löst 1 Th. krystallisirten Aetzbaryts ($Ba(OH)_2 + 8H_2O$) in 19 Th. Wasser.

Der hierzu benutzte Aetzbaryt darf weder Chlorid, noch Nitrat, noch verunreinigende Metalle enthalten und muss in ausgekochtem, heissem (also kohlensäurefreiem) Wasser gelöst werden.

**Baryumnitratlösung — Baryum nitricum.** — 1 Th. reinsten Baryumnitrats ist in 19 Th. Wasser zu lösen.

**Benzol — Benzolum.** Farblose, bei 80 bis 82° siedende Flüssigkeit vom spec. Gew. 0,880 bis 0,890.

**Bleiacetatlösung — Plumbum aceticum.** 1 Th. Bleiacetat $(CH_3COO)_2Pb + 3H_2O$ ist in 9 Th. Wasser zu lösen.

Man kocht das Wasser zuvor aus, um die in Lösung gehaltene Kohlensäure auszutreiben.

**Bleiessig — Liquor Plumbi subacetici.**

**Braunstein — Manganum hyperoxydatum nativum.**

**Brom — Bromum.**

**Bromwasser — Aqua bromata.** Die gesättigte wässerige Lösung. Brom löst sich in etwa 30 Th. Wasser.

**Calciumcarbonat — Calcium carbonicum.** Es sei frei von Chlorverbindungen.

Da das Calciumcarbonat zum Nachweis von Chlorverbindungen in der Benzoësäure benutzt wird, so muss jenes selbst natürlich chlorfrei sein. Das Präparat des Arzneibuches ist daher als Reagenz nicht brauchbar, da in demselben ein geringer Chlorgehalt gestattet ist.

**Calciumchloridlösung — Calcium chloratum.** 1 Th. geschmolzenen Calciumchlorids ist in 19 Th. Wasser zu lösen.

Das zu diesem Zweck verwendete Calciumchlorid ist das wasserfreie Präparat, welches zufolge eines kleinen Gehaltes an Calciumoxychlorid sich trübe in Wasser löst. Die Lösung muss daher filtrirt werden.

**Calciumsulfatlösung — Calcium sulfuricum.** Die gesättigte wässerige Lösung von Gyps ($CaSO_4 + 2H_2O$).

**Chlorkalklösung — Calcaria chlorata.** Bei Bedarf wird 1 Th. Chlorkalk mit 9 Th. Wasser angerieben und die Lösung filtrirt.

**Chloroform — Chloroformium.** Das Präparat des Arzneibuches.

**Chlorwasser — Aqua chlorata.** Das Präparat des Arzneibuches.

**Chromsäurelösung — Acidum chromicum.** — Bei Bedarf sind 3 Th. Chromsäure in 97 Th. Wasser zu lösen.

**Eisen — Ferrum.** Es ist Eisenpulver zu verwenden.

**Eisenchloridlösung — Liquor ferri sesquichlorati.** Das Präparat des Arzneibuches, welches nöthigenfalls nach Angabe verdünnt wird.

**Essigsäure — Acidum aceticum.** Das Präparat des Arzneibuches mit einem Gehalt von gegen 96% $CH_3COOH$ ist zu verwenden.

**Essigsäure, 90procentige — Acidum aceticum 90%.** Bei Bedarf durch Mischen von 100 Th. Essigsäure mit 6,6 Th. Wasser zu bereiten.

**Essigsäure, verdünnte — Acidum aceticum dilutum.** Die 30procentige Essigsäure des Arzneibuches.

**Ferrosulfatlösung — Ferrum sulfuricum.** — Bei Bedarf ist 1 Th. Ferrosulfat ($FeSO_4 + 7H_2O$) in einem Gemische aus 1 Th. Wasser und 1 Th. verdünnter Schwefelsäure zu lösen.

**Gerbsäurelösung — Acidum tannicum.** Bei Bedarf ist 1 Th. Gerbsäure in 19 Th. Wasser zu lösen.

**Glycerin — Glycerinum.** Das Präparat des Arzneibuches.

**Jodlösung — Solutio Jodi.** Bei Bedarf ist die Zehntel-Normal-Jodlösung anzuwenden.

**Jodlösung, Zehntel-Normal- — Liquor Jodi volumetricus.** Man löst 12,7 g trockenen resublimirten Jods, von dessen chemischer Reinheit man sich überzeugt hat, mit Hilfe von 20 g Kaliumjodid in reinem destillirtem Wasser und füllt die Lösung bei 15° auf 1 Liter auf.

1 ccm dieser Jodlösung enthält 0,0127 g Jod, d. h. den 10000sten Theil des Atomgewichts des Jods, die Lösung ist also Zehntel-Normal.

Die Zehntel-Normal-Jodlösung muss vor Licht geschützt in Glasstöpselflaschen aufbewahrt werden.

**Jodwasser — Aqua Jodi.** Die gesättigte wässerige Lösung des Jods.

**Jodzinkstärkelösung — Liquor Amyli cum Zinco jodato.** 4 g Stärke, 20 g Zinkchlorid, 100 g Wasser werden unter Ersatz des verdampfenden Wassers gekocht, bis die Stärke fast vollständig gelöst ist. Dann wird der erkalteten Flüssigkeit die farblose, filtrirte Zinkjodidlösung, frisch bereitet durch Erwärmen von 1 g Zinkfeile mit 2 g Jod und 10 g Wasser hinzugefügt, hierauf die Flüssigkeit zu 1 Liter verdünnt und filtrirt. Farblose nur wenig opalisirende Flüssigkeit.

Aus dem Zinkjodid scheiden eine Anzahl Körper (Chlor, Brom, salpetrige Säure, Ferrisalze) Jod ab, durch welches die Lösung in Folge der Bildung von Jodstärke tief blau gefärbt wird.

**Kalilauge — Liquor Kali caustici.** Das Präparat des Arzneibuches.

**Kalilauge, Normal- — Liquor Kali caustici volumetricus.** Man löst 56 g sehr reinen trockenen Kaliumhydroxyds (frei von Carbonat, Chlorid, Sulfat) in reinem kohlensäurefreiem destillirtem Wasser und füllt die Lösung bei 15° auf 1 Liter auf.

Man stellt die Lösung mit einer Normal-Oxalsäurelösung ein. Man verwendet Oxalsäure, weil diese in sehr reiner Form erhältlich ist und als fester Körper auf das Genaueste abgewogen werden kann. Oxalsäure $\begin{matrix}COOH\\COOH\end{matrix} + 2H_2O$ ist zweibasisch und hat das Aequivalent 126; man

muss deshalb $\frac{126}{2} = 63$ g auf 1 Liter lösen, um eine Normal-Oxalsäurelösung zu erhalten.

Zur Einstellung der Kalilauge misst man mittelst einer Pipette 10 ccm der Normal-Oxalsäurelösung ab, giebt wenige Tropfen Phenolphtaleïnlösung als Indikator hinzu und lässt aus einer Bürette tropfenweise die bereitete Kalilauge hinzufliessen, bis eine bleibend rothe Färbung erzielt ist. Sind hierzu genau 10 ccm der Kalilauge verbraucht, so ist dieselbe eine Normal-Kalilauge. Werden beispielsweise 9,7 ccm Kalilauge zur Sättigung von 10 ccm Normal-Oxalsäurelösung verbraucht, so ist die Kalilauge zu stark: 9,7 ccm derselben müssen auf 10 ccm Flüssigkeit verdünnt werden. Sind z. B. noch 980 ccm dieser zu starken Kalilauge vorhanden, so müssen derselben $= \frac{980 \,.\, 0{,}3}{9{,}7} = 30{,}3$ ccm Wasser hinzugefügt werden, damit 10 ccm Kalilauge 10 ccm Oxalsäurelösung entsprechen. Diese Bestimmung hat zugleich den Beweis geliefert, dass nicht genau 56 g Kaliumhydroxyd abgewogen wurden, sondern eine Kleinigkeit mehr. Man thut dies übrigens auch absichtlich, um sicher zu sein, keine zu schwache Lösung zu erhalten.

**Kalilauge, weingeistige — Liquor Kali caustici spirituosus.** 1 Th. geschmolzenen Kaliumhydroxyds ist in 9 Th. Weingeist zu lösen.

Bei längerer Aufbewahrung färbt sich die Lösung durch Bildung von Aldehydharz gelblichbraun bis dunkelbraun.

**Kaliumacetatlösung — Liquor Kalii acetici.** Das Präparat des Arzneibuches.

**Kaliumcarbonatlösung — Liquor Kalii carbonici.** 11 Th. reinen Kaliumcarbonats werden in 20 Th. Wasser gelöst, die Lösung filtrirt und erforderlichenfalls auf das spec. Gew. von 1,330 bis 1,334 verdünnt.

**Kaliumchromatlösung — Kalium chromicum flavum.** 1 Th. chlorfreien gelben Kaliumchromats ist in 19 Th. Wasser zu lösen.

**Kaliumdichromatlösung — Kalium dichromicum.** 1 Th. Kaliumdichromat ist in 19 Th. Wasser zu lösen.

**Kaliumferricyanidlösung — Kalium ferricyanatum. Rothes Blutlaugensalz.** Bei Bedarf ist 1 Th. der zuvor mit Wasser gewaschenen (um oberflächlich anhaftendes, durch Reduktion am Tageslicht gebildetes Kaliumferrocyanid zu entfernen) grösseren Krystalle von Kaliumferricyanid in 19 Th. Wasser zu lösen.

**Kaliumferrocyanidlösung — Kalium ferrocyanatum. Gelbes Blutlaugensalz.** Bei Bedarf ist 1 Th. Kaliumferrocyanid in 19 Th. Wasser zu lösen.

Wegen der beschränkten Haltbarkeit des Präparates ist die Lösung häufiger frisch zu bereiten.

**Kaliumjodidlösung — Kalium jodatum.** Bei Bedarf ist 1 Th. Kaliumjodid in 9 Th. Wasser zu lösen.

**Kaliumpermanganatlösung — Kalium permanganicum.** 1 Th. Kaliumpermanganat ist in 1000 Th. Wasser zu lösen.

**Kalkhydrat — Calcaria hydrica — Calciumhydroxyd.**

**Kalkwasser — Aqua Calcariae.** Das Präparat des Arzneibuches.

**Karbolsäurelösung — Acidum carbolicum.** Bei Bedarf ist 1 Th. Carbolsäure in 19 Th. Wasser zu lösen.

**Kollodium — Collodium.** Das Präparat des Arzneibuches.

**Kupfertartratlösung, alkalische — Solutio Cupri tartarici natronata. Fehling'sche Lösung.** Bei Bedarf durch Mischen einer Lösung von 3,5 g Cuprisulfat in 30 ccm Wasser mit einer Lösung von 17,5 g Natrium-Kaliumtartrat in 30 ccm Wasser, die zuvor mit 40 g Natronlauge versetzt ist, zu bereiten.

Die Fehling'sche Lösung ist nicht gut haltbar; das Arzneibuch lässt dieselbe daher bei Bedarf frisch bereiten. Die zu mischenden Flüssigkeiten kann man getrennt für sich aufbewahren. Fehling'sche Lösung dient zum Nachweis reducirender Zuckerarten. Zu quantitativen Zuckerbestimmungen benutzt man eine Fehling'sche Lösung, die man aus folgenden beiden Lösungen bei jedesmaligem Gebrauche zusammensetzt:

1) Cuprisulfatlösung: 34,64 g krystallisirten (nicht verwitterten) Cuprisulfats löst man in Wasser und verdünnt die Lösung bei 15° auf 500 ccm;
2) Seignettesalzlösung: 173 g krystallisirten Seignettesalzes (*Tartarus natronatus*) und 50 g Natriumhydroxyd löst man in Wasser und verdünnt bei 15° auf 500 ccm.

Man mischt beim Gebrauche gleiche Raumtheile dieser Lösungen. 10 ccm des Gemisches werden von 0,05 g Glukose vollständig reducirt.

**Kurkumapapier — Charta exploratoria lutea.**

Das Kurkumarhizom enthält einen mit Wasser ausziehbaren gelben Farbstoff, der durch Alkalien nicht verändert wird, und einen in Weingeist löslichen gelben Farbstoff, welcher durch Alkalien gebräunt wird. Auch der letztere Farbstoff ist zur Bereitung des Kurkumapapieres brauchbar. — Man zieht das gepulverte Kurkumarhizom zunächst mit Wasser aus, solange letzteres noch gefärbt wird und behandelt sodann den im Dunkeln getrockneten Rückstand mit Weingeist. Mit der weingeistigen Lösung bestreicht man gutes alkali- bezw. säurefreies Postpapier oder tränkt mit der Lösung alkali- bezw. säurefreies Filtrirpapier. Das Papier wird in Streifen geschnitten und, vor Licht geschützt, in gut verschliessbaren Gläsern aufbewahrt.

Angefeuchtetes Kurkumapapier wird durch Ammoniak und fixe Alkalien (Kalium- und Natriumhydroxyd) braunroth gefärbt. Auch freie Borsäure erzeugt eine braunrothe Färbung, jedoch tritt dieselbe erst nach dem Trocknen des Kurkumapapieres auf.

**Lackmuspapier, blaues — Charta exploratoria caerulea.**

**Lackmuspapier, rothes — Charta exploratoria rubra.**

Zur Herstellung der Reagenzpapiere sind mässig concentrirte Farbstofflösungen, sowie solche Papiere zu verwenden, welche durch 24stündiges Einlegen in verdünnte Ammoniakflüssigkeit (1 + 8), Auspressen und vollständiges Trocknen in ungeheizten Räumen zuvor neutralisirt sind. Die zur Herstellung des rothen Lackmuspapieres erforderliche Flüssigkeit wird durch Zusatz von Schwefelsäure geröthet.

Die im Handel erhältlichen Lackmuswürfel bestehen zum grössten Theil aus Calciumcarbonat und Calciumsulfat, die mit zwei verschiedenen Farbstoffen getränkt sind, dem „Erythrolitmin“ und dem „Azolitmin“. Nur der letztgenannte Farbstoff ist für die Herstellung von Lackmuspapier brauchbar. — Zur Herstellung des blauen Lackmuspapieres pulvert man die Lackmuswürfel und zieht das Pulver zunächst mit Weingeist aus, wodurch das Erythrolitmin beseitigt wird. Den Rückstand zieht man mit heissem Wasser aus, filtrirt und theilt das Filtrat in zwei ungleiche Theile. Zu dem grösseren Theile ($^3/_4$) setzt man vorsichtig verdünnte Schwefelsäure, bis die blaue Färbung der Flüssigkeit gerade in Roth umgeschlagen ist. Man vermischt mit dieser Lösung das erste Restviertel und tränkt mit diesem Gemisch das vorher mit Ammoniakflüssigkeit behandelte und wieder getrocknete Papier. — Nach Mohr werden die Lackmuswürfel zunächst mit heissem destillirtem Wasser erschöpft. Man dampft sodann das Filtrat, nachdem es mit Essigsäure übersättigt ist, bis zur Extraktkonsistenz ein und übergiesst die Masse mit 90procentigem Weingeist, welcher den blauen Farbstoff fällt. Der Niederschlag wird auf einem Filter gesammelt, mit Weingeist ausgewaschen, in heissem Wasser gelöst und filtrirt.

Zur Herstellung des rothen Lackmuspapieres versetzt man die Azolitminlösung mit Schwefelsäure bis zur deutlich bleibenden Röthung und tränkt mit dieser Flüssigkeit das entsäuerte Papier.

Lackmuspapier wird in Streifen geschnitten und vor Licht geschützt in gut verschliessbaren Gläsern aufbewahrt.

**Magnesiumsulfatlösung — Magnesium sulfuricum.** 1 Th. des reinen krystallisirten Magnesiumsulfats ($MgSO_4 + 7H_2O$) ist in 9 Th. Wasser zu lösen.

**Natriumacetatlösung — Natrium aceticum.** 1 Th. des reinen krystallisirten Natriumacetats ist in 4 Th. Wasser zu lösen.

**Natriumbicarbonatlösung — Natrium bicarbonicum.** Bei Bedarf ist 1 Th. des gepulverten reinen Natriumbicarbonats ($NaHCO_3$) unter leichter Bewegung in 19 Th. Wasser zu lösen (heftiges Schütteln ist zu vermeiden, da hierbei 1 Th. Natriumbicarbonat unter Kohlensäureabspaltung in Natriumcarbonat übergeht).

**Natriumcarbonatlösung — Natrium carbonicum.** 1 Th. des reinen krystallisirten Natriumcarbonats ($Na_2CO_3 + 10H_2O$) ist in 4 Th. Wasser zu lösen.

**Natriumchloridlösung, Zehntel-Normal- — Liquor Natrii chlorati volumetricus.** Die Lösung enthält 5,85 g Natriumchlorid im Liter.

Das Aequivalent für Natriumchlorid, NaCl, ist gleich 23 + 35,5 = 58,5. Um eine Zehntel-Normal-Natriumchloridlösung herzustellen, hat man daher den 10ten Th. = 5,85 gr NaCl auf 1 Liter Flüssigkeit zu lösen. Man stellt die Lösung am besten gegen Zehntel-Normal-Silbernitratlösung ein. Man bringt zu dem Zwecke 10 ccm der Zehntel-Normal-Natriumchloridlösung in ein Becherglas, giebt einige Tropfen Kaliumchromatlösung hinzu und lässt aus einer Bürette Zehntel-Normal-Silbernitratlösung unter Umschütteln der Flüssigkeit hinzufliessen. Das Chlor ist gebunden, sobald die rothe Färbung des Silberchromats (s. Bd. II, Maassanalyse) erscheint. Bis zu diesem Punkte müssen genau 10 ccm der Zehntel-Normal-Silbernitratlösung verbraucht sein, wenn eine Zehntel-Normal-Natriumchloridlösung vorliegt.

**Natriumphosphatlösung — Natrium phosphoricum.** 1 Th. des reinen krystallisirten Natriumphosphats ($Na_2HPO_4 + 12\,H_2O$) ist in 19 Th. Wasser zu lösen.

**Natriumsulfitlösung — Natrium sulfurosum.** Bei Bedarf ist 1 Th. des reinen krystallisirten Natriumsulfits ($Na_2SO_3 + 7\,H_2O$) zu lösen.

**Natriumthiosulfatlösung, Zehntel-Normal- — Liquor Natrii thiosulfurici volumetricus.** In 1 Liter sind 24,8 g des krystallisirten Natriumthiosulfats enthalten. Das Aequivalent des Natriumthiosulfats ($Na_2S_2O_3 + 5\,H_2O$) ist 248, zur Herstellung einer Zehntel-Normallösung sind daher 24,8 g erforderlich.

Man stellt die Thiosulfatlösung gegen Zehntel-Normal-Jodlösung ein. Thiosulfat und Jod reagiren in der Weise mit einander, dass neben Natriumjodid Natriumtetrathionat gebildet wird:

$$2(Na_2S_2O_3 + 5\,H_2O) + 2\,J = 2\,NaJ + Na_2S_4O_6 + 10\,H_2O.$$

Man wiegt eine etwas grössere Menge, z. B. 25,5 g des reinen trockenen krystallisirten Thiosulfats ab, löst in Wasser und verdünnt bei 15° auf 1 Liter mit reinem destillirtem Wasser. Man misst sodann 20 ccm Zehntel-Normal-Jodlösung ab und lässt aus einer Bürette soviel obiger Natriumthiosulfatlösung zufliessen, bis die braune Jodfärbung verschwunden und eine farblose Lösung entstanden, bis also die gesammte Jodmenge gebunden ist. Sind hierzu z. B. 19,7 ccm erforderlich, so hat man die Lösung noch mit Wasser zu verdünnen. Gesetzt, es wären noch 958 ccm der zu starken Natriumthiosulfatlösung vorhanden, so hat man zu derselben noch $\frac{958\,.\,0{,}3}{19{,}7}$ = rund 14,6 ccm Wasser hinzuzufügen, um eine Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung zu erhalten.

**Natronlauge — Liquor Natri caustici.** Das Präparat des Arzneibuches.

**Oxalsäure — Acidum oxalicum.** Die lufttrockene, beim Erhitzen auf dem Platinbleche ohne Rückstand verdampfende Säure der Formel $\begin{matrix} COOH \\ | \\ COOH \end{matrix} + 2\,H_2O$.

**Petroleumbenzin — Benzinum Petrolei.** Das Präparat des Arzneibuches.

**Phenolphtaleïnlösung — Solutio Phenolphtaleïni.** 1 Th. Phenolphtaleïn wird in verdünntem Weingeist gelöst. Die Lösung muss farblos sein.

**Platinchloridlösung — Platinum chloratum.** 1 Th. Platinchlorid-Chlorwasserstoff ($PtCl_4 + 2HCl + 6H_2O$) ist in 19 Th. Wasser zu lösen.

**Quecksilberchloridlösung — Hydrargyrum bichloratum.** 1 Th. Hydrargyrichlorid ($HgCl_2$) ist in 19 Th. Wasser zu lösen.

**Salpetersäure — Acidum nitricum.** Das reine Präparat des Arzneibuches.

**Salpetersäure, rauchende — Acidum nitricum fumans.** Das vom Arzneibuch aufgeführte Präparat.

**Salpetersäure, rohe — Acidum nitricum crudum.** Das vom Arzneibuch aufgeführte Präparat.

**Salpetersäure, verdünnte — Acidum nitricum dilutum.** Bei Bedarf durch Verdünnung von Salpetersäure mit einer gleichen Menge Wasser zu bereiten.

**Salzsäure — Acidum hydrochloricum.** Das Präparat des Arzneibuches.

**Salzsäure, Normal- — Acidum hydrochloricum volumetricum.** In 1 Liter sind 36,5 g Chlorwasserstoff ($HCl$) enthalten.

Man stellt die Normal-Salzsäure gegen Normal-Kalilauge ein, welche selbst durch Oxalsäurelösung auf ihren richtigen Gehalt an KOH geprüft ist (vergl. Kalilauge, Normal-).

Man misst 10 ccm Normal-Kalilauge ab, färbt dieselbe mit einem Tropfen Phenolphtaleïnlösung roth und lässt aus einer Bürette das durch Verdünnen von 146 g 25procentiger Salzsäure mit reinem Wasser bei 15° auf 1 Liter Flüssigkeit erhaltene Salzsäuregemisch zutropfen, bis die Rothfärbung verschwunden, bis also sämmtliches Kaliumhydroxyd gebunden ist. Es müssen hierzu genau 10 ccm des Salzsäuregemisches nöthig sein. Um sicher zu sein, dass dasselbe nicht zu schwach ausfällt, nimmt man eine etwas grössere Menge Salzsäure zum Verdünnen, z. B. 148 g und bestimmt in dieser Verdünnung zunächst den Salzsäuregehalt. Wären z. B. von dem Salzsäuregemisch bereits 9,55 ccm hinreichend, um die Kaliumhydroxydmenge von 10 ccm Normal-Kalilauge zu binden, und wären noch z. B. 980 ccm der zu starken Salzsäurelösung vorhanden, so hat man zu derselben noch $\frac{980 \,.\, 0{,}45}{9{,}55}$ = rund 46,2 ccm Wasser hinzuzufügen, um eine Normal-Salzsäure zu erhalten.

**Schwefelkohlenstoff — Carboneum sulfuratum.** $CS_2$. Farblose, flüchtige, neutrale, bei 46° siedende Flüssigkeit vom spec. Gew. 1,272.

**Schwefelsäure — Acidum sulfuricum.** Die gegen 96% $H_2SO_4$ enthaltende reine Schwefelsäure des Arzneibuches.

**Schwefelsäure, verdünnte — Acidum sulfuricum dilutum.** Eine Mischung aus 5 Th. Wasser und 1 Th. reiner Schwefelsäure.

Zu beachten, dass die Schwefelsäure in das Wasser unter Umrühren gegossen wird, nicht umgekehrt!

**Schwefelwasserstoffwasser, gesättigtes — Aqua hydrosulfurata.**

**Schweflige Säure — Acidum sulfurosum.** Bei Bedarf durch Ansäuern einer frisch bereiteten Lösung von Natriumsulfit (1 + 9) mit verdünnter Schwefelsäure:

$$Na_2SO_3 + 2HCl = 2NaCl + H_2O + SO_2.$$

**Silbernitratlösung — Argentum nitricum.** 1 Th. Silbernitrat ($AgNO_3$) ist in 19 Th. Wasser zu lösen.

**Silbernitratlösung, Zehntel-Normal- — Liquor Argenti nitrici volumetricus.** In 1 Liter sind 17 g Silbernitrat enthalten.

Das Aequivalent für Silbernitrat, $AgNO_3$, ist gleich $108 + 14 + 48 = 170$. Um eine Zehntel-Normal-Silbernitratlösung herzustellen, hat man daher den zehnten Theil = 17 g des reinen krystallisirten Silbernitrats in reinem destillirtem Wasser zu lösen und mit Wasser bei 15° auf 1 Liter Flüssigkeit zu verdünnen. — Man kann die Silbernitratlösung gegen chemisch reines Natriumchlorid einstellen.

**Stärkelösung — Solutio Amyli.** Bei Bedarf durch Schütteln eines Stückchens weisser Oblate mit heissem Wasser und Filtriren zu bereiten.

**Weingeist — Spiritus.** Das Präparat des Arzneibuches.

**Weinsäurelösung — Acidum tartaricum.** Bei Bedarf ist 1 Th. Weinsäure, $\begin{matrix} CH(OH)COOH \\ | \\ CH(OH)COOH \end{matrix}$ in 4 Th. Wasser zu lösen.

**Zink — Zincum.** Es ist das arsenfreie Zink in Stangenform vorräthig zu halten.

**Zinkfeile — Zincum raspatum.**

**Zinn — Stannum.** Es soll bleifreies Blattzinn (Stanniol) verwendet werden.

**Zinnchlorürlösung — Solutio Stanni chlorati.** 5 Th. krystallisirten Stannochlorids, $SnCl_2 + 2\,H_2O$, werden mit 1 Th. Salzsäure zu einem Brei angerührt und letzterer vollständig mit trockenem Chlorwasserstoff gesättigt. Die hierdurch erzielte Lösung wird nach dem Absetzen durch Asbest filtrirt.

Blassgelbliche, lichtbrechende, stark rauchende Flüssigkeit, welche das Mindest-Spec.-Gew. 1,900 besitzen soll.

---

# Verzeichniss der Körper, auf welche das Arzneibuch wiederholt prüfen lässt.

**Ammoniak.** Ammoniak wird aus Ammoniumsalzen durch Natronlauge bei schwachem Erwärmen frei gemacht.

Ammoniak ist kenntlich an seinem eigenthümlichen Geruch, sowie daran, dass beim Annähern eines Salzsäuretropfens sich um denselben ein Nebel (von Ammoniumchlorid) bildet. Angefeuchtetes rothes Lackmuspapier wird durch Ammoniak gebläut; angefeuchtetes Kurkumapapier gebräunt.

**Arsen.** Arsen wird aus saurer Lösung durch Schwefelwasserstoffwasser als gelbes Arsentrisulfid gefällt. — Arsenverbindungen lassen sich, indem man dieselben auf geeignete Weise in Arsenwasserstoff überführt, durch den Marsh'schen Apparat (s. Bd. II, Arsen) nachweisen. — Das Arzneibuch wendet zum Nachweis von Arsen in den meisten Fällen die sogen. Bettendorf'sche Arsenprobe an. Dieselbe beruht darauf, dass Zinnchlorür Arsenverbindungen reducirt, indem jenes zu Zinnchlorid oxydirt wird, während elementares Arsen sich in braunen Flocken abscheidet, oder, wenn in sehr geringer Menge vorhanden, eine bräunliche Färbung der Flüssigkeit bewirkt.

Pharm. Germ. II liess zum Nachweise des Arsens den mittelst arsenfreien Zinks aus Salzsäure entwickelten Wasserstoff auf ein mit einem Tropfen concentrirter Silbernitratlösung (1 + 1) befeuchtetes Stückchen Fliesspapier einwirken. Ist dem Wasserstoffgas Arsenwasserstoff beigemengt, so entsteht auf dem Fliesspapier ein citronengelber Fleck von Arsensilber-Silbernitrat (s. Bd. II, Arsen). Der Fleck ist bräunlich-schwarz umrändert. Feuchtet man ihn mit Wasser an, so wird die Verbindung zerlegt, indem sich metallisches Silber abscheidet und einen bräunlich-schwarzen Fleck erzeugt. (Gutzeit'sche Methode.)

**Baryt.** Als Reagenz auf Baryumverbindungen gelten Schwefelsäure und schwefelsaure Salze, die einen Niederschlag von Baryumsulfat erzeugen.

**Blei.** Auch Blei wird mit Schwefelwasserstoffwasser, welches aus Bleiverbindungen schwarzes Bleisulfid abscheidet, sowie mit Schwefelsäure oder schwefelsauren Salzen geprüft, welche weisses Bleisulfat fällen. Kaliumjodid schlägt aus Bleisalzen gelbes Bleijodid nieder, Natriumphosphat weisses Bleiphosphat.

**Chlor.** Freies Chlor wirkt auf Pflanzenfarbstoffe (Lackmus) bleichend ein. — Chlor macht aus Brom- oder Jodsalzen Brom bezw. Jod frei. Lässt man daher freies Chlor auf Jodzinkstärkelösung einwirken, so wird eine Blaufärbung der Flüssigkeit eintreten. Chlor macht aus dem Zinkjodid genannter Lösung Jod frei, und letzteres bildet mit der Stärke blaue Jodstärke.

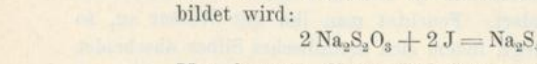
**Chlorwasserstoff.** Chlorwasserstoff oder chlorwasserstoffsaure Salze (Chloride) werden aus ihrer wässerigen Lösung durch Silbernitratlösung weiss gefällt. Es bildet sich hierbei Silberchlorid, welches von überschüssiger Ammoniakflüssigkeit gelöst wird (s. Bd. II, Silber).

**Cyanide.** Cyanwasserstoffsäure (Blausäure) oder deren Salze (Cyanide) werden dadurch nachgewiesen, dass man zur alkalischen Lösung der Cyanwasserstoffsäure Ferro- und Ferrisalz hinzufügt und die Lösung sodann mit Salzsäure ansäuert. Letztere bringt das mitgefällte Ferro- bezw. Ferrihydroxyd wieder in Lösung und lässt die blaue Färbung oder den blauen Niederschlag des bei Anwesenheit von Cyaniden entstandenen Ferroferricyanids (Berlinerblau) deutlich hervortreten.

**Eisen.** Auf Eisen lässt das Arzneibuch (bei Gegenwart von Alkali) mit Schwefelwasserstoffwasser prüfen. Letzteres schlägt aus diesen Lösungen schwarzes Ferrosulfid nieder. — Eine im Arzneibuch häufig wiederkehrende Prüfung auf Eisen besteht in dem Nachweis von Eisenoxydsalzen (Ferrisalzen) durch Kaliumferrocyanid. Letzteres giebt mit Eisenoxydsalzen eine blaue Fällung von Ferriferrocyanid oder Berlinerblau. Bei Anwesenheit von Eisenoxydulsalzen (Ferrosalzen) prüft man mit Kaliumferricyanid, welches mit Ferrosalz einen blauen Niederschlag von Ferroferricyanid oder Turnbull's Blau liefert.

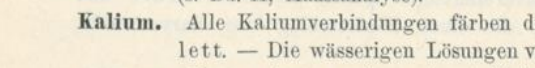
Ueber quantitative Eisenbestimmung s. Jod.

**Jod.** Aus Jodiden macht Chlor, ebenso Chlorkalk Jod frei, welches, mit Chloroform ausgeschüttelt, das letztere violett färbt (s. Bd. II, Jod). Aber auch Eisenoxydsalze vermögen Jodsalze unter Abscheidung freien Jods zu zerlegen, und zwar im Sinne folgender Gleichung:



$$Fe_2Cl_6 + 2\,KJ = 2\,FeCl_2 + 2\,KCl + 2\,J.$$

Wirkt Jod auf Natriumthiosulfat ein, so führt es dasselbe in tetrathionsaures Natrium über, indem gleichzeitig Natriumjodid gebildet wird:



$$2\,Na_2S_2O_3 + 2\,J = Na_2S_4O_6 + 2\,NaJ.$$

Man benutzt dieses Verhalten zur quantitativen (maassanalytischen) Jodbestimmung und damit auch zur quantitativen Eisenbestimmung (s. Bd. II, Maassanalyse).

**Kalium.** Alle Kaliumverbindungen färben die nicht leuchtende Flamme violett. — Die wässerigen Lösungen von Kaliumsalzen geben mit Weinsäure einen weissen krystallinischen Niederschlag von Kaliumbitartrat.

**Kalk.** Calciumsalze färben die nicht leuchtende Flamme gelbroth. — Ammoniumoxalat erzeugt in den mit Ammoniak versetzten Lösungen von Calciumverbindungen einen weissen Niederschlag von Calcium-

oxalat. Der Niederschlag entsteht auch bei Gegenwart freier Essigsäure.

**Kohlensäure.** Kohlensaure Salze geben beim Uebergiessen mit Mineralsäuren die Kohlensäure unter Aufbrausen ab. Ein Kalkwassertropfen wird durch Kohlensäure getrübt: es bildet sich Calciumcarbonat.

**Kupfer.** Aus sauren Lösungen werden Kupfersalze durch Schwefelwasserstoffwasser braunschwarz gefällt. — Durch überschüssiges Ammoniak färben sich Kupfersalzlösungen tief dunkelblau. — Kaliumferrocyanid fällt aus Kupfersalzlösungen rothes bis rothbraunes Cupriferrocyanid.

**Magnesium.** Natriumphosphat fällt bei Gegenwart von Ammoniak und Ammoniumsalz aus Magnesiumsalzlösungen weisses krystallinisches Ammonium-Magnesiumphosphat $Mg(NH_4)PO_4$.

**Metalle.** Auf Schwermetalle wird im Allgemeinen mit Schwefelwasserstoffwasser geprüft, welches die Metalle als Sulfide fällt.

**Natrium.** Alle Natriumverbindungen färben die Flamme stark gelb.

**Nitrate.** Fügt man zu einigen Kubikcentimetern einer sehr verdünnten Salpetersäure oder eines salpetersauren Salzes einen kleinen Krystall Ferrosulfat oder Ferrosulfatlösung und unterschichtet die Lösung mit concentrirter Schwefelsäure, so entsteht an der Berührungsfläche beider Flüssigkeiten ein brauner Ring. Diese Reaktion ist in der Weise zu erklären, dass die Salpetersäure eine Oxydation des Ferrosulfats zu Ferrisulfat veranlasst, wobei Stickoxyd frei wird, welches mit dem nicht oxydirten Ferrosulfat die braun gefärbte Verbindung $FeSO_4 + NO$ bildet.

Um salpetersaures Salz in chlorsauren Salzen nachzuweisen, kann man vorstehende Methode nicht benutzen. Man bewirkt in diesem Fall eine Reduktion der Salpetersäure zu Ammoniak. Das geschieht, indem man bei Gegenwart von Alkali mit Zinkfeile und Eisenpulver erwärmt. Bei der Einwirkung von Zink auf Natronlauge entwickelt sich (besonders bei Gegenwart von Eisen) Wasserstoff:

$$Zn + 2NaOH = Zn(ONa)_2 + 2H,$$

welcher reducirend auf die Nitrate einwirkt:

$$NaNO_3 + 8H = NaOH + 2H_2O + NH_3.$$

Das Ammoniak ist an seinem Geruch und seinem oben näher gekennzeichneten Verhalten festzustellen.

**Nitrite.** Versetzt man nitrithaltige Flüssigkeiten mit Schwefelsäure, so färbt sich die Flüssigkeit durch salpetrige Säure gelb. Auf solche Weise wird z. B. der Nitritgehalt im Kaliumnitrat festgestellt.

Jodzinkstärkelösung wird durch salpetrige Säure zufolge der Jodabscheidung aus dem Zinkjodid blau gefärbt.

**Oxalsäure.** In ammoniakalischer Oxalsäurelösung ruft Calciumchlorid einen weissen Niederschlag von Calciumoxalat hervor, der von Essigsäure nicht gelöst wird.

**Phosphorige Säure.** Auf Silbernitratlösung wirkt phosphorige Säure in der Wärme reducirend ein.

**Rhodanide.** Mit Ferrichlorid geben Rhodansalze blutrothe Färbung.

**Salpetersäure.** Ueber den Nachweis derselben s. Nitrate.

**Salpetrige Säure.** Ueber den Nachweis derselben s. Nitrite.

**Schwefel.** Ist der Schwefel in Form von Sulfiden vorhanden, so wird auf Zusatz von Salz- oder Schwefelsäure aus denselben Schwefelwasserstoff entwickelt.

**Schwefelsäure.** Schwefelsäure oder schwefelsaure Salze (Sulfate) werden aus ihrer wässerigen Lösung mit Baryumnitratlösung weiss gefällt. Es bildet sich hierbei Baryumsulfat.

**Selen.** Selenige und Selen-Säure werden durch schweflige Säure reducirt und scheiden aus den Lösungen rothes Selen aus (s. Bd. II, Selen).

**Wismut.** In Wismutsalzlösungen rufen Schwefelwasserstoff und Schwefelammon einen braunschwarzen Niederschlag von Wismutsulfid, Kalilauge oder Ammoniak einen weissen Niederschlag von Wismuthydroxyd hervor.

**Zink.** Aus Zinksalzlösungen fällen Kalium- oder Natriumhydroxyd oder Ammoniak weisses gallertartiges Zinkhydroxyd, das im Ueberschuss der Fällungsmittel leicht löslich ist. — Schwefelwasserstoff scheidet aus ammoniakalischer Zinksalzlösung weisses Zinksulfid ab. — Kaliumferrocyanid bewirkt in Zinksalzlösungen die Abscheidung von weissem Zinkferrocyanid.

**Zucker.** Eine grössere Anzahl organisch chemischer Körper werden von conc. Schwefelsäure farblos gelöst; bei Gegenwart von Zucker wird eine dunkelbraune Färbung erhalten. — Eine quantitative Zuckerbestimmung führt man mit Fehling'scher Lösung aus (s. unter den Reagenzien Kupfertartratlösung). Rohrzucker muss vor der Bestimmung mit Fehling'scher Lösung invertirt werden (s. Bd. II, Zucker).

---

# A. Anorganisch-chemische Körper.

**Acidum arsenicosum,** arsenige Säure, Arsentrioxyd, weisser Arsenik, $As_2O_3$ besteht aus glasartigen, farblosen Stücken, die beim Aufbewahren von der Oberfläche aus weiss und undurchsichtig (porzellanartig) werden. Auch als weisses Pulver im Handel. In 15 Theilen siedenden Wassers löslich.

Wird arsenige Säure in einem Probirrohre vorsichtig erhitzt, so verflüchtigt sie sich vollständig und giebt ein weisses Sublimat, das, unter der Lupe betrachtet, aus glasglänzenden Oktaëdern oder Tetraëdern besteht. Erhitzt man ein kleines Korn arseniger Säure auf einem Stück Holzkohle vor dem Löthrohr, so wird das Arsentrioxyd zu Arsen reducirt, das sich unter Verbreitung eines knoblauchartigen Geruches verflüchtigt. Identitätsreaktionen.

Das Präparat sei völlig flüchtig. Beimengungen von Schwerspath, Gyps, Talk etc. würden als nichtflüchtiger Rückstand hinterbleiben. Prüfung.

Genannte Beimengungen bleiben auch beim Behandeln von 0,5 g arseniger Säure mit 5 g warmer Ammoniakflüssigkeit ungelöst zurück. Fügt man zur erkalteten Lösung 10 g verdünnter Salzsäure, so deutet eine entstehende Gelbfärbung auf einen Gehalt des Präparates an Schwefel (Schwefelarsen).

Zur Gehaltsbestimmung löst man 0,5 g arseniger Säure mit 3 g Kaliumbicarbonat in 20 ccm siedenden Wassers und verdünnt nach dem Erkalten auf 100 ccm. Man giebt diese Lösung in eine Bürette und lässt jene zu 10 ccm Zehntel-Normal-Jodlösung unter Umschütteln hinzufliessen. Zur Entfärbung der letzteren müssen 10 ccm der Lösung der arsenigen Säure genügen. Die Reaktion verläuft in der Weise, dass das Jod eine Oxydation des Arsentrioxyds zu Arsenpentoxyd bewirkt:

$$\underbrace{As_2O_3}_{198} + 2H_2O + \underbrace{4J}_{508} = As_2O_5 + 4HJ.$$

Zufolge vorstehender Gleichung entfärben 508 Theile Jod 198 Theile arseniger Säure; in 10 ccm der Zehntel-Normal-Jodlösung sind 0,127 g Jod enthalten. Diese Menge entspricht (508 : 198 $= 0{,}127 : x) = \frac{198 \,.\, 0{,}127}{508} = 0{,}0495$ g arseniger Säure, welche in 10 ccm obiger Lösung (= 0,05 g des untersuchten Präparates enthalten sein sollen. Die arsenige Säure muss daher einen Gehalt von $(0{,}05 : 0{,}0495 = 100 : x) = \frac{0{,}0495 \,.\, 100}{0{,}05} = 99\,\%$ haben.

Sehr vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,005 g, grösste Tagesgabe 0,02 g!

**Acidum boricum,** Borsäure, Boraxsäure, $B(OH)_3$, bildet farblose, glänzende, schuppenförmige Krystalle, die sich fettig anfühlen oder ein weisses, feines Pulver. In 25 Theilen kalten, 3 Theilen siedenden Wassers und in 15 Theilen Weingeist, auch in Glycerin löslich. Erhitzt man Borsäure, so schmilzt sie und erstarrt nach dem Erkalten zu einer glasartigen Masse.

Identitätsreaktionen. Versetzt man die 2 procentige wässerige Lösung der Borsäure mit wenig Salzsäure, so färbt sich ein mit dieser Lösung getränktes Stück Kurkumapapier beim Eintrocknen braunroth. Beim Betupfen mit Ammoniakflüssigkeit geht die braunrothe Färbung in ein Blauschwarz über. Zur Erkennung der Borsäure dient ferner, dass ihre weingeistige Lösung, oder diejenige in Glycerin, angezündet mit grüngesäumter Flamme brennt. Man löst zur Anstellung dieses Versuches 0,5 g Borsäure in 7,5 g Weingeist (oder in 19,5 g Glycerin) und zündet die Lösung in einem Porzellanschälchen an.

Prüfung. Die Borsäure kann durch Schwermetalle (Kupfer, Blei, Eisen), oder durch Kalk, bez. Calciumsalze oder Magnesiumsalze, oder durch anhängende Schwefelsäure oder Salzsäure (bez. Sulfate und Chloride) verunreinigt sein.

Schwermetalle weist man nach, indem man zur wässerigen Lösung (1 + 49) Schwefelwasserstoffwasser hinzufügt: es darf keine Dunkelfärbung eintreten. Calciumsalze bedingen das Entstehen einer Trübung in der 2procentigen Lösung beim Hinzufügen von Ammoniumoxalatlösung. Wird die Lösung hierdurch nicht getrübt, wohl aber nach Zusatz von Ammoniakflüssigkeit durch Natriumphosphatlösung, so liegt eine Verunreinigung mit Magnesiumsalz vor. Zum Nachweis von Schwefelsäure versetzt man die 2procentige wässerige Lösung der Borsäure mit Baryumnitratlösung, zum Nachweis von Salzsäure mit Silbernitratlösung: In beiden Fällen dürfen die Lösungen nicht verändert werden.

Selbst die reinste Borsäure des Handels enthält meist kleine Spuren Eisen. Zwecks Erkennung eines grösseren Eisengehaltes versetzt man 50 ccm einer unter Zusatz von Salzsäure bereiteten wässerigen Lösung (1 + 49) mit 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung: die Flüssigkeit wird sofort gebläut, wenn ein zu hoher Eisengehalt in dem Präparat enthalten ist.

**Acidum chromicum,** Chromsäure, Chromtrioxyd, $CrO_3$ bildet dunkelbraunrothe, stahlglänzende Krystalle, welche sich leicht in Wasser lösen und demselben eine rothe Farbe ertheilen. Auch in verdünntem Weingeist löst sich Chromsäure; bringt man letztere aber mit nur wenigen Tropfen absoluten Alkohols zusammen, so findet eine sehr lebhafte Reaktion statt, derzufolge der Alkohol sich entzündet. Die Chromsäure wirkt auf den Alkohol oxydirend ein, ebenso auf eine grosse Anzahl anderer organischer Körper.

Identitätsreaktionen.

Erwärmt man Chromsäure mit Salzsäure, so wird Chlor entwickelt. Fügt man zur wässerigen Chromsäurelösung etwas Wasserstoffsuperoxyd, so färbt sich die Flüssigkeit tiefblau (es entsteht Ueberchromsäure, nach Moissan eine Verbindung von Chromsäureanhydrid mit Wasserstoffsuperoxyd). Beim Schütteln der Lösung mit Aether nimmt letzterer die blaue Verbindung auf.

Prüfung.

Die wässerige, mit Salzsäure versetzte Lösung der Chromsäure (1 + 99) soll durch Baryumnitratlösung nicht verändert werden, soll also völlig schwefelsäurefrei sein. Man muss die Chromsäurelösung zuvor mit Salzsäure ansäuern, um eine Ausfällung von Baryumchromat zu verhindern. Erhitzt man Chromsäure in einem Porzellanschälchen oder -tiegel über den Schmelzpunkt hinaus, so entweicht Sauerstoff. Man setzt das Erhitzen bis zur Rothgluth fort und erhält schliesslich einen grünen Rückstand von Chromioxyd. Der nach dem Erkalten mit Wasser behandelte Rückstand giebt ein Filtrat, welches farblos sein (eine Gelbfärbung könnte von der Anwesenheit von Kaliumdichromat herrühren) und beim Verdampfen im Wasserbade keinen Rückstand hinterlassen soll.

Vorsichtig aufzubewahren!

**Acidum hydrochloricum,** Acid. muriaticum, Chlorwasserstoffsäure, Salzsäure, HCl. Man unterscheidet reine und rohe Salzsäure im Handel. Die erstere ist für den medicinischen Gebrauch und als Reagenz bestimmt, die rohe Salzsäure dient für Putzzwecke, als sogen. Löthwasser und in der Technik zur Herstellung chemischer Präparate.

A. Reine Salzsäure ist eine klare, farblose, in der Wärme völlig flüchtige Flüssigkeit vom spec. Gew. 1,124. Diese Säure

enthält 25 % HCl. Eine Salzsäure vom spec. Gew. 1,190 enthält 38,3 % Chlorwasserstoff gelöst und raucht an der Luft. Das Arzneibuch führt nur die erstgenannte Säure auf.

Identitätsreaktionen. Selbst in grosser Verdünnung schmeckt Salzsäure stark sauer. Fügt man zu mit gleichem Theil Wasser verdünnter Salzsäure zwei Tropfen Silbernitratlösung, so entsteht ein weisser, käsiger Niederschlag von Silberchlorid, welches sich in überschüssiger Ammoniakflüssigkeit wieder löst. — Erwärmt man Salzsäure mit einem Stückchen Braunstein, so werden Chlordämpfe entwickelt, kenntlich an ihrer grünen Färbung und ihrem Bleichvermögen für angefeuchtetes Lackmuspapier. — Nähert man der Salzsäure einen an einem Glasstabe hängenden Tropfen Ammoniakflüssigkeit, so entsteht um denselben ein Nebel (von Ammoniumchlorid).

Prüfung. Die Prüfung erstreckt sich auf den Nachweis von Arsen, Chlor, Metallen und Schwefelsäure.

Zur Prüfung auf Arsen versetzt man 1 ccm Salzsäure mit 3 ccm Zinnchlorürlösung: im Laufe einer Stunde darf keine Färbung eingetreten sein. Diese sogen. Bettendorf'sche Arsenprobe, die auch zur Prüfung anderer Säuren auf Arsen im Arzneibuch benutzt wird, beruht darauf, dass Zinnchlorür Arsenverbindungen reducirt, indem es selbst zu Zinnchlorid oxydirt wird, während elementares Arsen sich in braunen Flocken abscheidet oder, wenn in sehr geringer Menge vorhanden, eine bräunliche Färbung der Flüssigkeit bewirkt.

Versetzt man die mit 5 Raumtheilen verdünnte Salzsäure mit Jodzinkstärkelösung, so deutet eintretende Blaufärbung der Flüssigkeit auf einen Gehalt an Chlor. Das Chlor macht aus dem Jodzink Jod frei:

$$ZnJ_2 + 2Cl = ZnCl_2 + 2J,$$

welches mit der Stärke Jodstärke giebt. Die Blaufärbung muss sogleich oder innerhalb 1—2 Minuten eintreten, wenn dieselbe auf einen Chlorgehalt zurückgeführt werden soll; lässt man die verdünnte Jodzinkstärkelösung längere Zeit an der Luft stehen, so wird auch bei Abwesenheit von Chlor eine Blaufärbung entstehen, die durch die Jodzink zerlegende Einwirkung des Luftsauerstoffs bedingt ist.

Wird die mit 5 Theilen Wasser verdünnte Salzsäure durch Schwefelwasserstoffwasser gefärbt, so enthält die Säure Metalle, z. B. Blei, Kupfer, Zinn. — Baryumnitratlösung darf die verdünnte Säure innerhalb 5 Minuten, selbst nach Zusatz von Jodlösung bis zur schwach gelben Färbung, nicht verändern. Ein Gehalt an

Schwefelsäure würde sich durch weisse Trübung der Flüssigkeit kennzeichnen. Der Zuschuss von Jodlösung bis zur Gelbfärbung hat den Zweck, auch schweflige Säure nachweisen zu können. Letztere wird durch Jod in Schwefelsäure übergeführt:

$$SO_2 + 2H_2O + 2J = 2HJ + H_2SO_4,$$

welche dann durch Baryumnitrat weiss gefällt wird.

Zur Prüfung auf Eisen fügt man zu 10 ccm einer mit Wasser verdünnten Salzsäure (1 + 9) 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung. Eine sofort erscheinende Bläuung (Berlinerblau), beweist eine Verunreinigung mit Eisenoxydsalzen.

Zur Gehaltsbestimmung pipettirt man bei 15° 5 ccm Salzsäure ab, fügt einige Tropfen Phenolphtaleïnlösung als Indikator hinzu und lässt Normal-Kalilauge aus einer Bürette langsam hinzufliessen, bis eine nach dem Umschütteln 2 bis 3 Minuten bestehen bleibende Rothfärbung erzielt ist. Es sollen hierzu 38,5 ccm Normalkalilauge nöthig sein. 1 ccm der letzteren entspricht 0,0365 g HCl, 38,5 ccm also 38,5 . 0,0365 = 1,40525 g. 5 ccm Salzsäure (vom spec. Gew. 1,124) = 5 . 1,124 = 5,62 g enthalten 1,40525 g HCl, 100 Theile, daher $\frac{100 \,.\, 1{,}40525}{5{,}62} = 25$ Theile.

Vorsichtig aufzubewahren!

B. Rohe Salzsäure bildet eine klare, durch Eisengehalt meist gelb gefärbte Flüssigkeit, die dieselben Eigenschaften, wie die unter A angegebene reine Säure besitzt. Die rohe Salzsäure enthält neben Eisen und anderen Metallen häufig nicht unbedeutende Mengen Arsen und muss daher vom arzneilichen Gebrauch ausgeschlossen bleiben.

Vorsichtig aufzubewahren!

**Acidum nitricum,** Salpetersäure, $HNO_3$. A. Reine Säure bildet eine klare, farblose, in der Wärme völlig flüchtige Flüssigkeit vom spec. Gew 1,153. Die Säure enthält 25 % $HNO_3$.

Selbst in grosser Verdünnung schmeckt Salpetersäure stark sauer. Erwärmt man die Säure mit Kupferdraht, so löst sich derselbe unter Entwickelung gelbrother Dämpfe zu einer blauen Flüssigkeit (s. Bd. II, Salpetersäure). Identitätsreaktionen.

Löst man einen kleinen Krystall Ferrosulfat in einigen ccm einer sehr verdünnten Salpetersäurelösung und unterschichtet die Lösung mit conc. Schwefelsäure, so entsteht an der Berührungsfläche beider Flüssigkeiten ein brauner Ring.

Fügt man zu einer Lösung von wenig Brucin in einigen Tropfen conc. Schwefelsäure einen Tropfen einer sehr verdünnten Salpetersäurelösung, so ent-

steht eine schöne rothe Färbung, die allmählich in Gelb übergeht. Noch in einer Verdünnung 1 : 100000 lässt sich Salpetersäure mit Brucin nachweisen.

Eine Lösung von wenig Diphenylamin in conc. Schwefelsäure wird durch einen Tropfen einer sehr verdünnten Salpetersäurelösung kornblumenblau gefärbt.

Prüfung. Die Prüfung erstreckt sich auf den Nachweis von Salzsäure oder Chloriden, Schwefelsäure, Metallen, Jod oder Jodsäure und Eisen.

Die mit 5 Raumtheilen Wasser verdünnte Salpetersäure darf durch Silbernitratlösung nicht verändert (Chlor) und durch Baryumnitratlösung innerhalb 5 Minuten nicht mehr als opalisirend getrübt werden (Schwefelsäure). Das Arzneibuch gestattet also eine kleine Spur Schwefelsäure. Wird die mit 5 Raumtheilen Wasser verdünnte Salpetersäure mit Ammoniakflüssigkeit bis zur schwach sauren Reaktion abgestumpft, so darf durch Schwefelwasserstoff keine Veränderung erfolgen (Metalle, z. B. Kupfer, Blei). Durchschüttelt man die mit 2 Raumtheilen Wasser verdünnte Säure mit Chloroform, so färbt sich letzteres bei Gegenwart von Jod violett. Ist das Jod in Form von Jodsäure vorhanden, so muss letztere zunächst reducirt werden, was durch Einsenken eines Stückchens Zink in die Säureschicht (zufolge der dadurch bewirkten Wasserstoffentwickelung) veranlasst wird. Ein Jodgehalt der Salpetersäure rührt von dem zur Gewinnung derselben neuerdings besonders bevorzugten Chilisalpeter her.

10 ccm der mit Wasser verdünnten Salpetersäure (1 + 9) dürfen auf Zusatz von 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung nicht sofort verändert werden (Eisenoxydsalze).

Zur Gehaltsbestimmung pipettirt man bei 15° 5 ccm Salpetersäure ab, fügt einige Tropfen Phenolphthaleïnlösung als Indikator hinzu und lässt Normal-Kalilauge unter Umschütteln aus einer Bürette langsam hinzufliessen, bis eine 2 bis 3 Minuten bestehen bleibende Rothfärbung eingetreten ist. Es sollen hierzu 22,9 ccm Normal-Kalilauge nöthig sein. 1 ccm der letzteren entspricht 0,063 g $HNO_3$, 22,9 ccm also $22{,}9 \,.\, 0{,}063 = 1{,}4427$. — 5 ccm Salpetersäure (vom spec. Gew. 1,153) $= 5 \,.\, 1{,}153 = 5{,}765$ g enthalten 1,4427, 100 Theile, daher $\frac{100 \,.\, 1{,}4427}{5{,}765} = 25{,}02$ Theile.

Vorsichtig aufzubewahren!

B. Rohe Säure, Aqua fortis, Spiritus nitri acidus, Scheidewasser bildet eine klare, farblose oder gelblich gefärbte, in der Wärme völlig flüchtige Flüssigkeit, welche an der Luft raucht. Das vom Arzneibuch verlangte spec. Gew. 1,38 bis 1,40 entspricht einem Gehalte von 61 Theilen $HNO_3$ auf 100 Theile Flüssigkeit.

Die meist gelbliche Farbe der Säure rührt von gelösten Stickoxyden her. Die Säure ist gewöhnlich durch kleine Mengen Chlor, Schwefelsäure, Untersalpetersäure, Jod oder Jodsäure verunreinigt.

Die rohe Säure dient nur für äussere Zwecke: zum Aetzen (Beseitigung von Warzen, zu Fussbädern in starker Verdünnung). Auch wird sie zur Bereitung von Kollodiumwolle, sowie zu verschiedenen technischen Zwecken benutzt.

Vorsichtig aufzubewahren!

**Acidum nitricum fumans,** Spiritus Nitri fumans, rauchende Salpetersäure, besteht aus einer klaren, rothbraunen, in der Wärme völlig flüchtigen Flüssigkeit, welche erstickende, gelbrothe Dämpfe ausstösst. Spec. Gew. 1,40 bis 1,50. In der rauchenden Salpetersäure ist Untersalpetersäure gelöst enthalten. Das Arzneibuch schreibt eine Reinheitsprüfung für dieses Präparat nicht vor.

Sollte eine Prüfung auf Metalle, Chlor, Schwefelsäure, Jod, verlangt werden, so verfahre man, wie bei reiner Salpetersäure angegeben.

Vorsichtig aufzubewahren!

**Acidum phosphoricum,** Phosphorsäure, $H_3PO_4$ bildet eine klare, farblose Flüssigkeit vom spec. Gew. 1,154. Die Säure enthält 25 % $H_3PO_4$.

Neben dieser Säure kommen im Handel vor ein *Acidum phosphoricum ex ossibus* (Knochenphosphorsäure), ein *Acidum phosphoricum glaciale*, welches ein Gemisch von Meta- und Pyrophosphorsäure bildet, eine sirupdicke Phosphorsäure vom spec. Gew. 1,70 und eine solche vom spec. Gew. 1,30 (= 44 % $H_3PO_4$).

Identitätsreaktionen.

Die Phosphorsäure giebt nach Neutralisation mit Natriumcarbonat mit Silbernitratlösung einen gelben, in Ammoniakflüssigkeit und in Salpetersäure löslichen Niederschlag von Silberphosphat. Uebersättigt man Phosphorsäure mit Ammoniakflüssigkeit und fügt das sogen. Magnesiagemisch (aus 11 Theilen Magnesiumchlorid, 14 Theilen Ammoniumchlorid, 130 Theilen Wasser und 70 Theilen Ammoniakflüssigkeit bereitet) hinzu, so entsteht ein körnig-krystallinischer Niederschlag von Ammonium-Magnesiumphosphat (s. Bd. II, Magnesium).

Prüfung.

Die Prüfung erstreckt sich auf den Nachweis von Arsen, Chlor, phosphoriger Säure, Schwefelsäure, Kalk, Metallen (besonders Blei und Kupfer), Kieselsäure oder kieselsauren Alkalien, Salpetersäure und salpetriger Säure.

Wird 1 ccm Phosphorsäure mit 3 ccm Zinnchlorürlösung vermischt, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung nicht eintreten.

Eine Braunfärbung oder die Abscheidung brauner Flocken würde auf einen Gehalt an Arsen deuten (s. Salzsäure!). — Giebt die mit dem doppelten Raumtheil Wasser verdünnte Phosphorsäure mit Silbernitratlösung in der Kälte eine weisse Trübung, so liegt eine Verunreinigung durch Chlor- oder Brom- oder Jodwasserstoff vor; entsteht beim Zusatz der Silbernitratlösung nicht sogleich eine Trübung, bräunt sich die Flüssigkeit aber beim Erwärmen oder beim längeren Stehen, so kann die Phosphorsäure phosphorige Säure enthalten. Es hat in diesem Falle eine unvollkommene Oxydation des Phosphors bei der Phosphorsäurebereitung stattgefunden. Phosphorige Säure und Silbernitrat reagiren unter Abscheidung von metallischem Silber, welches die Braunfärbung veranlasst, im Sinne folgender Gleichung auf einander:

$$H_3PO_3 + AgNO_3 = H_3PO_4 + NO_2 + Ag.$$

Eine Bestätigung, dass die Reduktion des Silbernitrats durch phosphorige Säure und nicht z. B. durch organische Substanzen veranlasst wird, ist darin zu erblicken, dass beim Versetzen der Phosphorsäure mit einigen Tropfen Quecksilberchloridlösung und Erwärmen eine Abscheidung von Quecksilberchlorür erfolgt:

$$H_3PO_3 + 2\,HgCl_2 + H_2O = H_3PO_4 + 2\,HCl + Hg_2Cl_2.$$

Beim Vermischen der Phosphorsäure mit Schwefelwasserstoffwasser zeigt das Auftreten von dunklen Färbungen einen Gehalt an Blei oder Kupfer an. Wird die mit drei Raumtheilen Wasser verdünnte Säure durch Baryumnitratlösung getrübt, so liegt ein Gehalt an Schwefelsäure vor; nach Zusatz von überschüssiger Ammoniakflüssigkeit und Versetzen mit Ammoniumoxalatlösung zeigt das Auftreten einer Trübung Kalkgehalt an. Zur Prüfung auf Kieselsäure oder kieselsaure Alkalien vermischt man die Säure mit 4 Raumtheilen Weingeist, welcher bei Anwesenheit genannter Körper eine Trübung der Flüssigkeit bewirkt. — Salpetersäure und salpetrige Säure, die bei der Oxydation des Phosphors benutzt werden und nur unvollkommen wieder entfernt sein können, weist man nach, indem man 2 ccm der Phosphorsäure mit 2 ccm Schwefelsäure vermischt und mit 1 ccm Ferrosulfatlösung überschichtet. Es darf keine braungefärbte Zone sichtbar werden (s. Nitrate S. 17).

**Acidum sulfuricum,** Schwefelsäure, $H_2SO_4$. Man unterscheidet reine und rohe Schwefelsäure im Handel. Die erstere findet für den medicinischen Gebrauch, besonders in verdünnter Form, 1 Theil Schwefelsäure und 5 Theile Wasser, sowie zur Darstellung chemisch-pharmaceutischer Präparate Anwendung, die rohe

Schwefelsäure als „Putzöl“, zur Bereitung von Putzwasser, besonders aber ist sie in der chemischen Grossindustrie eines der unentbehrlichsten Hilfsmittel zur Erzeugung mannigfacher chemischer Produkte.

A. Reine Schwefelsäure ist eine farb- und geruchlose, ölartige, in der Wärme völlig flüchtige Flüssigkeit vom spec. Gew. 1,836 bis 1,840. Die Säure enthält 94 bis 98 % $H_2SO_4$.

Identitätsreaktionen.

Selbst in grosser Verdünnung schmeckt Schwefelsäure stark sauer. Die mit Wasser verdünnte Säure giebt auf Zusatz von Baryumnitratlösung einen weissen Niederschlag von Baryumsulfat.

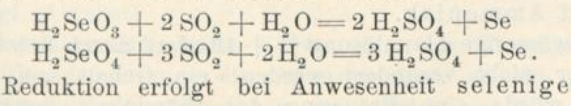
Prüfung.

Schwefelsäure ist zu prüfen auf Arsen, Bleisulfat, schweflige Säure, salpetrige Säure, Salpetersäure, Chlor, Selen, Metalle.

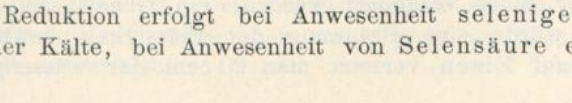
Wird 1 ccm eines erkalteten Gemisches aus 1 Raumtheil Schwefelsäure und 2 Raumtheilen Wasser in 3 ccm Zinnchlorürlösung gegossen, so darf sich die Mischung im Laufe einer Stunde nicht färben (Arsen).

Mit 5 Raumtheilen Weingeist vorsichtig verdünnte Schwefelsäure (die Schwefelsäure zum Weingeist giessen, nicht umgekehrt verfahren!) darf sich auch nach längerer Zeit nicht trüben (Bleisulfat). — Werden 10 ccm der mit 5 Raumtheilen Wasser vermischten Säure mit 3 bis 4 Tropfen Kaliumpermanganatlösung (1 Theil in 1000 Theilen Wasser gelöst) versetzt, so dürfen letztere in der Kälte nicht sogleich entfärbt werden, andernfalls können schweflige Säure oder salpetrige Säure vorliegen.

Beim Ueberschichten von 2 ccm der Säure mit 1 ccm Ferrosulfatlösung entsteht zwischen den Flüssigkeiten eine gefärbte Zone, wenn die Schwefelsäure Salpetersäure oder salpetrige Säure enthält. — Nach dem Verdünnen der Säure mit 28 Raumtheilen Wasser dürfen weder Silbernitratlösung (Chlorwasserstoff), noch Schwefelwasserstoffwasser (Metalle), noch Kaliumferrocyanidlösung (Eisen) eine Veränderung hervorrufen. — Werden 2 ccm eines erkalteten Gemisches gleicher Raumtheile Schwefelsäure und Wasser mit 2 ccm Salzsäure, worin ein Körnchen Natriumsulfit gelöst worden, überschichtet, so darf weder eine röthliche Zwischenzone entstehen, noch beim Erwärmen eine roth gefärbte Ausscheidung erfolgen (Selenige Säure oder Selensäure). Diese Reaktion beruht darauf, dass genannte Selenverbindungen durch die schweflige Säure zu elementarem Selen reducirt werden:



$$H_2SeO_3 + 2\,SO_2 + H_2O = 2\,H_2SO_4 + Se$$



$$H_2SeO_4 + 3\,SO_2 + 2\,H_2O = 3\,H_2SO_4 + Se.$$

Diese Reduktion erfolgt bei Anwesenheit seleniger Säure schon in der Kälte, bei Anwesenheit von Selensäure erst beim Erwärmen.

Eine Gehaltsbestimmung der Schwefelsäure auf titrimetrischem Wege pflegt nicht ausgeführt zu werden, erscheint auch nicht nothwendig, da das specifische Gewicht, welches, wie erwähnt, zwischen 1,836 und 1,840 liegen soll, über die Stärke der Säure hinreichenden Aufschluss giebt.

Vorsichtig aufzubewahren!

B. Rohe Schwefelsäure, englische Schwefelsäure, Vitriolöl ist eine klare, farblose bis bräunliche, ölige Flüssigkeit, welche mindestens 91 % $H_2SO_4$ enthält. Das specifische Gewicht darf daher nicht unter 1,830 liegen.

An Verunreinigungen enthält die rohe oder englische Schwefelsäure meist arsenige Säure und Arsensäure, schweflige Säure, Salpetersäure, Untersalpetersäure und salpetrige Säure, selenige Säure und Selensäure, Ferri- und Aluminiumsulfat, Bleisulfat und andere Körper.

Vorsichtig aufzubewahren!

**Alumen**, Alaun, Aluminium-Kaliumsulfat, Kaliumalaun, $Al_2K_2(SO_4)_4 + 24H_2O$, bildet farblose, durchscheinende, harte, oktaëdrische Krystalle oder krystallinische Bruchstücke, die häufig oberflächlich bestäubt sind. Sie lösen sich in 10,5 Theilen Wasser und sind in Weingeist unlöslich. Die wässerige Lösung besitzt einen stark zusammenziehenden Geschmack und röthet Lackmuspapier.

Identitätsreaktionen. Die wässerige Lösung des Alauns giebt auf vorsichtigen Zusatz von Natronlauge einen weissen, gallertartigen Niederschlag (von Aluminiumhydroxyd), das sich in überschüssiger Natronlauge zu Natriumaluminat löst:

$$Al(OH)_3 + 3NaOH = 3H_2O + Al(ONa)_3.$$

Durch Ammoniumchlorid wird das Natriumaluminat, besonders schnell beim Erwärmen wieder zerlegt, indem sich unter Ammoniakentwickelung Aluminiumhydroxyd von neuem absheidet:

$$Al(ONa)_3 + 3NH_4Cl = 3NaCl + 3NH_3 + Al(OH)_3.$$

In der gesättigten wässerigen Lösung erzeugt Weinsäurelösung bei kräftigem Schütteln innerhalb einer halben Stunde einen krystallinischen Niederschlag (Kaliumbitartrat).

Prüfung. Die Prüfung erstreckt sich auf den Nachweis fremder Metalle und Ammoniak.

Die wässerige Alaunlösung (1 + 19) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden: ein Gehalt von Blei oder Kupfer würde eine Bräunung der Flüssigkeit bewirken. Zur Prüfung auf Eisen versetzt man 20 ccm der wässerigen Alaun-

lösung (1 + 19) mit 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung; es darf nicht sofort eine bläuliche Färbung auftreten. Um Ammoniak nachzuweisen, erhitzt man 1 g gepulverten Alauns mit 1 ccm Wasser und 3 ccm Natronlauge: etwa auftretendes Ammoniak ist an seinem Geruch zu erkennen.

**Alumen ustum,** gebrannter Alaun, entwässerter Alaun, bildet ein weisses Pulver, welches die Reaktionen des Kalialauns zeigt.

Der gebrannte oder richtiger entwässerte Alaun wird durch Erhitzen des Kalialauns auf 300° gewonnen. Wird die Temperatur von 350° überschritten, so wird etwas Schwefelsäure abgespalten, und es bleibt ein basischer Alaun zurück. Ein solcher Alaun ist in Wasser nicht mehr klar löslich. Die Prüfung darauf, dass nicht zu hohe Hitzegrade auf den Alaun eingewirkt und eine theilweise Zersetzung desselben veranlasst haben, beruht daher auf der Löslichkeit in Wasser: Entwässerter Alaun muss sich in 30 Theilen Wasser fast vollständig wieder auflösen. Diese Lösung geht nur sehr langsam vor sich; meist sind gegen 12 Stunden dazu erforderlich. Prüfung.

Um andererseits festzustellen, dass das Entwässern des Alauns auch in dem erwünschten Maasse stattgefunden, glüht man gelinde eine Probe von 1 bis 2 g in einem Porzellan- oder Platintiegel. Es dürfen hierbei nicht mehr als 10 % Wasser entweichen; andernfalls war das Entwässern nur unvollkommen durchgeführt.

Die Reinheit des entwässerten Alauns soll im Uebrigen die des krystallisirten Alauns sein.

**Aluminium sulfuricum,** Aluminiumsulfat, schwefelsaures Aluminium, schwefelsaure Thonerde, $Al_2(SO_4)_3 + 18H_2O$, besteht aus weissen, krystallinischen Stücken, welche sich in 1,2 Th. kalten Wassers, weit leichter in heissem, lösen, in Weingeist aber unlöslich sind. Die wässerige Lösung reagirt sauer und besitzt einen sauren, zusammenziehenden Geschmack.

In der wässerigen Lösung erzeugt Baryumnitratlösung einen weissen, in Salzsäure unlöslichen Niederschlag (von Baryumsulfat), Natronlauge einen farblosen, gallertartigen, in überschüssiger Natronlauge löslichen Niederschlag, der sich auf genügenden Zusatz von Ammoniumchloridlösung wieder ausscheidet (Identität für die Thonerde). Vergl. Alumen! Identitätsreaktionen.

Das Aluminiumsulfat findet Verwendung zur Herstellung der essigsauren Thonerdelösung; die Anforderungen an die Reinheit des Salzes werden vom Arzneibuch daher nicht zu hoch gestellt und sind sehr gut erfüllbar. Prüfung.

Die filtrirte wässerige Lösung (1 + 9) sei farblos. Kleine Mengen Calciumsulfat, auch wohl Kieselsäure oder Calciumsilicat bleiben ungelöst zurück. Die so erhaltene wässerige Lösung werde weder durch Schwefelwasserstoffwasser verändert (Blei- oder Kupfergehalt würden eine bräunliche Färbung der Flüssigkeit bewirken), noch auf Zusatz einer gleichen Menge Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung nach 5 Minuten mehr als opalisirend getrübt. Diese Prüfung dient zum Nachweis freier Schwefelsäure. Letztere zerlegt das Natriumthiosulfat unter Abscheidung von Schwefel:

$$Na_2S_2O_3 + H_2SO_4 = Na_2SO_4 + H_2O + SO_2 + S.$$

Das deutsche Arzneibuch gestattet einen kleinen Gehalt an Schwefelsäure, da es eine opalisirende Trübung der Flüssigkeit zulässt.

20 ccm der wässerigen Lösung (1 + 19) dürfen durch Zusatz von 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung nicht sofort gebläut werden (Eisen).

**Ammonium bromatum,** Ammoniumbromid, Brom-ammonium, $NH_4Br$, bildet ein weisses krystallinisches Pulver, das in Wasser leicht, in Weingeist schwer löslich ist und beim Erhitzen sich verflüchtigt.

Identitätsreaktionen. Fügt man zur wässerigen Lösung des Ammoniumbromids etwas Chlorwasser und schüttelt die Flüssigkeit mit Chloroform, so färbt sich letzteres rothgelb (Identität für Brom). Das Chlor zerlegt das Salz, und das abgeschiedene Brom wird vom Chloroform gelöst. — Erhitzt man Ammoniumbromid mit Natronlauge, so wird Ammoniak entwickelt.

Prüfung. Die Prüfung erstreckt sich auf den Nachweis von bromsaurem Salz, Kupfer und Blei, Schwefelsäure, Baryum, Eisen, auf die Bestimmung eines Chlor- und Jodgehaltes.

Eine kleine Menge des zerriebenen Salzes, auf Porzellan ausgebreitet, darf nach Zusatz weniger Tropfen verdünnter Schwefelsäure sich nicht sofort gelb färben. Ist bromsaures Salz zugegen, so färbt sich die Masse durch abgespaltenes Brom gelb:

$$5\,NH_4Br + (NH_4)BrO_3 + 3\,H_2SO_4 = 3\,(NH_4)_2SO_4 + 3\,H_2O + 6\,Br.$$

Die wässerige Lösung des Ammoniumbromids (1 + 9) werde weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Kupfer- oder Bleigehalt würden eine Braunfärbung der Flüssigkeit bedingen), noch durch Baryumnitratlösung (Schwefelsäure), noch durch verdünnte Schwefelsäure (Baryum) verändert. Schwefelsäure oder Baryum können dann in dem Präparate angetroffen werden, wenn die Dar-

stellung desselben durch Wechselzersetzung von Baryumbromid und Ammoniumsulfat:

$$BaBr_2 + (NH_4)_2SO_4 = BaSO_4 + 2\,NH_4Br$$

erfolgte und entweder von dem einen oder dem anderen ein Ueberschuss verwendet wurde.

Zur Prüfung auf Eisen werden 20 ccm der wässerigen Lösung (1 + 19) mit 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung versetzt: es darf nicht sofort eine Bläuung eintreten. Dieser Nachweis gelingt nur, wenn das Eisen in der Oxydform im Salze vorhanden ist, und nicht, wenn es als Eisenbromür darin vorkommt. Um die Abwesenheit des Eisens auch in dieser Form darzuthun, versetzt man 20 ccm obiger Ammoniumbromidlösung mit 6—8 Tropfen Salpetersäure, erwärmt bis zum Sieden und fügt nach dem Erkalten 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung hinzu.

Eine Gehaltsbestimmung lässt das Arzneibuch in folgender Weise ausführen: 10 ccm der wässerigen Lösung (3 g = 100 ccm) des bei 100° getrockneten Ammoniumbromids dürfen, nach Zusatz einiger Tropfen Kaliumchromatlösung nicht mehr als 30,9 ccm Zehntel-Normal-Silbernitratlösung bis zur bleibenden Röthung verbrauchen.

In Bd. II ist unter „Fällungsanalyse" bereits ausgeführt, dass bei der Titration der Chloride, Bromide, Jodide, Cyanide mit Silbernitrat Kaliumchromat als Indikator in Anwendung kommt. Die Silberverbindungen des Chlors oder Broms oder Jods oder Cyans scheiden sich als weisse oder gelblich-weisse Niederschläge ab. Auch Kaliumchromat giebt mit Silbernitrat eine Fällung von Silberchromat, welche sich aber durch eine lebhaft rothe Färbung auszeichnet. Fügt man nun zu einer Chlorid, Bromid, Jodid oder Cyanid haltenden neutralen Lösung bei Gegenwart von wenig Kaliumchromat Silbernitrat, so findet die Bildung des rothen Silberchromats erst dann statt, wenn das Chlor, Brom, Jod oder Cyan an das Silber gebunden sind. Das plötzliche Erscheinen einer rothen Färbung deutet daher den Endpunkt der Reaktion an.

Besteht in dem vorliegenden Falle das zu prüfende Präparat aus chemisch reinem Ammoniumbromid, so würden

10 ccm der wässerigen Lösung (3 g = 100 ccm) = 0,3 g Ammoniumbromid 30,61 ccm Silberlösung zur vollständigen Ausfällung verlangen.

Da $\frac{NH_4Br}{98} : AgNO_3$, so entspricht 1 ccm der $^1/_{10}$-Normal-Silbernitratlösung

0,0098 g $NH_4Br$, folglich $0{,}0098 : 1 = 0{,}3 : x$, also $x = \frac{0{,}3}{0{,}0098} = 30{,}61$.

Das Molekulargewicht des Ammoniumchlorids, $NH_4Cl$, ist gleich 53,5, also kleiner als das des Ammoniumbromids; eine gleiche Menge Silber-

nitrat wird also weniger vom Ammoniumchlorid als vom Ammoniumbromid zur Ausfällung nöthig haben, oder umgekehrt, von gleichen Mengen Ammoniumchlorid und Ammoniumbromid bedarf ersteres mehr Silbernitrat zur vollständigen Bindung als letzteres.

0,3 g Ammoniumchlorid verlangen zur vollständigen Ausfällung $0{,}00535 : 1 = 0{,}3 : x$, also $x = \frac{0{,}3}{0{,}00535} = 56{,}08$ ccm $^1/_{10}$-Normal-Silbernitratlösung.

Ammoniumjodid würde, da sein Molekulargewicht $NH_4J = 145$ ist, weniger als 30,61 ccm $^1/_{10}$-Normal-Silbernitratlösung zur Bindung verlangen, nämlich nur $\frac{0{,}3}{0{,}0127} = 23{,}62$ ccm. Ammoniumjodid dürfte aber kaum im Ammoniumbromid angetroffen werden; sein Nachweis lässt sich zudem dadurch bequem führen, dass man die wässerige Lösung des Ammoniumbromids (1 + 19) mit 1 Tropfen Ferrichloridlösung versetzt und mit Chloroform schüttelt, welches sich bei Anwesenheit von Jod violett färbt.

Ein Chlorgehalt des Präparates lässt sich aber mit Hülfe der Silbertitrirung sehr gut nachweisen.

0,3 g Ammoniumbromid verlangen 30,61 ccm $^1/_{10}$-Normal-Silbernitratlösung; wenn das Arzneibuch 30,9 ccm der letzteren gestattet, so erlaubt es damit eine kleine Beimengung von Ammoniumchlorid.

Die Differenz zwischen $NH_4Br$ und $NH_4Cl = 98 - 53{,}5 = 44{,}5$ verhält sich zu $NH_4Br$ wie

$$(30{,}9 - 30{,}61) \text{ oder } 0{,}29 : x$$
$$44{,}5 : 98 = 0{,}29 : x$$
$$x = \frac{98 \,.\, 0{,}29}{44{,}5} = 0{,}639.$$

Multiplicirt man diese Zahl mit der 1 ccm Silberlösung entsprechenden Chloridmenge, also 0,639 . 0,00535, so erhält man 0,00341865 g, welche Menge Chlorid in 0,3 g des Präparates enthalten sein darf oder

$$\frac{0{,}00341865 \,.\, 100}{0{,}3} = 1{,}139\,\%\ NH_4Cl.$$

**Ammonium carbonicum,** Ammoniumcarbonat, kohlensaures Ammon, Hirschhornsalz, flüchtiges Laugensalz. $CO < \begin{matrix} O(NH_4) \\ OH \end{matrix} + CO < \begin{matrix} O(NH_4) \\ NH_2 \end{matrix}$.

Das Ammoniumcarbonat des Handels besteht aus einem Gemisch Ammoniumbicarbonat und Ammoniumcarbaminat und bildet farblose, dichte, harte, durchscheinende, faserig-krystallinische Massen von stark ammoniakalischem Geruche, an der Luft verwitternd, häufig an der Oberfläche mit einem weissen Pulver bedeckt. In etwa 5 Theilen Wasser langsam, aber vollständig löslich.

Identitätsreaktionen. Der starke ammoniakalische Geruch, der beim Erwärmen des Ammoniumcarbonats mit Alkalien noch schärfer hervortritt, spricht

für die Anwesenheit von Ammoniak, die vollständige Flüchtigkeit beim Erhitzen kennzeichnet die Verbindung als Ammoniumsalz, das Aufbrausen desselben beim Uebergiessen mit Säuren zeigt Kohlensäure an.

Die Prüfung hat sich auf den Nachweis nicht flüchtiger Bestandtheile (besonders Metalle, Kalk), Schwefelsäure, Ammoniumchlorid und unterschwefligsauren Salzes zu erstrecken. Prüfung.

Uebersättigt man 1 g des Salzes mit Salpetersäure und verdampft im Wasserbade zur Trockene, so muss ein farbloser Rückstand hinterbleiben. Enthält das Ammoniumcarbonat empyreumatische Stoffe, so färben letztere durch Einwirkung der Salpetersäure das Salz gelb bis roth. Der hinterbleibende Rückstand muss bei weiterem Erhitzen sich vollständig verflüchtigen lassen — anderenfalls enthält das Präparat sogen. fixe Bestandtheile (Kalium- oder Natriumsalz oder Erdalkalisalze).

Die wässerige, mit Essigsäure übersättigte Lösung (1 + 19) darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Bleigehalt bewirkt Braunfärbung), noch durch Baryumnitratlösung (Schwefelsäuregehalt giebt weisse Trübung oder Fällung), noch durch Ammoniumoxalatlösung (Kalkgehalt giebt weisse Trübung oder Fällung) verändert werden.

Versetzt man die wässerige Lösung (1 + 19) mit Silbernitratlösung im Ueberschuss, so darf nach dem Uebersättigen mit Salpetersäure weder eine Bräunung, noch innerhalb 2 Minuten mehr als eine opalisirende Trübung eintreten. Ist die Flüssigkeit gebräunt, so enthält das Ammoniumcarbonat einen Gehalt von Thiosulfat (unterschwefligsaurem Salz). Letzteres setzt sich mit Silbernitrat zu Silberthiosulfat um, und dieses wird durch die Salpetersäure unter Abscheidung von Schwefelsilber zerlegt.

Ein kleiner Chlorgehalt (Ammoniumchlorid) ist gestattet; findet jedoch innerhalb 2 Minuten mehr als eine opalisirende Trübung statt, so erklärt das Arzneibuch das Präparat wegen zu grossen Chlorgehaltes für nicht mehr zulässig.

**Ammonium chloratum,** Ammoniumchlorid, Salmiak, $NH_4Cl$, bildet weisse, harte, faserig-krystallinische Kuchen oder ein weisses, farb- und geruchloses, luftbeständiges Krystallpulver, beim Erhitzen sich verflüchtigend, in 3 Theilen kalten und in 1 Theile siedenden Wassers löslich, in Weingeist und Aether sehr schwer löslich.

Die wässerige Lösung des Ammoniumchlorids giebt auf Zusatz von Silbernitratlösung einen weissen, käsigen Niederschlag (von Identitätsreaktionen.

Silberchlorid), der von Ammoniakflüssigkeit wieder vollständig gelöst wird. Mit Natronlauge erwärmt wird aus Ammoniumchlorid Ammoniak frei gemacht.

Prüfung. Die Prüfung erstreckt sich auf den Nachweis nicht flüchtiger Körper, Metalle (besonders Eisen und Blei), Kalk, Schwefelsäure, Ammoniumrhodanat.

Verdampft man 1 g des Salzes mit wenig Salpetersäure im Wasserbade zur Trockene, so muss ein weisser Rückstand hinterbleiben. Ein Gehalt des Salmiaks an empyreumatischen Stoffen würde durch Einwirkung der Salpetersäure beim Trocknen des angefeuchteten Salzes einen gelb oder roth gefärbten Rückstand hinterlassen. Der Rückstand muss bei weiterem Erhitzen sich vollständig verflüchtigen lassen — anderenfalls enthält das Salz sogen. fixe Bestandtheile.

Die wässerige Lösung (1 + 19) sei neutral (die neutrale Reaktion beweist die Abwesenheit freier Salzsäure) und darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Kupfer oder Blei geben Braunfärbung), noch durch Baryumnitratlösung (Schwefelsäuregehalt bewirkt weisse Trübung oder Fällung), Ammoniumoxalatlösung (Prüfung auf Kalkgehalt) oder verdünnte Schwefelsäure (Blei würde als Bleisulfat weiss gefällt) verändert werden. 20 ccm der gleichen wässerigen Lösung dürfen durch 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung nicht sofort gebläut werden (Prüfung auf Ferrisalz).

Zuweilen beobachtet man im Salmiak einen Gehalt an thiocyansaurem Ammonium (Rhodanammonium); Rhodanverbindungen finden sich im Gaswasser, das zur Herstellung des Salmiaks benützt wird. Wie bereits früher erwähnt, geben die Salze der Thiocyansäure mit anorganischen Eisenoxydsalzen blutrothe Färbungen und sind daher leicht nachweisbar.

Säuert man die wässerige Lösung des Ammoniumchlorids (1 + 19) mit Salzsäure an, so darf dieselbe auf Zusatz von Ferrichloridlösung nicht geröthet werden.

**Ammonium chloratum ferratum,** Eisensalmiak, ist ein rothgelbes, an der Luft feucht werdendes Pulver, das von Wasser leicht gelöst wird. In 100 Theilen des Präparates sind 2,5 Theile Eisen enthalten.

Identitätsreaktionen. In der wässerigen Lösung ruft Silbernitratlösung einen Niederschlag (von Silberchlorid) hervor, Kaliumferrocyanidlösung eine Dunkelblaufärbung (Berlinerblau); beim Erwärmen mit Natronlauge wird aus dem Präparat Ammoniak entbunden.

Prüfung. Die Prüfung besteht in einer Gehaltsbestimmung für den Eisen-

gehalt und beruht darauf, dass Kaliumjodid durch Ferrichlorid im Sinne folgender Gleichung zerlegt:

$$Fe_2Cl_6 + 2KJ = 2FeCl_2 + 2KCl + 2J$$

und das abgespaltene Jod durch Natriumthiosulfat titrirt wird:

$$2(Na_2S_2O_3 + 5H_2O) + 2J = 2NaJ + Na_2S_4O_6 + 10H_2O$$

Nach vorstehenden Gleichungen entspricht 1 Mol. Natriumthiosulfat 1 Atom Jod, und 1 Atom Jod 1 Atom Eisen, bei Verwendung von $^1/_{10}$-Normal-Natriumthiosulfatlösung jeder Kubikcentimeter der letzteren = 0,0056 g Fe.

Man führt die Prüfung in folgender Weise aus: 10 ccm einer wässerigen Lösung, welche in 100 ccm 5,6 g Eisensalmiak enthält, werden nach Zusatz von 3 ccm Salzsäure kurze Zeit zum Sieden erhitzt, wodurch etwa vorhandenes basisches Ferrichlorid in die Verbindung $Fe_2Cl_6$ übergeführt wird, nahezu erkaltet, mit 0,3 g Kaliumjodid versetzt und hierauf $^1/_2$ Stunde bei einer 40° nicht übersteigenden Wärme in einem geschlossenen Gefässe (um nicht Joddämpfe entweichen zu lassen) zur Seite gestellt. Es müssen alsdann 2,5 bis 2,7 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung zur Bindung des ausgeschiedenen Jods verbraucht werden, d. h. 2,5 . 0,0056 = 0,014 g bis 2,7 . 0,0056 = 0,01512 g Fe müssen in 0,56 g Eisensalmiak enthalten sein, oder der Eisensalmiak enthält bis

$$0{,}56 : 0{,}014 = 100 : x \qquad x = \frac{0{,}014 \,.\, 100}{0{,}56} = 2{,}5\,\%\ \text{Eisen,}$$

$$0{,}56 : 0{,}01512 = 100 : y \qquad y = \frac{0{,}01512 \,.\, 100}{0{,}56} = 2{,}7\,\%\ \text{Eisen.}$$

Vor Licht geschützt aufzubewahren.

**Aqua Calcariae,** Kalkwasser, bildet eine klare, farblose, stark alkalisch reagirende Flüssigkeit.

Beim Einblasen eines Luftstromes trübt sich zufolge des Kohlensäuregehaltes des letzteren die Flüssigkeit; die Trübung verschwindet wieder auf Zusatz einer Mineralsäure. Kalkwasser giebt mit Ammoniumoxalatlösung eine stark weisse Trübung von Calciumoxalat. Wird Kalkwasser erhitzt, so trübt es sich, und an der Gefässwandung des Probirrohres setzen sich mikroskopisch-kleine Krystalle von Calciumhydroxyd an. Letzteres ist in siedendem Wasser schwerer löslich als in kaltem. Identitätsreaktion.

Das Kalkwasser soll einen hinreichend grossen Gehalt an Calciumhydroxyd gelöst enthalten. Das Arzneibuch stellt dies durch die Bestimmung fest, dass 100 ccm Kalkwasser, mit 4 ccm Normal-Salzsäure gemischt, eine saure Flüssigkeit nicht geben dürfen. Prüfung.

4 ccm Normal-Salzsäure entsprechen, da das Aequivalent von

$$Ca(OH)_2 = 74 \text{ ist, } \frac{0{,}074 \,.\, 4}{2} = 0{,}148 \text{ g } Ca(OH)_2.$$

Der Gehalt des Kalkwassers an Calciumhydroxyd muss diesen Gehalt von 0,148 g noch übersteigen, damit das Kalkwasser nach der Sättigung mit der betreffenden Menge Salzsäure noch alkalisch reagire.

**Aqua chlorata,** Aqua chlori, Chlorwasser bildet eine klare, gelblichgrüne, erstickend riechende, in der Wärme flüchtige Flüssigkeit. Der Chlorgeruch verschwindet, wenn Chlorwasser mit wenig metallischem Quecksilber geschüttelt wird.

Identitätsreaktion. Lackmuspapier wird durch Chlorwasser gebleicht.

Prüfung. 1000 Theile Chlorwasser sollen mindestens 4 Theile Chlor enthalten. Man bestimmt dasselbe auf titrimetrischem Wege (vergl. Bd. II, Maassanalyse), wie folgt:

Werden 25 g Chlorwasser in eine wässerige Lösung von 1 g Kaliumjodid eingegossen, so müssen zur Bindung des ausgeschiedenen Jods mindestens 28,2 ccm Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung verbraucht werden.

Nach den Gleichungen:

$$Cl + KJ = KCl + J$$

$$2(Na_2S_2O_3 + 5H_2O) + 2J = 2NaJ + Na_2S_4O_6 + 10H_2O$$

entspricht 1 Mol. Natriumthiosulfat = 1 Atom Jod = 1 Atom Chlor, 28,2 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung daher 28,2 . 0,00355 = 0,10011 g Chlor. Diese Menge ist in 25 g Chlorwasser enthalten, in 1000 Theilen = 40 . 0,10011 = 4 Theile.

Vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Aqua destillata,** destillirtes Wasser, ist eine klare, farb-, geruch- und geschmacklose Flüssigkeit, die ohne Rückstand verdampft.

Prüfung. Es ist zu prüfen auf die Abwesenheit von Ammoniak, Chlorwasserstoff, Kohlensäure, organischen Stoffen.

Zur Feststellung der vollkommenen Flüchtigkeit lässt man zwei Tropfen Wasser auf einem Objektträger verdunsten und prüft mit dem Mikroskop, ob bei 100facher Vergrösserung ein Rückstand sichtbar ist. Man kann auch ca. 200 g Wasser in einer blanken Platinschale an einem vor Staub geschützten Ort eindampfen: es darf kein Rückstand hinterbleiben.

Auf Ammoniak lässt das Arzneibuch mit Hydrargyrichloridlösung prüfen, wodurch ein reines destillirtes Wasser nicht

verändert wird. Bei Gegenwart von Ammoniak würde durch die Hydrargyrichloridlösung eine Trübung hervorgerufen werden, bedingt durch die Bildung von Hydrargyrichloramid (s. Bd. II, Quecksilber):

$$HgCl_2 + 2\,NH_3 = HgCl(NH_2) + NH_4Cl.$$

Ein schärferes Reagenz auf Ammoniak ist das sogenannte Nessler'sche Reagenz (s. Bd. II, Hydrargyrijodid), welches in ammoniak-haltendem Wasser eine gelbe Färbung oder einen bräunlichgelben Niederschlag von Hydrargyrioxyd-Hydrargyrijodamid $HgJ(NH_2) + HgO$ erzeugt.

Silbernitratlösung darf in destillirtem Wasser keine Veränderung hervorrufen; eine Trübung würde auf einen Gehalt an Chlorwasserstoff deuten. Vermischt man destillirtes Wasser mit zwei Raumtheilen Kalkwasser, so würde ein Kohlensäuregehalt des ersteren eine Trübung der Flüssigkeit (von Calciumcarbonat herrührend) veranlassen. Zur Prüfung auf organische Stoffe, welche ein Reduktionsvermögen gegenüber Kaliumpermanganat besitzen, erhitzt man 100 ccm destillirten Wassers mit 1 ccm verdünnter Schwefelsäure bis zum Sieden und versetzt hierauf mit 0,3 ccm Kaliumpermanganatlösung. Die Flüssigkeit darf selbst, wenn drei Minuten im Sieden erhalten, nicht farblos werden.

**Argentum nitricum,** Silbernitrat, Silbersalpeter, Höllenstein, $AgNO_3$, bildet weisse, glänzende oder grauweisse, schmelzbare Stäbchen (Arg. nitricum fusum) mit krystallinisch-strahligem Bruche oder farblose, rhombische Tafeln (Arg. nitricum crystallisatum) in 0,6 Theilen Wasser, in etwa 10 Theilen Weingeist und in einer genügenden Menge Ammoniakflüssigkeit klar und farblos löslich.

Identitätsreaktionen.

In der wässerigen Lösung ruft Salzsäure einen weissen, käsigen Niederschlag (von Silberchlorid) hervor, der sich in Ammoniakflüssigkeit leicht löst, in Salpetersäure aber unlöslich ist. Fügt man zur wässerigen Silbernitratlösung wenig Ammoniakflüssigkeit, so entsteht anfänglich ein bräunlicher Niederschlag von Silberoxyd, das sich auf weiteren Zusatz von Ammoniakflüssigkeit zu Silberoxydammoniak löst.

Prüfung.

Die Prüfung erstreckt sich auf den Nachweis freier Salpetersäure, Blei, Kupfer, Wismut.

Die wässerige Lösung reagire neutral; saure Reaktion zeigt dieselbe, sobald dem Salz freie Salpetersäure anhängt.

Zur Prüfung auf Blei lässt das Arzneibuch 1 Raumtheil der wässerigen Lösung (1 + 9) mit 4 Raumtheilen verdünnter Schwefelsäure versetzen und bis zum Sieden erhitzen: es darf keine Trübung

(von Bleisulfat) eintreten. Hierbei ist zu beachten, dass auch das Silbersulfat als schwer löslicher Körper sich ausscheiden und zu Täuschungen Anlass geben kann. Um eine solche Ausscheidung zu verhindern, ist es zweckmässig, eine verdünntere Silbernitratlösung (1 + 49) mit der entsprechenden Schwefelsäuremenge zu versetzen.

Wird ein Theil der wässerigen Silbernitratlösung mit Salzsäure ausgefällt und das Filtrat verdampft, so darf kein Rückstand hinterbleiben. Ein solcher könnte aus Alkalisalzen oder Kupfersalz bestehen. Man darf zur Ausfällung des Silbers keinen zu grossen Ueberschuss an Salzsäure verwenden, weil letzterer auf das Silberchlorid lösend wirkt.

Bringt man den mit Salzsäure hervorgerufenen Niederschlag mit überschüssiger Ammoniakflüssigkeit wieder in Lösung, so muss eine völlig klare und farblose Lösung sich ergeben. Eine Blaufärbung würde auf einen Gehalt an Kupfer, eine Trübung auf einen Gehalt an Wismut deuten.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,03 g, grösste Tagesgabe 0,2 g!

**Argentum nitricum cum Kalio nitrico,** Lapis mitigatus, salpeterhaltiges Silbernitrat, bildet weisse oder grauweisse, harte, im Bruche porzellanartige, kaum krystallinische Stäbchen, welche aus einem Gemische von 1 Theil Silbernitrat und 2 Theilen Kaliumnitrat bestehen.

Prüfung. Das Arzneibuch schreibt eine Bestimmung des Silbergehaltes vor, welche in Folgendem besteht:

Wird 1 g des Präparates in 10 ccm Wasser gelöst und mit 20 ccm Zehntel-Normal-Natriumchloridlösung und 10 Tropfen Kaliumchromatlösung gemischt, so dürfen nur 0,5 bis 1 ccm Zehntel-Normal-Silbernitratlösung zur Röthung der Flüssigkeit verbraucht werden.

Zur Bindung des in 20 ccm Zehntel-Normal-Natriumchloridlösung enthaltenen Chlors sind $0{,}0108 \,.\, 20 = 0{,}216$ g Silber (oder $\frac{170 \,.\, 0{,}216}{108} = 0{,}34$ g Silbernitrat) erforderlich. Eine solche Menge Silbernitrat muss daher vorhanden sein, ehe bei weiterem Hinzufügen von Silbernitrat die Bildung von rothem Silberchromat sich vollziehen kann.

In 1 g des vorschriftsmässigen Präparates sind 0,3333 ... g Silbernitrat enthalten; wenn nun das Arzneibuch noch 0,5 bis 1 ccm Zehntel-Normal-Silbernitratlösung hinzuzufügen gestattet, ehe eine Rothfärbung der Flüssigkeit eintritt (je reicher an Silbernitrat das Präparat ist, desto früher wird das Chlor gebunden sein und desto

früher wird auch die Röthung eintreten), so kann die Grenze des Silbernitratgehalts

da 1 ccm Lösung 0,0170 . 1 = 0,0170 Silbernitrat
0,5 „ „ 0,0170 . 0,5 = 0,0085 „

| | |
|---|---|
| 0,34 | 0,34 |
| 0,0170 | 0,0085 |

zwischen 0,3230 und 0,3315 g in 1 g des Präparates schwanken.

Vorsichtig aufzubewahren!

**Auro-Natrium chloratum,** Natrium-Goldchlorid, Chlorgoldnatrium, Goldsalz, besteht aus einem goldgelben Pulver, welches in 2 Theilen Wasser vollständig, in Weingeist nur zum Theil löslich ist. Das Natriumchlorid bleibt ungelöst zurück. Beim Glühen wird es unter Abscheidung von Gold zersetzt. Er besteht aus 61—62% Natrium-Goldchlorid, 35—37% Natriumchlorid und 2—4% Wasser; es enthält demnach 30—30,8% metallisches Gold.

Identitätsreaktionen.

Aus der wässerigen Lösung scheiden Ferrosalze oder Oxalsäure (letztere erst beim Erwärmen) metallisches Gold ab. Durch eine Lösung von Stannichlorid und Stannochlorid wird in der Goldsalzlösung eine rothe Trübung (Cassius'scher Goldpurpur) hervorgerufen.

Prüfung.

Das Präparat soll keine freie Säure enthalten; bei Annäherung eines mit Ammoniakflüssigkeit benetzten Glasstabes darf daher kein Salmiaknebel entstehen.

Eine Gehaltsbestimmung lässt das Arzneibuch in der Weise ausführen, dass 100 Theile, in bedecktem Porzellantiegel langsam zum Glühen erhitzt, nach dem Auslaugen des Rückstandes mit Wasser, mindestens 30 Theile Gold hinterlassen sollen.

Die Ausführung dieser Methode stösst bisweilen auf Schwierigkeiten. Nähert man dem in einem Porzellantiegel untergebrachten, im Wasserbade vorher ausgetrockneten Natriumgoldchlorid auf das Vorsichtigste die Flamme, so ist es nicht zu vermeiden, dass entweichende Spuren Decrepitationswasser ein heftiges Umherschleudern einzelner Theilchen des Präparates bewirken. Es sind desshalb Verluste selbst bei bedecktem Tiegel nicht immer zu umgehen. Zweckmässiger ist es aus diesem Grunde, die Goldlösung durch eine Ferrosulfatlösung zu fällen, das ausgeschiedene Gold auf einem bei 100° getrockneten und gewogenen Filter zu sammeln, mit Wasser auszuwaschen, zu trocknen und zu wiegen.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,05 g. Grösste Tagesgabe 0,2 g.

**Bismutum subnitricum,** Magisterium Bismuti, basisch-salpetersaures Wismut, basisches Wismutnitrat, ist ein weisses, mikrokrystallinisches, sauer reagirendes Pulver.

Identitätsreaktionen. Angefeuchtetes Lackmuspapier wird durch basisches Wismutnitrat geröthet. Glüht man dasselbe, so entwickeln sich gelbrothe Untersalpetersäuredämpfe, und es hinterbleibt gelbes Wismutoxyd.

Prüfung. Das Präparat soll 79—82 % Wismutoxyd enthalten, es soll frei sein von Kohlensäure, von Blei, Kupfer, Alkalien, Erdalkalien, Arsen, Schwefelsäure, Ammoniak. Ein sehr kleiner Chlorgehalt ist gestattet.

Zur Wismutoxydbestimmung glüht man 0,5 g des Präparates im Porzellantiegel, so lange noch ein Gewichtsverlust stattfindet. Der Rückstand muss 0,395—0,41 g = 79—82 % $Bi_2O_3$ betragen.

0,5 g basisches Wismutnitrat sollen sich in der Kälte in 25 ccm verdünnter Schwefelsäure ohne Kohlensäureentwickelung klar auflösen. Ein Bleigehalt würde eine trübe Lösung geben. Wird ein Theil dieser Lösung mit überschüssiger Ammoniakflüssigkeit versetzt, so muss das Filtrat farblos sein; ein Kupfergehalt würde es blau färben. Ein zweiter Theil, mit mehr Wasser verdünnt und mit Schwefelwasserstoff vollständig ausgefällt, gebe ein Filtrat, das nach dem Eindampfen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlässt; ein solcher könnte aus Alkalien und Erdalkalien bestehen.

Zur Prüfung auf Arsen lässt das Arzneibuch 1 g basischen Wismutnitrats bis zum Aufhören der Dampfbildung erhitzen, nach dem Erkalten zerreiben und in 3 ccm Zinnchlorürlösung lösen. Im Laufe einer Stunde darf eine Färbung nicht eintreten. Eine solche würde durch sich ausscheidendes elementares Arsen bedingt sein. Bei Ausführung dieser Prüfung ist zu beachten, dass das Präparat hinlänglich lange geglüht werde, dass also dem Rückstande keine Stickstoffsauerstoffverbindungen mehr anhaften bleiben.

Löst man 0,5 g basischen Wismutnitrats in 5 ccm Salpetersäure, so darf die erhaltene klare Flüssigkeit, wenn mit 0,5 ccm Silbernitratlösung versetzt, höchstens eine opalisirende Trübung zeigen (eine Spur Chlor ist demnach gestattet), sowie durch 0,5 ccm einer mit der gleichen Gewichtsmenge Wasser verdünnten Baryumnitratlösung nicht verändert werden (Prüfung auf Schwefelsäure). Mit Natronlauge im Ueberschuss erwärmt, darf das Präparat Ammoniak nicht entwickeln.

**Bolus alba,** Argilla, weisser Thon, weisser Bolus, weissliche, zerreibliche, abfärbende, durchfeuchtet etwas zähe, im Wasser zerfallende Masse, die der Hauptsache nach aus wasserhaltigem Aluminiumsilicat besteht.

Die Prüfung erstreckt sich auf den Nachweis von Sand und Carbonaten. Prüfung.

Beim Abschlämmen mit Wasser würde der Sand hinterbleiben und beim Uebergiessen des Bolus mit Salzsäure würde ein Aufbrausen die Anwesenheit von Carbonaten anzeigen.

**Borax,** Natriumborat, Natriumpyroborat, $Na_2B_4O_7 + 10H_2O$, bildet weisse, harte Krystalle oder krystallinische Stücke, die in 17 Theilen kalten, 0,5 Theilen siedenden Wassers, reichlich in Glycerin sich lösen, aber in Weingeist unlöslich sind.

Die alkalisch reagirende wässerige Lösung färbt nach dem Ansäuern mit Salzsäure Kurkumapapier braun, welche Färbung besonders beim Trocknen hervortritt und nach Besprengen mit wenig Ammoniakflüssigkeit in blauschwarz übergeht. Erhitzt man Borax, so schmilzt er zunächst in seinem Krystallwasser, sodann bläht er sich zu einer schwammigen Masse auf und schmilzt nach vollständigem Entweichen des Krystallwassers zu einer farblosen, zähen Masse, die zu einem farblosen, durchsichtigen, spröden Glase (Boraxperle, Boraxglas) erstarrt. Identitätsreaktionen.

Das Arzneibuch lässt auf eine Verunreinigung durch Schwermetalle (Eisen, Blei, Kupfer), Kalk, auf Kohlensäure, Chlorwasserstoff prüfen. Prüfung.

Die wässerige Boraxlösung (1 + 49) darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Dunkelfärbung deutet auf Blei- oder Kupfergehalt), noch durch Ammoniumoxalatlösung (Kalk) verändert werden und, nach dem Ansäuern mit Salpetersäure, welche kein Aufbrausen bewirken darf (Natriumcarbonat), weder durch Baryumnitratlösung, noch durch Silbernitratlösung mehr als opalisirend getrübt werden. Das Arzneibuch gestattet also sowohl Spuren Sulfat wie Chlorid.

Zur Prüfung auf Eisen werden 50 ccm der wässerigen Lösung (1 + 49) mit 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung versetzt; es darf nicht sofort eine Bläuung der Flüssigkeit eintreten.

**Bromum,** Brom, Br = 80, besteht aus einer dunkelrothbraunen, flüchtigen Flüssigkeit vom spec. Gew. 2,9—3, bei gewöhnlicher Temperatur erstickend riechend, gelbrothe Dämpfe bildend. Brom löst sich in 30 Theilen Wasser, leicht in Weingeist, Aether, Schwefelkohlenstoff und Chloroform mit tiefrothgelber Farbe.

Färbung, Geruch, specifisches Gewicht sind hinlängliche Kennzeichen für das Brom. Identität.

Prüfung. Die Prüfung hat sich auf den Nachweis organischer Bromverbindungen, von Jod und Chlor zu erstrecken.

Man bringt Brom mit Natronlauge zusammen; es muss sich darin zu einer dauernd klar bleibenden Flüssigkeit lösen. Organische Bromverbindungen, wie Bromoform, Bromkohlenstoff und andere Körper, würden eine Trübung der Flüssigkeit bewirken.

Schüttelt man eine Lösung des Broms in Wasser (1 + 29) mit überschüssigem, gepulvertem Eisen, so erhält man eine Flüssigkeit, die nach Zusatz von Ferrichlorid- und Stärkelösung nicht gebläut werde. Eine Bläuung, herrührend von Jodstärke, würde auf einen Jodgehalt zurückzuführen sein. Das Eisen bildet mit dem Brom Ferrobromid, und wenn Jod vorhanden, Ferrojodid. Auf Eisenchloridlösung wirkt aber nur das letztere reducirend ein:

$$FeJ_2 + Fe_2Cl_6 = 3\,FeCl_2 + 2\,J.$$

Das Jod bildet sodann mit der Stärke blaugefärbte Jodstärke.

Vorsichtig aufzubewahren!

**Calcaria chlorata,** Chlorkalk, bildet ein weisses oder weissliches Pulver von chlorähnlichem Geruche, in Wasser nur theilweise löslich. Es soll in 100 Theilen mindestens 25 Theile wirksamen Chlors enthalten. Unter wirksamem Chlor wird die aus dem Calciumoxychlorid $Ca(OCl)_2$ des Chlorkalks mit Salzsäure abscheidbare Menge Chlor verstanden.

Identitätsreaktionen. Chlorkalk mit Essigsäure übergossen entwickelt Chlor. In der so erhaltenen mit Wasser verdünnten und filtrirten Lösung erzeugt Ammoniumoxalatlösung eine weisse Fällung (von Calciumoxalat).

Prüfung. Eine Prüfung auf den Gehalt des Chlorkalks an wirksamem Chlor lässt das Arzneibuch auf folgende Weise ausführen:

0,5 g Chlorkalk werden mit einer Lösung von 1 g Kaliumjodid in 20 ccm Wasser gemischt und mit 20 Tropfen Salzsäure angesäuert. Die klare rothbraune Lösung soll zur Bindung des ausgeschiedenen Jods mindestens 35,2 ccm Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung erfordern.

Die hierbei stattfindenden Reaktionen verlaufen im Sinne folgender Gleichungen:

$$Ca(OCl)_2 + 4\,HCl = CaCl_2 + 2\,H_2O + 4\,Cl,$$
$$4\,Cl + 4\,KJ = 4\,KCl + 4\,J,$$
$$2(Na_2S_2O_3 + 5\,H_2O) + 2\,J = 2\,NaJ + Na_2S_4O_6 + 10\,H_2O.$$

Zufolge dieser Gleichungen entspricht 1 Mol. Natriumthiosulfat 1 Atom Jod, 1 Atom Jod entspricht 1 Atom Chlor. Daher sind

zur Bindung von 35,2 ccm $^1/_{10}$-Normal-Natriumthiosulfatlösung durch Jod 35,2 . 0,00355 = 0,12496 g Chlor erforderlich. Diese Menge ist aus 0,5 g Chlorkalk entwickelt worden. Der betreffende Chlorkalk enthält demnach 0,12496 . 200 = 24,99 % an wirksamem Chlor.

**Calcaria usta,** Gebrannter Kalk, Aetzkalk, CaO, besteht aus dichten, weisslichen Massen, welche mit der Hälfte ihres Gewichtes Wasser besprengt, sich stark erhitzen und zu Pulver (Calciumhydroxyd $Ca(OH)_2$) zerfallen. Das Pulver, mit 3 bis 4 Theilen Wasser angerieben, bildet einen dicken, gleichmässigen Brei, der in Salpetersäure fast ohne Aufbrausen (also ohne Kohlensäureentwickelung) zum grössten Theile löslich ist. Die mit Wasser verdünnte und mit Natriumacetatlösung im Ueberschuss versetzte Lösung giebt mit Ammoniumoxalatlösung einen weissen Niederschlag von Calciumoxalat. Eigenschaften und Identitätsreaktionen.

**Calcium carbonicum praecipitatum,** Calciumcarbonat, kohlensaurer Kalk, $CaCO_3$, bildet ein weisses, mikrokrystallinisches Pulver, das in Wasser fast unlöslich ist.

Calciumcarbonat löst sich in Essigsäure unter Aufbrausen (Kohlensäure); die mit Wasser verdünnte Lösung giebt auf Zusatz von Ammoniumoxalatlösung einen weissen Niederschlag (von Calciumoxalat). Identitätsreaktionen.

Das Arzneibuch lässt prüfen auf Verunreinigungen durch Natriumcarbonat (von der Fällung herrührend), auf Sulfat, Chlorid, Thonerde und Eisen. Prüfung.

Zur Prüfung auf Natriumcarbonat schüttelt man 1 Theil Calciumcarbonat mit 50 Theilen Wasser und filtrirt. Das Filtrat darf nicht alkalisch reagiren und beim Verdunsten einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

Die mit Hülfe von Essigsäure hergestellte wässerige Lösung (1 + 49) darf durch Baryumnitratlösung nicht sofort verändert und durch Silbernitratlösung nur opalisirend getrübt werden. Das Arzneibuch lässt also Spuren Sulfat bez. Chlorid zu.

Thonerde macht sich durch Trübung der mit Hülfe von Salzsäure hergestellten wässerigen Lösung (1 + 49) nach Uebersättigung mit Ammoniak kenntlich. Auch Ferrisalze werden durch letzteres in Form von Ferrihydroxyd gefällt. Das Arzneibuch lässt aber noch besonders auf Ferrisalze prüfen: Die mit Hülfe von Salzsäure aus 1 g Calciumcarbonat dargestellte wässerige Lösung (1 + 49) darf durch 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung nicht verändert werden.

**Calcium phosphoricum,** Calciumphosphat, sekun-

däres Calciumphosphat, phosphorsaurer Kalk, $CaHPO_4 + 2H_2O$, bildet ein leichtes, weisses, krystallinisches Pulver, das in Wasser kaum löslich, in kalter Essigsäure schwer, in Salzsäure und Salpetersäure leicht löslich ist.

Identitätsreaktionen. Die mit Hülfe von Salpetersäure hergestellte wässerige Lösung des Calciumphosphats (1 + 19) giebt nach vorsichtiger Neutralisirung mit verdünnter Ammoniakflüssigkeit auf Zusatz von Silbernitratlösung einen gelben Niederschlag von tertiärem Silberphosphat (s. Bd. II, Phosphorsäure), nach vorherigem Zusatze von Natriumacetatlösung im Ueberschusse mit Ammoniumoxalatlösung einen weissen Niederschlag (von Calciumoxalat). Wird Calciumphosphat mit Silbernitratlösung befeuchtet, so wird es gelb; das geschieht nicht, wenn es zuvor auf Platinblech längere Zeit geglüht, also in Pyrophosphat übergeführt war.

Prüfung. Die Prüfung erstreckt sich auf die Bestimmung des Feuchtigkeitsgehaltes, auf Verunreinigungen durch Arsen, Sulfat, Chlorid, fremde Metalle.

1 g Calciumphosphat wird in einem Porzellantiegel geglüht; nach dem Erkalten müssen 0,74 bis 0,75 g Glührückstand hinterbleiben. Gemäss der Gleichung:

$$\underbrace{2\,(CaHPO_4 + 2\,H_2O)}_{344} = \underbrace{Ca_2P_2O_7}_{254} + 5\,H_2O$$

müssen $\frac{254}{344} = 0{,}738$ g Calciumpyrophosphat zurückbleiben.

Wird 1 g Calciumphosphat mit 3 ccm Zinnchlorürlösung geschüttelt, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung nicht eintreten. Ein Arsengehalt würde eine Färbung bewirken.

Wird Calciumphosphat mit 20 Theilen Wasser geschüttelt, so darf das mit Essigsäure angesäuerte Filtrat durch Baryumnitratlösung nicht verändert werden (Sulfat). Eine Spur Chlorid wird vom Arzneibuch gestattet: die mit Hülfe von Salpetersäure hergestellte wässerige Lösung (1 + 19) darf durch Silbernitratlösung nach 2 Minuten nur opalisirend getrübt werden. Die vorgenannte Lösung, mit überschüssiger Ammoniakflüssigkeit und Schwefelwasserstoff versetzt, muss einen rein weissen Niederschlag geben. Die Schwefelverbindungen des Kupfers, Bleis, Eisens würden den Niederschlag gefärbt erscheinen lassen.

Eigenschaften u. Identität. **Calcium sulfuricum ustum**, gebrannter Gyps, Calciumsulfat $CaSO_4$, bildet ein weisses Pulver, von welchem 1 Theil mit 0,5 Theilen Wasser zusammengebracht, innerhalb 5 Minuten erhärten muss (vergl. Bd. II, Calciumsulfat).

**Cerussa,** Plumbum-hydrico-carbonicum, Bleiweiss, basisches Bleicarbonat, basisch kohlensaures Blei, $2PbCO_3 + Pb(OH)_2$ (vergl. Bd. II, Blei), bildet ein weisses, schweres, stark abfärbendes Pulver oder leicht zerreibliche Stücke, die in Wasser unlöslich, aber in verdünnter Salpetersäure und Essigsäure löslich sind.

Mit verdünnter Salpetersäure oder Essigsäure übergossen, löst sich Bleiweiss unter Aufbrausen (Kohlensäure). Schwefelwasserstoffwasser fällt diese Lösung schwarz (Bleisulfid), verdünnte Schwefelsäure weiss (Bleisulfat). Identitätsreaktionen.

Die Prüfung erstreckt sich auf die Bestimmung des Bleioxydgehaltes, auf Verunreinigungen durch Sand, Baryumsulfat, Calciumsulfat, Baryumcarbonat, Eisen und Kupfer. Prüfung.

1 g Bleiweiss wird im Porzellantiegel bei schwacher Rothgluth erhitzt. Es muss mindestens 85 % Bleioxyd hinterlassen. Der Formel $2PbCO_3 + Pb(OH)_2$ nach enthält das Präparat 86,2 % PbO.

1 g Bleiweiss wird in 2 ccm Salpetersäure unter Zusatz von 4 ccm Wasser gelöst; es dürfen höchstens 0,01 (= 1 %) Rückstand hinterbleiben, welcher aus Sand, Baryumsulfat, Calciumsulfat bestehen kann. Der in dieser Lösung durch Natronlauge entstehende Niederschlag muss sich im Ueberschuss der letzteren lösen; ein Gehalt an anderen Schwermetallen würde eine bleibende Trübung ergeben.

Fügt man zu der klaren Lösung in überschüssiger Natronlauge 1 Tropfen verdünnter Schwefelsäure, so entsteht an der Einfallsstelle eine weisse Trübung, die, wenn sie durch Bleisulfat bewirkt ist, beim Umschütteln wieder verschwindet, aber bleibt, falls die Lösung Baryumhydroxyd enthält. Baryumcarbonat wird in betrügerischer Weise dem Bleiweiss zugefügt.

Wird die alkalische Lösung mit verdünnter Schwefelsäure gefällt und hierauf filtrirt, so darf das Filtrat durch Kaliumferrocyanidlösung nicht verändert werden (Prüfung auf Eisenoxydsalze, wodurch eine Blaufärbung, und auf Kupfersalze, wodurch eine Rothfärbung bewirkt würde).

Vorsichtig aufzubewahren!

**Cuprum sulfuricum,** Cuprisulfat, schwefelsaures Kupferoxyd, Kupfervitriol, $CuSO_4 + 5H_2O$, bildet blaue, durchsichtige Krystalle, die an trockener Luft wenig verwittern, sich in 3,5 Theilen kalten und in 1 Theil siedenden Wassers, nicht aber in Weingeist lösen.

Die wässerige Lösung reagirt sauer und giebt mit Baryumnitratlösung einen weissen, in Salzsäure unlöslichen Niederschlag Identitätsreaktionen.

(von Baryumsulfat), mit Ammoniakflüssigkeit im Ueberschuss eine klare, tiefblaue Flüssigkeit (von Cuprisulfat-Ammoniak s. Bd. II).

Prüfung. Das Arzneibuch lässt auf Verunreinigungen, wie Ferro- und Zinksulfat, sowie Alkalien und Erdalkalien prüfen. Wird das Kupfer aus einer wässerigen Lösung durch Schwefelwasserstoff ausgefällt, so darf das farblose Filtrat nach Zusatz von Ammoniakflüssigkeit nicht gefärbt werden (ein Eisengehalt würde eine dunkle Färbung, ein Zinkgehalt eine weisse Trübung geben) und darf nach dem Verdampfen einen feuerbeständigen Rückstand nicht hinterlassen (Alkalien und Erdalkalien).

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 1 g!

**Ferrum carbonicum saccharatum,** zuckerhaltiges Ferrocarbonat, bildet ein grünlichgraues, süss und schwach nach Eisen schmeckendes Pulver, welches in 100 Theilen 9,5—10 Theile Eisen enthält.

Identitätsreaktion. In Salzsäure unter reichlicher Kohlensäureentwickelung zu einer grünlich gelben Flüssigkeit löslich. Die mit Wasser verdünnte Lösung giebt sowohl mit Kaliumferrocyanidlösung als mit Kaliumferricyanidlösung einen blauen Niederschlag.

Prüfung. Auf Schwefelsäuregehalt wird geprüft, indem man die mit Hilfe einer möglichst geringen Menge Salzsäure hergestellte wässerige Lösung (1 + 49) mit Baryumnitratlösung versetzt: es darf kaum eine Trübung eintreten. — Eine Eisenbestimmung führt man zweckmässig wie folgt aus: Man löst 1 g des Präparates in 10 ccm verdünnter Schwefelsäure in der Wärme, versetzt nach dem Erkalten mit Kaliumpermanganatlösung bis zur beim Umrühren nicht sofort wieder verschwindenden Röthung und darauf mit 1 g Kaliumjodid und lässt bei gewöhnlicher Temperatur eine Stunde im geschlossenen Gefässe stehen. Zur Bindung des ausgeschiedenen Jods sollen 17 bis 17,8 ccm der Zehntel-Normal-Natriumthiosulfat-lösung verbraucht werden.

Berücksichtigt man die Ausführungen bei der Werthbestimmung von Ferrum pulveratum, welche auch auf vorliegendes Präparat anwendbar sind, so weiss man, dass 1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung 0,0056 g Eisen entspricht, 17 bis 17,8 ccm also $0{,}0056 \cdot 17 = \mathbf{0{,}0952}$ bis $0{,}0056 \cdot 17{,}8 = \mathbf{0{,}09968}$ g Fe, welche in 1 g des Präparates enthalten sind.

**Ferrum oxydatum saccharatum,** Eisenzucker, Ferrisaccharat, bildet ein rothbraunes, süsses, schwach nach Eisen schmeckendes Pulver, welches mit 20 Theilen heissen Wassers eine völlig klare, rothbraune, kaum alkalisch reagirende Lösung giebt. 100 Theile Eisenzucker sollen mindestens 2,8 Theile Eisen enthalten.

Die wässerige Lösung wird durch Kaliumferrocyanidlösung allein nicht verändert, aber auf Zusatz von Salzsäure erst schmutzig grün, dann rein blau (Berlinerblau) gefärbt. Identitätsreaktion.

Die Prüfung hat sich zu erstrecken auf den Nachweis von Chlorid. Das Arzneibuch schreibt ferner eine Eisenbestimmung vor. Prüfung.

Die mit überschüssiger verdünnter Salpetersäure erhitzte, dann wieder erkaltete, wässerige Lösung (1 + 19) darf durch Silbernitratlösung nur opalisirend (von Silberchlorid) getrübt werden.

Zur Eisenbestimmung werde 1 g Eisenzucker mit 5 ccm Salzsäure übergossen, nach beendeter Lösung mit 20 ccm Wasser verdünnt und nach Zusatz von 1 g Kaliumjodid bei einer 40° nicht übersteigenden Wärme im geschlossenen Gefässe eine halbe Stunde stehen gelassen. Nach dem Erkalten müssen zur Bindung des ausgeschiedenen Jods 5 bis 5,3 ccm der Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung verbraucht werden.

Zur Erläuterung dieses Verfahrens berücksichtige man das unter Liquor ferri oxychlorati Gesagte. 1 ccm der $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung entspricht 0,0056 g Eisen, 5 bis 5,3 ccm, daher 0,0056 . 5 = **0,028 g** bis 0,0056 . 5,3 = **0,02968 g** Fe, welche Menge in 1 g Eisenzucker enthalten ist, also 2,8 bis 2,968 %.

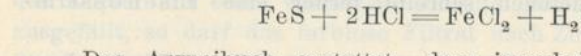
**Ferrum pulveratum,** Limatura Martis praeparata, gepulvertes Eisen, Fe = 56, bildet ein feines, schweres, etwas metallisch glänzendes, graues Pulver. Dasselbe wird vom Magneten angezogen und durch verdünnte Schwefelsäure oder Salzsäure bis auf einen geringen Rückstand unter Entwickelung von Wasserstoff gelöst. 100 Theile Eisenpulver sollen mindestens 98 Theile metallischen Eisens enthalten.

Die mit verdünnter Schwefelsäure oder Salzsäure bewirkte Lösung des Eisens giebt auch bei grosser Verdünnung durch Kaliumferricyanidlösung einen dunkelblauen Niederschlag (von Ferroferricyanid oder Turnbull's Blau Bd. II, Cyanverbindungen). Identitätsreaktion.

Das Arzneibuch lässt prüfen auf einen Gehalt an Schwefel, Arsen, fremden Metallen und schreibt eine Gehaltsbestimmung vor. Prüfung.

Schwefel weist man in Form von Schwefelwasserstoff, wie folgt, nach: Wird 1 g gepulverten Eisens mit 30 ccm Wasser und 15 ccm Salzsäure in einem Fläschchen von höchstens 50 ccm Hohlraum übergossen und sodann der Mischung 2,5 g Zink hinzugefügt, so darf das hierbei entweichende Gas beim Ausströmen aus einem engen Glasrohre einen mit Bleiacetatlösung benetzten, dicht an die Mündung gehaltenen Papierstreifen innerhalb 5 Sekunden nicht

mehr als bräunlich färben. Die bräunliche Färbung ist auf die Bildung von Bleisulfid zurückzuführen. Der Schwefel findet sich im Eisenpulver als Schwefeleisen, und dieses wird durch die Salzsäure unter Entbindung von Schwefelwasserstoff zerlegt:



$$FeS + 2HCl = FeCl_2 + H_2S.$$

Das Arzneibuch gestattet, dass innerhalb 5 Sekunden eine bräunliche Färbung des Bleiacetatpapieres sich zeige, lässt also einen kleinen Schwefelgehalt zu. Ein grösserer Schwefelgehalt würde sofort eine starke Bräunung des Papieres bewirken.

Zündet man das sich entwickelnde Gas an, so dürfen sich auf einer Porzellanschale, mit welcher man das Flämmchen niederdrückt, keine Flecke zeigen. Solche können aus reducirtem Arsen bestehen. Enthält das Eisen Arsen, so wird letzteres in Form von Arsenwasserstoff verflüchtigt. Wird die Arsenwasserstoffflamme durch einen kalten Gegenstand abgekühlt, so setzt sich daran unverbranntes Arsen in metallisch glänzenden, braunen Flecken (Arsenflecken) an, indem nur der Wasserstoff verbrennt, das Arsen nicht. — Wie oben angegeben, ist es empfehlenswerth, in die Wasserstoffentwickelungsflasche ein Stückchen Zink zu geben, weil ohne dasselbe vorhandene Arsenverbindungen durch die Einwirkung von Ferrochlorid und metallischem Eisen zu Arsen reducirt werden, welches dann unangegriffen zurückbleibt. Diesen Uebelstand beseitigt zwar ein Zusatz von Zink nicht vollständig, immerhin aber ermöglicht derselbe den Nachweis von Arsen, wenn dasselbe nicht gerade in Spuren vorhanden ist.

Zweckmässiger weist man Arsen, wie folgt nach: Ein Gemisch aus 0,2 g gepulverten Eisens und 0,2 g Kaliumchlorat wird in einem geräumigen Probirrohre mit 2 ccm Salzsäure übergossen, und die Mischung, nachdem die Einwirkung beendet ist, bis zur Entfernung des freien Chlors erwärmt. Wird alsdann 1 ccm des Filtrates mit 3 ccm Zinnchlorürlösung versetzt, so darf innerhalb einer Stunde eine braune Färbung nicht eintreten.

Zur Untersuchung auf fremde Metalle, wie Kupfer, Blei, überschichtet man einen Theil der vorstehend erhaltenen sauren Lösung mit Schwefelstoffwasser: es darf an der Berührungsfläche eine dunkle Zone nicht entstehen (eine solche kann von Bleisulfid oder Cuprisulfid herrühren).

Oxydirt man in einem anderen Theile das Eisen durch Salpetersäure und fällt es durch überschüssige Ammoniakflüssigkeit aus, so darf die von dem Niederschlage abfiltrirte Flüssigkeit auf Zusatz von Schwefelwasserstoff nicht verändert werden. Diese

Prüfungsmethode bezweckt den Nachweis von Zink. Salpetersäure führt das Ferrochlorid in Ferrichlorid über (Bd. II, Eisen):

$$6\,FeCl_2 + 6\,HCl + 2\,HNO_3 = 3\,Fe_2Cl_6 + 4\,H_2O + 2\,NO,$$

Ammoniak zerlegt das Ferrichlorid unter Abscheidung von Ferrihydroxyd:

$$Fe_2Cl_6 + 6\,NH_3 + 6\,H_2O = Fe_2(OH)_6 + 6\,NH_4Cl,$$

während etwa vorhandenes Zink durch überschüssiges Ammoniak als Zinkoxydammonium (Bd. II, Zink) in Lösung bleibt, also mit in das Filtrat geht, aber auf Zusatz von Schwefelwasserstoff als Zinksulfid niedergeschlagen wird:

$$Zn(ONH_4)_2 + H_2S = ZnS + 2\,H_2O + 2\,NH_3.$$

Bringt man den bei der Behandlung des Eisenpulvers mit verdünnter Salzsäure gebliebenen Rückstand mit Hilfe von Salpetersäure in Lösung, so darf die letztere nach Verdünnung mit Wasser weder durch Schwefelwasserstoffwasser dunkel (Blei- oder Kupfersulfid), noch durch überschüssige Ammoniakflüssigkeit blau gefärbt werden (Kupfer).

Das gepulverte Eisen soll in 100 Theilen mindestens 98 Theile reinen Eisens enthalten. Man führt eine Gehaltsbestimmung in folgender Weise aus:

1 g gepulverten Eisens löst man in 50 ccm verdünnter Schwefelsäure und verdünnt diese Lösung auf 100 ccm. Zu 10 ccm dieser verdünnten Lösung fügt man unter Umschwenken Kaliumpermanganatlösung, bis eine schwache Röthung bestehen bleibt, beseitigt sodann diese wieder mit einigen Tropfen Weingeist und versetzt mit 1 g Kaliumjodid. Man lässt diese Mischung in einem verschlossenen Glase bei gewöhnlicher Temperatur eine Stunde stehen und titrirt hierauf das ausgeschiedene Jod mittelst Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung. Zur Bindung des ausgeschiedenen Jods sollen mindestens 17,5 ccm Thiosulfatlösung verbraucht werden.

Durch die verdünnte Schwefelsäure wird das Eisen zu Ferrosulfat gelöst:

$$Fe + H_2SO_4 = FeSO_4 + 2\,H.$$

Kaliumpermanganatlösung bewirkt bei Gegenwart von Schwefelsäure eine Oxydation des Ferrosulfats zu Ferrisulfat:

$$10\,FeSO_4 + K_2Mn_2O_8 + 8\,H_2SO_4 = 5\,Fe_2(SO_4)_3 + 2\,MnSO_4 + K_2SO_4 + 8\,H_2O.$$

Kaliumjodid zerlegt das Ferrisulfat unter Rückbildung zu Ferrosulfat und Abspaltung von Jod:

$$Fe_2(SO_4)_3 + 2\,KJ = K_2SO_4 + 2\,FeSO_4 + 2\,J$$

und Natriumthiosulfat reagirt mit Jod im Sinne folgender Gleichung:

$$2(Na_2S_2O_3 + 5\,H_2O) + 2\,J = 2\,NaJ + Na_2S_4O_6 + 10\,H_2O.$$

1 Mol. Natriumthiosulfat entspricht daher 1 Atom Jod oder $^1/_2$Mol. Ferrisulfat oder 1 Mol. Ferrosulfat, oder 1 Atom Eisen, d. h. durch 1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung wird 0,0056 g Fe bestimmt. 17,5 ccm Thiosulfatlösung entsprechen 17,5 . 0,0056 = 0,098 g Fe. Diese Menge ist in 10 ccm der Eisenlösung oder in 0,1 g des verwendeten Eisenpulvers enthalten, d. h. letzteres enthält 98 % metallischen Eisens.

**Ferrum reductum,** reducirtes Eisen, Fe = 56, bildet ein graues, glanzloses Pulver, welches vom Magneten angezogen wird. 100 Theile reducirten Eisens sollen mindestens 90 Theile metallischen Eisens enthalten.

Identitätsreaktionen. S. Ferrum pulveratum. Beim Erhitzen geht das reducirte Eisen unter Verglimmen in schwarzes Eisenoxyduloxyd über.

Prüfung. Die Prüfung hat sich auf den Gehalt an Schwefel, auf Arsen, auf eine Verunreinigung durch Alkalien zu erstrecken, des Weiteren ist eine Gehaltsbestimmung erforderlich.

Die Prüfung auf Schwefel wird in gleicher Weise vorgenommen, wie bei Ferrum pulveratum angegeben ist.

Zum Nachweis des Arsens übergiesst man ein Gemisch aus 0,2 g reducirten Eisens und 0,2 g Kaliumchlorat in einem geräumigen Probirrohre mit 2 ccm Salzsäure und erwärmt, nachdem die Einwirkung beendet ist, die Mischung bis zur Entfernung des freien Chlors. Wird alsdann 1 ccm des Filtrates mit 3 ccm Zinnchlorürlösung versetzt, so darf innerhalb einer Stunde eine braune Färbung nicht eintreten.

Der in Salzsäure unlösliche Rückstand von 1 g reducirten Eisens darf nicht mehr als 0,01 (= 1 %) betragen.

Zur Prüfung auf einen Alkaligehalt (derselbe kann durch mangelhaftes Auswaschen des mit Kalium- oder Natriumhydroxyd gefällten Ferrihydroxyds dem letzteren anhaftend geblieben sein; meist wird indess zur Fällung Ammoniak genommen s. Bd. II, Eisen), schüttelt man 2 g des reducirten Eisens mit 10 ccm Wasser. Das Filtrat darf rothes Lackmuspapier nicht verändern.

Zur Gehaltsbestimmung des reducirten Eisens verfährt man wie folgt: 1 g wird mit 5 g fein geriebenen Hydrargyrichlorids und 50 ccm Wasser in einem Fläschchen von 100 ccm Hohlraum eine Stunde im Wasserbade unter häufigem Umschwenken erwärmt und diese Flüssigkeit nach dem Erkalten mit Wasser auf 100 ccm aufgefüllt und filtrirt. 10 ccm des Filtrats werden zunächst mit 10 ccm verdünnter Schwefelsäure und hierauf mit Kaliumpermanganatlösung bis zur bleibenden Röthung versetzt, diese durch einige

Tropfen Weingeist wieder fortgenommen und die Flüssigkeit mit 1 g Kaliumjodid versetzt. Man lässt diese Mischung in einem verschlossenen Glase bei gewöhnlicher Temperatur eine Stunde stehen und titrirt hierauf das ausgeschiedene Jod mittelst Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung. Zur Bindung des ausgeschiedenen Jods sollen mindestens 16 ccm Thiosulfatlösung verbraucht werden.

Das reducirte Eisen enthält häufig in mehr oder minder grosser Menge Sauerstoffverbindungen, die beim Behandeln mit verdünnter Säure ebenfalls gelöst werden und daher eine Gehaltsbestimmung, wie bei Ferrum pulveratum ausgeführt, nicht zulassen. Beim Behandeln des reducirten Eisens mit Hydrargyrichlorid aber wird nur das als Metall vorhandene Eisen gelöst, nicht aber die Oxyde des Eisens: die Einwirkung des Hydrargyrichlorids auf Eisen vollzieht sich im Sinne folgender Gleichung:

$$Fe + 2\,HgCl_2 = Hg_2Cl_2 + FeCl_2.$$

Im Filtrat ist Ferrochlorid enthalten, das unter Beifügung von Schwefelsäure mit Kaliumpermanganat zu Ferrisulfat oxydirt wird:

$$10\,FeCl_2 + K_2Mn_2O_8 + 18\,H_2SO_4 = 5\,Fe_2(SO_4)_3 + 2\,MnSO_4 + K_2SO_4 + 20\,HCl + 8\,H_2O.$$

Kaliumjodid zerlegt das Ferrisulfat unter Bildung von Ferrosulfat und Abspaltung von Jod, und Natriumthiosulfat reagirt mit Jod, wie unter Ferrum pulv. ausgeführt. 1 Mol. Natriumthiosulfat entspricht 1 Atom Jod oder $^1/_2$ Mol. Ferrisulfat oder 1 Mol. Ferrochlorid oder 1 Atom Eisen, d. h. durch 1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung wird 0,0056 g Fe bestimmt, und 16 ccm Thiosulfatlösung entsprechen 16 . 0,0056 = 0,0896 g Fe. Diese Menge ist in 10 ccm der Eisenlösung oder in 0,1 g des untersuchten reducirten Eisens enthalten, d. h. letzteres enthält 89,6 % metallischen Eisens.

**Ferrum sulfuricum,** Ferrosulfat, schwefelsaures Eisenoxydul, Eisenvitriol, $FeSO_4 + 7\,H_2O$; man unterscheidet reinen und rohen Eisenvitriol. Ersterer ist für den medicinischen Gebrauch, der rohe Eisenvitriol besonders für Desinfektionszwecke, zur Tintenfabrikation u. s. w. bestimmt.

A. Reiner Eisenvitriol. Das Arzneibuch lässt der grösseren Haltbarkeit wegen das kleinkrystallisirte Salz verwenden (s. Bd. II, Eisen). Dasselbe bildet ein krystallinisches, an trockener Luft verwitterndes Pulver, welches sich in 1,8 Theilen Wasser mit grünlichblauer Farbe löst.

Selbst die sehr verdünnte Lösung des Salzes giebt mit Kalium- Identitätsreaktionen.
ferricyanidlösung einen dunkelblauen Niederschlag (von Ferriferrocyanid oder Turnbull's Blau), mit Baryumnitratlösung

einen weissen, in Salzsäure unlöslichen Niederschlag (von Baryumsulfat).

Prüfung. Die Prüfung erstreckt sich auf freie Schwefelsäure, auf Kupfer, Zink, Magnesiumsalze, Alkalisalze.

Die mit ausgekochtem und abgekühltem Wasser frisch bereitete Lösung (1 + 19) sei klar und röthe Lackmuspapier nur schwach; eine starke Röthung würde für anhängende freie Schwefelsäure sprechen. Werden 2 g des Salzes in wässeriger Lösung mit Salpetersäure oder Bromwasser oxydirt und dann mit einem Ueberschuss von Ammoniakflüssigkeit versetzt, so darf das farblose Filtrat durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden. Bei Gegenwart von Zink würde letzteres als Sulfid weiss gefällt werden. Ein Kupfergehalt würde sich schon durch die Blaufärbung des ammoniakalischen Filtrates verrathen. Beim Abdampfen des Filtrates und Glühen darf ein wägbarer Rückstand nicht hinterbleiben. Ein solcher könnte aus Magnesium- oder Alkalisalzen bestehen.

**Ferrum sulfuricum siccum,** getrocknetes Ferrosulfat, $FeSO_4 + H_2O$ (s. Bd. II, Eisen) kann in gleicher Weise auf Reinheit geprüft werden, wie vorstehendes Salz.

B. Roher Eisenvitriol bildet Krystalle oder krystallinische Bruchstücke von grüner Farbe; dieselben sind meist etwas feucht, seltener an der Oberfläche weisslich bestäubt und geben mit 2 Theilen Wasser eine etwas trübe, sauer reagirende Flüssigkeit von zusammenziehendem, tintenartigem Geschmack.

Die wässerige Lösung (1 + 4) darf einen erheblichen, okerartigen Bodensatz nicht fallen lassen (basisches Ferrisulfat) und muss nach dem Filtriren eine blaugrüne Farbe zeigen (gelbe Färbung würde auf einen Gehalt von Eisenoxydsalz deuten). Nach dem Ansäuern darf die Lösung durch Schwefelwasserstoffwasser nur schwach gebräunt werden (ein geringer Kupfergehalt ist demnach gestattet).

**Hydrargyrum,** Quecksilber, Hg = 200, bildet ein flüssiges, stark silberglänzendes Metall vom spec. Gew. 13,573 bei 15°. Es wird bei 39,4° fest und siedet bei 360° (s. Bd. II).

Prüfung. Quecksilber lässt sich ohne Rückstand verflüchtigen. Mit Rücksicht auf die grosse Giftigkeit der Quecksilberdämpfe pflegt man diese Prüfung jedoch nicht auszuführen, sondern begnügt sich damit das Quecksilber auf ein trockenes Filter zu geben, in dessen Spitze mit einer Stecknadel ein Loch gestochen ist. Das Quecksilber läuft in dünnem Strahl durch das Filter und hinterlässt auf der Filterwandung einen schmutzigen Rückstand, der zum grössten Theil aus Legirungen des Quecksilbers besteht. Unreines Quecksilber,

d. h. solches, welches fremde Metalle in grösserer Menge enthält, kennzeichnet sich auch schon dadurch, dass es mit einem matten Häutchen bedeckt ist.

**Hydrargyrum bichloratum,** Hydrargyrichlorid, Mercurichlorid, Quecksilberchlorid, Sublimat, $HgCl_2$, bildet weisse, durchscheinende, strahlig-krystallinische, schwere Stücke, welche beim Zerreiben ein weisses Pulver geben.

Quecksilberchlorid löst sich in 16 Theilen kalten, 3 Theilen siedenden Wassers, 3 Theilen Weingeist und 4 Theilen Aether.

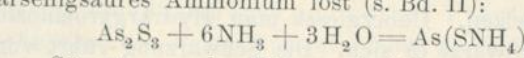
Identitätsreaktionen.

Quecksilberchlorid schmilzt beim Erhitzen im Probirrohre und verflüchtigt sich. Die wässerige Lösung röthet Lackmuspapier und nimmt auf Zusatz von Natriumchlorid neutrale Reaktion an. Aus der wässerigen Lösung fällt Silbernitratlösung weisses Silberchlorid, Schwefelwasserstoffwasser im Ueberschuss schwarzes Hydrargyrisulfid.

Prüfung.

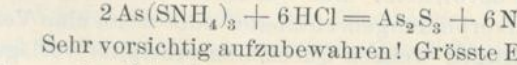
Für die Reinheit des Quecksilberchlorids ist in erster Linie seine Klarlöslichkeit in Aether, von welchem 4 Theile erforderlich sind, maassgebend. Ein Gehalt von Alkalichlorid oder Hydrargyrochlorid (Calomel) oder Hydrargyriarseniat würde eine trübe Lösung geben.

Auf Alkalichlorid lässt das Arzneibuch ausserdem auf folgende Weise prüfen: Man fällt das Quecksilber aus der wässerigen Lösung des Quecksilberchlorids mit Schwefelwasserstoff aus und verdunstet das Filtrat: es darf ein Rückstand nicht hinterbleiben. Das so erhaltene Hydrargyrisulfid schüttelt man mit verdünnter Ammoniakflüssigkeit, welche bei Anwesenheit von Arsen (als Arsentrisulfid mitgefällt) das Arsentrisulfid als sulfarsenigsaures Ammonium und arsenigsaures Ammonium löst (s. Bd. II):



$$As_2S_3 + 6NH_3 + 3H_2O = As(SNH_4)_3 + As(ONH_4)_3.$$

Säuert man das Filtrat mit Salzsäure an, so deutet eine gelbe Farbe oder ein geiber Niederschlag (Arsentrisulfid) auf die Anwesenheit von Arsen:



$$2As(SNH_4)_3 + 6HCl = As_2S_3 + 6NH_4Cl + 3H_2S.$$

Sehr vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,02 g, grösste Tagesgabe 0,1 g!

**Hydrargyrum bijodatum,** Hydrargyrijodid, Mercurijodid, Quecksilberjodid, $HgJ_2$, bildet ein scharlachrothes, schweres Pulver, welches in 130 Theilen kalten, 20 Theilen siedenden Weingeistes und kaum in Wasser löslich ist.

Identitätsreaktionen.

Hydrargyrijodid wird beim Erhitzen im Probirrohre gelb, schmilzt und verflüchtigt sich sodann. Beim Uebergiessen mit starker Ammoniakflüssigkeit färbt es sich anfangs weiss, indem sich

Hydrargyrijodid-Ammoniak bildet; letzteres löst sich sodann theilweise, theilweise bleibt Hydrargyrioxyd-Hydrargyrijodamid $HgJ(NH_2) + HgO$ als rothbraunes Pulver zurück.

Prüfung. Durch die völlige Löslichkeit des Präparates in 20 Theilen siedenden Weingeistes wird die Abwesenheit von Hydrargyrojodid, Hydrargyrioxyd und Hydrargyriarseniat festgestellt. Die erkaltete weingeistige Lösung sei farblos und röthe Lackmuspapier nicht. Eine Verunreinigung durch Hydrargyrichlorid würde eine saure Reaktion der weingeistigen Lösung bedingen.

Zum Nachweis von Quecksilberchlorid dienen auch folgende Reaktionen:

Mit Quecksilberjodid geschütteltes Wasser darf nach dem Abfiltriren durch Schwefelwasserstoffwasser nur schwach gefärbt und durch Silbernitratlösung nur schwach opalisirend getrübt werden. Da das Quecksilberjodid in geringer Menge von Wasser aufgenommen wird, so werden sowohl Schwefelwasserstoffwasser, als auch Silbernitratlösung eine Einwirkung zeigen.

Sehr vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,02 g, grösste Tagesgabe 0,1 g.

**Hydrargyrum chloratum,** Hydrargyrum chloratum mite, Hydrargyrochlorid, Mercurochlorid, Quecksilberchlorür, Calomel, $Hg_2Cl_2$, aus sublimirtem Quecksilberchlorür dargestellt (s. Bd. II, Quecksilber) bildet es ein gelblichweisses, bei hundertfacher Vergrösserung deutlich krystallinisches, feinstgeschlämmtes Pulver. In Wasser und Weingeist ist es unlöslich.

Identitätsreaktionen. Wird Hydrargyrochlorid im Probirrohre erhitzt, so verflüchtigt es sich ohne zu schmelzen. Uebergiesst man Hydrargyrochlorid mit Natronlauge, so schwärzt es sich. Die Schwärzung rührt von der Bildung von Hydrargyrooxyd $Hg_2O$ her.

Prüfung. Beim Erwärmen des Hydrargyrochlorids mit Natronlauge darf sich kein Ammoniak entwickeln. Das würde der Fall sein, wenn das Präparat Ammoniumverbindungen enthielte, oder wenn eine Verwechselung mit dem giftigen weissen Quecksilberpräcipitat vorläge.

Zum Nachweis von Quecksilberchlorid wird 1 g Quecksilberchlorür mit 10 ccm Wasser geschüttelt. Das Filtrat soll weder durch Silbernitratlösung noch durch Schwefelwasserstoffwasser verändert werden. Man trifft im Handel sehr selten ein vollständig quecksilberchloridfreies Präparat an. Mag man auch noch so sorgfältig ausgewaschen haben, schon beim Trocknen des Hydrargyrochlorids findet ein theilweiser Uebergang in Chlorid statt. Zweckmässig bereitet man sich ein chloridfreies Präparat, indem man

Calomel zunächst mit Wasser auswäscht, auf einem Filter absaugt, mit Alkohol nachwäscht und den Alkohol schliesslich mit Aether verdrängt.

Bei der Prüfung verfährt man in der Weise, dass man das Quecksilberchlorür mit der vorgeschriebenen Wassermenge schüttelt, sodann durch ein angenässtes doppeltes Filter filtrirt und noch ein oder zweimal zurückgiesst, bis das Filtrat völlig klar ist.

Vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Hydrargyrum chloratum vapore paratum,** durch Dampf bereitetes Hydrargyrochlorid, Mercurochlorid, Quecksilberchlorür, Dampfcalomel, $Hg_2Cl_2$, durch schnelles Erkalten des Quecksilberchlorürdampfes dargestellt (s. Bd. II, Quecksilber), bildet ein weisses, nach starkem Reiben gelbliches Pulver, welches bei 100facher Vergrösserung nur vereinzelte Kryställchen zeigt. In Wasser und Weingeist ist es unlöslich.

Wird Dampfcalomel im Probirrohre erhitzt, so verflüchtigt er sich ohne zu schmelzen. Uebergiesst man Dampfcalomel mit Natronlauge, so entsteht schwarzes Hydrargyrooxyd. Identitätsreaktionen.

Beim Erwärmen des Dampfcalomels darf sich kein Ammoniak entwickeln (s. Hydrargyrum chloratum mite). 1 g Quecksilberchlorür mit 10 ccm Wasser geschüttelt, liefere ein Filtrat, welches weder durch Silbernitratlösung noch durch Schwefelwasserstoffwasser verändert wird. Diese Probe bezieht sich, wie bei dem vorhergehenden Präparat ausgeführt, auf den Nachweis von Quecksilberchlorid. Prüfung.

Vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Hydrargyrum oxydatum,** Hydrargyrioxyd, Mercurioxyd, Quecksilberoxyd, rother Präcipitat, HgO, bildet ein gelblichrothes, krystallinisches, feinst geschlämmtes, schweres Pulver. In Wasser ist es fast ganz unlöslich, in verdünnter Salzsäure oder Salpetersäure leicht löslich.

Beim Erhitzen im Probirrohre verflüchtigt sich das Quecksilberoxyd unter Abscheidung von Quecksilber. Zur Unterscheidung eines auf trockenem Wege bereiteten Quecksilberoxyds von einem durch Fällung bereiteten (s. folgendes Präparat), schüttelt man Quecksilberoxyd mit Oxalsäurelösung (1 + 9); es darf kein weisses Oxalat geben. Bei dem auf nassem Wege bereiteten Quecksilberoxyd tritt zufolge seiner viel feineren Vertheilung eine Oxalatbildung ein. Identitätsreaktion.

Die Prüfung betrifft den Nachweis von Stickstoffsauerstoffverbindungen, von Hydrargyrichlorid und von metallischem Quecksilber. Prüfung.

Da Quecksilberoxyd durch Erhitzen von basisch-salpetersaurem Quecksilberoxyd bereitet wird (s. Bd. II, Quecksilber), so können dem Präparat leicht Stickstoffsauerstoffverbindungen anhängend bleiben. Man weist solche dadurch nach, dass man 1 g Quecksilberoxyd mit 2 ccm Wasser schüttelt, dann mit 2 ccm Schwefelsäure versetzt und hierauf mit 1 ccm Ferrosulfatlösung überschichtet; auch nach längerem Stehen darf sich keine gefärbte Zone zeigen (vergl. Acidum nitricum).

Die mit Hülfe von Salpetersäure hergestellte wässerige Lösung (1 + 99) sei klar und werde durch Silbernitratlösung nur opalisirend getrübt (Probe auf Hydrargyrichlorid).

Da bei zu starkem und anhaltendem Erhitzen des basisch-salpetersauren Quecksilberoxyds ein Zerfall des Quecksilberoxyds in Sauerstoff und metallisches Quecksilber stattfindet und letzteres dem Präparat beigemengt sein kann, so hat man auch darauf Rücksicht zu nehmen. Man reibt etwas Quecksilberoxyd auf einem Stückchen Papier und sucht mit der Lupe nach Quecksilberkügelchen. Man findet selten ein Präparat, welches nicht solche enthält.

Sehr vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,02 g, grösste Tagesgabe 0,1 g.

**Hydrargyrum oxydatum via humida paratum,** Hydrargyrum oxydatum flavum, gelbes Quecksilberoxyd, präcipitirtes Quecksilberoxyd, HgO, bildet ein gelbes, amorphes, schweres Pulver. In Wasser ist es fast ganz unlöslich, in verdünnter Salzsäure oder Salpetersäure leicht löslich.

Identitätsreaktion. Beim Erhitzen im Probirrohre verflüchtigt sich das Quecksilberoxyd unter Abscheidung von Quecksilber. Zur Unterscheidung von dem auf trockenem Wege bereiteten Quecksilberoxyd schüttelt man es mit Oxalsäurelösung (1 + 9). Es liefert allmählich ein weisses Oxalat (vergl. vorstehenden Artikel).

Prüfung. Zum Nachweis von Quecksilberchlorid stellt man sich mit Hülfe von verdünnter Salpetersäure eine Lösung (1 + 99) her. Dieselbe sei klar und werde durch Silbernitratlösung nur opalisirend getrübt.

Sehr vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,02 g, grösste Tagesgabe 0,1 g.

**Hydrargyrum praecipitatum album,** Hydrargyrichloramid, Hydrargyriammoniumchlorid, weisser Quecksilberpräcipitat, $HgCl(NH_2)$, bildet weisse Stücke oder ein weisses amorphes Pulver, welches in Wasser kaum löslich ist und sich in erwärmter Salpetersäure leicht löst.

Beim Erwärmen mit Natronlauge scheidet sich unter Ammoniakentwickelung gelbes Quecksilberoxyd ab. Erhitzt man den weissen Quecksilberpräcipitat im Probirrohr, so verflüchtigt er sich, ohne vorher zu schmelzen. Bei schnellem Erhitzen zerfällt er unter Ammoniak- und Stickstoffentwickelung in Hydrargyrochlorid: Identitätsreaktionen.

$$6\,HgCl(NH_2) = 3\,Hg_2Cl_2 + 4\,NH_3 + 2\,N.$$

Beim Erhitzen im Probirrohre soll der weisse Quecksilberpräcipitat ohne zu schmelzen und unter Zersetzung ohne Rückstand flüchtig sein. Unter schmelzbarem weissen Quecksilberpräcipitat wird ein Hydrargyridiammoniumchlorid der Zusammensetzung $Hg(NH_3Cl)_2$ verstanden, welches sich beim Erwärmen des Hydrargyrichloramids mit Ammoniumchlorid (s. Bd. II, Quecksilber) oder auch beim Versetzen einer Quecksilberchloridlösung mit einer siedend heissen ammoniakalischen Ammoniumchloridlösung bildet. Der schmelzbare weisse Quecksilberpräcipitat ist vom medicinischen Gebrauch ausgeschlossen. Prüfung.

Ein beim Erhitzen des weissen Quecksilberpräcipitats hinterbleibender Rückstand könnte aus Kalium- oder Natriumchlorid bestehen.

Mit 1 Theil Wasser verdünnte Salpetersäure löse den weissen Präcipitat beim Erwärmen völlig auf — eine Beimengung von Hydrargyrochlorid z. B. würde ungelöst zurückbleiben.

Sehr vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Jodum,** Jod, J = 127, besteht aus schwarzgrauen, metallisch glänzenden, rhombischen Tafeln oder Blättchen von eigenthümlichem Geruche, welche beim Erhitzen violette Dämpfe bilden und Stärkelösung blau färben. In etwa 5000 Theilen Wasser, sowie in 10 Theilen Weingeist löst sich das Jod mit brauner Farbe. Von Aether und Kaliumjodidlösung wird Jod mit brauner, von Chloroform mit violetter Farbe reichlich gelöst.

Spec. Gew. bei 17° = 4,948, Schmelzpunkt = 114°, Siedepunkt über 200°.

Von seinen physikalischen Eigenschaften sind die beim Erhitzen des Jods auftretenden violetten Dämpfe besonders kennzeichnend. Identitätsreaktionen.

Jod soll trocken sein; feuchtes Jod haftet beim Schütteln an den Glaswandungen. Jod muss sich in der Wärme vollständig verflüchtigen, muss also frei sein von anorganischen Verunreinigungen. Das Arzneibuch lässt weiterhin prüfen auf einen Ge- Prüfung.

halt an Cyanjod, Chlorjod und schreibt eine Gehaltsbestimmung vor.

Zum Nachweis von Cyanjod werden 0,5 g des zerriebenen Jods mit 20 ccm Wasser geschüttelt und filtrirt, ein Theil des Filtrats mit Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung bis zur Entfärbung, dann mit einem Körnchen Ferrosulfat, 1 Tropfen Ferrichloridlösung und etwas Natronlauge versetzt und gelinde erwärmt. Bei Gegenwart von Cyanverbindung färbt sich auf Zusatz von überschüssiger Salzsäure die Flüssigkeit blau.

Cyanjod, welches in dem Rohjod fast stets enthalten ist, löst sich ziemlich leicht in Wasser, es wird durch Natronlauge zerlegt, und bei Gegenwart von Ferro- und Ferrisalz entsteht Ferriferrocyanid (Berlinerblau) $Fe_4[Fe(CN)_6]_3$. Durch die Natronlauge wird aber ferner aus dem überschüssigen Ferro- und Ferrisalz Ferro- bez. Ferrihydroxyd gebildet, welche die Färbung des Berlinerblaus verdecken. Durch den erwähnten Salzsäurezusatz werden Ferro- bez. Ferrihydroxyd wieder gelöst, und nun kommt bei Anwesenheit von Berlinerblau die blaue Färbung desselben zum Vorschein.

Ein Cyanjod haltendes Jod ist zu verwerfen.

Ein anderer Theil des obigen Filtrates wird zur Prüfung auf Chlorjod verwendet. Man versetzt die Lösung mit überschüssiger Ammoniakflüssigkeit und fällt mit überschüssiger Silbernitratlösung aus. Das Filtrat darf nach der Uebersättigung mit Salpetersäure nur eine Trübung, aber keinen Niederschlag geben.

Die Silbernitratlösung fällt aus der ammoniakalischen Chlorjodlösung das in Ammoniakflüssigkeit sehr schwer lösliche Silberjodid aus, während Silberchlorid gelöst bleibt und im Filtrate gänzlich enthalten ist. Säuert man das Filtrat mit Salpetersäure an, so scheidet sich das in Spuren mit in Lösung gegangene Silberjodid wieder aus und bewirkt eine schwache Trübung der Flüssigkeit, während etwa vorhandenes Silberchlorid beim Ansäuern mit Salpetersäure in Form eines Niederschlages sich abscheidet.

Zur Gehaltsbestimmung des Jods schreibt das Arzneibuch folgenden Weg vor: Eine Lösung von 0,2 g Jod wird mit Hülfe von 1 g Kaliumjodid und 20 ccm Wasser hergestellt und mit Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung titrirt. Es sollen mindestens 15,6 ccm dieser Lösung verbraucht werden.

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung entspricht 0,0127 g Jod (s. Aqua chlorata), 15,6 ccm daher 15,6 . 0,0127 = **0,19812 g**,

welche in 0,2 g Jod enthalten sein sollen. Das Arzneibuch verlangt daher ein Präparat mit $\frac{100 . 0,19812}{0,2} = 99,06\,\%$ Jodgehalt.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,05 g, grösste Tagesgabe 0,2 g!

**Kali causticum fusum,** Kali hydricum fusum, Lapis causticus, Kaliumhydroxyd, Aetzkali, Kalihydrat, KOH. Man unterscheidet im Handel je nach der Reinheit mehrere Sorten Kaliumhydroxyd, von welchen das Kali causticum alcohole depuratum als reinstes zu betrachten ist; dasselbe besteht aus trockenen, weissen, an der Luft feucht werdenden Stücken oder Stäbchen, welche auf der Bruchfläche ein krystallinisches Gefüge zeigen. Sie wirken stark ätzend, zerstören die thierische Haut, und die Lösung vermag Eiweissstoff zu lösen. Die Lösung reagirt stark alkalisch.

Identitätsreaktion.

Wird die wässerige Lösung mit Weinsäure übersättigt, so scheidet sich Kaliumbitartrat $C_2H_2(OH)_2(COO)_2HK$ in Form eines weissen, krystallinischen Niederschlags ab. An einem Platindraht in die nicht leuchtende Flamme gebracht, färbt das Kaliumhydroxyd dieselbe violett.

Prüfung.

Die Prüfung erstreckt sich auf Verunreinigungen durch Kaliumcarbonat, Kaliumchlorid, Kaliumsulfat, Kaliumnitrat, Kaliumsilikat. Das Arzneibuch schreibt ausserdem eine Gehaltsbestimmung vor.

Wird 1 g Kaliumhydroxyd in 2 ccm Wasser gelöst und mit 10 ccm Weingeist gemischt, so darf sich nach einigem Stehen nur ein sehr geringer Bodensatz bilden. Ein solcher kann bestehen aus Kaliumcarbonat, Kaliumsulfat, Kaliumnitrat oder Kaliumsilicat.

Zur Prüfung des Kaliumhydroxyds auf Kohlensäuregehalt (das Kaliumhydroxyd zieht beim Aufbewahren in nicht sehr gut verschlossenen Gefässen sehr schnell Kohlensäure aus der Luft an) lässt das Arzneibuch 1 g Kaliumhydroxyd in 2 ccm Wasser lösen und mit 50 ccm Kalkwasser kochen. In 50 ccm Kalkwasser sind mindestens $\frac{0,148}{2}$ g $Ca(OH)_2$ (s. Aqua Calcariae) enthalten, und diese vermögen

$$\underbrace{Ca(OH)_2}_{74} : \underbrace{CO_2}_{44} = 0,074 : x,$$

$x = 0,044$ g $CO_2$ zu binden. Man filtrirt ab und giesst das Filtrat in überschüssige Salpetersäure ein, wobei kein Aufbrausen (besser wäre zu sagen: wobei keine Gasentwickelung) stattfinden darf.

1 g Kaliumhydroxyd darf also 0,044 g $CO_2$, die nach obiger Prüfung an den Kalk als Calciumcarbonat gebunden werden, enthalten; das entspricht

$$\underbrace{CO_2}_{44} : \underbrace{K_2CO_3}_{138} = 0{,}044 : x,$$

$$x = \frac{0{,}044 \,.\, 138}{44} = 0{,}138 \text{ g } K_2CO_3 = \mathbf{13{,}8}\,\%\text{ Kaliumcarbonat.}$$

Diese Forderung muss als eine sehr milde gelten; das Kali causticum alcohole depuratum des Handels enthält einen weit geringeren Procentgehalt an Kaliumcarbonat.

Werden 2 ccm der mit verdünnter Schwefelsäure hergestellten Lösung (1 + 19) mit 2 ccm Schwefelsäure gemischt und mit 1 ccm Ferrosulfatlösung überschichtet, so darf eine gefärbte Zone nicht entstehen. Eine solche würde bei einem Kaliumnitratgehalt eintreten (s. Acidum nitricum).

Die mit Salpetersäure übersättigte Lösung (1 + 49) darf weder durch Baryumnitratlösung (zeigt Sulfat an) sofort verändert, noch durch Silbernitratlösung mehr als opalisirend getrübt werden (ein kleiner Chlorgehalt ist also gestattet).

Zur Gehaltsbestimmung löst man 5,6 g des Präparates zu 100 ccm in Wasser, pipettirt 10 ccm ab und titrirt unter Hinzufügung von Phenolphthaleïn oder Lackmus als Indikator mit Normalsalzsäure: es sollen mindestens 9 ccm derselben zur Sättigung erforderlich sein.

1 ccm entspricht 0,056, 9 ccm also 9 . 0,056 = **0,504 g** KOH, die in 0,56 g des Präparates enthalten sein sollen $\left(= \frac{100 \,.\, 0{,}504}{0{,}56} = 90\,\%\right)$. Da zur Lösung 5,6 des Präparates und zur Titration 0,56 g verwendet werden und 56 das Aequivalent von KOH ist, so werden durch je 1 ccm Normalsalzsäure (= 0,056) 10 % KOH angezeigt.

**Kalium bicarbonicum,** Kaliumbicarbonat, doppeltkohlensaures Kalium, $KHCO_3$, besteht aus farblosen durchscheinenden Krystallen, welche in 4 Theilen Wasser langsam löslich sind und von Weingeist nur in sehr geringer Menge aufgenommen werden. Wird die Lösung des Kaliumbicarbonats über 75° erwärmt, so entweicht ein Theil der Kohlensäure. Beim Erhitzen des trockenen Salzes geht dasselbe unter Kohlensäure- und Wasserabgabe in das neutrale Kaliumcarbonat über:

$$2\,KHCO_3 = K_2CO_3 + CO_2 + H_2O.$$

Identitätsreaktionen. Kaliumbicarbonat braust, mit Säuren übergossen, lebhaft auf

(Kohlensäure). Die wässerige, rothes Lackmuspapier bläuende Lösung giebt mit überschüssiger Weinsäurelösung einen weissen, krystallinischen Niederschlag (von Kaliumbitartrat).

Die Prüfung erstreckt sich auf Verunreinigungen durch Kaliumcarbonat, Sulfat, Chlorid, durch Schwermetalle, besonders Eisen. Prüfung.

Indem das Arzneibuch das Kaliumbicarbonat als völlig trockene Krystalle beschreibt, sagt es damit, dass es frei sein soll von Kaliummonocarbonat, welches selbst in kleiner Beimengung ein Feuchtwerden der Krystalle an der Luft veranlasst.

Wird die wässerige Lösung (1 + 19) mit Essigsäure übersättigt, so darf weder durch Baryumnitratlösung (zeigt Sulfat an), noch durch Schwefelwasserstoffwasser (zeigt Blei, Kupfer, Zink an) verändert und, nach Zusatz von Salpetersäure, durch Silbernitratlösung nicht mehr als opalisirend (Silberchlorid) getrübt werden. Eine geringe Beimengung von Kaliumchlorid ist daher gestattet.

Zur Prüfung auf Eisengehalt werden 20 ccm der vorgenannten wässerigen Lösung, mit Salzsäure übersättigt, mit 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung versetzt, wodurch eine Veränderung nicht eintreten darf (eine Bläuung würde auf die Entstehung von Berlinerblau zurückzuführen sein, also Eisenoxydverbindung anzeigen).

**Kalium bromatum**, Kaliumbromid, Bromkalium, KBr, besteht aus grossen, farblosen, glänzenden, luftbeständigen, würfelförmigen Krystallen, welche von 2 Theilen Wasser und von 200 Theilen Weingeist gelöst werden.

Die wässerige Lösung (1 + 19), mit wenig Chlorwasser versetzt und mit Aether oder Chloroform geschüttelt, färbt letztere rothgelb: $KBr + Cl = KCl + Br$. Identitätsreaktionen.

Das ausgeschiedene Brom wird von Aether oder Chloroform mit rothgelber Farbe gelöst. Wird die wässerige Lösung (1 + 19) mit Weinsäurelösung gemischt, so giebt sie nach einiger Zeit einen weissen, krystallinischen Niederschlag (von Kaliumbitartrat).

Kaliumbromid ist zu prüfen auf einen Gehalt an Natriumbromid, auf Kaliumbromat (bromsaures Kalium), Kaliumcarbonat, Kaliumsulfat, Baryumbromid, Kaliumchlorid, Kaliumjodid und Eisen. Prüfung.

Natriumbromid weist man durch die Flammenfärbung nach; bringt man ein natriumbromidhaltiges Salz am Platindraht in die nicht leuchtende Flamme, so wird dieselbe zunächst gelb gefärbt, und erst später tritt die violette Färbung des Kaliums auf.

Breitet man zerriebenes Kaliumbromid auf weissem Porzellan aus und setzt einige Tropfen verdünnter Schwefelsäure hinzu, so

tritt bei Gegenwart von Kaliumbromat Gelbfärbung ein, indem sich im Sinne folgender Gleichung Brom ausscheidet:

$$5\,KBr + KBrO_3 + 6\,H_2SO_4 = 6\,KHSO_4 + 3\,H_2O + 6\,Br.$$

Aber nur wenn die Gelbfärbung sofort auftritt, kann man auf einen Gehalt an bromsaurem Salz schliessen, da bei längerer Einwirkung der freien Schwefelsäure auf den abgespaltenen Bromwasserstoff letzterer ebenfalls eine Zersetzung zu freiem Brom erfährt (vergl. Bd. II, Bromwasserstoff).

Bringt man zerriebenes Kaliumbromid auf angefeuchtetes rothes Lackmuspapier, so darf sich letzteres nicht violettblau färben, anderenfalls liegt eine Verunreinigung durch Kaliumcarbonat vor.

Zur Prüfung auf Schwermetalle (Blei und Kupfer) versetzt man die wässerige Lösung (1 + 19) mit Schwefelwasserstoffwasser, zur Prüfung auf Sulfat mit Baryumnitratlösung, zur Prüfung auf Barytgehalt mit verdünnter Schwefelsäure. Es dürfen durch genannte Reagenzien keine Veränderungen hervorgerufen werden.

Um Jod nachzuweisen lässt das Arzneibuch 5 ccm der erwähnten wässerigen Lösung mit 1 Tropfen Ferrichloridlösung vermischen und alsdann mit Stärkelösung ersetzen, wobei eine Blaufärbung nicht auftreten darf. Ferrichlorid zersetzt sich nicht mit dem Bromid, wohl aber mit Jodid:

$$Fe_2Cl_6 + 2\,KJ = 2\,FeCl_2 + 2\,KCl + 2\,J$$

und das abgespaltene Jod bildet mit der Stärke blaue Jodstärke.

Auf Eisen wird mit Kaliumferrocyanidlösung in bekannter Weise geprüft.

Zur Feststellung des in dem Kaliumbromid enthaltenen Chloridgehaltes führt man eine Titration mit Silbernitratlösung in ähnlicher Weise aus, wie bei Ammonium bromatum angegeben ist. 10 ccm einer wässerigen Kaliumbromidlösung (3 g = 100 ccm) des bei 100° getrockneten Salzes dürfen, nach Zusatz einiger Tropfen Kaliumchromatlösung, nicht mehr als 25,4 ccm Zehntel-Normal-Silbernitratlösung bis zur bleibenden Röthung verbrauchen.

10 ccm der aus reinem Kaliumbromid bestehenden Lösung = 0,3 g KBr verlangen 25,21 ccm Silberlösung zur vollständigen Ausfällung, denn

$\underbrace{KBr}_{119} : AgNO_3$, 1 ccm der $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung entspricht daher 0,0119 g KBr, folglich $0{,}0119 : 1 = 0{,}3 : x$, also $x = \frac{0{,}3}{0{,}0119} = 25{,}21$ ccm.

Die 0,3 g Chlorid entsprechende Anzahl ccm Silberlösung beträgt 40,27, denn

$\underbrace{KCl}_{74{,}5} : AgNO_3$ oder $0{,}00745 : 1 = 0{,}3 : x$, also $x = \frac{0{,}3}{0{,}00745} = 40{,}27$ ccm.

Gestattet das Arzneibuch 25,4 ccm Silberlösung zur Bindung des Halogens, so ist ein der Differenz 25,4 — 25,21 = 0,19 ccm entsprechender Gehalt an Chlorid zulässig.

Die Differenz zwischen KBr und KCl = 119 — 74,5 = 44,5 verhält sich zu KBr daher, wie 0,19 : x,

$$44{,}5 : 119 = 0{,}19 : x,$$

$$x = \frac{0{,}19 \,.\, 119}{44{,}5} = 0{,}5081.$$

Multiplicirt man diese Zahl mit der 1 ccm Silberlösung entsprechenden Chloridmenge, also 0,5081 . 0,00745, so erhält man 0,003785345 g, welche Menge Chlorid in 0,3 g des Präparates enthalten sein darf oder

$$\frac{0{,}003785345 \,.\, 100}{0{,}3} = 1{,}26\,\%\ \mathrm{KCl}.$$

**Kalium carbonicum,** Kaliumcarbonat, kohlensaures Kalium, Pottasche, $K_2CO_3$. Die verschiedenen Handelssorten Pottasche sind in Bd. II erwähnt.

a) Reines Kaliumcarbonat bildet ein weisses, in 1 Theil Wasser klar lösliches, alkalisch reagirendes Salz, welches in 100 Theilen mindestens 95 Theile Kaliumcarbonat enthalten soll.

Die wässerige Lösung braust, mit Weinsäurelösung übersättigt, auf (Kohlensäureentwickelung) und lässt einen weissen, krystallinischen Niederschlag fallen (von Kaliumbitartrat). Identitätsreaktion.

Kaliumcarbonat ist zu prüfen auf einen Gehalt an Natriumsalz, auf Schwermetalle (Blei, Kupfer, Eisen, Zink), auf Sulfide und Thiosulfate, auf Kaliumcyanid, Stickstoffsauerstoffverbindungen, auf Sulfat und Chlorid. Prüfung.

Natriumsalz weist man durch die Flammenfärbung nach: Das Salz soll, am Platindrahte erhitzt, der Flamme eine violette, dagegen nicht eine andauernd gelbe Färbung geben. — Die wässerige Lösung (1 + 19) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden (Eisengehalt giebt Dunkelfärbung, Zinkgehalt weisse Fällung). 1 Raumtheil dieser Lösung, in 10 Raumtheile Zehntel-Normal-Silbernitratlösung gegossen, muss einen gelblich weissen Niederschlag geben, welcher bei gelindem Erwärmen nicht dunkler gefärbt werden darf.

Silbernitrat fällt aus der Lösung gelblich weisses Silbercarbonat; ist der Niederschlag dunkel gefärbt, so kann im Kaliumcarbonat Kaliumsulfid vorhanden sein, welches durch das entstehende Silbersulfid eine Dunkelfärbung des Niederschlags veranlasst. Auch ein Gehalt von Thiosulfat zeigt sich, besonders beim gelinden Erwärmen, durch Dunkelfärbung des Niederschlags an, ebenso ameisensaures Salz, das eine Reduktion des Silbernitrats bewirkt.

Bei der Darstellung des Kaliumcarbonats aus Weinstein wird in geringer Menge Kaliumcyanid gebildet. Man weist dasselbe nach, indem man die Lösung des Kaliumcarbonats (1 + 19) mit wenig Ferrosulfat- und Ferrichloridlösung mischt und gelinde erwärmt. Es entsteht neben Ferro- und Ferricarbonat Berlinerblau; nach Uebersättigen der Lösung mit Salzsäure werden die ersten beiden gelöst, und Berlinerblau färbt die Lösung blau.

Zum Nachweis von Stickstoffsauerstoffverbindungen (Nitrat oder Nitrit) fügt man zu 2 ccm einer mit verdünnter Schwefelsäure hergestellten Lösung des Salzes 2 ccm Schwefelsäure und überschichtet mit 1 ccm Ferrosulfatlösung, wobei eine gefärbte Zone nicht entstehen darf (s. Acid. nitricum).

Die wässerige Lösung (1 + 19), mit Essigsäure übersättigt, darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Zink, Blei, Kupfer), noch durch Baryumnitratlösung (Sulfat) verändert, noch nach Zusatz von verdünnter Salpetersäure durch Silbernitratlösung nach 2 Minuten mehr als opalisirend getrübt werden. Eine Spur Chlorid ist demnach gestattet. — Zur Prüfung auf Eisen (bezw. Kupfer) werden 20 ccm einer wässerigen, mit Salzsäure übersättigten Lösung (1 + 19) mit 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung versetzt, welche eine Veränderung nicht bewirken darf.

Eine Gehaltsbestimmung lässt das Arzneibuch, wie folgt, ausführen: 1 g Kaliumcarbonat soll zur Sättigung mindestens 13,7 ccm Normalsalzsäure erfordern. 1 ccm der letzteren entspricht, da $K_2CO_3$ das Aequivalent 138 hat, $\frac{0,138}{2}$ g $K_2CO_3$, 13,7 ccm daher $\frac{0,138}{2} \cdot 13,7$ $= \mathbf{0,9453}$ **g**, welche Menge in 1 g Kaliumcarbonat enthalten sein muss (= ca. 95 %). Bei der Ausführung der Titration berücksichtige man die Bd. II, Maassanalyse, gegebenen Hinweise.

b. Rohes Kaliumcarbonat bildet ein weisses, trockenes, in 1 Theil Wasser fast völlig lösliches, alkalisch reagirendes Salz, welches in 100 Theilen mindestens 90 Theile Kaliumcarbonat enthalten soll.

Identitätsreaktionen. Identitätsreaktionen: s. reines Kaliumcarbonat.

Prüfung. Das rohe Kaliumcarbonat enthält in mehr oder minder grosser Menge Chloride, Sulfate, Eisen u. s. w., auf welche Verunreinigungen das Arzneibuch keine Rücksicht nimmt. Es schreibt nur eine Gehaltsbestimmung vor: 1 g Pottasche soll zur Sättigung mindestens 13 ccm Normalsalzsäure erfordern.

Diese Menge entspricht $\frac{0,138}{2} \cdot 13 = \mathbf{0,897}$ **g** = ca. 90 % $K_2CO_3$.

**Kalium chloricum,** Kaliumchlorat, chlorsaures Kalium, $KClO_3$, bildet farblose, glänzende, blätterige oder tafelförmige

Krystalle oder ein Krystallmehl, in 16 Theilen kalten, 3 Theilen siedenden Wassers und in 130 Theilen Weingeist löslich.

Die wässerige Lösung, mit Salzsäure erwärmt, färbt sich grüngelb und entwickelt reichlich Chlor: Identitätsreaktionen.

$$KClO_3 + 6HCl = KCl + 3H_2O + 6Cl.$$

Mit Weinsäurelösung giebt sie allmählich einen weissen, krystallinischen Niederschlag (von Kaliumbitartrat).

Es ist zu prüfen auf Verunreinigungen durch Schwermetalle, besonders Eisen, Kalk, Chlorid, Nitrat. Prüfung.

Die wässerige Lösung (1 + 19) darf weder durch Schwefelwasserstoff (Blei, Kupfer), noch durch Ammoniumoxalat (Kalk), noch durch Silbernitratlösung (Kaliumchlorid) verändert werden. 20 ccm der eben genannten wässerigen Lösung dürfen durch 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung (Eisen) nicht verändert werden.

Zur Prüfung auf Nitrate kann man wegen der oxydirenden Eigenschaft der Chlorsäure nicht Ferrosulfatlösung (s. Acidum nitricum) benützen, sondern verfährt zweckmässig wie folgt: Man erwärmt 1 g des Salzes mit 5 ccm Natronlauge, je 0,5 g Zinkfeile und Eisenpulver; es darf hierbei ein Geruch nach Ammoniak nicht auftreten.

Bei der Einwirkung von Zink auf Natronlauge entwickelt sich (besonders leicht bei Gegenwart von Eisen) Wasserstoff, welcher reducirend auf die Nitrate einwirkt.

**Kalium dichromicum,** Kaliumdichromat, doppeltchromsaures Kalium, $K_2Cr_2O_7$, bildet dunkelgelbrothe Krystalle, in 10 Theilen Wasser löslich, beim Erhitzen zu einer braunrothen Flüssigkeit schmelzend.

Die wässerige Lösung (1 + 19) röthet Lackmuspapier. Sie färbt sich beim Erhitzen mit 1 Raumtheil Salzsäure unter allmählichem Zusatze von Weingeist grün. Durch Salzsäure wird Chromsäure frei gemacht, welche oxydirend auf Weingeist einwirkt, Acetaldehyd bildend (s. Bd. II): Identitätsreaktionen.

$$2CrO_3 + 3C_2H_5.OH + 6HCl = Cr_2Cl_6 + 6H_2O + 3\begin{array}{l} CH_3 \\ | \\ C\begin{smallmatrix}-H\\=O\end{smallmatrix} \end{array}$$

Das entstehende Chromichlorid ist lebhaft grün gefärbt.

Kaliumdichromat ist auf Sulfat-, Chlorid- und Kalkgehalt zu prüfen. Die mit Salpetersäure stark angesäuerte, wässerige Lösung (1 + 19) darf weder durch Baryumnitrat- (Sulfat), noch durch Silbernitratlösung (Chlorid) verändert werden, die mit Ammoniak- Prüfung.

flüssigkeit versetzte wässerige Lösung darf sich auf Zusatz von Ammoniumoxalatlösung nicht trüben (Kalk).

Vorsichtig aufzubewahren!

**Kalium jodatum,** Kaliumjodid, Jodkalium, KJ, bildet farblose, würfelförmige, an der Luft nicht feucht werdende Krystalle von scharf salzigem und hinterher bitterem Geschmack, in 0,75 Theilen Wasser in 12 Theilen Weingeist löslich.

Identitätsreaktionen. Die wässerige Lösung, mit wenig Chlorwasser versetzt und mit Chloroform geschüttelt, färbt letzteres violett; mit Weinsäurelösung versetzt, entsteht allmählich ein weisser, krystallinischer Niederschlag (von Kaliumbitartrat).

Prüfung. Die Prüfung erstreckt sich auf Verunreinigungen durch Natriumjodid, Alkalicarbonat, Schwermetalle, Sulfat, Cyanid, Kaliumjodat, Nitrat, Chlorid- und Thiosulfat.

Am Platindraht erhitzt, muss das Salz die Flamme von Anfang an violett färben, eine Gelbfärbung zeigt Natriumsalz an. Bringt man zerriebenes Kaliumjodid auf befeuchtetes rothes Lackmuspapier, so darf dieses sich nicht sofort violettblau färben, anderenfalls enthält das Salz Alkalicarbonat. Die wässerige Lösung (1 + 19) wird auf Schwermetalle mit Schwefelwasserstoffwasser, auf Sulfat mit Baryumnitratlösung und auf Cyanid, wie folgt, geprüft: die wässerige Lösung wird mit einem Körnchen Ferrosulfat und 1 Tropfen Ferrichloridlösung nach Zusatz von Natronlauge gelinde erwärmt; beim Uebersättigen mit Salzsäure darf keine Blaufärbung (Berlinerblau) eintreten. — Wird die mit ausgekochtem und wieder erkaltetem Wasser (also solchem, welches keinen Sauerstoff gelöst enthält) frisch bereitete Lösung (1 + 19) mit Stärkelösung und verdünnter Schwefelsäure versetzt, so darf nicht sofort eine Blaufärbung auftreten. Diese Probe, welche Kaliumjodat anzeigt, beruht darauf, dass verdünnte Schwefelsäure bei Gegenwart des letzteren, wie folgt, reagirt:

$$5\,KJ + KJO_3 + 6\,H_2SO_4 = 6\,KHSO_4 + 3\,H_2O + 6\,J.$$

Das abgespaltene Jod bildet mit der Stärke blaue Jodstärke. Man hat sauerstofffreies Wasser bei der Lösung des Salzes zu verwenden, da sauerstoffhaltiges Wasser Jodide in kleiner Menge zu zersetzen vermag. —

Auf Eisen wird mit Kaliumferrocyanidlösung in bekannter Weise geprüft, auf Nitrat in gleicher Weise, wie bei Kal. chloricum: Erwärmt man 1 g des Salzes mit 5 ccm Natronlauge, je 0,5 g Zinkfeile und Eisenpulver, so darf sich kein Ammoniakgeruch entwickeln.

Zur Prüfung auf einen Chlorgehalt wird in ähnlicher Weise verfahren, wie beim Jod auf Chlorjod. Man löst 0,2 g Kaliumjodid in 2 ccm Ammoniakflüssigkeit, vermischt unter Umschütteln mit 13 ccm Zehntel-Normal-Silbernitratlösung und filtrirt. Das Filtrat, welches bei Anwesenheit von Chlorid im Präparate Chlorsilber, durch Ammoniak in Lösung gehalten, enthält, darf nach Uebersättigung mit Salpetersäure innerhalb 10 Minuten nicht bis zur Undurchsichtigkeit getrübt werden. Eine eintretende Dunkelfärbung deutet Thiosulfat an. Silberthiosulfat wird durch Ammoniak gleichfalls in Lösung gehalten, beim Ansäuern derselben aber unter Abspaltung von Schwefelsäure in schwarzes Silbersulfid umgewandelt:

$$Ag_2S_2O_3 + H_2O = Ag_2S + H_2SO_4.$$

Vorsichtig aufzubewahren!

**Kalium nitricum,** Kaliumnitrat, salpetersaures Kalium, $KNO_3$, bildet farblose, durchsichtige, luftbeständige, prismatische Krystalle oder ein krystallinisches Pulver, in 4 Theilen kalten und weniger als 0,5 Theilen siedenden Wassers löslich, in Weingeist nahezu unlöslich.

Die wässerige Lösung giebt mit Weinsäurelösung nach einiger Zeit einen weissen, krystallinischen Niederschlag (von Kaliumbitartrat) und färbt sich, mit Schwefelsäure und überschüssiger Ferrosulfatlösung gemischt, braunschwarz (Nitratreaktion s. Acidum nitricum). Identitätsreaktionen.

Das Arzneibuch lässt prüfen auf saure oder alkalische Reaktion, auf Verunreinigungen durch Metalle, auf Sulfat, Chlorid und Chlorat. Prüfung.

Die wässerige Lösung (1 + 19) darf Lackmuspapier nicht verändern (eine Röthung des blauen deutet auf einen Gehalt an freier Salpetersäure, eine Bläuung des rothen Lackmuspapieres auf einen Gehalt an Kaliumcarbonat). Auf fremde Metalle prüft man mit Schwefelwasserstoffwasser, auf Sulfat mit Baryumnitratlösung, auf Chlorid durch Silbernitratlösung, auf Eisen mit Kaliumferrocyanid in bekannter Weise.

Giebt man in ein mit Schwefelsäure gereinigtes Probirrohr 1 ccm Schwefelsäure und streut 0,1 g Kaliumnitrat darauf, so darf die Säure hierdurch nicht gefärbt werden. Eine gelbliche Färbung würde Nitrat, eine gelblichgrüne Chlorat (chlorsaures Salz) anzeigen. Man hat vor Anstellung der Probe das Probirrohr mit Schwefelsäure auszuspülen, um sicher zu sein, dass eine auftretende Färbung nicht etwa durch Einwirkung der Schwefelsäure auf Staubpartikelchen oder andere organische Substanzen bedingt ist.

**Kalium permanganicum,** Kaliumpermanganat, übermangansaures Kalium, $K_2Mn_2O_8$, besteht aus metallglänzenden, fast schwarzen, rhombischen Prismen, welche sich in 16 Theilen Wasser von 15° und in 3 Theilen siedenden Wassers mit violettrother Farbe lösen.

Identitätsreaktionen. Die wässerige Lösung wird durch Ferrosalze, schweflige Säure, Oxalsäure, Weingeist oder andere reducirend wirkende Körper bei Gegenwart von Säure entfärbt. Ist keine Säure zugegen, so scheidet sich als Reduktionskörper ein brauner flockiger Niederschlag der Zusammensetzung $KH_3Mn_4O_{10}$ ab. Viele leicht verbrennliche Körper entzünden sich beim Zusammenreiben mit trockenem Kaliumpermanganat unter Explosion.

Prüfung. Das Salz sei trocken; es ist zu prüfen auf einen Gehalt an Sulfat, Chlorid, Nitrat.

Man erhitzt 0,5 g Kaliumpermanganat mit 2 ccm Weingeist und 25 ccm Wasser zum Sieden; das erhaltene farblose Filtrat darf, nach dem Ansäuern mit Salpetersäure, weder durch Baryumnitratlösung (zeigt Sulfat an), noch durch Silbernitratlösung mehr als opalisirend getrübt werden (eine Spur Chlorid ist also gestattet).

Wird einer Lösung von 0,5 g des Salzes in 5 ccm heissen Wassers allmählich Oxalsäure zugesetzt, bis die Violettrothfärbung der Flüssigkeit verschwunden ist, so darf eine Mischung von 2 ccm des klaren Filtrats mit 2 ccm Schwefelsäure beim Ueberschichten mit 1 ccm Ferrosulfatlösung eine gefärbte Zone nicht zeigen (Prüfung auf Nitrat, vergl. Acidum nitricum).

Vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Kalium sulfuratum,** Kaliumsulfid, Schwefelkalium, Schwefelleber (über Darstellung s. Bd. II, Kaliumsulfid), besteht aus leberbraunen, später gelbgrünen Bruchstücken, welche schwach nach Schwefelwasserstoff riechen, an feuchter Luft zerfliessen und sich in 2 Theilen Wasser bis auf einen geringen Rückstand zu einer alkalischen, gelbgrünen, etwas trüben Flüssigkeit lösen.

Identitätsreaktionen. Die wässerige Lösung (1 + 19), mit überschüssiger Essigsäure erhitzt, entwickelt unter Abscheidung von Schwefel reichlich Schwefelwasserstoff und giebt ein Filtrat, das nach dem Erkalten auf Zusatz von Weinsäurelösung einen weissen, krystallinischen Niederschlag (von Kaliumbitartrat) fallen lässt.

Prüfung. Eine vorschriftsmässig bereitete Schwefelleber muss sich in 2 Theilen Wasser bis auf einen geringen Rückstand lösen. Den Nachweis, dass eine hinreichende Menge Sulfid in dem Präparat vorhanden ist, führt man in der Weise, dass man 1 g Schwefelleber

mit 1 g krystallisirten Cuprisulfats und 10 ccm Wasser verreibt. Das Filtrat darf kein Cuprisulfat mehr enthalten, also durch Schwefelwasserstoff nicht verändert werden. Diese Forderung wird erfüllt, wenn die Schwefelleber so viel Kaliumsulfid enthält, dass die vorgeschriebene Menge Kupfer vollständig gebunden wird.

**Kalium sulfuricum,** Kaliumsulfat, schwefelsaures Kalium, $K_2SO_4$, besteht aus farblosen, harten Krystallen oder Krystallkrusten, welche in 10 Theilen kalten und in 4 Theilen siedenden Wassers löslich, in Weingeist aber unlöslich sind.

Die wässerige Lösung giebt mit Weinsäurelösung nach einiger Zeit einen weissen, krystallinischen Niederschlag (von Kaliumbitartrat), mit Baryumnitratlösung eine weisse Fällung (von Baryumsulfat). Identitätsreaktionen.

Man prüft auf einen Gehalt an Natriumsalz, auf Schwermetalle, in besonderer Reaktion noch auf Eisen, auf Kalk, Chlorid und stellt die Neutralität der wässerigen Lösung mit Lackmuspapier fest. Prüfung.

Am Platindraht in der nicht leuchtenden Flamme erhitzt, darf Kaliumsulfat dieselbe höchstens vorübergehend gelb färben, anderenfalls liegt ein grösserer Gehalt an Natriumsalz vor.

Die wässerige Lösung (1 + 19) darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Schwermetalle), noch durch Ammoniumoxalatlösung (Kalk), noch durch Silbernitratlösung (Chlorid) verändert werden. Auf Eisenoxydsalz wird in bekannter Weise mit Kaliumferrocyanidlösung geprüft.

**Liquor Ammonii caustici,** Ammoniakflüssigkeit, Salmiakgeist, besteht aus einer klaren, farblosen, flüchtigen Flüssigkeit von stechendem Geruch und stark alkalischer Reaktion. 100 Theile enthalten 10 Theile Ammoniak ($NH_3$). Spec. Gew. 0,960.

Die Ammoniakflüssigkeit ist durch ihren Geruch hinlänglich gekennzeichnet. Bei Annäherung von Salzsäure bildet sie dichte, weisse Nebel (von Ammoniumchlorid). Identitätsreaktionen.

Die Prüfung hat sich auf Verunreinigungen durch Ammoniumcarbonat, Metalle, auf Sulfat- und Chloridgehalt, sowie empyreumatische Stoffe zu erstrecken, ferner schreibt das Arzneibuch eine Gehaltsbestimmung vor. Prüfung.

Zur Prüfung auf Ammoniumcarbonat mischt man die Flüssigkeit mit 4 Raumtheilen Kalkwasser, wobei keine Trübung (von Calciumcarbonat herrührend) erfolgen darf. Mit 2 Raumtheilen Wasser verdünnte Ammoniakflüssigkeit darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Eisen, Blei, Kupfer, Zink) noch durch Am-

moniumoxalatlösung (Kalk) verändert werden. Uebersättigt man Ammoniakflüssigkeit mit Essigsäure, so darf durch Baryumnitratlösung keine Veränderung (auf Sulfat), und nach Zusatz von Salpetersäure, durch Silbernitratlösung (auf Chlorid), nur eine opalisirende Trübung hervorgerufen werden.

Uebersättigt man Ammoniakflüssigkeit mit Salpetersäure und verdampft zur Trockene, so muss ein farbloser, bei höherer Wärme flüchtiger Rückstand hinterbleiben. Empyreumatische Stoffe (Theerbestandtheile, Pyridin u. s. w,) hinterlassen einen gelblich bis röthlich gefärbten Rückstand. Bei Gegenwart anorganischer Salze lässt sich der Rückstand bei höherer Wärme nicht völlig verflüchtigen.

Zur Gehaltsbestimmung werden 5 ccm Ammoniakflüssigkeit mit Normalsalzsäure titrirt. Es sollen 28 bis 28,2 ccm der letzteren verbraucht werden.

Da 1 Mol. $\frac{NH_3}{17}$ 1 Mol. HCl zur Sättigung erfordert, so entspricht 1 ccm Normalsalzsäure 0,017 g $NH_3$, 28 ccm = 0,017 . 28 = **0,476** und 28,2 ccm = 0,017 . 28,2 = **0,4794 g** $NH_3$. Bei einem spec. Gew. von 0,960 entsprechen 5 ccm Ammoniakflüssigkeit **4,8 g**, welche 0,476 — 0,4794 g oder **9,92 — 9,99** % $NH_3$ enthalten müssen.

**Liquor Ferri oxychlorati,** flüssiges Eisenoxychlorid, dialysirte Eisenlösung (Darstellung s. Bd. II, unter Ferrichlorid) besteht aus einer braunrothen, klaren, geruchlosen Flüssigkeit von wenig zusammenziehendem Geschmack, welche in 100 Theilen nahezu 3,5 Theile Eisen enthält.

Prüfung. Man kann in dem flüssigen Eisenoxychlorid mit Hilfe von Silbernitrat Chlor nicht nachweisen. Ist bei der Darstellung daher ein Ueberschuss von Ferrichlorid, d. h. mehr als zur Bildung des Oxychlorids nothwendig, verwendet worden, so entsteht in diesem Fall auf Zusatz von Silbernitratlösung ein Niederschlag. Das Arzneibuch schreibt daher vor, man soll 1 ccm Eisenoxychloridlösung mit 19 ccm Wasser verdünnen und hierauf mit 1 Tropfen Salpetersäure und 1 Tropfen Silbernitratlösung versetzen; die Flüssigkeit muss bei durchfallendem Licht klar erscheinen.

Eine Gehaltsbestimmung führt man auf maassanalytischem Wege, wie folgt, aus: Man erwärmt 5,6 g Eisenoxychloridflüssigkeit mit 3 g Salzsäure (um das Ferrioxychlorid in Ferrichlorid überzuführen), fügt nach dem Erkalten 50 ccm Wasser und 2 g Kaliumjodid hinzu, lässt im verschlossenen Gefäss ca. 1 Stunde bei 40° stehen, füllt nach dem Erkalten auf 100 ccm Flüssigkeit auf und titrirt 20 ccm dieser Lösung mit Zehntel-Normalnatriumthiosulfatlösung.

Zufolge der Gleichungen:

$$Fe_2Cl_6 + 2KJ = 2FeCl_2 + 2KCl + 2J,$$
$$2(Na_2S_2O_3 + 5H_2O) + 2J = 2NaJ + Na_2S_4O_6 + 10H_2O$$

entspricht 1 ccm der $^1/_{10}$ Normalnatriumthiosulfatlösung 0,0056 g Fe. Zur Titration gelangen 20 ccm der verdünnten Lösung = 1,12 g ursprünglich abgewogener Eisenoxychloridflüssigkeit. Sollen 100 Theile derselben 3,5 Theile Eisen enthalten, also $1{,}12\ g = \frac{3{,}5 \,.\, 1{,}12}{100} = 0{,}0392$, und entsprechen 0,0056 g Fe 1 ccm der Thiosulfatlösung, so die $0{,}0392\ g = \frac{0{,}0392}{0{,}0056} = 7$ ccm.

20 ccm der genannten verdünnten Lösung erfordern also 7 ccm $^1/_{10}$ Natriumthiosulfatlösung zur Bindung des ausgeschiedenen Jods, wenn das flüssige Eisenoxychlorid 3,5 Theile Eisen enthält.

Vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Liquor ferri sesquichlorati,** Eisenchloridlösung, Ferrichloridlösung, $Fe_2Cl_6$, bildet eine klare, tief gelbbraune Flüssigkeit vom spec. Gew. 1,280—1,282, in 100 Theilen 10 Theile Eisen enthaltend.

Nach Verdünnung mit Wasser wird Ferrichloridlösung durch Silbernitratlösung weiss (Silberchlorid), durch Kaliumferrocyanidlösung tief blau (Berlinerblau) gefällt. Identitätsreaktionen.

Es ist zu prüfen auf einen Gehalt an freier Salzsäure, freiem Chlor, Arsen, Ferrioxychlorid, Ferrosalz, Kupfer, Alkalisalzen, Salpetersäure. Prüfung.

Bei Annäherung eines mit Ammoniakflüssigkeit benetzten Glasstabes oder eines mit Jodzinkstärkelösung getränkten Papierstreifens dürfen weder Nebel entstehen (von Ammoniumchlorid bei Anwesenheit freier Salzsäure), noch darf der Papierstreifen blau gefärbt werden (was bei Anwesenheit freien Chlors geschieht).

Wird 1 ccm Ferrichloridlösung mit 3 ccm Zinnchlorürlösung versetzt, so darf innerhalb einer Stunde eine Färbung (durch ausgeschiedenes elementares Arsen) nicht eintreten. — Werden 3 Tropfen mit 10 ccm Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung langsam zum Sieden erhitzt, so scheiden sich beim Erkalten einige Flöckchen Ferrihydroxyd ab. Das geschieht nur, wenn die Flüssigkeit Ferrioxychlorid enthält; die Anwesenheit einer kleinen Menge desselben ist also geradezu verlangt. Die Reaktion beruht darauf, dass zunächst Ferrithiosulfat entsteht, welches beim Erwärmen zunächst Ferrothiosulfat, dann Ferrotetrathionat bildet, wobei sich braunes Ferrihydroxyd aus dem vorhandenen Oxychlorid abscheidet.

In dem mit 10 Theilen Wasser verdünnten und mit Salzsäure angesäuerten Präparate darf Kaliumferricyanidlösung eine blaue

Färbung nicht hervorrufen. Eine solche, aus Turnbull's Blau bestehend, tritt ein, wenn das Präparat Ferrosalz enthält.

5 ccm der Ferrichloridlösung, mit 20 ccm Wasser verdünnt und mit überschüssiger Ammoniakflüssigkeit gemischt, müssen ein farbloses Filtrat geben, welches beim Verdampfen und gelinden Glühen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlässt. Durch Ammoniak wird Ferrihydroxyd gefällt:

$$Fe_2Cl_6 + 6NH_3 + 6H_2O = Fe_2(OH)_6 + 6NH_4Cl.$$

Wird das Filtrat auf dem Wasserbade eingedampft, so hinterbleibt Ammoniumchlorid, das bei gelindem Glühen sich verflüchtigt. Ein Rückstand kann aus Alkalisalzen bestehen.

Werden 2 ccm des Filtrates mit 2 ccm Schwefelsäure und mit 1 ccm Ferrosulfatlösung überschichtet, so darf eine braune Zone (welche die Anwesenheit von Nitrat anzeigt) nicht entstehen.

Ein anderer Theil des Filtrates darf nach Uebersättigung mit Essigsäure weder durch Baryumnitratlösung (Sulfat) noch durch Kaliumferrocyanidlösung (Kupfer oder Zink) verändert werden.

Vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Liquor Kali caustici,** Kaliumhydroxydlösung, Kalilauge, KOH, besteht aus einer klaren, farblosen oder schwach gelblichen Flüssigkeit vom spec. Gew. 1,126—0,130, in 100 Theilen nahezu 15 Theile KOH enthaltend.

Identitätsreaktionen. 1 Theil Kalilauge, mit 1 Raumtheil Wasser verdünnt, giebt mit überschüssiger Weinsäurelösung einen weissen, krystallinischen Niederschlag (von Kaliumbitartrat).

Prüfung. Die Prüfung hat sich auf Carbonatgehalt, auf Sulfat, Chlorid, Nitrat, Thonerde zu erstrecken.

Kalilauge muss, mit 4 Theilen Kalkwasser gekocht, ein Filtrat geben, welches, in überschüssige Salpetersäure gegossen, keine Gasblasen mehr entwickelt. Hiernach ist also ein kleiner, auch gar nicht zu umgehender Carbonatgehalt gestattet. In 100 Theilen Kalkwasser sind mindestens 0,148 g $Ca(OH)_2$ enthalten (s. Aq. Calcariae), in 4 Theilen also 0,00592 g, welche,

$$\text{da} \quad Ca(OH)_2 : CO_2 = 74 : 44,$$

$\frac{0{,}00592 \,.\, 44}{74} = 0{,}00352$ g $CO_2$ binden können. 1 Theil Kalilauge darf demnach höchstens

$$0{,}00352 \text{ g } CO_2, \text{ bez. } \frac{0{,}00352 \,.\, 138}{44} = 0{,}01104 \text{ g } K_2CO_3$$

enthalten. — Mit 5 Theilen Wasser verdünnte Kalilauge darf, mit Salpetersäure übersättigt, weder durch Baryumnitrat- noch durch Silbernitratlösung mehr als opalisirend getrübt werden. Es sind also sehr kleine Mengen Sulfat und Chlorid gestattet. — 2 ccm der mit verdünnter Schwefelsäure gesättigten Kalilauge dürfen, mit 2 ccm Schwefelsäure gemischt, dann mit 1 ccm Ferrosulfatlösung überschichtet, eine gefärbte Zone nicht zeigen (Prüfung auf Nitrat). Kalilauge darf, mit Salzsäure übersättigt, durch überschüssige Ammoniakflüssigkeit nicht mehr als opalisirend getrübt werden (Prüfung auf Thonerde).

Vorsichtig aufzubewahren!

**Liquor Kalii arsenicosi,** Solutio arsenicalis Fowleri, Kaliumarsenitlösung, Fowler'sche Lösung, besteht aus einer stark alkalischen, in 100 Theilen 1 Theil arseniger Säure enthaltende Flüssigkeit.

Nach dem Ansäuern mit Salzsäure und darauffolgendem Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser wird gelbes Arsentrisulfid gefällt. Identitätsreaktion.

Das Arzneibuch schreibt eine Bestimmung vor, welche gestattet, den Mindest- und Meistgehalt an arseniger Säure festzustellen: Gehaltsbestimmung.

5 ccm der Kaliumarsenitlösung, mit 20 ccm Wasser, 1 g Natriumcarbonat und einigen Tropfen Stärkelösung vermischt, müssen 10 ccm Zehntel-Normal-Jodlösung entfärben; ein weiterer Zusatz von 0,1 ccm Zehntel-Normal-Jodlösung färbt die Flüssigkeit bleibend blau.

Lässt man Jod auf arsenige Säure, welche sich in alkalischer Lösung befindet, einwirken, so oxydirt es die arsenige Säure zu Arsensäure im Sinne folgender Gleichung:

$$\underbrace{As_2O_3}_{198} + \underbrace{4J}_{508} + 2H_2O = As_2O_5 + 4HJ\,.$$

1 ccm $^1/_{10}$ Normal-Jodlösung enthält 0,0127 g Jod; diese Menge entspricht vorstehender Gleichung gemäss 0,00495 g $As_2O_3$.

10 ccm Jodlösung entsprechen 0,0495 g $As_2O_3$ (= 0,99 %),
10,1 „ „ „ 0,0500 „ „ (= 1,00 %),

welche Menge in 5 ccm der Kaliumarsenitlösung enthalten sind. Es ist übrigens zu beachten, dass die Kaliumarsenitlösung bei längerer Aufbewahrung sich zu Kaliumarseniat oxydirt. In diesem Falle würde die Titration ein unrichtiges Bild von dem wirklichen Gehalte an Arsen geben.

Sehr vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,5 g, grösste Tagesgabe 2,0 g!

**Liquor Natri caustici,** Natriumhydroxydlösung, Natronlauge NaOH, bildet eine klare, farblose oder schwach gelbliche Flüssigkeit vom spec. Gew. 1,168—1,172, in 100 Theilen nahezu 15 Theile NaOH enthaltend.

Identitätsreaktion. Natronlauge reagirt stark alkalisch; am Platindrahte verdampft, färbt sie die nicht leuchtende Flamme gelb.

Prüfung. Die Prüfung hat sich auf Carbonatgehalt, auf Sulfat, Chlorid, Nitrat, Thonerde zu erstrecken.

Natronlauge muss, mit 4 Theilen Kalkwasser gekocht, ein Filtrat geben, welches in überschüssige Salpetersäure gegossen, keine Gasblasen mehr entwickelt. Es ist also ein kleiner Carbonatgehalt zulässig, der sich, wie folgt, berechnet:

4 Theile Kalkwasser enthalten 0,00592 g $Ca(OH)_2$ (s. Liq. Kali cautici), welche 0,00352 g $CO_2$ binden können. 1 Theil Natronlauge darf demnach höchstens

$$0{,}00352 \text{ g } CO_2, \text{ bez. } \frac{0{,}00352 \,.\, 106}{44} = 0{,}00848 \, Na_2CO_3$$

enthalten. — Die Prüfungen auf Sulfat, Chlorid, Nitrat und Thonerde werden entsprechend denjenigen bei Liquor Kali caustici ausgeführt.

Vorsichtig aufzubewahren!

**Liquor Natrii silicici,** Natriumsilicatlösung, Natronwasserglaslösung, bildet eine klare, farblose oder schwach gelblich gefärbte alkalisch reagirende Flüssigkeit vom spec. Gew. 1,30 bis 1,40.

Identitätsreaktionen. Durch Säuren wird die Kieselsäure gallertartig gefällt. Mit Salzsäure übersättigt und zur staubigen Trockene verdampft, hinterlässt die Natriumsilicatlösung einen Rückstand, welcher mit Wasser ausgezogen, ein Filtrat giebt (Natriumchlorid enthaltend), von welchem ein Tropfen, am Platindraht in die nicht leuchtende Flamme gebracht, diese intensiv gelb färbt.

Prüfung. Es ist zu prüfen auf einen Gehalt an Natriumcarbonat, Schwermetallen, Natriumhydroxyd.

1 ccm Wasserglaslösung, mit 10 ccm Wasser gemischt und mit Salzsäure angesäuert, darf nicht aufbrausen (Kohlensäure) und, auf Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser, nicht verändert werden (Prüfung auf Blei und Kupfer). Verreibt man gleiche Theile Wasserglaslösung und Weingeist in einer Schale mit einander, so muss sich ein körniges Natriumsilicat ausscheiden. Ist dasselbe breiig oder schmierig, so liegt nicht das vom Arzneibuch verlangte Natriumtri- oder -tetrasilicat vor (s. Bd. II, Silicium), sondern ein

kieselsäurearmes Präparat (Mono- oder Disilicat). Die abfiltrirte Flüssigkeit reagirt bei einem Natriumhydroxydgehalt der Wasserglaslösung stark alkalisch; das Arzneibuch verlangt, dass das Filtrat rothes Lackmuspapier nicht bläuen soll.

**Lithargyrum,** Plumbum oxydatum, Bleioxyd, Bleiglätte, Silberglätte, PbO, bildet ein schweres, gelbliches oder röthlichgelbes Pulver, welches in Wasser unlöslich ist und von verdünnter Salpetersäure zu einer farblosen Flüssigkeit gelöst wird.

Identitätsreaktionen.

Die mit Salpetersäure bewirkte Lösung giebt mit Schwefelwasserstoff einen schwarzen Niederschlag (von Bleisulfid), mit Schwefelsäure einen weissen Niederschlag (von Bleisulfat), der sich in Natronlauge löst.

Prüfung.

Das Arzneibuch lässt auf einen zu hohen Gehalt an Bleisubcarbonat, sowie auf Verunreinigungen durch Kupfer, Eisen, ferner auf metallisches Blei und Bleisuperoxyd prüfen.

Beim Glühen von Bleiglätte verliert dieselbe Feuchtigkeit und Kohlensäure; dieser Gewichtsverlust soll nicht mehr als 2 % betragen. Die Lösung in Salpetersäure muss nach Ausfällung des Bleis mittelst Schwefelsäure ein Filtrat geben, welches nach Uebersättigung mit Ammoniakflüssigkeit höchstens bläulich gefärbt wird (also nur Spuren Kupfer enthält) und höchstens Spuren eines rothgelben Niederschlags (von Ferrihydroxyd) liefert. — Schüttelt man 5 g Bleiglätte mit 5 ccm Wasser, kocht sodann mit 20 ccm verdünnter Essigsäure einige Minuten hindurch und filtrirt nach dem Erkalten, so darf der ausgewaschene und getrocknete Rückstand nicht mehr als 0,075 g betragen. Ein solcher Rückstand kann aus metallischem Blei oder Bleisuperoxyd, welche von der verdünnten Essigsäure unangegriffen bleiben, oder aus Sand bestehen.

Vorsichtig aufzubewahren!

**Lithium carbonicum,** Lithiumcarbonat, kohlensaures Lithium, $Li_2CO_3$, bildet ein weisses, lockeres, schwach alkalisch schmeckendes, krystallinisches Pulver, welches von 80 Theilen kalten und 140 Theilen siedenden Wassers zu einer alkalischen Flüssigkeit gelöst wird, in Weingeist aber unlöslich ist. Schmilzt beim Erhitzen im Probirrohre und erstarrt beim Erkalten zu einer Krystallmasse.

Identitätsreaktionen.

Lithiumcarbonat wird von Salpetersäure unter Aufbrausen (Kohlensäure) zu einer Flüssigkeit gelöst, welche am Platindraht in die nicht leuchtende Flamme gebracht, diese karminroth färbt (für Lithiumverbindungen kennzeichnend).

Prüfung. Die Prüfung erstreckt sich auf den Nachweis von Sulfat, Chlorid, Eisen, Kalk, Natriumcarbonat. Das Arzneibuch schreibt ausserdem eine Titration zur Gehaltsbestimmung des Lithiumcarbonats vor.

Die mit Hülfe von Salpetersäure bewirkte wässerige Lösung (1 + 49) darf weder durch Baryumnitratlösung (Nachweis von Sulfat), noch durch Silbernitratlösung (Nachweis von Chlorid), noch nach Uebersättigung mit Ammoniakflüssigkeit durch Schwefelwasserstoffwasser (Nachweis von Eisen), ebensowenig durch Ammoniumoxalatlösung (Kalk) verändert werden.

Zum Nachweis von Natriumcarbonat löst man 0,2 g des Präparates in 1 ccm Salzsäure und dampft zur Trockene. Das hinterbleibende Lithiumchlorid ist in 3 ccm Weingeist klar löslich. War im Präparat Natriumcarbonat zugegen, so wird dieses durch die Salzsäure in Natriumchlorid übergeführt, welches bei der Behandlung mit Weingeist zum grössten Theil unlöslich zurückbleibt.

Nach dem Arzneibuch dürfen 0,5 g des bei 100° getrockneten Salzes nicht weniger als 13,4 ccm Normalsäure zur Sättigung erfordern.

Da
$$\underbrace{Li_2CO_3}_{74} : 2\,HCl,$$
so entspricht 1 ccm Normalsalzsäure 0,037 g $Li_2CO_3$, 13,4 ccm entsprechen 13,4 . 0,037 = **0,4958 g**, welche Menge in 0,5 g des Präparates enthalten ist (= 99,16 %).

**Magnesia usta,** Magnesiumoxyd, gebrannte Magnesia, MgO, bildet ein leichtes, weisses, feines, in Wasser sehr wenig lösliches Pulver, das von verdünnten Säuren leicht aufgenommen wird.

Identitätsreaktion. Die mit verdünnter Schwefelsäure bewirkte Lösung giebt nach Zusatz von Ammoniumchloridlösung und überschüssiger Ammoniakflüssigkeit einen weissen, krystallinischen Niederschlag von Ammonium-Magnesiumphosphat, $Mg(NH_4)PO_4$ (s. Bd. II, Magnesium).

Prüfung. Es ist zu prüfen auf eine Verunreinigung durch Alkalisalze, besonders Natriumcarbonat, ferner auf Magnesiumsubcarbonat, Kalk, Schwermetalle, besonders auch Eisen.

Zum Nachweis von Alkalisalzen erhitzt man 0,2 g gebrannter Magnesia mit 10 ccm Wasser zum Sieden und filtrirt nach dem Erkalten 5 ccm von der überstehenden Flüssigkeit ab. Das Filtrat darf nur schwach alkalisch reagiren (andernfalls ist an Natriumcarbonat zu denken) und beim Verdampfen nur einen sehr geringen Rückstand hinterlassen. Die rückständige, mit Wasser

gemischte Magnesia, in 5 ccm verdünnter Essigsäure gegossen, muss eine Flüssigkeit geben, in welcher sich bei der Auflösung nur vereinzelte Gasbläschen zeigen (Probe auf Kohlensäuregehalt). Wird 1 g gebrannter Magnesia mit 20 ccm Wasser geschüttelt, so darf das Filtrat durch Ammoniumoxalatlösung (Probe auf Kalk) innerhalb 5 Minuten nicht mehr als opalisirend getrübt werden.

0,4 g gebrannter Magnesia müssen sich in 10 ccm verdünnter Salzsäure farblos lösen (eine Gelbfärbung würde auf einen Eisengehalt hinweisen); diese Lösung darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden (Blei- und Kupferverbindungen würden dunkel gefärbte Niederschläge geben). Auf Eisen ist in bekannter Weise mit Kaliumferrocyanidlösung zu prüfen.

**Magnesium carbonicum,** Magnesiumsubcarbonat, basisch-kohlensaures Magnesiumcarbonat, $4MgCO_3.Mg(OH)_2 + 4H_2O$ (s. Bd. II, Magnesium), bildet weisse, leichte, lose zusammenhängende, leicht zerreibliche Massen oder ein lockeres, weisses Pulver, in Wasser fast unlöslich, demselben aber schwach alkalische Reaktion ertheilend.

In verdünnter Schwefelsäure löst sich das Magnesiumsubcarbonat unter reichlicher Kohlensäureentwickelung zu einer Flüssigkeit, welche nach Zusatz von Ammoniumchloridlösung und überschüssiger Ammoniakflüssigkeit, mit Natriumphosphatlösung einen weissen, krystallinischen Niederschlag von Ammonium-Magnesiumphosphat $Mg(NH_4)PO_4$ giebt. Identitätsreaktion.

Auf Verunreinigungen durch Alkalisalze, besonders Natriumcarbonat, sowie auf Eisen ist in gleicher Weise zu prüfen, wie bei Magnesia usta angegeben. Die mit Hülfe von verdünnter Essigsäure hergestellte wässerige Lösung (1 + 19) soll durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden (Prüfung auf Blei und Kupfer). Dieselbe Lösung darf durch Baryumnitratlösung (Prüfung auf Sulfat) oder nach Zusatz von Salpetersäure durch Silbernitratlösung (Prüfung auf Chlorid) nicht mehr als opalisirend getrübt werden. Prüfung.

1 g Magnesiumsubcarbonat hinterlasse beim Glühen nicht weniger als 0,4 g Rückstand; beim Glühen entweichen Wasser und Kohlensäure. Durch diese Prüfung ermittelt man, dass ein Salz obiger Zusammensetzung vorliegt und nicht etwa ein solches mit grösserem Feuchtigkeitsgehalt. Wird der Glührückstand mit 20 ccm Wasser geschüttelt, so darf das Filtrat durch Ammoniumoxalatlösung (Prüfung auf Kalk) innerhalb 5 Minuten nicht mehr als opalisirend getrübt werden.

**Magnesium sulfuricum,** Magnesiumsulfat, schwefelsaures Magnesium, Bittersalz, $MgSO_4 + 7 H_2O$, besteht aus kleinen, farblosen, an der Luft kaum verwitternden, prismatischen Krystallen von bitterem, salzigem Geschmack, in 1 Theile kalten und 0,3 Theilen siedenden Wassers löslich, in Weingeist unlöslich.

Identitätsreaktion. Die wässerige Lösung giebt mit Natriumphosphatlösung bei Gegenwart von Ammoniumchlorid und Ammoniak einen weissen, krystallinischen Niederschlag von Ammonium-Magnesium-phosphat (s. Magnesia usta und Magn. carbon.), mit Baryumnitratlösung einen weissen, in Säuren unlöslichen Niederschlag (von Baryumsulfat).

Prüfung. Bei der Prüfung hat man Rücksicht zu nehmen auf einen Gehalt an Natriumverbindungen, auf Arsen (letzteres soll einmal im Bittersalz beobachtet worden sein), auf freie Schwefelsäure, Schwermetalle, besonders noch Eisen, sowie Chlorid.

Bringt man das Salz am Platindraht in die nicht leuchtende Flamme, so soll es dieselbe nicht andauernd gelb färben, was bei Anwesenheit von Natriumverbindungen der Fall sein würde. Auf Arsen lässt das Arzneibuch mit Zinnchlorürlösung in der Weise prüfen, dass 1 g zerriebenen Magnesiumsulfats mit 3 ccm genannter Lösung geschüttelt, im Laufe einer Stunde eine Färbung nicht eintreten lassen darf.

Die wässerige Lösung (1 + 19) darf Lackmuspapier nicht verändern (auf freie Schwefelsäure) und darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Blei oder Kupfer), noch durch Silbernitratlösung (auf Chlorid) verändert werden. Auf Eisen wird in bekannter Weise mit Kaliumferrocyanidlösung geprüft.

**Minium,** Mennige, rothes Bleioxyd, $Pb_3O_4$, bildet ein rothes, in Wasser unlösliches Pulver.

Identitätsreaktion und Prüfung. Wird Mennige mit Salzsäure übergossen, so bildet sich unter Chlorentwickelung weisses, krystallinisches Bleichlorid:

$$Pb_3O_4 + 8 HCl = 3 PbCl_2 + 4 H_2O + 2 Cl.$$

Von Salpetersäure wird Mennige nur theilweise gelöst; es entsteht Bleinitrat und braunes Bleisuperoxyd bleibt zurück (s. Bd. II, Mennige). Lässt man aber Salpetersäure bei Gegenwart eines reducirend wirkenden Körpers, z. B. Zucker, auf Mennige einwirken, so findet unter lebhafter Kohlensäureentwickelung völlige Lösung zu Bleinitrat statt:

Man löst 5 g Mennige in 10 ccm Salpetersäure und 10 ccm Wasser mit Hülfe von 1 g Zucker und verdünnt die Lösung mit gleichviel Wasser; es darf nur ein geringer, nicht über 0,075 g

betragender Rückstand bleiben. Ein grösserer Rückstand kann durch Ziegelmehl, Ocker oder andere Verfälschungsmittel oder durch Bleisulfat oder Bleichlorid bedingt sein.

Vorsichtig aufzubewahren.

**Natrium bicarbonicum,** Natriumbicarbonat, doppeltkohlensaures Natrium, $NaHCO_3$.

Man unterscheidet im Handel neben dem medicinisch gebrauchten Natrium bicarbonicum purum ein Natrium bicarbonicum anglicum, das im Haushalte eine weitgehende Verwendung findet.

Natriumbicarbonat bildet weisse, luftbeständige Krystallkrusten oder ein weisses, krystallinisches Pulver von schwach alkalischem Geschmacke, welches in 12 Theilen Wasser löslich, in Weingeist dagegen unlöslich ist.

Beim Erhitzen des Natriumbicarbonats entweichen Kohlensäure und Wasser, und es hinterbleibt ein stark alkalischer Rückstand (von Natriumcarbonat): Identitätsreaktionen.

$$2\,NaHCO_3 = Na_2CO_3 + H_2O + CO_2.$$

Am Platindraht in die nicht leuchtende Flamme gebracht, färbt das Salz diese stark gelb.

Die Prüfung hat sich auf Verunreinigungen durch Kaliumsalz, Ammoniumsalz, Schwermetalle, Sulfat, Chlorid, Rhodanid und auf Natriumcarbonat zu erstrecken. Prüfung.

Durch ein Kobaltglas betrachtet, darf die durch das Salz gelb gefärbte Flamme gar nicht, oder doch nur vorübergehend roth gefärbt erscheinen (Kaliumsalz). — Wird 1 g Natriumbicarbonat im Probirrohre erhitzt, so darf nicht Ammoniakgeruch auftreten. 100 Theile des zuvor über Schwefelsäure getrockneten Salzes dürfen nach dem Glühen nicht mehr als 63,8 Theile Rückstand hinterlassen. Nach obiger Formel hinterlassen 2 Mol. $NaHCO_3$ 1 Mol. $Na_2CO_3$ oder 168 Theile des ersteren, 106 Theile des letzteren, 100 Theile daher $\frac{106 \,.\, 100}{168} = 63{,}09$ Theile. Je mehr Natriumcarbonat das Bicarbonat enthält, desto mehr Rückstand hinterbleibt beim Glühen.

Die wässerige, mit Essigsäure übersättigte Lösung des Natriumbicarbonats (1 + 49) darf durch Schwefelwasserstoffwasser (Prüfung auf Zink, Blei, Kupfer) nicht verändert und durch Baryumnitratlösung (auf Sulfat) höchstens erst nach 2 Minuten schwach opalisirend getrübt werden. — Die mit überschüssiger Salpetersäure hergestellte Lösung (1 + 49) soll klar sein und, auf Zusatz von Silbernitratlösung, nach 10 Minuten nicht mehr als eine Opalescenz

(von Silberchlorid herrührend) zeigen; durch Ferrichloridlösung darf sie nicht roth gefärbt erscheinen (Prüfung auf Rhodanid).

Zur Prüfung auf Natriumcarbonat lässt das Arzneibuch 1 g Natriumbicarbonat bei einer 15° nicht übersteigenden Wärme ohne Umschütteln in 20 ccm Wasser lösen und 3 Tropfen Phenolphtaleïnlösung hinzusetzen. Die Flüssigkeit darf nicht sofort geröthet werden, was der Fall sein würde, wenn $Na_2CO_3$ in grösserer Menge anwesend. $NaHCO_3$ wirkt auf Phenolphtaleïn nicht röthend ein. Eine etwa entstehende Röthung soll so schwach sein, dass sie schon auf Zusatz von 0,2 ccm Normalsalzsäure wieder verschwindet.

Durch dieses Zurücktitriren ist ein Gehalt von gegen 2% $Na_2CO_3$ im Natriumbicarbonat gestattet.

**Natrium bromatum,** Natriumbromid, Bromnatrium, NaBr, bildet ein weisses, krystallinisches Pulver, welches in 1,2 Theilen Wasser und in 5 Theilen Weingeist sich löst. In 100 Theilen soll es mindestens 95 Theile wasserfreien Salzes enthalten.

Identitätsreaktionen. Am Platindraht in die nicht leuchtende Flamme gebracht, färbt es als Natriumverbindung dieselbe gelb. Die wässerige Lösung des Natriumbromids, mit etwas Chlorwasser versetzt und hierauf mit Chloroform geschüttelt, färbt letzteres gelbbraun (von Brom).

Prüfung. Es ist zu prüfen auf Verunreinigungen durch Kaliumbromid, Natriumbromat, Natriumcarbonat, Schwermetalle, Natriumsulfat, Baryumbromid, Natriumjodid, Natriumchlorid.

Betrachtet man die durch Natriumbromid gelb gefärbte Flamme durch ein Kobaltglas, so darf gar nicht oder nur vorübergehend eine rothe Färbung (von Kaliumverbindungen herrührend) erscheinen. Breitet man zerriebenes Natriumbromid auf weissem Porzellan aus, so darf auf Zusatz weniger Tropfen verdünnter Schwefelsäure nicht sofort eine Gelbfärbung auftreten, andernfalls enthält das Bromid auch Bromat (bromsaures Salz; vergl. Kalium bromatum). Das zerriebene Salz auf befeuchtetes, weiches Lackmuspapier gestreut, darf letzteres nicht sofort violettblau färben (Natriumcarbonat).

Die wässerige Lösung (1 + 19) darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Blei- oder Kupfergehalt bedingen Dunkelfärbung), noch durch verdünnte Schwefelsäure (Probe auf Baryumbromid) verändert werden. — 5 ccm der erwähnten wässerigen Lösung, mit 1 Tropfen Ferrichloridlösung vermischt und alsdann mit Stärkelösung versetzt, dürfen letztere nicht färben (eine Blaufärbung würde bei Gegenwart von Natriumjodid eintreten; vergl. Kalium bromatum). —

Auf Eisen wird in bekannter Weise mit Kaliumferrocyanidlösung geprüft.

Zur Feststellung des in dem Natriumbromid enthaltenen Chloridgehaltes führt man eine Titration und Silbernitratlösung in ähnlicher Weise aus, wie bei Ammonium bromatum angegeben ist.

10 ccm einer wässerigen Natriumbromidlösung (3 g = 100 ccm) des bei 100° getrockneten Salzes dürfen, nach Zusatz einiger Tropfen Kaliumchromatlösung, nicht mehr als 29,3 ccm Zehntel-Normal-Silbernitratlösung bis zur bleibenden Röthung verbrauchen.

10 ccm der aus reinem Natriumbromid bestehenden Lösung = 0,3 g NaBr verlangen 29,13 ccm Silberlösung zur vollständigen Ausfällung, denn

$\underbrace{NaBr}_{103} : AgNO_3$, 1 ccm der $^1/_{10}$ Normal-Silbernitratlösung entspricht daher 0,0103 g NaBr, folglich $0{,}0103 : 1 = 0{,}3 : x$, also $x = \frac{0{,}3}{0{,}0103} = 29{,}13$ ccm.

Die 0,3 g Chlorid entsprechende Anzahl ccm $^1/_{10}$-Normal-Silbernitratlösung beträgt 51,28, denn

$\underbrace{NaCl}_{58{,}5} : AgNO_3$ oder $0{,}00585 : 1 = 0{,}3 : x$, also $x = \frac{0{,}3}{0{,}00585} = 51{,}28$ ccm.

Gestattet das Arzneibuch 29,3 ccm Silberlösung zur Bindung des Halogens, so ist ein der Differenz 29,3 — 29,13 = 0,17 ccm entsprechender Gehalt an Chlorid zulässig.

Die Differenz zwischen NaBr und NaCl = 103 — 58,5 = 44,5 verhält sich zu NaBr daher wie 0,17 : x,

$$44{,}5 : 103 = 0{,}17 : x,$$

$$x = \frac{103 \,.\, 0{,}17}{44{,}5} = 0{,}3934.$$

Multiplicirt man diese Zahl mit der 1 ccm Silberlösung entsprechenden Chloridmenge, also 0,3934 . 0,00585, so erhält man 0,00230139, welche Menge Chlorid in 0,3 g des Präparates enthalten sein darf, oder

$$\frac{0{,}00230139 \,.\, 100}{0{,}3} = 0{,}767\,\%\ NaCl.$$

**Natrium carbonicum,** Natriumcarbonat, kohlensaures Natrium, Soda, $Na_2CO_3 + 10H_2O$. Neben der Roh-Soda, welche nur technische Verwendung findet, liefert der Handel ein Natrium carbonicum purissimum, an welches das Arzneibuch folgende Anforderungen stellt:

Farblose, durchscheinende, an der Luft verwitternde Krystalle von alkalischem Geschmack, welche mit 1,6 Theilen kalten und 0,2 Theilen siedenden Wassers eine stark alkalische Lösung geben. In Weingeist ist Natriumcarbonat unlöslich. In 100 Theilen sind 37 Theile wasserfreien Salzes enthalten.

Identitätsreaktionen. Mit Säuren braust Natriumcarbonat auf (Kohlensäure) und färbt, am Platindraht in die nicht leuchtende Flamme gebracht, diese gelb (Kennzeichen für die Natriumverbindung).

Prüfung. Es ist zu prüfen auf Verunreinigungen durch Schwermetalle, Natriumsulfat, Natriumchlorid, Ammoniumsalz. Eine Titration stellt den Gehalt an $Na_2CO_3$ fest.

Die wässerige Natriumcarbonatlösung (1 + 49) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden (Prüfung auf Blei- und Kupferverbindungen). Mit Essigsäure übersättigt, soll sie weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Prüfung auf Zink), noch durch Baryumnitratlösung (Probe auf Sulfat) verändert, durch Silbernitratlösung nach 10 Minuten höchstens nur weisslich opalisirend getrübt werden. Ein kleiner Gehalt an Chlorid ist also gestattet. — Mit Natronlauge erwärmt, darf das Salz Ammoniakgeruch nicht entwickeln.

1 g Natriumcarbonat wird in Wasser gelöst und mit Normal-Salzsäure titrirt. Es soll zur Sättigung nicht weniger als 7 ccm der Säure erfordern.

Da nach dem Aequivalent $\underbrace{Na_2CO_3 + 10H_2O}_{286}$

1 ccm Normalsalzsäure $\frac{286}{2000} = 0{,}143$ g Natriumcarbonat entspricht, so sind 7 ccm $= 0{,}143 \,.\, 7 = 1{,}001$ g. Es wird also ein völlig reines Präparat verlangt. Liegt ein theilweise verwittertes Salz vor, so ist zur vollständigen Neutralisation noch etwas mehr als 7 ccm Normal-Salzsäure erforderlich.

**Natrium carbonicum siccum.** Als trockenes Natriumcarbonat versteht das Arzneibuch ein theilweise entwässertes Präparat, welches auf 1 Mol. $Na_2CO_3$ noch 2 Mol. $H_2O$ enthält.

1 g des trockenen Natriumcarbonats soll zur Sättigung nicht weniger als 14 ccm Normal-Salzsäure erfordern.

**Natrium chloratum,** Natriumchlorid, Chlornatrium, reines Kochsalz, NaCl, bildet farblose, würfelförmige Krystalle oder ein weisses, krystallinisches Pulver, welches sich in 2,7 Theilen Wasser zu einer farblosen Flüssigkeit löst.

Identitätsreaktionen. Am Platindraht erhitzt, färbt das Salz die Flamme gelb (Kennzeichen für die Natriumverbindung). Die wässerige Lösung desselben giebt mit Silbernitratlösung einen weissen, käsigen, in Ammoniakflüssigkeit löslichen Niederschlag (von Silberchlorid).

Die Prüfung hat sich auf den Nachweis von Kaliumsalz, Schwermetallen, Sulfat, Baryt, Kalk, Magnesia, Natriumjodid, Eisen und Kupfer zu erstrecken. Prüfung.

Das Natriumchlorid wird meist durch Einleiten von Salzsäuregas in die kalt gesättigte wässerige Lösung, wobei ein reines Präparat sich krystallinisch abscheidet, gereinigt. Es bleibt demselben dann oft etwas Salzsäure anhängen, aus welchem Grunde das Arzneibuch darauf prüfen lässt: die wässerige Lösung soll blaues Lackmuspapier nicht verändern.

Durch ein Kobaltglas betrachtet, darf die durch das Salz gelb gefärbte Flamme gar nicht oder doch nur vorübergehend roth gefärbt erscheinen. (Probe auf Kaliumverbindungen.) Die wässerige Lösung des Natriumchlorids (1 + 19) darf durch Schwefelwasserstoffwasser (auf Blei oder Kupfer), Baryumnitratlösung (auf Sulfat) und verdünnte Schwefelsäure nicht verändert werden. Tritt bei Hinzufügung von Schwefelsäure eine weisse Trübung ein, so liegt eine Verunreinigung durch Baryumsalz vor. Man benutzt nämlich Baryumchlorid zur Ausfällung von Schwefelsäure aus dem rohen Kochsalz; die Möglichkeit, dass Baryumchlorid, wenn im Ueberschuss angewendet, dem Präparat als Verunreinigung beigemischt bleiben kann, ist daher eine naheliegende.

Fügt man zu der mit Ammoniakflüssigkeit versetzten Natriumchloridlösung (1 + 19) Ammoniumoxalatlösung, so darf keine Trübung entstehen (andernfalls liegt eine Verunreinigung durch Kalk vor), ebenso wenig durch Natriumphosphatlösung (Verunreinigung durch Magnesiumsalz).

20 ccm der wässerigen Lösung, mit 1 Tropfen Ferrichloridlösung und hierauf mit Stärkelösung versetzt, dürfen letztere nicht blau färben (Probe auf Natriumjodid). — 20 ccm der wässerigen Lösung (1 + 19) dürfen nach Zusatz von 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung sich nicht verändern (Bläuung zeigt Eisenoxydsalz, Röthung Kupfersalz an).

**Natrium jodatum,** Natriumjodid, Jodnatrium, NaJ, bildet ein trockenes, weisses, krystallinisches, an der Luft feucht werdendes Pulver, welches sich in 0,6 Theilen Wasser und 3 Theilen Weingeist löst. Es enthält in 100 Theilen mindestens 95 Theile wasserfreien Salzes.

Am Platindraht erhitzt, färbt Natriumjodid die Flamme gelb (Kennzeichen für die Natriumverbindung). Die wässerige Lösung, mit wenig Chlorwasser gemischt und mit Chloroform geschüttelt, färbt letzteres violett (Nachweis des Jods). Identitätsreaktionen.

Prüfung. Es ist zu prüfen auf Verunreinigungen durch Kaliumsalz, Natriumcarbonat, Schwermetalle, Natriumsulfat, Natriumcyanid, Natriumjodat Natriumnitrat, Natriumchlorid, Natriumthiosulfat.

Kaliumsalz wird, wie bei den vorhergehenden Natriumverbindungen durch die Flammenfärbung, Natriumcarbonat durch die Reaktion auf befeuchtetes rothes Lackmuspapier, Schwermetalle durch Schwefelwasserstoffwasser, Sulfat durch Baryumnitratlösung nachgewiesen. Wird die wässerige Lösung (1 + 19) mit einem Körnchen Ferrosulfat und 1 Tropfen Ferrichloridlösung nach Zusatz von Natronlauge gelinde erwärmt, so darf beim Uebersättigen mit Salzsäure keine Blaufärbung (von Berlinerblau herrührend) auftreten. Durch vorstehende Prüfung wird Cyanid nachgewiesen.

Die mit ausgekochtem und wieder erkaltetem Wasser frisch bereitete Lösung (1 + 19) darf, bei alsbaldigem Zusatz von Stärkelösung und verdünnter Schwefelsäure, sich nicht sofort färben (Probe auf Natriumjodat. Vergl. Kalium jodatum) — Zum Nachweis von Natriumnitrat erwärmt man 1 g des Salzes mit 5 ccm Natronlauge, sowie mit je 0,5 g Zinkfeile und Eisenpulver; es darf sich Ammoniakgeruch hierbei nicht entwickeln (vergl. Kalium jodatum).

Zur Prüfung auf einen Chlorgehalt wird in ähnlicher Weise verfahren, wie beim Jod auf Chlorjod. Man löst 0,2 g getrockneten Natriumjodids in 2 ccm Ammoniakflüssigkeit, vermischt unter Umschütteln mit 14 ccm Zehntel-Normal-Silbernitratlösung und filrirt; das Filtrat, welches bei Anwesenheit von Chlorid Chlorsilber, durch Ammoniak in Lösung gehalten, enthält, darf nach Uebersättigung mit Salpetersäure innerhalb 10 Minuten nicht bis zur Undurchsichtigkeit getrübt werden. Eine eintretende Dunkelfärbung deutet Thiosulfat an. Silberthiosulfat wird durch Ammoniak gleichfalls in Lösung gehalten, beim Ansäuern derselben wird es aber unter Abspaltung von Schwefelsäure in schwarzes Silbersulfid umgewandelt:

$$Ag_2S_2O_3 + H_2O = Ag_2S + H_2SO_4.$$

Vorsichtig aufzubewahren!

**Natrium nitricum,** Natriumnitrat, salpetersaures Natrium, Natronsalpeter, reiner Chilisalpeter, $NaNO_3$, besteht aus durchsichtigen, rhomboëdrischen, an trockener Luft unveränderlichen Krystallen von kühlend salzigem, bitterlichem

Geschmack, welche sich in 1,2 Theilen Wasser, auch in 50 Theilen Weingeist lösen.

Am Platindrahte erhitzt, färbt Natriumnitrat die Flamme gelb (Kennzeichen für die Natriumverbindung); die wässerige Lösung, mit Schwefelsäure und überschüssiger Ferrosulfatlösung gemischt, färbt sich braunschwarz (Nachweis von Nitrat). Identitätsreaktionen.

Es ist zu prüfen auf Verunreinigungen durch Kaliumsalz, Schwermetalle, Kalk, Magnesia, Chlorid, Sulfat, Natriumnitrat und Natriumjodat, Eisen und Kupfer. Prüfung.

Die wässerige Lösung darf weder sauer noch alkalisch reagiren.

Kaliumsalz wird, wie bei den vorhergehenden Natriumverbindungen, durch die Flammenfärbung, Schwermetalle durch Schwefelwasserstoffwasser, Kalk durch Ammoniumoxalatlösung, Magnesia durch Natriumphosphatlösung in ammoniakalischer Flüssigkeit nachgewiesen. — Silbernitrat- und Baryumnitratlösung dürfen die wässerige Natriumnitratlösung (1 + 19) innerhalb 5 Minuten nicht verändern (Prüfung auf Chlorid und Sulfat). — Werden 5 ccm derselben Lösung mit verdünnter Schwefelsäure und Jodzinkstärkelösung versetzt, so darf nicht sofort eine Blaufärbung auftreten. Das wird der Fall sein, wenn das Natriumnitrat Nitrit oder Jodat enthält. — 20 ccm der Natriumnitratlösung (1 + 19) dürfen durch 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung nicht verändert werden (Bläuung zeigt Eisenoxydsalz, Röthung Kupfersalz an).

**Natrium phosphoricum,** Natriumphosphat, phosphorsaures Natrium, $Na_2HPO_4 + 12H_2O$, besteht aus farblosen, durchscheinenden, an trockener Luft verwitternden Krystallen von schwach salzigem Geschmack und alkalischer Reaktion, welche sich bei 40° verflüssigen und in 5,8 Theilen Wasser löslich sind.

Am Platindraht erhitzt, färbt das Salz die Flamme gelb (Kennzeichen für die Natriumverbindung). Die wässerige Lösung giebt mit Silbernitratlösung einen gelben, in Salpetersäure und in Ammoniakflüssigkeit löslichen Niederschlag (Nachweis der Phosphorsäure). Identitätsreaktionen.

Die Prüfung hat sich auf Verunreinigungen durch Kaliumsalz, Arsen, phosphorigsaures Salz, Schwermetalle, Natriumcarbonat, Natriumsulfat, Natriumchlorid zu erstrecken. Prüfung.

Die durch das Salz gelb gefärbte Flamme darf, durch ein Kobaltglas betrachtet, gar nicht, oder doch nur vorübergehend roth gefärbt erscheinen (Prüfung auf Kaliumsalz). — Wird 1 g zerriebenen Natriumphosphats mit 3 ccm Zinnchlorürlösung geschüttelt,

so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung (von ausgeschiedenem, elementarem Arsen) nicht eintreten. Der mit Silbernitratlösung erhaltene gelbe Niederschlag darf sich beim Erwärmen nicht bräunen, was der Fall sein würde, wenn das Salz phosphorigsaures Natrium enthielt (s. Bd. II).

Vergl. auch Acidum phosphoricum!

Die wässerige Lösung des Natriumphosphats (1 + 19) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden (Prüfung auf Blei- und Kupferverbindung). — Mit Salpetersäure angesäuert, darf die Lösung nicht aufbrausen (Natriumcarbonat) und alsdann durch Baryumnitrat- oder Silbernitratlösung nach 3 Minuten nicht mehr als opalisirend getrübt werden. Ein kleiner Gehalt an Sulfat bez. Chlorid ist also gestattet.

**Natrium sulfuricum,** Natriumsulfat, schwefelsaures Natrium, reines Glaubersalz, $Na_2SO_4 + 10H_2O$, besteht aus farblosen, verwitterten Krystallen, welche in 3 Theilen kalten Wassers, in 0,3 Theilen Wasser von 33° und in 0,4 Theilen Wasser von 100° löslich, in Weingeist aber unlöslich sind.

Identitätsreaktionen. Am Platindraht erhitzt, färbt Natriumsulfat die Flamme gelb (Kennzeichen für die Natriumverbindung). Die wässerige Lösung giebt mit Baryumnitratlösung einen weissen, in Säuren unlöslichen Niederschlag (von Baryumsulfat).

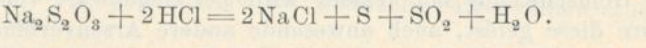
Prüfung. Die Prüfung hat sich auf Verunreinigungen durch Arsen, Schwermetalle, Magnesia und Kalk, sowie Natriumchlorid zu erstrecken.

Wird 1 g zerriebenen Natriumsulfats mit 3 ccm Zinnchlorürlösung geschüttelt, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung (von ausgeschiedenem, elementarem Arsen) nicht eintreten. — Die wässerige Lösung (1 + 19) soll neutral sein und darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Schwermetalle) noch nach Zusatz von Ammoniakflüssigkeit durch Natriumphosphatlösung (Calcium- oder Magnesiumsalz) verändert werden. Auf Zusatz von Silbernitratlösung darf sie innerhalb 5 Minuten eine Veränderung nicht erleiden: ein sehr kleiner Chlorgehalt ist also gestattet. Auf Eisen bez. Kupfer wird mit Kaliumferrocyanidlösung in bekannter Weise geprüft.

**Natrium thiosulfuricum,** Natrium subsulfurosum, Natriumthiosulfat, unterschwefligsaures Natrium, $Na_2S_2O_3 + 5H_2O$, besteht aus farblosen Krystallen von salzigem, bitterlichem Geschmack, bei gewöhnlicher Temperatur luftbeständig,

bei 50° in ihrem Krystallwasser schmelzend, in weniger als 1 Theil kalten Wassers löslich.

Die wässerige Lösung bläut rothes Lackmuspapier schwach. Auf Zusatz von Salzsäure scheidet sich Schwefel ab und schweflige Säure entweicht:



$$Na_2S_2O_3 + 2HCl = 2NaCl + S + SO_2 + H_2O.$$

Eine Prüfung schreibt das Arzneibuch nicht vor, weil das Salz eine arzneiliche Verwendung nicht findet.

**Phosphorus,** Phosphor, P = 31, besteht aus weissen oder gelblichen, wachsglänzenden, durchscheinenden Stücken.

Phosphor schmilzt unter Wasser bei 44°, raucht an der Luft unter Verbreitung eines eigenthümlichen Geruches, entzündet sich leicht und leuchtet im Dunkeln. Bei längerer Aufbewahrung wird er roth. Spec. Gew. 1,83 bei 10°.

Phosphor ist unlöslich in Wasser, leicht löslich in Schwefelkohlenstoff, schwerer in Fetten und ätherischen Oelen, wenig in Weingeist und Aether.

An der Luft verbrennt Phosphor zu Phosphorsäureanhydrid, bei mangelndem Zutritt von Sauerstoff zu Phosphorigsäureanhydrid (s. Bd. II, Phosphor).

Sehr vorsichtig unter Wasser und vor Licht geschützt aufzubewahren!

Die Aufbewahrung geschieht am besten in einem weithalsigen, mit eingeschliffenem Glasstopfen verschlossenen, starkwandigen Glasgefäss, das in eine Blechbüchse eingesetzt ist und mit dieser in einem in eine Mauernische des Kellers eingelassenen und mit einer eisernen Thüre verschlossenen Schrank aufbewahrt wird.

Grösste Einzelgabe 0,001 g, grösste Tagesgabe 0,005 g!

**Stibium sulfuratum aurantiacum,** Antimonpentasulfid, Fünffachschwefelantimon, Goldschwefel, $Sb_2S_5$, besteht aus feinem, lockerem, orangerothem, geruch- und geschmacklosem Pulver, welches in Wasser, Alkohol, Aether nicht löslich ist.

Identitätsreaktionen.

Beim Erhitzen in einem engen Probirrohr sublimirt Schwefel, während schwarzes Antimontrisulfid zurückbleibt. Von Salzsäure wird Goldschwefel unter Schwefelwasserstoffentwickelung und Abscheidung von Schwefel zu Antimontrichlorid gelöst (s. Bd. II, Antimon).

Prüfung.

Es ist zu prüfen auf Verunreinigungen durch Arsen, auf Chlorid, Alkalisulfide, Hyposulfit und Schwefelsäure.

100 ccm Wasser werden mit 1 g Goldschwefel auf 10 ccm eingekocht, nach dem Erkalten filtrirt und das Filtrat auf 1 ccm eingedampft. Wird diese Flüssigkeit mit 3 ccm Zinnchlorürlösung vermischt, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung (von ausgeschiedenem, elementarem Arsen) nicht eintreten. Beim Kochen des Goldschwefels mit Wasser wird bei Gegenwart von arseniger Säure diese gelöst, auch anwesende andere Arsenverbindungen erleiden hierbei durch die Einwirkung des Luftsauerstoffs eine Oxydation, so dass das Arsen in Lösung geht und mit Zinnchlorürlösung nachgewiesen werden kann.

1 g Goldschwefel, mit 20 ccm Wasser geschüttelt, gebe ein Filtrat, welches durch Silbernitratlösung (Chlorid) schwach opalisirend getrübt, aber nicht gebräunt werden darf. Letzteres findet statt, wenn Alkalisulfide oder Hyposulfit (unterschwefligsaures Salz) anwesend sind. Baryumnitratlösung darf das Filtrat nicht sofort trüben. Durch letztere Prüfung wird Schwefelsäure nachgewiesen.

Man trifft im Handel selten einen Goldschwefel, der frei von Schwefelsäure ist. Letztere bildet sich leicht bei Aufbewahrung des Präparates, besonders an feuchter Luft. Man muss daher, um einen vorschriftsmässigen Goldschwefel in der Officin zu haben, denselben in gewissen Zeiträumen mit Wasser auswaschen. Man verfährt dabei gewöhnlich so, dass man den Goldschwefel zunächst mit Wasser in einer Flasche tüchtig schüttelt, ihn sodann auf ein Filter bringt, zunächst mit Wasser auswäscht, darauffolgend mit Weingeist und schliesslich mit Aether den Weingeist verdrängt. Dieses Verfahren hat den Zweck, das Präparat schnell trocken zu erhalten, um demselben nicht von neuem Anlass zur Oxydation darzubieten.

Vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Stibium sulfuratum nigrum**, Antimontrisulfid, Spiessglanz, Dreifach-Schwefelantimon, $Sb_2S_3$, besteht aus grünschwarzen, strahlig-krystallinischen Stücken (s. Bd. II, Antimon).

Identitätsreaktionen. Beim Erhitzen auf Kohle vor dem Löthrohre schmilzt Spiessglanz und verflüchtigt sich unter Schwefligsäureentwickelung in Form weisser Antimonoxyddämpfe, welche auf der Kohle einen weissen Beschlag bilden. Mit Salzsäure erwärmt, findet unter Schwefelwasserstoffentwickelung Lösung zu Antimontrichlorid statt.

Prüfung. Das Arzneibuch lässt den Spiessglanz lediglich auf Verunreinigungen durch Sand, bez. auf in Salzsäure unlösliche Bestandtheile prüfen:

2 g fein gepulverten Spiessglanzes, mit 20 ccm Salzsäure gelinde erwärmt und schliesslich unter Umrühren gekocht, lösen sich bis

auf einen nicht mehr als 0,01 g (= 0,5 %) betragenden Rückstand auf.

**Sulfur depuratum,** Sulfur lotum, Flores Sulfuris, gereinigter Schwefel, gewaschene Schwefelblumen, S = 32, s. Bd. II, Schwefel, bildet ein gelbes, trockenes Pulver ohne Geruch und Geschmack.

Angezündet verbrennt Schwefel mit bläulicher Flamme zu Schwefeldioxyd. Identitätsreaktion.

Das Waschen des Schwefels mit verdünnter Ammoniakflüssigkeit hat den Zweck, ausser anhängender Schwefelsäure das Arsen zu lösen. Wird das Waschen unvollkommen ausgeführt, so bleibt Arsen dem Sulfur depuratum beigemengt. Das Arzneibuch lässt daher auf einen Arsengehalt prüfen, ferner auf einen Gehalt an Schwefelsäure und sogen. fixen Bestandtheilen.

Lässt man Sulfur depuratum mit 20 Theilen Ammoniakflüssigkeit bei 35 bis 40° unter bisweiligem Umschütteln stehen und filtrirt, so darf das Filtrat nach dem Ansäuern mit Salzsäure, auch nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser nicht gelb gefärbt werden (Gelbfärbung wird durch Arsentrisulfid bedingt). Bringt man den Schwefel auf mit Wasser befeuchtetes Lackmuspapier, so darf letzteres nicht geröthet werden, anderenfalls ist das Präparat nicht frei von Schwefelsäure. — 100 Theile gereinigten Schwefels sollen beim Verbrennen höchstens 1 Theil Rückstand hinterlassen. Der Schwefel löse sich in Natronlauge beim Kochen vollständig auf; Thon, Sand und Verunreinigungen ähnlicher Art hinterbleiben beim Verbrennen des Schwefels oder bei der Lösung in Natronlauge. Prüfung.

**Sulfur praecipitatum,** Lac Sulfuris, Schwefelmilch, präcipitirter Schwefel (s. Bd. II, Schwefel), bildet ein feines, gelblichweisses, nichtkrystallinisches Pulver.

S. Sulfur depuratum!

Beim Erhitzen an der Luft muss der präcipitirte Schwefel ohne Rückstand verbrennen. Das mit Wasser befeuchtete Pulver darf Lackmuspapier nicht röthen, anderenfalls hängt dem Präparat freie Schwefelsäure an. Eine Prüfung auf Arsen ist in gleicher Weise, wie bei Sulfur depuratum angegeben, auszuführen.

**Sulfur sublimatum,** Flores Sulfuris, sublimirter Schwefel, Schwefelblüthe, Schwefelblumen (s. Bd. II, Schwefel), bildet ein gelbes, etwas feuchtes und daher klümperndes Pulver, welches neben einem amorphen Antheile aus mikroskopischen

Kryställchen besteht. Es besitzt zufolge eines geringen Gehaltes an Schwefelsäure schwach säuerlichen Geschmack und röthet angefeuchtetes Lackmuspapier.

S. Sulfur depuratum!

100 Theile Schwefel sollen beim Erhitzen höchstens 1 Theil Rückstand hinterlassen.

**Talcum,** Talk, Talkstein, Speckstein, fein gepulvertes Magnesiumsilikat (s. Bd. II, Magnesium), bildet ein fettig anzufühlendes, weisses Pulver, welches sich bei Glühhitze im Probirrohre nicht verändert.

**Zincum chloratum,** Zinkchlorid, Chlorzink, $ZnCl_2$, bildet ein weisses, an der Luft leicht zerfliessliches Pulver oder kleine, weisse Stangen, welche sich in Wasser und Weingeist leicht lösen und beim Erhitzen schmelzen.

Identitätsreaktionen. Beim Erhitzen zersetzt sich das Zinkchlorid unter Ausstossung weisser Dämpfe und hinterlässt einen in der Hitze gelben Rückstand (Zinkoxyd). Die wässerige Lösung reagirt sauer und giebt sowohl mit Silbernitratlösung (Identität für Chlor), wie mit Ammoniakflüssigkeit (Zinkhydroxyd) weisse Niederschläge, die im Ueberschuss der letzteren löslich sind:

$$Zn(OH)_2 + 2NH_3 = Zn(ONH_4)_2.$$

Prüfung. Die Prüfung hat sich auf Zinkoxychlorid, auf Zinksulfat, fremde Metalle, Alkali- und Erdalkalisalze zu erstrecken.

Die Lösung von 1 Theil Zinkchlorid in 1 Theil Wasser sei klar oder höchstens schwach getrübt; der bei Zusatz von 3 Theilen Weingeist entstehende flockige Niederschlag verschwinde durch 1 Tropfen Salzsäure. Diese Probe bezieht sich auf einen zu hohen Gehalt an Zinkoxychlorid. Liegt ein solcher vor, so ist die 50procentige, wässerige Lösung stark getrübt, und zur Auflösung des durch Weingeist bewirkten Niederschlags ist eine grössere Menge Salzsäure erforderlich, als oben zugelassen ist. — Die wässerige Lösung (1 + 9) darf, nach Zusatz von Salzsäure, weder durch Barymnitratlösung getrübt (Probe auf Sulfat), noch durch Schwefelwasserstoffwasser gefärbt werden (Probe auf Blei, Kupfer, Cadmium). — 1 g Zinkchlorid muss mit 10 ccm Wasser und 10 ccm Ammoniakflüssigkeit eine klare Lösung geben, in welcher durch überschüssiges Schwefelwasserstoffwasser ein weisser Niederschlag entsteht (von Zinksulfid; bei einem Eisengehalt würde das mitausfallende Ferrosulfid eine Dunkelfärbung des Niederschlags geben), während das Filtrat nach dem Abdampfen und

Glühen einen Rückstand nicht hinterlassen darf (Probe auf Alkali- und Erdalkalisalze).

Vorsichtig aufzubewahren!

**Zincum oxydatum,** Flores Zinci, Zinkoxyd, ZnO, bildet ein zartes, weisses, amorphes Pulver.

Identitätsreaktionen.

Erhitzt man Zinkoxyd im Glasröhrchen, so erscheint es in der Hitze gelb. Es löst sich leicht in Salzsäure, aus welcher Lösung bei vorsichtigem Zusatz von Ammoniakflüssigkeit weisses Zinkhydroxyd gefällt wird, das im Ueberschuss des Fällungsmittels löslich ist. Auf Zusatz von Schwefelwasserstoff zu dieser Lösung wird weisses Zinksulfid gefällt.

Prüfung.

Die Prüfung hat sich auf Verunreinigungen durch Arsen, Sulfat, Chlorid, Carbonat, Kalk, Magnesia und auf fremde Metalle zu erstrecken.

Wird 1 g Zinkoxyd mit 3 ccm Zinnchlorürlösung geschüttelt, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung nicht eintreten (Probe auf Arsen). — Schüttelt man 2 g Zinkoxyd mit 20 ccm Wasser, so darf das Filtrat durch Baryumnitrat- (auf Sulfat) und durch Silbernitratlösung (auf Chlorid) nur opalisirend getrübt werden. Zur Prüfung auf Carbonat löse man Zinkoxyd in 10 Theilen verdünnter Essigsäure, wobei kein Aufbrausen erfolgen darf. Diese Lösung gebe mit überschüssiger Ammoniakflüssigkeit eine klare, farblose Flüssigkeit, welche weder durch Ammoniumoxalat- (Kalk), noch durch Natriumphosphatlösung (Magnesia) getrübt werden darf, beim Ueberschichten mit Schwefelwasserstoffwasser aber eine rein weisse Zone entstehen lasse (gefärbt würde die Zone sein bei Anwesenheit von Eisen, Kupfer, Cadmium).

**Zincum oxydatum crudum,** rohes Zinkoxyd, Zinkweiss, bildet ein weisses, zartes, amorphes Pulver, in Wasser unlöslich.

S. vorstehenden Artikel!

Prüfung.

Zinkweiss sei in verdünnter Essigsäure ohne Aufbrausen löslich (anderenfalls enthält das Präparat Carbonat); der in dieser Lösung durch Natronlauge entstehende Niederschlag löse sich im Ueberschusse des Fällungsmittels zu einer klaren farblosen Flüssigkeit (Probe auf Baryumsulfat, Calciumsulfat, Bleisulfat, metallisches Zink).

0,2 g des Präparates, in 2 ccm verdünnter Essigsäure gelöst, dürfen nach dem Erkalten durch Kaliumjodidlösung nicht verändert werden. Diese Probe bezweckt den Nachweis von Blei, welches als gelbes Bleijodid gefällt werden würde.

Das rohe Zinkweiss darf nicht zum innerlichen Gebrauche verwendet werden.

**Zincum sulfuricum,** Zinksulfat, schwefelsaures Zink, Zinkvitriol, $ZnSO_4 + 7H_2O$, besteht aus farblosen, an trockener Luft langsam verwitternden Krystallen, die von 0,6 Theilen Wasser gelöst werden, in Weingeist aber unlöslich sind. Die wässerige Lösung reagirt sauer und besitzt einen scharfen Geschmack.

Identitätsreaktionen. Die wässerige Lösung des Zinksulfats giebt mit Baryumnitratlösung einen weissen, in Salzsäure unlöslichen Niederschlag (Identität für Schwefelsäure) und wird durch Natronlauge gefällt (als Zinkhydroxyd), giebt aber mit einem Ueberschuss derselben eine klare, farblose Flüssigkeit (von Zinkoxydnatrium), welche nach Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser einen weissen Niederschlag (von Zinksulfid) ausfallen lässt.

Prüfung. Es ist zu prüfen auf Verunreinigungen durch Thonerde, auf fremde Metalle, Ammoniumsalz, Nitrat, Chlorid, auf überschüssige Säure.

Eine Lösung von 0,5 g des Salzes in 10 ccm Wasser und 5 ccm Ammoniakflüssigkeit soll klar sein (das ist nicht der Fall bei Anwesenheit von z. B. Thonerde) und mit überschüssigem Schwefelwasserstoffwasser eine weisse Fällung geben. Die Anwesenheit fremder Metalle, wie Blei, Kupfer, Cadmium würde das Entstehen eines gefärbten Sulfidniederschlages bedingen. — Mit Natronlauge darf das Salz kein Ammoniak entwickeln (Probe auf Ammoniumsalz). — 2 ccm der wässerigen Zinksulfatlösung (1 + 9), mit 2 ccm Schwefelsäure versetzt und mit 1 ccm Ferrosulfatlösung überschichtet, dürfen auch bei längerem Stehen eine gefärbte Zone nicht geben (Probe auf Nitrat). — Die wässerige Lösung (1 + 19) darf durch Silbernitratlösung nicht getrübt werden (Probe auf Chlorid). — Werden 2 g Zinksulfat mit 10 ccm Weingeist geschüttelt und nach 10 Minuten filtrirt, so muss sich ein Filtrat ergeben, welches, mit 10 ccm Wasser verdünnt, Lackmuspapier nicht verändern darf. Zinksulfat ist in Weingeist unlöslich, wohl aber löst letzterer anhängende freie Schwefelsäure heraus, deren Vorhandensein sich dann durch ihre Reaktion auf Lackmuspapier verräth.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 1 g!

# B. Organisch-chemische Körper.

**Acetum,** Essig, bildet eine klare, meist gelblich gefärbte Flüssigkeit von saurem Geschmacke und dem stechenden Geruche der Essigsäure. 100 Theile enthalten 6 Theile Essigsäure.

Essig soll klar sein, frei von verunreinigenden Metallen (wie Zink, Blei, Kupfer). Ein kleiner Gehalt an Schwefelsäure und Salzsäure, bez. deren Salzen, ist gestattet:

20 ccm Essig müssen, nach Vermischung mit 0,5 g Baryumnitratlösung und 1 ccm Zehntel-Normal-Silbernitratlösung, ein Filtrat geben, welches weder Schwefelsäure noch Chlor enthält. Durch 0,5 g Baryumnitratlösung (1 + 19) werden, da Prüfung.

$$\underbrace{Ba(NO_3)_2}_{261} : \underbrace{H_2SO_4}_{98}, \quad \frac{98 \,.\, 0{,}025}{261} = 0{,}0094 \text{ g},$$

also in 1 Liter Essig = 0,0094 × 50 = **0,47 g** Schwefelsäure angezeigt; durch 1 ccm Zehntel-Normal-Silbernitratlösung (= 0,017 g $AgNO_3$) werden, da

$$\underbrace{AgNO_3}_{170} : \underbrace{HCl}_{36{,}5}, \quad \frac{36{,}5 \,.\, 0{,}017}{170} = 0{,}00365 \text{ g},$$

also in 1 Liter Essig = 0,00365 × 50 = **0,1825 g** Chlorwasserstoff angezeigt.

Werden 2 ccm Essig mit 2 ccm Schwefelsäure vorsichtig vermischt und mit 1 ccm Ferrosulfatlösung überschichtet, so darf zwischen beiden Flüssigkeiten eine braune Zone, welche das Vorhandensein von Salpetersäure beweisen würde, sich nicht bilden.

Der Verdampfungsrückstand von 100 ccm Essig soll nicht mehr als 1,5 g betragen. Derselbe muss eine alkalisch reagirende Asche geben. Neben kleinen Mengen Kalium- und Natriumacetat sind Calcium- und Magnesiumacetat häufig im Essig enthalten; beim Verdampfen bleiben dieselben zurück und gehen beim Glühen in Carbonat, bez. Oxyd über, deren alkalische Reaktion durch angefeuchtetes, rothes Lackmuspapier festgestellt werden kann. Sind freie

Mineralsäuren im Essig enthalten, so bleiben beim Verdampfen desselben keine Acetate, sondern mineralsaure Salze zurück, und die Asche reagirt in diesem Falle nicht alkalisch.

Zur Gehaltsbestimmung der im Essig enthaltenen Essigsäure führt man eine Titration aus:

10 ccm Essig müssen 10 ccm Normal-Kalilauge sättigen. Da $KOH : \underbrace{CH_3 . COOH}_{60}$, so entspricht 1 ccm Normal-Kalilauge 0,06 g Essigsäure, 10 ccm also 0,6 g. 100 ccm Essig enthalten demnach 6 g Essigsäure.

**Acetum pyrolignosum,** Holzessig. Das Arzneibuch verzeichnet einen rohen Holzessig und einen durch nochmalige Destillation gereinigten, sogen. rektificirten Holzessig (s. Bd. II, Essig).

a. Roher Holzessig bildet eine braune, theerartig und nach Essigsäure riechende Flüssigkeit, die beim Aufbewahren theerartige Körper abscheidet. In 100 Theilen sind 6 Theile Essigsäure enthalten.

Prüfung. Auf Schwefelsäure, Salzsäure und Metalle (Kupfer und Blei) lässt das Arzneibuch, wie folgt, prüfen: 1 Raumtheil rohen Holzessigs, mit 1 Raumtheil Wasser verdünnt und filtrirt, darf sowohl durch Baryumnitrat-, als auch durch Silbernitratlösung nicht mehr als opalisirend getrübt, durch Schwefelwasserstoffwasser aber überhaupt nicht verändert werden.

Eine Bestimmung, durch welche ein zu geringer Säuregehalt angezeigt würde, besteht in Folgendem: Man vermischt 10 ccm Holzessig mit 10 ccm Normal-Kalilauge. Die Flüssigkeit reagirt alkalisch, wenn sie zu wenig Säure enthielt. 1 ccm Normal-Kalilauge entspricht 0,06 g Essigsäure (s. vorstehenden Artikel!). Der Essig muss demnach 6 % Säure enthalten.

b) Gereinigter oder rektificirter Holzessig bildet eine farblose oder gelbliche, klare Flüssigkeit von brenzlichem und saurem Geruche und Geschmacke. In 100 Theilen sollen mindestens 5 Theile enthalten sein.

Prüfung auf Schwefelsäure, Salzsäure und Metalle, wie beim rohen Holzessig. Zwecks Gehaltsbestimmung sättigt man 10 ccm gereinigten Holzessigs mit Normal-Kalilauge. Es müssen hiervon mindestens 8,3 ccm verbraucht werden, wenn der Holzessig 5 procentig sein soll, denn $8,3 . 0,06 . 10 = 4,98$.

Der gereinigte Holzessig soll eine bestimmte Menge Empyreuma enthalten, d. h. Stoffe, die einen reducirenden Einfluss auf Kalium-

permanganat ausüben: Wird 1 ccm gereinigten Holzessigs mit 9 ccm Wasser und darauf mit 30 ccm verdünnter Schwefelsäure gemischt, so muss dieses Gemisch 20 ccm Kaliumpermanganatlösung in 5 Minuten vollständig entfärben.

**Acidum aceticum,** Essigsäure, $CH_3.COOH$. Der Handel liefert Essigsäure von verschiedener Stärke und verschiedenen Reinheitsgraden. Das Arzneibuch führt Essigsäure von 96% und eine solche von 30% auf.

a) Acidum aceticum, Essigsäure, Eisessig, bildet eine klare, farblose, stechend sauer riechende und stark sauer schmeckende flüchtige Flüssigkeit, die in der Kälte krystallinisch erstarrt und in jedem Verhältniss mit Wasser, Weingeist und Aether mischbar ist. Siedepunkt 117°, spec. Gew. 1,064. In 100 Theilen sind mindestens 96 Theile Essigsäure enthalten.

Die Prüfung hat sich auf Verunreinigungen durch Arsen, Schwefelsäure, Salzsäure, Metalle und empyreumatische Stoffe zu erstrecken. Prüfung.

Wird 1 ccm Essigsäure mit 3 ccm Zinnchlorürlösung versetzt, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung (von elementarem Arsen) nicht auftreten. Die mit 20 Theilen Wasser verdünnte Säure darf weder durch Baryumnitratlösung (zeigt Schwefelsäure an), noch durch Silbernitratlösung (zeigt Salzsäure an), noch durch Schwefelwasserstoffwasser (auf Blei oder Kupfer oder Zink) verändert werden. Auf die Gegenwart empyreumatischer Stoffe schliesst man, wenn Kaliumpermanganatlösung durch Essigsäure eine Reduktion erleidet, d. h. entfärbt wird: Werden 5 ccm Essigsäure mit 15 ccm Wasser und 1 ccm Kaliumpermanganatlösung (0,1% haltend) gemischt, so darf die rothe Farbe innerhalb 10 Minuten nicht verschwinden.

Zwecks Gehaltsbestimmung titrirt man 5 ccm einer Mischung aus 1 Theile Säure und 9 Theilen Wasser mit Normal-Kalilauge. Es sollen mindestens 8 ccm derselben verbraucht werden. Diese zeigen $8 \times 0{,}06 \times 200 = 96\%$ Essigsäure an.

b) Acidum aceticum dilutum, Acetum concentratum, verdünnte Essigsäure, bildet eine klare, farblose, flüchtige Flüssigkeit von saurem Geruch und Geschmack. Spec. Gew. 1,041. In 100 Theilen sind 30 Theile Essigsäure enthalten.

Die Prüfung hat sich in gleicher Weise, wie unter a angegeben, auf Verunreinigungen durch Arsen, Schwefelsäure, Salzsäure, Metalle, Empyreuma zu erstrecken.

Zwecks Gehaltsbestimmung titrirt man 5 ccm mit Normal-

Kalilauge. Es sollen mindestens 26 ccm derselben verbraucht werden. Diese zeigen $26 \times 0{,}06 \times 20 = 30{,}2\,\%$ Essigsäure an.

**Acidum benzoicum,** Benzoësäure, $C_6H_5 . COOH$. Nur die durch Sublimation aus Siambenzoë gewonnene Säure ist officinell. Dieselbe besteht aus weisslichen, später gelblichen bis bräunlichgelben Blättchen oder nadelförmigen Krystallen von seidenartigem Glanze, benzoëartigem und zugleich brenzlichem Geruch, löslich in gegen 370 Theilen kalten Wassers, reichlich in siedendem Wasser und mit Wasserdämpfen flüchtig. Löslich in Weingeist, Aether und Chloroform.

Identitätsreaktionen. Neben dem eigenthümlichen Geruch und dem Aussehen erkennt man Benzoësäure an ihrer Flüchtigkeit: Im Probirrohre erhitzt, schmilzt Benzoësäure zuerst zu einer gelblichen bis schwach bräunlichen Flüssigkeit und sublimirt dann vollständig oder mit Hinterlassung eines geringen braunen Rückstandes. Fügt man Benzoësäure im Ueberschuss zu siedendem Wasser, so schmilzt der ungelöst bleibende Theil zu einer gelblichen bis bräunlichen Flüssigkeit, die sich am Boden des Gefässes sammelt. Reine Benzoësäure schmilzt nicht, wenn in siedendes Wasser gebracht. Zur Feststellung der Identität einer aus Benzoë sublimirten Benzoësäure dient ferner noch folgende Reaktion.

Wird 1 g Benzoësäure mit 50 ccm Wasser und 1 ccm Normal-Kalilauge übergossen und unter öfterem Umschütteln 15 Minuten stehen gelassen, so bildet sich in der klar abgegossenen Flüssigkeit auf Zusatz von 1 Tropfen Ferrichloridlösung ein schmutzigrother Niederschlag.

Prüfung. Neben den vorstehend erwähnten Reaktionen zur Feststellung, dass Harzbenzoësäure vorliegt, schreibt das Arzneibuch eine Prüfung auf Zimmtsäure vor. Das Vorkommen von Zimmtsäure würde einen Hinweis darauf geben, dass die Säure aus Sumatrabenzoësäure sublimirt ist. Man weist Zimmtsäure, wie folgt, nach: 1 Theil Benzoësäure, in einem lose verschlossenen Probirrohre mit 1 Theil Kaliumpermanganat und 10 Theilen Wasser einige Zeit gelinde erwärmt, darf nach dem Erkalten beim Oeffnen des Rohres einen Geruch nach Bittermandelöl nicht zeigen. Kaliumpermanganat oxydirt die Zimmtsäure (s. Bd. II) zunächst zu Benzaldehyd, welcher nach Bittermandelöl riecht.

Die Forderung des Arzneibuches: „0,1 g Benzoësäure soll mit 1 ccm Ammoniakflüssigkeit eine gelbe bis bräunliche, trübe Lösung geben; wird durch Zusatz von 2 ccm verdünnter Schwefelsäure die Benzoësäure wieder ausgeschieden und die Mischung mit 5 ccm

Kaliumpermanganatlösung versetzt, so muss die Flüssigkeit nach Verlauf von 8 Stunden fast farblos erscheinen" — kennzeichnet die Säure als mit brenzlichen Riechstoffen getränktes Präparat. Diese geben eine bräunliche Lösung in Ammoniak und bewirken eine Entfärbung der Kaliumpermanganatlösung.

Besteht die Benzoësäure theilweise aus einem synthetisch hergestellten Präparat, z. B. ist dieselbe aus Toluol bez. Benzotrichlorid bereitet (s. Bd. II), so bleiben der Benzoësäure leicht Theile von der Chlorverbindung beigemischt. Durch Nachweis von mehr als Spuren Chlor kann man daher einen Rückschluss ziehen, ob ein solches Präparat vorliegt. Zu dem Zwecke mischt man 0,2 g Benzoësäure mit 0,3 g völlig chlorfreien Calciumcarbonats, trocknet nach Zusatz von etwas Wasser ein und glüht. Es muss ein Rückstand hinterbleiben, der in Salpetersäure gelöst und mit Wasser zu 10 ccm verdünnt durch Silbernitratlösung nur schwach opalisirend getrübt werden darf.

Vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Acidum carbolicum,** Carbolsäure, Phenol, Phenylsäure, $C_6H_5OH$, besteht aus farblosen, flüchtigen Krystallnadeln oder weisser, krystallinischer Masse vom Schmelzpunkt 40 bis 42°, Siedepunkt 178 bis 182°, in 15 Theilen Wasser zu einer klaren Flüssigkeit löslich. In Weingeist, Aether, Chloroform, Glycerin, Schwefelkohlenstoff und Natronlauge löslich.

20 Theile Carbolsäure, in 10 Theilen Weingeist gelöst, geben mit 1 Theil Ferrichloridlösung eine schmutzig grüne Flüssigkeit, welche beim Verdünnen mit Wasser bis zu 1000 Theilen noch eine schön violette, ziemlich beständige Färbung annimmt. Bromwasser erzeugt noch in einer Lösung von 1 Theil Carbolsäure in 50000 Theilen Wasser einen weissen, flockigen Niederschlag (von Tribromphenol, $C_6H_2Br_3OH$). Identitätsreactionen.

Von der Güte einer Carbolsäure überzeugt man sich durch Bestimmung des Schmelz- und Siedepunktes, sowie durch die Klarlöslichkeit in 15 Theilen Wasser. Enthält die Carbolsäure höhere Homologe des Phenols, wie Kresole, Xylenole, was sehr häufig der Fall ist, so erzielt man, weil diese sehr schwer oder unlöslich in Wasser sind, trübe Lösungen. Das so häufig beobachtete Rothwerden der Carbolsäure ist nicht auf Verunreinigungen derselben zurückzuführen, sondern durch äussere Einflüsse bedingt; der entstehende rothe Farbstoff ist ein Oxydationsprodukt des Phenols. Prüfung.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,1 g, grösste Tagesgabe 0,5 g!

**Acidum carbolicum liquefactum,** verflüssigte Carbolsäure, bildet eine klare, farblose Flüssigkeit, welche durch Vermischen von 100 Theilen, bei gelinder Wärme geschmolzener Carbolsäure mit 10 Theilen Wasser bereitet wird. Spec. Gew. 1,068 bis 1,069.

10 ccm dürfen nach Zusatz von 2,3 ccm Wasser bei 15° nicht bleibend getrübt werden, sollen aber nach weiterem Zusatz von 8 bis 10 Tropfen Wasser eine trübe Mischung geben, welche mit nicht weniger als 135 ccm und mit nicht mehr als 140 ccm Wasser eine klare Flüssigkeit geben muss. (Nachweis von höheren Homologen des Phenols, s. vorstehenden Artikel).

**Acidum citricum,** Citronensäure, $\begin{array}{l} CH_2COOH \\ | \\ C(OH).COOH \\ | \\ CH_2.COOH \end{array}$, besteht aus farblosen, durchscheinenden, luftbeständigen Krystallen, welche bei geringer Wärme verwittern, bei höheren Wärmegraden schmelzen und beim Glühen verkohlen. In 0,54 Theilen Wasser, 1 Theil Weingeist und etwa 50 Theilen Aether löslich.

Identitätsreaktionen. 1 ccm der wässerigen Lösung (1 + 9) bleibt beim Vermischen mit 40 bis 50 ccm Kalkwasser klar, lässt aber, eine Minute lang gekocht, einen flockigen, weissen Niederschlag fallen, welcher beim Abkühlen (in verschlossenem Gefäss) nach 3 Stunden sich wieder gelöst hat (s. Bd. II).

Prüfung. Es ist zu prüfen auf Weinsäure, Zucker, Schwefelsäure, Kalk, Metalle (besonders Blei), fixe Bestandtheile anderer Art (Alkalien, Erdalkalien).

1 g Citronensäure, in einem mit Schwefelsäure gereinigten Mörser mit 10 ccm Schwefelsäure zerrieben und in ein Probirrohr gebracht, darf, während einer Stunde im Wasserbade erwärmt, sich nur gelb, nicht braun färben (Prüfung auf Weinsäure, auch würde Zucker angezeigt werden). — Die wässerige Lösung der Citronensäure (1 + 9) werde weder durch Baryumnitrat- (Schwefelsäure), noch durch Ammoniumoxalatlösung (Kalk), noch auch, mit Ammoniakflüssigkeit bis zur schwachsauren Reaktion abgestumpft, durch Schwefelwasserstoffwasser verändert (Prüfung auf Metalle, besonders Blei). Um besser beobachten und sicher beurtheilen zu können, empfiehlt Pusch eine grössere Menge Citronensäurelösung (5 g Citronensäure in 50 ccm Wasser gelöst) in einem Becherglas, welches auf ein Stück weisses Papier gestellt ist, mit genannten Reagenzien zu versetzen. Es ist nothwendig eine völlig eisen- bez. bleifreie Ammoniakflüssigkeit zu verwenden, die man sich

am besten durch vorsichtige Destillation eines stärkeren Salmiakgeistes (spec. Gew. 0,910) bereitet. —

0,5 g der Säure, bei Luftzutritt erhitzt, dürfen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen (Alkalien oder Erdalkalien).

**Acidum formicicum,** Ameisensäure, H.COOH, bildet eine klare, farblose, flüchtige Flüssigkeit von stechendem, nicht brenzlichem Geruch und stark saurem Geschmack. 100 Theile der officinellen Säure enthalten 24 bis 25 Theile Ameisensäure. Spec. Gew. 1,060 bis 1,063.

Identitätsreaktionen.

Beim Vermischen mit Bleiessig giebt Ameisensäure einen weissen, krystallinischen Niederschlag von Bleiformiat. Die durch Sättigung der mit 5 Theilen Wasser verdünnten Säure mit gelbem Quecksilberoxyd sich bildende klare Flüssigkeit lässt beim Erhitzen unter Gasentwickelung einen weissen, schnell grau werdenden und schliesslich sich zu glänzenden Metallkügelchen vereinigenden Niederschlag fallen. Mit Quecksilberoxyd bildet Ameisensäure zunächst Hydrargyriformiat, welches beim Erwärmen unter Kohlensäureentwickelung in Hydrargyroformiat übergeht und schliesslich zu metallischem Quecksilber reducirt wird. Die Wirkung warmer Ameisensäure auf Quecksilberoxyd vollzieht sich im Sinne der Gleichung:

$$HCOOH + HgO = Hg + CO_2 + H_2O.$$

Prüfung.

Es ist zu prüfen auf Acroleïn, Chlorwasserstoff, Oxalsäure, Metalle, Essigsäure.

Acroleïn kann von der Darstellung der Ameisensäure aus Glycerin und Oxalsäure (s. Bd. II) dem Präparat beigemengt sein. Mit Kalilauge neutralisirte Ameisensäure wird beim Erwärmen den stechenden und brenzlichen Geruch des Acroleïns auftreten lassen. Auf Oxalsäure, die ebenfalls bei der Darstellung der Ameisensäure in dieselbe gelangen kann, prüft man mit Calciumchlorid: Die mit 5 Theilen Wasser verdünnte Säure werde nach der Neutralisation mit Ammoniakflüssigkeit durch Calciumchloridlösung nicht verändert. Chlorwasserstoff und Metalle weist man in der mit 5 Theilen Wasser verdünnten Säure durch Silbernitratlösung bezw. Schwefelwasserstoffwasser nach.

Zur Prüfung auf Essigsäure erhitzt man 1 ccm Ameisensäure, welche mit 5 ccm Wasser verdünnt und mit 1,5 g gelben Quecksilberoxyds versetzt ist, unter wiederholtem Umschütteln so lange im Wasserbade, bis keine Gasentwickelung mehr stattfindet.

Die Ameisensäure wird, wie wir oben gesehen haben, durch Quecksilberoxyd zu Kohlensäure oxydirt, während Essigsäure

unangegriffen bleibt. Letztere giebt sich sodann durch die saure Reaktion des Filtrates zu erkennen.

Zur Gehaltsbestimmung sättigt man 5 ccm Ameisensäure mit Normal-Kalilauge. Da H . COOH die Aequivalentzahl 46 hat, so entspricht 1 ccm Normal-Kalilauge 0,046 g Ameisensäure. Sollen zur Sättigung der 5 ccm Ameisensäure (bei einem spec. Gew. 1,060 = 5,3 g) 28 bis 29 ccm Normal-Kalilauge verbraucht werden, so wird damit ein Gehalt von

$$\frac{0{,}046 \times 28 \times 100}{5{,}3} = 24{,}3, \text{ bez. } \frac{0{,}046 \times 29 \times 100}{5{,}3} = 25{,}17\,\%$$

Ameisensäure festgestellt.

**Acidum lacticum,** Milchsäure, $CH_3 - CH(OH) - COOH$, bildet eine klare, farblose oder schwach gelbliche, sirupdicke Flüssigkeit vom spec. Gew. 1,21—1,22, in jedem Verhältniss mit Wasser, Weingeist und Aether mischbar. Das Präparat enthält gegen 75 % Milchsäure.

Identitätsreaktionen. Beim Erwärmen mit Kaliumpermanganatlösung entwickelt Milchsäure Aldehydgeruch. Die Milchsäure zerfällt bei der Oxydation mit Kaliumpermanganat in Acetaldehyd, Kohlendioxyd und Wasser:

$$CH_3 - CH(OH) - COOH + O = CH_3 . CHO + CO_2 + H_2O.$$

Bei starker Hitze verkohlt Milchsäure und verbrennt mit leuchtender Flamme ohne Rückstand.

Prüfung. Die Prüfung hat sich zu erstrecken auf Buttersäure, Metalle, Schwefelsäure, Salzsäure, Kalk, Weinsäure, Citronensäure Zucker, Glycerin, Mannit.

Buttersäure würde sich durch den Geruch beim gelinden Erwärmen der Milchsäure bemerkbar machen. Schichtet man Milchsäure in einem zuvor mit Schwefelsäure ausgespülten Glase über einem gleichen Raumtheil Schwefelsäure, so soll die letztere nicht gefärbt werden. Eine Färbung tritt ein, wenn die Milchsäure Verunreinigungen organischer Natur enthält, die von einer wenig sorgfältigen Bereitung herrühren. Auch Zucker würde durch diese Probe angezeigt werden. — In 10 Theilen Wasser gelöst, darf Milchsäure weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Metalle, wie Blei oder Kupfer), noch durch Baryumnitrat-(Schwefelsäure), Silbernitrat-(Salzsäure) oder Ammoniumoxalatlösung (Kalk), oder überschüssiges Kalkwasser — durch letzteres auch nicht beim Erhitzen (Weinsäure und Citronensäure) — verändert werden.

Zur Prüfung auf Zucker, Glycerin, Mannit prüft man die Löslichkeit der Milchsäure in Aether, worin genannte Körper sich nicht klar lösen: 2 ccm Aether dürfen, wenn ihnen 1 ccm Milchsäure tropfenweise zugemischt wird, weder vorübergehend noch dauernd eine Trübung erleiden.

**Acidum salicylicum,** Salicylsäure, $C_6H_4(OH)COOH$, bildet leichte, weisse, nadelförmige Krystalle, oder ein lockeres, weisses, krystallinisches Pulver von kratzendem Geschmack. Salicylsäure löst sich in gegen 500 Theilen kalten Wassers, leicht in heissem Chloroform, sehr leicht in Weingeist und in Aether. Sie schmilzt bei 156,86° und verflüchtigt sich bei weiterem vorsichtigen Erhitzen unzersetzt, bei schnellem Erhitzen unter Entwickelung von Carbolsäuregeruch.

Neben der Bestimmung des Schmelzpunktes dient zur Kennzeichnung die Reaktion mit Ferrichlorid: die wässerige Lösung wird durch Ferrichloridlösung dauernd violett, in starker Verdünnung violettroth gefärbt. Identitätsreaktionen.

Es ist zu prüfen auf Carbolsäure und sonstige organische Verunreinigungen, auf etwaigen Rückstand beim Veraschen und auf Chlorwasserstoff. Prüfung.

Zum Nachweis von Carbolsäure schüttelt man eine kalt bereitete Lösung der Säure in überschüssiger Natriumcarbonatlösung mit Aether aus und verdunstet den Aether; es darf hierbei nur ein unbedeutender, nicht nach Carbolsäure riechender Rückstand bleiben. Salicylsäure löst sich in Natriumcarbonatlösung, Phenol nicht. — Die Lösung der Salicylsäure in Weingeist (1 + 9) werde nach dem Zusatze von wenig Salpetersäure durch Silbernitratlösung (auf Chlorwasserstoff) nicht verändert. Man benutzt zur Zerlegung des salicylsauren Natriumsalzes gewöhnlich Salzsäure, eine Verunreinigung durch letztere ist daher sehr naheliegend. — Verunreinigende organische Körper, die nicht näher gekennzeichnet sind, werden nach dem Arzneibuch durch concentrirte Schwefelsäure nachgewiesen:

Von 6 Theilen kalter Schwefelsäure soll 1 Theil Salicylsäure fast ohne Färbung aufgenommen werden. Auch soll der beim freiwilligen Verdunsten der weingeistigen Lösung bleibende Rückstand vollkommen weiss sein.

Salicylsäure muss, ohne einen Rückstand zu hinterlassen, verbrennen.

**Acidum tannicum,** Gerbsäure, Tannin, $C_{14}H_{10}O_9$, bildet ein schwach gelbliches Pulver oder eine glänzende, wenig

gefärbte, lockere Masse, welche mit 1 Theil Wasser, sowie mit 2 Theilen Weingeist eine klare, eigenthümlich riechende, sauer reagierende und zusammenziehend schmeckende Lösung giebt; ferner leicht löslich in Glycerin, unlöslich in reinem Aether.

Identitätsreaktionen. In der wässerigen Lösung ruft Ferrichloridlösung einen blauschwarzen, auf Zusatz von Schwefelsäure wieder verschwindenden Niederschlag hervor. Durch Zusatz von Schwefelsäure oder von Natriumchlorid wird aus der wässerigen Lösung (1 + 4) die Gerbsäure wieder abgeschieden.

Prüfung. 2 ccm der wässerigen Lösung (1 + 5) müssen auf Zusatz von 2 ccm Weingeist klar bleiben. Auch durch Hinzufügen von 1 ccm Aether zu diesem Weingeistgemisch darf keine Trübung eintreten. Enthält das Tannin Calciumsalz, das von einer wenig sorgfältigen Darstellung herrühren kann, so trübt sich die Lösung. Auch eine grobe Verfälschung mit Zucker oder Dextrin würde diese Probe anzeigen.

Gerbsäure darf beim Austrocknen bei 100° nicht mehr als 12 Theile von 100 Theilen an Gewicht verlieren.

Beim Einäschern soll 1 g Gerbsäure einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

**Acidum tartaricum,** Weinsäure, $\begin{array}{l} CH(OH)-COOH \\ | \\ CH(OH)-COOH \end{array}$ besteht aus farblosen, durchscheinenden, säulenförmigen, oft in Krusten zusammenhängenden, luftbeständigen Krystallen, die in 0,8 Theilen Wasser und 2,5 Theilen Weingeist löslich sind.

Identitätsreaktionen. Die wässerige Lösung der Weinsäure (1 + 2) giebt mit Kaliumacetatlösung einen krystallinischen Niederschlag (von Kaliumbitartrat), mit überschüssigem Kalkwasser einen anfangs flockigen, bald krystallinisch werdenden, in Ammoniumchloridlösung und in Natronlauge löslichen Niederschlag (von Calciumtartrat). Beim Kochen der Lösung desselben in Natronlauge scheidet sich das Calciumtartrat gelatinös aus und löst sich beim Erkalten wieder langsam.

Prüfung. Die Weinsäure ist zu prüfen auf einen Gehalt an Schwefelsäure, Kalk, Traubensäure und Oxalsäure, Metallen.

Die wässerige Weinsäurelösung (1 + 9) darf durch Baryumnitrat (Schwefelsäure) und Ammoniumoxalatlösung (Kalk) und, mit Ammoniakflüssigkeit bis zur schwach sauren Reaktion abgestumpft, auch durch Calciumsulfatlösung nicht verändert werden. Bei Gegenwart von Traubensäure oder Oxalsäure würden die Calciumsalze dieser Säuren sich in Form weisser Trübungen bez. Niederschläge

ausscheiden. Auf Metalle (Blei, Kupfer) wird mit Schwefelwasserstoffwasser geprüft.

0,5 g Weinsäure, bei Luftzutritt erhitzt, dürfen keinen wägbaren Rückstand hinterlassen.

**Acidum trichloraceticum,** Trichloressigsäure, $CCl_3 - COOH$, besteht aus farblosen, leicht zerfliesslichen, rhomboëdrischen Krystallen von schwach stechendem Geruch, in Wasser, Weingeist und Aether löslich. Schmelzpunkt = 55°, Siedepunkt = 195°.

Mit überschüssigem Natriumcarbonat erwärmt, entwickelt Trichloressigsäure Chloroform (s. Bd. II): Identitätsreaktionen.

$$CCl_3 - COOH = CCl_3H + CO_2 .$$

Neben der Bestimmung des Schmelz- und Siedepunktes prüft man Trichloressigsäure auf einen Gehalt an Salzsäure: 10 ccm der wässerigen Lösung (1 + 9), mit 2 Tropfen Zehntel-Normal-Silbernitratlösung versetzt, dürfen nur schwach opalisirend getrübt werden. Prüfung.

Vorsichtig aufzubewahren!

**Aether,** Aethyläther, Schwefeläther, $C_2H_5 - O - C_2H_5$, bildet eine klare, farblose, leicht bewegliche, leicht flüchtige und leicht entzündliche Flüssigkeit, welche sich in jedem Verhältnis mit Weingeist und fetten Oelen mischt. Spec. Gew. 0,720, Siedepunkt 35°.

Geruch, Geschmack, die Leichtbeweglichkeit, Siedepunkt und specifisches Gewicht kennzeichnen den Aether als solchen. Identitätsreaktionen.

Das Arzneibuch lässt den Aether prüfen auf riechende, fremde Stoffe, freie Säuren, Vinylalkohol, Acetaldehyd, Wasserstoffsuperoxyd. Prüfung.

Bestes Fliesspapier, welches mit Aether getränkt wurde, darf nach dem Verdunsten des letzteren keinen Geruch mehr abgeben. Der nach freiwilliger Verdunstung von 5 ccm Aether in einer Glasschale sich zeigende feuchte Beschlag darf blaues Lackmuspapier nicht röthen (auf freie Säuren). — Uebergiesst man Kaliumhydroxyd mit Aether, so darf sich jenes innerhalb einer halben Stunde nicht gelblich färben. Eine solche Färbung tritt auf bei einem Gehalt des Aethers an Vinylalkohol ($CH_2 = CH - OH$), der mehrfach beobachtet wurde, oder an Acetaldehyd, der durch Kaliumhydroxyd in sog. Aldehydharz übergeführt wird. — 10 ccm Aether, mit 1 ccm Kaliumjodidlösung in einem vollen, geschlossenen Glasstöpselglase häufig geschüttelt, dürfen im zerstreuten Tageslicht innerhalb einer Stunde keinerlei Färbung erkennen lassen. Enthält

der Aether Wasserstoffsuperoxyd, so macht letzteres aus Kaliumjodid Jod frei, falls freie Säure zugegen ist (s. Bd. II). Enthält ein Aether Wasserstoffsuperoxyd und Vinylalkohol, so ist auch stets in kleiner Menge freie Essigsäure vorhanden. Die Einwirkung von $H_2O_2$ auf KJ vollzieht sich im Sinne folgender Gleichung:

$$2KJ + H_2O_2 + 2CH_3 . COOH = 2J + 2CH_3 . COOK + 2H_2O .$$

Vor Licht geschützt aufzubewahren.

**Aether aceticus,** Essigäther, $CH_3 — COOC_2H_5$, bildet eine klare, farblose, flüchtige Flüssigkeit von angenehm erfrischendem Geruch, mit Weingeist und Aether in jedem Verhältniss mischbar. Spec. Gew. 0,900 bis 0,904. Siedepunkt 74 bis 76°.

Prüfung. Auf riechende fremde Bestandtheile prüft man in gleicher Weise, wie beim Aether angegeben ist, desgleichen auf Säuregehalt.

Amylverbindungen bewirken beim Schichten von 1 Raumtheil Essigäther auf 1 Raumtheil Schwefelsäure die Bildung einer gefärbten Zone.

Zur Prüfung auf einen zu grossen Gehalt an Alkohol, bez. Alkohol, Aether und Wasser, durchschüttelt man den Essigäther mit Wasser: Wird 1 Raumtheil Essigäther mit 1 Raumtheil Wasser von 15° kräftig geschüttelt, so darf die Raummenge des letzteren höchstens um den zehnten Theil zunehmen. Das Durchschütteln der Flüssigkeiten nimmt man zweckmässig in einem sogen. Aetherprobirrohr vor, wie ein solches in nebenstehender Figur 1 abgebildet ist.

Fig. 1.

**Aether bromatus,** Aethylbromid, Bromäthyl, $C_2H_5Br$, bildet eine klare, farblose, flüchtige, stark lichtbrechende, angenehm ätherisch riechende Flüssigkeit, welche in Wasser unlöslich, in Weingeist und Aether löslich ist. Der besseren Haltbarkeit wegen versetzt man das Aethylbromid mit 1% Alkohol. Ein solches Präparat besitzt das spec. Gew. 1,453 bis 1,457 und siedet bei 38 bis 40°.

Prüfung. Specifisches Gewicht und Siedepunkt sind neben der Prüfung auf freie Bromwasserstoffsäure für die Beurtheilung der Güte und Brauchbarkeit eines Präparates von Wichtigkeit. — Amylverbindungen, die einem fuselölhaltigen Weingeist entstammen, oder Aethylenverbindungen bewirken beim Schütteln von 5 ccm des Präparates mit 5 ccm Schwefelsäure eine Gelbfärbung. Bei längerem Zusammenstehen mit Schwefelsäure erleidet das Aethylbromid selbst eine Zersetzung, und abgespaltenes Brom färbt die Flüssigkeit gelb.

Zur Prüfung auf Bromwasserstoffsäure werden 5 ccm Aethylbromid mit 5 ccm Wasser geschüttelt, von dem Wasser 2,5 ccm abgehoben und mit 1 Tropfen Silbernitratlösung versetzt: Die Mischung muss mindestens 5 Minuten lang klar bleiben und darf auch nach längerem Stehen nur eine schwache Opalescenz zeigen. Bei dieser Prüfung ist zu beachten, dass das mit dem Aethylbromid geschüttelte Wasser sogleich abgehoben wird. Bei längerer Berührung bewirkt das Wasser eine Zersetzung des Aethylbromids, und man erhält mit Silbernitrat auf jeden Fall sogleich eine Reaktion.

Vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Agaricin,** $C_{16}H_{30}O_5 + H_2O$, Agaricin wird aus dem Lärchenschwamm, Polyporus officinalis Fries, gewonnen.

Dasselbe bildet ein Pulver von schwachem Geruch und Geschmack, gegen 140° zu einer gelblichen Flüssigkeit schmelzend, bei stärkerem Erhitzen verkohlend. Wenig löslich in kaltem Wasser; in heissem Wasser quillt es auf und löst sich beim Sieden zu einer stark schäumenden Flüssigkeit, die Lackmuspapier schwach röthet.

Agaricin wird von 130 Theilen kalten und 10 Theilen heissen Weingeistes, noch leichter von heisser Essigsäure, nur wenig von Aether, kaum von Chloroform gelöst. Kalilauge nimmt es zu einer beim Schütteln stark schäumenden Flüssigkeit auf.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,1 g.

**Amylenhydrat,** Dimethylaethylcarbinol, tertiärer Amylalkohol, bildet eine klare, farblose, flüchtige Flüssigkeit von pfeffermünzartigem Geruch; löslich in 8 Theilen Wasser, mit Weingeist, Aether, Chloroform, Petroleumbenzin, Glycerin und fetten Oelen klar mischbar. Spec. Gew. 0,815 bis 0,820. Siedepunkt 99 bis 103°.

Die Feststellung des specifischen Gewichts und des Siedepunktes ist von Wichtigkeit. Das Arzneibuch lässt ausserdem auf Verunreinigungen durch Amylalkohol und Aldehyde prüfen. Prüfung.

20 ccm der wässerigen Lösung (1 + 19) dürfen nach Zusatz von 2 Tropfen Kaliumpermanganatlösung dieselbe innerhalb 10 Minuten nicht entfärben (Amylalkohol). Wird die wässerige Lösung (1 + 19) mit Silbernitratlösung, die zuvor mit Ammoniakflüssigkeit übersättigt ist, 10 Minuten im Wasserbade erwärmt, so darf sie auf die Silberlösung nicht reducirend wirken, anderenfalls man auf Aldehyde schliessen kann.

Vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 4,0 g. Grösste Tagesgabe 8,0 g!

**Amylium nitrosum,** Amylnitrit, salpetrigsaurer Amyläther, $C_5H_{11}ONO$, bildet eine klare, gelbliche, flüchtige Flüssigkeit von eigenartigem (fruchtartigem) Geruch, von brennendem, gewürzhaftem Geschmack; kaum löslich in Wasser, in allen Verhältnissen mit Weingeist und Aether mischbar. Angezündet brennt es mit gelber, leuchtender, russender Flamme. Spec. Gew. 0,87 bis 0,88. Siedepunkt 97 bis 99°.

Prüfung. Specifisches Gewicht und Siedepunkt sind festzustellen, und ferner ist auf Säuregehalt und auf Aldehyd (Valeraldehyd) zu prüfen.

Die Prüfung auf den zulässigen Gehalt an Säure wird folgenderweise ausgeführt: 5 ccm Amylnitrit, mit 1 ccm Wasser geschüttelt, welchem 0,1 ccm Ammoniakflüssigkeit beigemischt wurde, dürfen die alkalische Reaktion nicht aufheben. — 1 ccm Amylnitrit, mit einer Mischung aus 1,5 ccm Silbernitratlösung und 1,5 ccm absoluten Alkohols nach Zusatz einiger Tropfen Ammoniakflüssigkeit gelinde erwärmt, darf keine Bräunung oder Schwärzung (von metallischem Silber, durch Aldehyd reducirt) hervorrufen.

Einen Wassergehalt weist das Arzneibuch dadurch nach, dass es Amylnitrit auf 0° abgekühlt lässt. Es darf sich nicht trüben.

Vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Antipyrin,** Phenyldimethylpyrazolon, $C_{11}H_{12}N_2O$, besteht aus tafelförmigen, farblosen Krystallen, die sich in weniger als 1 Theil Wasser, in etwa 1 Theil Weingeist, in 1 Theil Chloroform und in etwa 50 Theilen Aether lösen. Schmelzpunkt 113°.

Identitätsreaktionen. Die wässerige Lösung des Antipyrins (1 + 99) wird durch Gerbsäurelösung weiss gefällt. 2 ccm der wässerigen Antipyrinlösung (1 + 99) werden durch 2 Tropfen rauchender Salpetersäure grün gefärbt: es bildet sich Isonitrosoantipyrin $C_{11}H_{11}N_2O.NO$. Aus concentrirteren Lösungen scheidet sich dieser Körper in grünen Krystallen ab. Fügt man zu der grünen Lösung nach dem Erhitzen bis zum Sieden einen weiteren Tropfen rauchender Salpetersäure, so erscheint eine rothe Färbung. —

2 ccm wässeriger Antipyrinlösung (1 auf 1000) geben mit 1 Tropfen Ferrichloridlösung eine tiefrothe Färbung, welche auf Zusatz von 10 Tropfen Schwefelsäure in hellgelb übergeht.

Prüfung. Ausser der Bestimmung des Schmelzpunktes prüft man die wässerige Lösung (1 + 1) auf Neutralität, Farblosigkeit und das Verhalten gegen Schwefelwasserstoffwasser, welches keine Veränderung hervorrufen darf (Metalle). Beim Verbrennen soll Antipyrin keinen Rückstand hinterlassen.

**Apomorphinum hydrochloricum,** Apomorphinhydrochlorid, $C_{17}H_{17}NO_2 . HCl$, besteht aus weissen oder grauweissen Kryställchen, welche sich in etwa 40 Theilen Wasser oder Weingeist lösen, in Aether oder Chloroform fast unlöslich sind. An feuchter Luft, besonders wenn gleichzeitig dem Licht ausgesetzt, färbt sich das Salz schnell grün.

Die Lösung des Salzes in überschüssiger Natronlauge färbt sich an der Luft nach kurzem purpurroth und dann schwarz. Der durch Natriumbicarbonat in der wässerigen Lösung hervorgerufene Niederschlag färbt sich an der Luft schnell grün. Aether nimmt denselben mit purpurvioletter, Chloroform mit blauvioletter Farbe auf. Die erwähnten Färbungen sind auf die Oxydationswirkung des Luftsauerstoffs zurückzuführen, welche sich besonders schnell bei Gegenwart von Alkali äussert. — Silbernitratlösung wird von der mit Ammoniakflüssigkeit versetzten Lösung des Salzes sofort reducirt. Identitätsreaktionen.

Die wässerige Lösung des Salzes muss farblos oder doch nur wenig gefärbt sein; das Arzneibuch lässt ein Präparat, welches mit 100 Theilen Wasser eine smaragdgrüne Lösung giebt, verwerfen. Eine solche Färbung ist ein Beweis dafür, dass das Präparat schon theilweise oxydirt ist. Man stellt dies auch dadurch fest, dass man das trockene Salz mit Aether schüttelt; ein theilweise oxydirtes Salz färbt den Aether blassröthlich. Prüfung.

Bei Luftzutritt erhitzt muss das Apomorphinhydrochlorid verbrennen, ohne einen Rückstand zu hinterlassen.

Vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,02 g. Grösste Tagesgabe 0,1 g.

**Aqua Amygdalarum amararum,** Bittermandelwasser. Das durch Destillation von ölfreien, bitteren Mandeln mit Wasserdämpfen destillirte Bittermandelwasser (s. Bd. II) enthält 25 % Alkohol und sei eine klare oder fast klare Flüssigkeit von eigenartigem, starkem Geruch, der auch nach Wegnahme der Blausäure mittelst Silbernitratlösung verbleibt. Spec. Gew. 0,970 bis 0,980.

Das Arzneibuch lässt den Blausäuregehalt nach der Liebig'schen Methode bestimmen: 10 ccm Bittermandelwasser, mit 90 ccm Wasser verdünnt, versetze man mit 5 Tropfen Kalilauge und mit einer Spur Natriumchlorid und füge unter fortwährendem Umrühren so lange Zehntel-Normal-Silbernitratlösung hinzu, bis eine bleibende weissliche Trübung eingetreten ist. Es müssen hierzu mindestens 1,8 ccm Zehntel-Normal-Silbernitratlösung erforderlich sein. Prüfung.

Das Bittermandelwasser hält die Blausäure an Benzaldehyd gebunden; diese Verbindung (Benzaldehydcyanwasserstoff) wird durch Kalilauge zerlegt:

$$C_6H_5C\begin{matrix}-OH\\-H\\-CN\end{matrix} + KOH = \underbrace{KCN}_{\text{Kaliumcyanid}} + \underbrace{C_6H_5CHO}_{\text{Benzaldehyd}} + H_2O.$$

Fügt man Silbernitratlösung zu Kaliumcyanidlösung, so entsteht Kaliumnitrat und Silbercyanid.

Letzteres bildet mit dem überschüssigen Kaliumcyanid leicht lösliches Kalium-Silbercyanid ($KCN + AgCN$); erst bei weiterem Hinzufügen von Silbernitrat wird diese Doppelverbindung zerlegt, und nun scheidet sich Silbercyanid in unlöslicher Form aus. Diese chemischen Vorgänge lassen sich durch folgende Gleichungen veranschaulichen:

$$\text{a)}\ 2KCN + AgNO_3 = KNO_3 + \underbrace{KCN + AgCN}_{\text{leicht löslich}};$$

$$\text{b)}\ \underbrace{KCN + AgCN} + AgNO_3 = \underbrace{2AgCN}_{\text{unlöslich}} + KNO_3.$$

Man kann daher dieses Verhalten zu einer titrimetrischen Blausäurebestimmung benutzen. Lässt man eine Silbernitratlösung von bekanntem Gehalt zu einer Blausäure- bez. Kaliumcyanidlösung hinzutropfen, so zeigt das plötzliche Auftreten einer Trübung den Beginn der Reaktion b) an, d. h. es ist kein Kaliumcyanid mehr hinreichend vorhanden, um weiteres Silbercyanid in Lösung zu halten, und dieses scheidet sich daher aus. Durch 1 Mol. Silbernitrat werden also 2 Mol. Kaliumcyanid (s. Gleichung a) bez. 2 Mol. Blausäure nachgewiesen:

$$AgNO_3 : \underbrace{2HCN}_{2 \times 27}.$$

1 ccm Zehntel-Normal-Silbernitratlösung entspricht 0,0054 g HCN.

Man fügt zweckmässig, wie auch das Arzneibuch angiebt, eine Spur Natriumchlorid vor der Titration zur Lösung, damit nach Bildung der Doppelverbindung $KCN + AgCN$ bei weiterem Hinzufügen von Silbernitrat nicht Silbercyanid, sondern wegen deutlicherer Trübung Silberchlorid entstehe.

Wenn zur Bindung der in 10 ccm Bittermandelwasser enthaltenen Blausäuremenge 1,8 ccm Zehntel-Normal-Silbernitratlösung erforderlich sein sollen, so ist damit ein Blausäuregehalt von $0{,}0054 \,.\, 1{,}8 = 0{,}00972$ g in 10 ccm Bittermandelwasser verlangt. Beträgt das spec. Gew. der letzteren 0,975, so sind $\frac{0{,}00972 \times 100}{9{,}75}$ = nahezu 0,1 % HCN gefordert.

Vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 2 g. Grösste Tagesgabe 8 g!

**Atropinum sulfuricum,** Atropinsulfat, $(C_{17}H_{23}NO_3)_2 . H_2SO_4$, bildet eine weisse, krystallinische Masse, die sich in 1 Theil Wasser und in 3 Theilen Weingeist löst, in Aether oder Chloroform fast unlöslich ist. Die Lösungen besitzen einen bitteren, anhaltend kratzenden Geschmack.

Der Schmelzpunkt liegt gegen 183°, der der reinen Base bei 115,5°.

Zu 0,01 g Atropinsulfat, das im Probirrohre bis zum Auftreten weisser Nebel erhitzt wird, gebe man 1,5 ccm Schwefelsäure und erwärme bis zur beginnenden Bräunung. Sofortiger vorsichtiger Zusatz von 2 ccm Wasser ruft die Entwickelung eines angenehmen, eigenthümlichen Geruches hervor; ein Zusatz eines Kryställchens Kaliumpermanganat bewirkt das Auftreten eines Bittermandelölgeruches. Trocknet man 0,01 g Atropinsulfat mit 5 Tropfen rauchender Salpetersäure auf dem Wasserbade in einem Porzellanschälchen ein, so entsteht beim Uebergiessen des erkalteten, gelblich gefärbten Rückstandes mit weingeistiger Kalilauge eine violette Farbe. Diese beiden Reaktionen kennzeichnen das Atropin. Identitätsreaktionen und Prüfung.

Zur Prüfung auf Belladonnin, eines ebenfalls in Atropa Belladonna vorkommenden Alkaloids, versetzt man die wässerige Lösung des Atropinsulfats (1 + 59) mit Ammoniakflüssigkeit. Letztere fällt Belladonnin, nicht aber Atropin; entsteht eine Trübung, so ist auf eine meist wohl unabsichtliche Beimengung von Belladonnin zu schliessen. Natronlauge fällt sowohl Belladonnin, wie Atropin. — Schwefelsäure soll Atropinsulfat ohne Färbung lösen; eine solche mache sich auch nicht bemerkbar, wenn man zu dieser Lösung etwas Salpetersäure zufliessen lässt. Organische Verunreinigungen mannigfacher Art werden durch Schwefelsäure gelb bis braun oder auf Zusatz von Salpetersäure roth gefärbt.

Atropinsulfat muss, ohne einen Rückstand zu hinterlassen, verbrennlich sein.

Sehr vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,001 g, grösste Tagesgabe 0,003 g.

**Benzinum Petrolei,** Petroleumbenzin, Benzin, Petroleumäther, besteht aus farblosen, nicht fluorescirenden Antheilen des Petroleums von starkem, nicht unangenehmem Geruch, leicht entzündlich. Der Siedepunkt (55—75°) und das spec. Gew. (0,64—0,67), welche das Arzneibuch vorschreibt, betreffen ein Präparat, welches im Wesentlichen aus Pentan $C_5H_{12}$ und Hexan $C_6H_{14}$ (s. Bd. II) besteht.

Das Petroleumbenzin soll in der Kälte nicht erstarren (Unterschied von Benzol). Prüfung.

Zum Nachweis aromatischer Kohlenwasserstoffe, die im Steinkohlenbenzin enthalten sind, aber auch in geringer Menge in dem kaukasischen Petroleum und in dem daraus gewonnenen Benzin vorkommen, verfährt man wie folgt:

Man mischt 1 Theil Schwefelsäure mit 4 Theilen rauchender

Salpetersäure und schüttelt nach der Abkühlung 2 Theile Petroleumbenzin mit dem Säuregemisch; bei Gegenwart von aromatischen Kohlenwasserstoffen bilden sich gelb gefärbte Nitroprodukte, welche einen Bittermandelgeruch besitzen. Der letztere kommt besonders deutlich zum Vorschein beim Verdünnen mit Wasser, wodurch der sonst vorherrschende Geruch nach Untersalpetersäure verdeckt wird.

**Bismutum subsalicylicum,** basisches Wismutsalicylat, bildet ein weisses, amorphes oder mikrokrystallinisches, geruch- und geschmackloses Pulver, in Wasser und Weingeist fast unlöslich, beim Erhitzen, ohne zu schmelzen, unter Hinterlassung eines gelben Rückstandes verkohlend.

Identitätsreaktionen. Beim Uebergiessen von 0,5 g des Präparates mit einer verdünnten Eisenchloridlösung (1 + 19) entsteht eine blauviolette (durch die Salicylsäure bedingt), beim Uebergiessen mit Schwefelwasserstoffwasser eine braunschwarze Färbung (von Wismutsulfid).

Prüfung. Es ist zu prüfen auf freie Salicylsäure, auf den Gehalt an Wismutoxyd, auf Verunreinigungen durch Sulfat, Chlorid, Blei, Kupfer, Alkalien, Arsen, Nitrat und Ammoniumsalz.

Werden 0,5 g basischen Wismutsalicylats mit 5 ccm Wasser geschüttelt, so darf das Filtrat blaues Lakmuspapier nicht sofort röthen (freie Salicylsäure). — Zur Wismutoxydbestimmung wird 1 g des Präparates bis zur vollständigen Verkohlung schwach geglüht, der verbleibende Rückstand in Salpetersäure gelöst, die Lösung vorsichtig zur Trockne verdampft und der Rückstand abermals geglüht: es müssen mindestens 0,63 g Wismutoxyd hinterbleiben.

Ein der Formel $\begin{matrix} C_6H_4(OH)COO \\ O \end{matrix} > Bi$ entsprechendes Präparat würde beim Glühen $64{,}26\,^0/_0 \cdot Bi_2O_3$ hinterlassen, ein Feuchtigkeitsgehalt drückt den Gehalt an letzterem herab.

Wird das erhaltene Wismutoxyd in Salpetersäure gelöst und die Lösung bis auf 20 ccm verdünnt, so werde je ein Theil dieser Lösung weder mit Baryumnitrat- (auf Sulfat), noch mit Silbernitratlösung (auf Chlorid), noch mit 2 Raumtheilen verdünnter Schwefelsäure (auf Blei) verändert. Ein weiterer Theil jener Lösung gebe, nach Zusatz von überschüssiger Ammoniakflüssigkeit, ein farbloses Filtrat (Blaufärbung würde einen Kupfergehalt anzeigen). Ein weiterer Theil derselben liefere nach Ausfällung mit Schwefelwasserstoffwasser ein Filtrat, welches nach dem Eindampfen einen wägbaren Rückstand (Alkalien) nicht hinterlässt.

Wird 1 g basischen Wismutsalicylats mit 3 ccm Zinnchlorürlösung

geschüttelt, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung nicht eintreten (von ausgeschiedenem elementarem Arsen). — Werden 0,2 g des Präparates mit 1 ccm Schwefelsäure übergossen und wird die Mischung alsdann mit 2 ccm Ferrosulfatlösung überschichtet, so darf eine braune Zone nicht entstehen (auf Nitrat). — Beim Erwärmen von 0,2 g des Präparates mit überschüssiger Natronlauge darf ein Geruch nach Ammoniak nicht auftreten.

Vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Chininum ferro-citricum,** Eisenchinincitrat, besteht aus glänzenden, durchscheinenden, dunkelrothbraunen Blättchen, welche einen eisenartigen, bitteren Geschmack besitzen und in 100 Theilen 9—10 Theile Chinin enthalten. Von Wasser wird das Präparat langsam aber vollständig, von Weingeist nur wenig gelöst.

Identitätsreaktionen.

Die äusseren Eigenschaften sind neben folgenden Reaktionen kennzeichnend: die mit Salzsäure angesäuerte, wässerige Lösung giebt sowohl mit Kaliumferrocyanid- (Ferrisalz als Berlinerblau gefällt), als auch mit Kaliumferricyanidlösung (Ferrosalz als Turnbull's Blau gefällt) eine blaue, mit Jodlösung eine braune Fällung (von Jodchinin).

Prüfung.

Das Arzneibuch schreibt eine Gehaltsbestimmung für Chinin vor, lässt ferner das abgeschiedene Alkaloid in Sulfat überführen und letzteres nach den bei Chininsulfat gestellten Forderungen auf Reinheit prüfen. Die Chininbestimmung wird, wie folgt, ausgeführt: 1 g Eisenchinincitrat löst man in 4 ccm Wasser, versetzt die Lösung mit Natronlauge bis zur stark alkalischen Reaktion und schüttelt alsdann dreimal mit je 7 ccm Aether aus. Die abgehobene ätherische Schicht liefere nach dem Verdunsten und Trocknen des Rückstandes bei 100° mindestens 0,09 g Chinin.

Vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Chininum hydrochloricum,** Chininhydrochlorid, $C_{20}H_{24}N_2O_2 . HCl + 2H_2O$ besteht aus weissen, bitter schmeckenden, nadelförmigen Krystallen, welche mit 3 Theilen Weingeist und mit 34 Theilen Wasser farblose Lösungen geben.

Identitätsreaktionen.

Versetzt man die wässerige Lösung (1 auf 200 Theile) mit $^1/_4$ Raumtheil Chlorwasser, so nimmt die Mischung auf Zusatz von überschüssiger Ammoniakflüssigkeit grüne Färbung an (Thalleiochinreaktion s. Bd. II). Silbernitratlösung ruft in der wässerigen, mit Salpetersäure angesäuerten Lösung des Salzes einen weissen Niederschlag (von Silberchlorid) hervor.

Prüfung. Es ist zu prüfen auf Sulfat, Baryumsalz, Morphin und Strychnin, anorganische Beimengungen, Feuchtigkeitsgehalt, Chinanebenalkaloide.

Die wässerige Lösung des Chininhydrochlorids (1 + 49) werde durch Baryumnitratlösung (zeigt Sulfat an) nur sehr wenig, durch verdünnte Schwefelsäure (zeigt Baryumsalz an) gar nicht getrübt. Man pflegt das Chininhydrochlorid durch Wechselzersetzung von Chininsulfat und Baryumchlorid herzustellen — daher eine mögliche Beimengung von Baryumsalz. — Morphin und Strychnin, mit welchen Alkaloiden Chininhydrochlorid verwechselt werden könnte (man will derartige Verwechselungen angetroffen haben) lassen sich durch folgende Farbreaktion erkennen: 0,05 g des Salzes, mit 10 Tropfen Schwefelsäure und 1 Tropfen Salpetersäure gemischt, zeigen bei Anwesenheit genannter Alkaloide rothgelbe Färbung.

Bei Luftzutritt erhitzt, verbrenne das Chininhydrochlorid, ohne einen Rückstand zu hinterlassen. — Eine Feuchtigkeitsbestimmung schreibt das Arzneibuch, wie folgt, vor: 1 g des Salzes verliere bei 100° nicht mehr als 0,1 g an Gewicht.

Zur Prüfung auf Nebenalkaloide lässt das Arzneibuch das salzsaure Salz in das schwefelsaure überführen und dieses, wie unter Chininum sulfuricum näher erläutert ist, prüfen: 2 g Chininhydrochlorid werden in einem erwärmten Mörser in 20 ccm Wasser von 60° gelöst; die Lösung werde mit 1 g zerriebenen, unverwitterten Natriumsulfats versetzt und die Masse gleichmässig durchgearbeitet. Nach dem Erkalten bleibe die Masse, unter zeitweiligem Umrühren, eine halbe Stunde bei 15° stehen; hierauf werde durch ein aus bestem Filtrirpapier gefertigtes Filter von 7 cm Durchmesser filtrirt und von dem 15° zeigenden Filtrate 5 ccm in einem trockenen Probirrohre mit Ammoniakflüssigkeit von 15° versetzt, bis der entstandene Niederschlag wieder klar gelöst ist. Die hierzu erforderliche Menge Ammoniakflüssigkeit darf nicht mehr als 4 ccm betragen.

Man erhält nur schwierig aus der breiigen Masse 5 ccm Filtrat; man verwendet daher zweckmässig 3 g Chininhydrochlorid und dementsprechend eine grössere Menge Wasser und Natriumsulfat.

**Chininum sulfuricum,** Chininsulfat, $(C_{20}H_{24}N_2O_2)_2 . H_2SO_4 + 8H_2O$, besteht aus weissen, feinen, bitter schmeckenden Krystallnadeln, welche sich in etwa 800 Theilen kalten, in 25 Theilen siedenden Wassers, sowie in 6 Theilen siedenden Alkohols lösen. Die wässerige neutrale Lösung zeigt keine Fluorescenz, doch ruft bereits ein Tropfen verdünnter Schwefelsäure in der Auflösung des Chininsulfalts blaue Fluorescenz hervor.

Fügt man zu 5 Theilen der kalt gesättigten wässerigen Chininsulfatlösung 1 Theil Chlorwasser, so wird dieselbe auf Zusatz von Ammoniakflüssigkeit im Ueberschusse grün gefärbt (Thalleiochinreaktion, s. Bd. II). Die wässerige, mit einigen Tropfen Salpetersäure angesäuerte Chininsulfatlösung wird durch Baryumnitratlösung (als Kennzeichen für das Sulfat) gefällt. Identitätsreaktionen.

Für die Prüfung kommen in Betracht eine Krystallwasserbestimmung, Nachweis fremder Chinaalkaloide, ferner anderer organischer, sowie anorganischer Körper. Prüfung.

Den Krystallwassergehalt bestimmt man durch Austrocknen von 1 g Chininsulfat im Trockenschrank. Es muss mindestens ein Rückstand von 0,85 g hinterbleiben.

Zum Nachweis fremder Chinaalkaloide, sogen. Nebenalkaloide (besonders Cinchonin, Cinchonidin, Chinidin) benutzt das Arzneibuch die Kerner-Weller'sche Methode, welche darauf begründet ist, dass in Wasser von 15° die Sulfate der verunreinigenden Nebenalkaloide sich weit leichter lösen als Chininsulfat. Fügt man Ammoniakflüssigkeit zu einer solchen Lösung, so scheiden sich anfangs die Basen ab; sie werden aber bei einer hinreichend grossen Menge Ammoniak wieder gelöst. Diese Menge ist um so grösser, je mehr Sulfate der Basen in Lösung waren, d. h. je reicher an Nebenalkaloiden das untersuchte Chininsulfat ist.

Das Arzneibuch lässt diese Probe, wie folgt, ausführen:

2 g bei 40—50° völlig verwitterten Chininsulfats übergiesse man in einem Probirrohre mit 20 ccm destillirten Wassers und stelle das Rohr eine halbe Stunde lang, unter häufigem Umschütteln, in ein auf 60—65° erwärmtes Wasserbad. Hierauf setze man das Probirrohr in Wasser von 15° und lasse es, unter häufigem Schütteln, 2 Stunden lang darin stehen. Alsdann filtrire man durch ein aus bestem Filtrirpapier gefertigtes Filter von 7 cm Durchmesser, bringe 5 ccm des 15° zeigenden Filtrates in ein trockenes Probirröhrchen und mische allmählich aus einer Bürette Ammoniakflüssigkeit (spec. Gew. 0,960) von 15° hinzu, bis der entstandene Niederschlag wieder klar gelöst ist. Die hierzu erforderliche Menge Ammoniakflüssigkeit darf nicht mehr als 4 ccm betragen. — Dies Resultat ist nur dann verlässlich, wenn die vorgeschriebenen Temperaturen auf das sorgfältigste beobachtet werden.

Zum Nachweis anderer organischer Körper durchfeuchte man das Chininsulfat mit Schwefelsäure und eine andere Probe mit Salpetersäure: es dürfen kaum Färbungen auftreten. Auch die folgende Probe dient sowohl zum Nachweis fremder organischer wie anorganischer Körper: 1 g Chininsulfat löse sich in 7 ccm

eines Gemenges von 2 Raumtheilen Chloroform und 1 Raumtheil absoluten Alkohols nach kurzem Erwärmen auf 40—50° vollständig auf. Die Lösung bleibe auch nach dem Erkalten klar. — Ein Gehalt an anorganischer Verunreinigung würde sich ferner beim Veraschen des Chininsulfats ergeben: es darf keinen Rückstand hinterlassen.

Vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Chininum tannicum,** gerbsaures Chinin, bildet ein gelblichweisses, amorphes, schwach bitter und kaum zusammenziehend schmeckendes Pulver, welches in 100 Theilen 30—32 Theile Chinin enthält, in Wasser wenig, etwas mehr in Weingeist löslich ist.

Identitätsreaktionen. Die wässerige oder weingeistige Lösung wird durch Ferrichloridlösung blauschwarz gefärbt (Kennzeichen für Gerbsäure).

Prüfung. Die Prüfung hat sich zu erstrecken auf Metall-, Chlorid- und Sulfatgehalt. Das Arzneibuch lässt ausserdem auf anorganische Verunreinigungen prüfen und eine quantitative Chininbestimmung ausführen.

Der mit Hilfe von Salpetersäure durch Schütteln und darauffolgendes Filtriren bereitete wässerige Auszug des Chinintannats (1 + 49) werde durch Schwefelwasserstoffwasser (Metalle) nicht verändert, durch Silbernitrat-(Chlorid) und durch Baryumnitratlösung (Sulfat) nicht sofort getrübt.

Zur Chininbestimmung wird 1 g Chinintannat, in 4 ccm Wasser suspendirt, mit Natronlauge bis zur stark alkalischen Reaktion versetzt und die Mischung dreimal mit je 7 ccm Aether ausgeschüttelt. Nach dem Verdunsten der abgehobenen ätherischen Schicht und Trocknen des Rückstandes bei 100° sollen mindestens 0,3 g Chinin hinterbleiben, welches, in das Sulfat übergeführt, den für dieses Salz geforderten Bestimmungen entspricht. Will man letztere Probe ausführen, so muss man mindestens 6 g Chinintannat auf obige Weise zerlegen.

1 g Chinintannat darf beim Verbrennen einen wägbaren Rückstand nicht hinterlassen.

**Chloralum formamidatum,** Chloralformamid, $CCl_3 . C \begin{cases} OH \\ H \\ NH . COH \end{cases}$, besteht aus farblosen, glänzenden, schwach bitter schmeckenden Krystallen, die sich langsam in etwa 20 Theilen kalten Wassers, sowie in 1,5 Theilen Weingeist lösen. Beim Lösen

des Körpers ist starkes Erwärmen zu vermeiden, da schon bei etwa 60° der Körper in seine Bestandtheile Chloral, bez. Chloralhydrat und Formamid, bez. ameisensaures Ammonium zerfällt. Schmelzpunkt 114—115°.

Identitätsreaktionen.

Erwärmt man Chloralformamid mit Natronlauge, so tritt Chloroformgeruch neben Ammoniakgeruch auf. Letzterer macht sich besonders dann bemerkbar und wird nicht durch den Chloroformgeruch verdeckt, wenn man die Flüssigkeit abkühlt. Man kann auch Ammoniak dadurch nachweisen, dass man der Mündung des Probirrohres einen Salzsäuretropfen nähert, welcher sich mit einem Salmiaknebel umgiebt.

Beim Erwärmen des Chloralformamids mit Natronlauge werden zunächst Chloralhydrat und Formamid gebildet, letzteres geht sodann in ameisensaures Ammonium über, und Natronlauge macht daraus Ammoniak frei, während die Natronlauge das Chloralhydrat in ameisensaures Natrium (Natriumformiat) und Chloroform zersetzt:

$$CCl_3 . C\begin{cases} OH \\ H \\ NH . COH \end{cases} + H_2O = \underbrace{CCl_3 . C\begin{cases} OH \\ OH \\ H \end{cases}}_{\text{Chloralhydrat}} + \underbrace{H . CONH_2}_{\text{Formamid}}$$

$$H . CONH_2 + H_2O = \underbrace{H . COONH_4}_{\text{Ammoniumformiat}}$$

$$H . COONH_4 + NaOH = \underbrace{H . COONa}_{\text{Natriumformiat}} + \underbrace{NH_3}_{\text{Ammoniak}} + H_2O$$

$$CCl_3 . C\begin{cases} OH \\ OH \\ H \end{cases} + NaOH = \underbrace{H . COONa}_{\text{Natriumformiat}} + \underbrace{CCl_3H}_{\text{Chloroform}} + H_2O$$

Der Schmelzpunkt und das Auftreten von Chloroform und Ammoniak beim Erwärmen mit Natronlauge kennzeichnen das vorliegende Salz als Chloralformamid.

Prüfung.

Die Lösung von Chloralformamid in Weingeist (1 + 9) darf Lackmuspapier nicht röthen und sich auf Zusatz von Silbernitratlösung nicht sofort verändern. Das Präparat darf also keine freie Ameisensäure oder Salzsäure (Zersetzungsstoffe des Präparats) enthalten. Erhitzt sei Chloralformamid flüchtig, ohne brennbare Dämpfe zu entwickeln. Enthält das Präparat Chloralalkoholat $CCl_3 . C\begin{cases} OH \\ OC_2H_5 \\ H \end{cases}$, so giebt es beim Erhitzen brennbare Dämpfe (von Alkohol) ab.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 4,0 g, grösste Tagesgabe 8,0 g.

**Chloralhydrat,** $CCl_3 . C \begin{cases} OH \\ OH \\ H \end{cases}$, besteht aus farblosen, luftbeständigen, stechend riechenden Krystallen, welche leicht in Wasser, Weingeist und Aether, weniger in fetten Oelen und Schwefelkohlenstoff löslich sind und auch von 5 Theilen Chloroform langsam aufgenommen werden. Schmelzpunkt 58°.

Identitätsreaktionen. Neben dem Schmelzpunkt und dem sonstigen äusseren Verhalten ist das Chloralhydrat durch die Abspaltung von Chloroform, welche es beim Erwärmen mit Natronlauge erleidet (s. Chloralformamid), gekennzeichnet.

Prüfung. Das Chloralhydrat muss trockene Krystalle darbieten, seine Lösung in 10 Theilen Weingeist darf Lackmuspapier erst beim Abtrocknen schwach röthen und durch Silbernitratlösung nicht sofort verändert werden (Prüfung auf Chlorwasserstoff). Erhitzt sei Chloralhydrat flüchtig, ohne brennbare Dämpfe zu entwickeln (vergl. Chloroformamid).

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 3,0 g, grösste Tagesgabe 6,0 g.

**Chloroform,** Formylchlorid, Trichlormethan, $CCl_3H$, bildet eine klare, farblose, flüchtige Flüssigkeit von eigenthümlichem Geruch und süsslichem Geschmack, wenig löslich in Wasser, mit Weingeist, Aether, fetten und ätherischen Oelen in jedem Verhältniss mischbar. Spec. Gew. 1,485 bis 1,489. Siedepunkt 60 bis 62°. Das Chloroform enthält gegen 1 % Alkohol.

Wird reines Chloroform der Einwirkung des Lichts und der Luft ausgesetzt, so zerfällt das Chloroformmolekül schnell, indem erstickend riechendes Kohlenoxychlorid (Phosgengas), Chlor, Salzsäure und Kohlensäure auftreten (s. Bd. II):

$$2\,CHCl_3 + 3\,O = 2\,COCl_2 + H_2O + 2\,Cl,$$
$$COCl_2 + H_2O = CO_2 + 2\,HCl.$$

Um einer solchen Zersetzung des Chloroforms vorzubeugen, wird dasselbe mit einer kleinen Menge Alkohol versetzt.

Prüfung. Das Arzneibuch lässt auf obige Zersetzungsprodukte des Chloroforms wie folgt prüfen:

Chloroform sei von dem erstickenden Phosgengeruche frei. Bestes Filtrirpapier, mit Chloroform getränkt, darf nach dem Verdunsten des letzteren keinen Geruch mehr abgeben. — Mit 2 Raumtheilen Chloroform geschütteltes Wasser darf Lackmuspapier nicht röthen, auch eine Trübung nicht hervorrufen, wenn es vorsichtig über eine mit gleichviel Wasser verdünnte Silbernitratlösung

geschichtet wird. Wird Chloroform mit Jodzinkstärkelösung geschüttelt, so darf weder eine Bläuung derselben noch eine Färbung des Chloroforms bemerkbar sein. Diese Erscheinungen treten auf, wenn das Chloroform freies Chlor enthält, welches aus der Jodzinkstärkelösung Jod frei macht.

20 ccm Chloroform sollen bei häufigem Schütteln mit 15 ccm Schwefelsäure in einem 3 ccm weiten, vorher mit Schwefelsäure gespülten Glasstöpselglase innerhalb einer Stunde die Schwefelsäure nicht färben. Enthält das Chloroform fremde gechlorte Körper, wie Aethylidenchlorid, gechlorte Amylverbindungen (aus einem fuselölhaltigen Alkohol stammend) u. s. w., so tritt nach kurzem eine Gelb- bis Braunfärbung auf.

Vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,5 g, grösste Tagesgabe 1,0 g.

**Cocaïnum hydrochloricum,** Cocaïnhydrochlorid, $C_{17}H_{21}NO_4 . HCl$, besteht aus farblosen, durchscheinenden Krystallen, welche mit Wasser und Weingeist neutrale Lösungen geben. Die Lösungen schmecken bitter und rufen auf der Zunge eine vorübergehende Unempfindlichkeit hervor. Schmelzpunkt 186°.

Eine nur das Cocaïn kennzeichnende Reaktion giebt das Arzneibuch nicht; die von demselben angeführten Reaktionen sind allgemeine Alkaloidreaktionen: In der wässerigen, mit Salzsäure angesäuerten Lösung ruft Quecksilberchlorid einen weissen, Jodlösung einen braunen, Kalilauge einen weissen, in Weingeist und in Aether leicht löslichen Niederschlag hervor. — Zwei das Cocaïn kennzeichnende Reaktionen sollen in Folgendem bestehen: Reibt man 0,01 g Cocaïnhydrochlorid mit 0,01 g Hydrargyrochlorid zusammen, so schwärzt sich das Gemenge beim Anhauchen. — Versetzt man eine Lösung von 0,01 g des Salzes in einigen Tropfen Spiritus mit etwas zerriebenem Aetzkali, so entwickelt sich der sehr angenehme Geruch des Benzoësäureesters. Identitätsreaktionen.

Auf fremde organische Körper wird mit Schwefelsäure und Salpetersäure geprüft: In 1 ccm Schwefelsäure und in 1 ccm Salpetersäure löse sich je 0,1 g des Salzes ohne Färbung auf.

Auf Nebenalkaloide des Cocaïns (wie Cinnamylcocaïn und Isatropylcocaïn, welche Körper durch Kaliumpermanganat oxydirt werden und daher eine Lösung des letzteren entfärben) prüft man, wie folgt: Die unter Zusatz von 3 Tropfen verdünnter Schwefelsäure bereitete Lösung von 0,1 g Cocaïnhydrochlorid in 5 ccm Wasser soll durch einen Tropfen einer Lösung von 1 Theil Kaliumpermanganat in 1000 Theilen Wasser violett gefärbt werden. Bei

Ausschluss von Staub zeige diese Färbung im Laufe einer halben Stunde kaum eine Abnahme.

Anorganische Verunreinigungen weist man nach: 0,05 g des Salzes dürfen beim Verbrennen auf dem Platinblech keinen Rückstand hinterlassen.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,05 g, grösste Tagesgabe 0,15 g.

**Codeïnum phosphoricum,** Codeïnphosphat, $C_{18}H_{21}NO_3 . H_3PO_4 + 2H_2O$, besteht aus farblosen, bitter schmeckenden Nadeln, die sich leicht in Wasser, schwer in Weingeist lösen. Die wässerige Lösung reagirt schwach sauer.

Identitätsreaktionen. 0,01 g Codeïnphosphat löst sich in 10 ccm Schwefelsäure beim Erwärmen farblos. Eine Schwefelsäure jedoch, die in 100 ccm einen Tropfen Ferrichloridlösung enthält, bewirkt eine blaue oder violette Lösung (kennzeichend für Codeïn). In der wässerigen Lösung des Codeïnphosphats (1 + 19) ruft Silbernitratlösung einen gelben Niederschlag (von Silberphosphat), Kalilauge einen weissen Niederschlag (von freiem Codeïn) hervor.

Prüfung. 1 g Codeïnphosphat wird bei 100° im Trockenschrank erhitzt; der Rückstand zeigt einen Gewichtsverlust von 0,08 bis 0,083 g; derselbe entpricht einem Wassergehalt, wie er durch obige Formel ausgedrückt ist. — Zur Prüfung auf Morphin fügt man 1 ccm der wässerigen Codeïnphosphatlösung (1 + 99) zu der mit einem Tropfen Ferrichloridlösung versetzten Lösung eines Körnchens Kaliumferricyanid in 10 ccm Wasser: es darf nicht sofort eine Blaufärbung auftreten.

Das Arzneibuch lässt ausserdem auf Chlor- und Schwefelsäuregehalt prüfen: Die wässerige, mit Salpetersäure angesäuerte Lösung des Codeïnphosphats (1 + 19) werde durch Silbernitratlösung nicht verändert, durch Baryumnitratlösung nicht sogleich getrübt.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,1 g, grösste Tagesgabe 0,4 g.

**Coffeïn,** Theïn, Guaranin, $C_8H_{10}N_4O_2 + H_2O$ besteht aus weissen, seidenglänzenden, bitter schmeckenden Nadeln, welche sich in 80 Theilen Wasser, 50 Theilen Weingeist und in 9 Theilen Chloroform lösen; in Aether wenig löslich. Es schmilzt bei 230,5°, beginnt jedoch schon bei wenig über 100° sich in geringer Menge zu verflüchtigen und bereits bei 180° zu sublimiren.

Identitätsreaktionen. Das Coffeïn hat als Xanthinabkömmling (Trimethylxanthin) mit dem Theobromin (Dimethylxanthin) und der Harnsäure die

sogen. Murexid-Reaktion (Bd. II) gemein: Wird eine Lösung von 1 Theil Coffeïn in 10 Theilen Chlorwasser auf dem Wasserbade eingedampft, so verbleibt ein gelbrother Rückstand, welcher bei sofortiger Einwirkung von wenig Ammoniakflüssigkeit schön purpurroth gefärbt wird. —

Fremde Alkaloide sind durch Anstellung folgender drei Reaktionen ausgeschlossen: 1. Eine kalt gesättigte wässerige Lösung von Coffeïn werde durch Chlorwasser oder Jodlösung nicht getrübt, durch Ammoniakflüssigkeit nicht gefärbt; 2. Schwefelsäure und Salpetersäure sollen mit Coffeïn keine Färbung geben; 3. Gerbsäurelösung ruft in der wässerigen Coffeïnlösung einen starken Niederschlag hervor, welcher sich jedoch in einem Ueberschuss des Fällungsmittels wieder auflöst. Prüfung.

Coffeïn soll, ohne Rückstand zu hinterlassen, verbrennlich sein.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,5 g, grösste Tagesgabe 1,5 g.

**Coffeïnum natrio-benzoicum,** Coffeïn-Natriumbenzoat, bildet ein weisses, amorphes Pulver oder eine weisse, körnige, geruchlose, bitter schmeckende Masse, mit 2 Theilen Wasser, sowie mit 40 Theilen Weingeist eine farblose, Lackmuspapier nicht verändernde Lösung liefernd.

Wird das Präparat in einem engen Probirrohre vorsichtig erhitzt, so entwickelt es weisse Dämpfe, welche sich an den kälteren Theilen des Glases zu einem aus feinen Nadeln bestehenden Anfluge (Coffeïn) verdichten. Wird Coffeïn-Natriumbenzoat mit Chloroform erwärmt, so hinterlässt das Filtrat nach dem Verdunsten einen krystallinischen Rückstand, welcher die Reaktionen des Coffeïns zeigt. Identitätsreaktionen.

Die wässerige Lösung des Präparates (1 + 9) scheidet auf Zusatz von Salzsäure weisse, in Aether lösliche Krystalle (von Benzoësäure) ab. Ferrichloridlösung ruft in der wässerigen Lösung des Salzes (1 + 9) einen hellbraunen, auf Zusatz von Salzsäure und Weingeist wieder verschwindenden Niederschlag (von Ferribenzoat) hervor.

Eine quantitative Coffeïnbestimmung des Präparates wird, wie folgt, ausgeführt: Werden 0,5 g desselben wiederholt mit je 5 ccm Chloroform ausgekocht, so soll das abfiltrirte Chloroform nach dem Verdunsten mindestens 0,22 g trockenen Coffeïns hinterlassen. Das Präparat muss demnach 44 % an letzterem enthalten. Prüfung.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 1,0, grösste Tagesgabe 3,0.

**Cresolum crudum,** Rohes Kresol, rohe Carbolsäure (Acidum carbolicum crudum). Das rohe Kresol enthält kein oder nur Spuren der Verbindung $C_6H_5OH$, sondern besteht aus wechselnden Mengen anderer Phenole, besonders Kresolen und Kohlenwasserstoffen (s. Bd. II).

Gelbliche bis gelbbraune, klare, brenzlich riechende, neutrale, in Wasser nicht völlig, leicht in Weingeist und Aether lösliche Flüssigkeit, schwerer als Wasser.

Das Präparat besteht aus einem Gemisch der drei Kresole: Ortho-, Meta- und Parakresol und soll möglichst frei sein von Theerkohlenwasserstoffen.

Der Werth der rohen Carbolsäure wird nach ihrem Gehalt an Phenolen bemessen. Die beigemengten Kohlenwasserstoffe sind für Desinfektionszwecke werthlos. Eine sogen. 100procentige Carbolsäure muss sich in Natronlauge klar lösen; auch minderprocentige Präparate lösen sich darin klar, scheiden aber beim Verdünnen mit Wasser die Kohlenwasserstoffe ab.

Prüfung. Werden 10 ccm rohen Kresols mit 50 ccm Natronlauge und 50 ccm Wasser in einem 200 ccm fassenden Messcylinder mit Stöpsel geschüttelt, so sollen nach längerem Stehen nur wenige Flocken sich abscheiden. Nach nunmehrigem Zusatze von 30 ccm Salzsäure und 10 g Natriumchlorid soll die ölartige Kresolschicht, welche nach vorherigem Schütteln beim Stehen sich oben sammelt, 8,5 bis 9 ccm betragen.

Diese Prüfung ist also zugleich eine quantitative Bestimmung des Kresolgehaltes von annähernder Richtigkeit. Die Kresole sind in Wasser nur wenig löslich.

Werden 0,5 ccm der abgeschiedenen Kresole mit 300 ccm Wasser geschüttelt und mit 0,5 ccm Ferrichloridlösung versetzt, so tritt eine blauviolette Färbung ein.

Eine Werthbestimmung roher Carbolsäure kann darauf gegründet werden, dass man die Lösung in Natronlauge mit Aether ausschüttelt, welcher die Kohlenwasserstoffe aufnimmt. Nach Abdampfen des Aethers auf dem Wasserbade wiegt man den Rückstand. In die mit Aether ausgeschüttelte Lösung leitet man Kohlensäure ein, welche die Phenolate zerlegt, indem sich die Phenole abscheiden und nun mit Aether ausgeschüttelt werden können. Durch Kohlensäure werden nur die Phenolate zerlegt, nicht aber die mineralsauren und harzsauren Natriumsalze, und kann deshalb eine Trennung der Phenolate von diesen bewirkt werden.

**Ferrum citricum oxydatum,** Ferricitrat, besteht aus dünnen, durchscheinenden, rubinrothen Blättchen von schwachem

Eisengeschmacke, welche beim Verbrennen unter Entwickelung eines eigenthümlichen Geruches Eisenoxyd hinterlassen: Ferricitrat ist in siedendem Wasser leicht, in kaltem Wasser nur langsam, aber vollständig löslich. Die Lösungen röthen blaues Lackmuspapier. 100 Theile Ferricitrat enthalten 19 bis 20 Theile Eisen.

Identitätsreaktionen.

Die wässerige Lösung (1 + 9) giebt mit Kaliumferrocyanidlösung nach dem Ansäuern mit Salzsäure einen tiefblauen Niederschlag (von Berlinerblau), mit überschüssiger Kalilauge einen gelbrothen Niederschlag (von Ferrihydroxyd), sowie ein Filtrat, welches nach schwachem Ansäuern mit Essigsäure auf Zusatz von Calciumchloridlösung in der Siedehitze allmählich eine weisse, krystallinische Ausscheidung (von Calciumcitrat) liefert. Durch Ammoniakflüssigkeit wird die wässerige Lösung nicht gefällt.

Prüfung.

Es ist zu prüfen auf Chlorid-, Eisenoxydul-, Weinsäure-, Alkaligehalt, ferner ist eine Eisenbestimmung vorzunehmen.

Die wässerige Lösung des Ferricitrats (1 + 9) werde durch Silbernitratlösung nach Zusatz von Salpetersäure nur opalisirend (von Silberchlorid) getrübt und gebe mit Kaliumferricyanidlösung keine Veränderung oder höchstens eine blaugrüne Färbung (Prüfung auf Eisenoxydulsalz, bei dessen Anwesenheit ein blauer Niederschlag oder eine ebensolche Färbung von Turnbull's Blau entsteht). Nach Ausfällung des Eisens mit überschüssiger Kalilauge erhält man ein Filtrat, welches nach schwachem Ansäuern mit Essigsäure bei längerem Stehen eine krystallinische Ausscheidung (von Kaliumbitartrat) nicht bilde. — Der beim Glühen bleibende Rückstand darf feuchtes rothes Lackmuspapier nicht bläuen. Das würde der Fall sein, wenn Alkalicarbonate zugegen sind.

Zur Eisenbestimmung werden 0,5 g Ferricitrat in 2 ccm Salzsäure und 15 ccm Wasser in der Wärme gelöst und 1 g Kaliumjodid zugesetzt. Diese Mischung werde bei gewöhnlicher Temperatur im geschlossenen Gefässe eine Stunde stehen gelassen; es müssen alsdann zur Bindung des ausgeschiedenen Jods 17 bis 18 ccm der Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung verbraucht werden.

Man berücksichtige das über die Eisenbestimmung nach vorstehender Weise unter Liquor ferri oxychlorati Gesagte. 1 ccm der Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung entspricht 0,0056 g Eisen, 17 ccm daher $0{,}0056 \times 17 = 0{,}0952$ g und 18 ccm $0{,}0056 \times 18 = 0{,}1008$ g Fe, welche Menge in 0,5 g Ferricitrat enthalten ist. Letzteres enthält demnach 19,04 bis 20,16 % Fe.

Vor Licht geschützt aufzubewahren.

**Ferrum lacticum,** Ferrolactat, milchsaures Eisenoxydul $(CH_3 - CH(OH) - COO)_2 Fe + 3 H_2O$, besteht aus grünlich-

weissen, aus kleinen nadelförmigen Krystallen zusammengesetzten Krusten oder einem krystallinischen Pulver von eigenthümlichem Geruch. Ferrolactat löst sich bei fortwährendem Schütteln in einem fast ganz gefüllten Glase langsam in 40 Theilen möglichst luftfreien, kalten Wassers, in 12 Theilen siedenden Wassers, kaum in Weingeist.

Identitätsreaktionen. Die grünlich gelbe, sauer reagirende, wässerige Lösung wird durch Kaliumferricyanidlösung sofort dunkelblau (Berlinerblau), durch Kaliumferrocyanidlösung hellblau (ferrocyanwasserstoffsaures Ferrooxyd) gefällt. Beim Erhitzen verkohlt Ferrolactat unter Verbreitung eines karamelartigen Geruches.

Prüfung. Die Prüfung hat sich zu erstrecken auf den Nachweis von Schwefelsäure, Salzsäure, organischen Säuren (wie Aepfel-, Citronen-, Weinsäure), Blei und Kupfer, Zucker, Kohlensäure, Alkalicarbonaten. Ausserdem schreibt das Arzneibuch eine Eisenbestimmung vor.

Die wässerige Lösung des Ferrolactats (1 + 49) werde durch Bleiacetat (zeigt Sulfat, Chlorid, organischsaure Salze, wie die der Aepfel-, Citronen-, Weinsäure an), sowie nach dem Ansäuern mit Salzsäure durch Schwefelwasserstoffwasser (Prüfung auf Blei- und Kupfergehalt) nur weisslich opalisirend getrübt. Ebenso verhalte sich die mit Salpetersäure angesäuerte Lösung (1 + 49) auf Zusatz von Baryumnitrat- und Silbernitratlösung. — Werden 30 ccm der wässerigen Lösung (1 + 49) nach Zusatz von 3 ccm verdünnter Schwefelsäure einige Minuten gekocht, darauf mit überschüssiger Natronlauge versetzt und filtrirt, so darf das Filtrat, nach Zusatz von Fehling'scher Lösung (s. B. II) erhitzt, einen rothen Niederschlag (von Cuprooxyd) nicht abscheiden. Durch diese Reaktion wird Zucker nachgewiesen.

Zerreibt man das Salz mit Schwefelsäure, so mache sich weder eine Gasentwickelung (Kohlensäure), noch bei längerem Stehen eine Braunfärbung (Zucker, Gummi u. s. w.) bemerkbar.

100 Theile Ferrolactat, mit Salpetersäure befeuchtet, sollen beim Glühen nicht weniger als 27 Theile Ferrioxyd hinterlassen. Obiger Formel entspricht ein Procentgehalt von 27,6 g $Fe_2O_3$. Der Rückstand darf befeuchtetes rothes Lackmuspapier nicht bläuen, anderenfalls ist dem Rückstande Alkalicarbonat beigemengt.

**Glycerin,** $CH_2(OH) — CH(OH) — CH_2(OH)$, bildet eine klare, farblose, geruchlose, süsse, sirupartige Flüssigkeit, welche sich in jedem Verhältniss in Wasser, Weingeist und Aetherweingeist, nicht aber in Aether, Chloroform und fettem Oel löst. Spec. Gew. 1,225 bis

1,235, was einem Procentgehalt von 85 bis 86 % reinen Glycerins entspricht.

Es ist zu prüfen auf Arsen, auf Metalle, Schwefelsäure, Kalk, Oxalsäure, Salzsäure, auf Silbernitrat reducirende Körper (Aldehyde?), Ammoniumsalz, Zucker, Buttersäure. Prüfung.

Wird 1 ccm Glycerin mit 3 ccm Zinnchorürlösung versetzt, so darf im Laufe einer Stunde eine Färbung (von ausgeschiedenem, elementarem Arsen) nicht eintreten. — Mit 5 Theilen Wasser verdünnt, werde Glycerin weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Metalle, wie Kupfer, Blei), noch durch Baryumnitrat- (Schwefelsäure), Ammoniumoxalat- (fällt Kalk), oder Calciumchloridlösung (fällt Oxalsäure) verändert; durch Silbernitratlösung werde es höchstens opalisirend (von Silberchlorid) getrübt. — 1 ccm Glycerin werde mit 1 ccm Ammoniakflüssigkeit im Wasserbade nicht über 60° erhitzt und der Flüssigkeit sogleich 3 Tropfen Silbernitratlösung zugegeben. Innerhalb 5 Minuten darf in dieser Mischung weder eine Färbung noch Ausscheidung (ammoniakalische Silberlösung wird durch Aldehyde reducirt, so dass sich metallisches Silber ausscheidet) stattfinden. — Erwärmt man 1 ccm Glycerin mit 1 ccm Natronlauge, so darf keine Färbung eintreten (das würde der Fall sein, wenn das Glycerin Zucker enthielte), noch darf Ammoniak entwickelt werden (Beweis für die Anwesenheit von Ammoniumsalzen). Mit verdünnter Schwefelsäure gelinde erwärmt, darf ein unangenehmer ranziger Geruch (nach Buttersäure) nicht auftreten.

In offener Schale bis zum Sieden erhitzt und sodann angezündet, muss Glycerin vollständig verbrennen.

**Homatropinum hydrobromicum**, Homatropinhydrobromid, $C_{16}H_{21}NO_3 . HBr$. Das beim Erhitzen von mandelsaurem Tropin mit verdünnter Salzsäure entstehende Homatropin bildet in Form seines bromwasserstoffsauren Salzes ein weisses, geruchloses, krystallinisches Pulver, welches in Wasser leicht löslich ist.

Die wässerige Lösung (1 + 19) verändert Lackmuspapier nicht. Identitätsreaktionen. Zum Unterschiede von einer grösseren Reihe anderer Alkaloide zeichnet sich das Homatropinsalz dadurch aus, dass die wässerige Lösung nach dem Ansäuern mit Salzsäure durch Gerbsäure- und durch Platinchlorid nicht gefällt wird. Hingegen bewirkt, wie bei anderen Alkaloiden, Jodlösung eine braune, Kalilauge, in geringem Ueberschusse zugesetzt, eine weisse Fällung. Die Bromwasserstoffsäure kennzeichnet sich dadurch, dass mit Silbernitratlösung in der wässerigen Lösung eine gelbliche Fällung (von Silberbromid) hervorgerufen wird.

Mit dem Atropin theilt das Homatropin folgende Farbreaktion: 0,01 g Homatropinhydrobromid, mit 5 Tropfen rauchender Salpetersäure in einem Porzellanschälchen auf dem Wasserbade eingedampft, hinterlasse einen kaum gelblich gefärbten Rückstand, welcher nach dem Erkalten beim Uebergiessen mit weingeistiger Kalilauge eine bald verschwindende Violettfärbung annimmt.

Sehr vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,001 g, grösste Tagesgabe 0,003 g.

**Hydrargyrum cyanatum,** Hydrargyricyanid, Cyanquecksilber, $Hg < \begin{matrix} C \equiv N \\ C \equiv N \end{matrix}$, besteht aus farblosen, säulenförmigen Krystallen, welche sich in 12,8 Theilen kalten, 3 Theilen siedenden Wassers und 14,5 Theilen Weingeist lösen und in Aether schwer löslich sind.

Identitätsreaktionen. Gleiche Theile Hydrargyricyanid und Jod werden gemischt und in einem Probirrohr schwach erhitzt. Hierbei bilden sich Hydrargyrijodid, welches ein anfangs gelbes, später roth werdendes Sublimat liefert, und Cyanjod, welches in Form farbloser, nadelförmiger Krystalle über dem Sublimat des Hydrargyrijodids sichtbar ist. Die Zersetzung erfolgt im Sinne folgender Gleichung:

$$Hg(CN)_2 + 4J = HgJ_2 + 2CNJ.$$

Man verwendet eine geringere Menge Jod, als zur vollen Zersetzung nach vorstehender Formel nothwendig ist, und erhitzt nur schwach; bei einem Ueberschuss an Jod würden die mit entweichenden Joddämpfe die angegebenen Farbreaktionen nicht deutlich erscheinen lassen.

Prüfung. Zum Nachweis von Hydrargyrichlorid versetzt man die wässerige Lösung (1 + 19) mit einigen Tropfen Silbernitratlösung: es darf kein Niederschlag entstehen.

Die wässerige Lösung muss neutral reagiren und das Salz, auf Platinblech vorsichtig erhitzt, ohne Rückstand flüchtig sein. Die letztere Prüfungsmethode, welche den Nachweis fixer Bestandtheile bezweckt, muss mit Vorsicht und unter einem Abzuge geschehen, da die entweichenden Cyan- und Quecksilberdämpfe sehr giftig sind. Das Salz zerfällt beim Erhitzen im Wesentlichen in Quecksilber und Dicyan (s. Bd. II). —

Sehr vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,02 g, grösste Tagesgabe 0,1 g.

**Jodoform,** Trijodmethan, $CHJ_3$, besteht aus kleinen, gelben, hexagonalen, glänzenden Blättchen oder Tafeln oder einem

mehr oder minder feinen, krystallinischen Pulver von durchdringendem, safranartigem Geruch. Es löst sich in 50 Theilen kalten, 10 Theilen siedenden Weingeistes, in 5,6 Theilen Aether. Mit den Dämpfen des siedenden Weingeistes verflüchtigt es sich. Schmelzpunkt 119°.

Die Identität des Jodoforms ist durch seine äusseren Eigenschaften hinreichend gekennzeichnet.

Beim Verbrennen von 1 g Jodoform darf kein wägbarer Rückstand hinterbleiben. Prüfung.

1 Theil Jodoform mit 10 Theilen Wasser eine Minute lang geschüttelt, gebe ein farbloses Filtrat, welches durch Silbernitratlösung sofort nur opalisirend getrübt und durch Baryumnitratlösung nicht verändert werden darf.

Ein gelbgefärbtes Filtrat würde, so wenigstens wird von den Kommentaren zum Arzneibuch die Forderung der Farblosigkeit des Filtrates gedeutet, eine Verwechslung mit Pikrinsäure anzeigen, was wohl kaum jemals vorgekommen ist; auch ist nichts davon bekannt geworden, dass Pikrinsäure als Verfälschungsmittel für Jodoform gedient hat. — Da Jodoform in sehr geringer Menge in Wasser löslich ist und sich mit Silbernitrat dann umsetzt, so wird beim Hinzufügen der Lösung des letzteren zum Jodoformfiltrat stets eine schwache Opalescenz (von Silberjodid) auftreten. Stärkere Trübungen zeigen einen Gehalt an Chloriden oder Jodiden an. Baryumnitratlösung würde auf einen vom Herstellungsverfahren anhaftenden Gehalt an Natriumcarbonat hinweisen, in salpetersaurer Lösung auch auf Sulfatgehalt.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,2 g, grösste Tagesgabe 1,0 g.

**Kalium aceticum,** Kaliumacetat, essigsaures Kalium, $CH_3COOK$, bildet ein weisses, etwas glänzendes, an der Luft zerfliessendes Salz, welches in 0,36 Theilen Wasser und in 1,4 Theilen Weingeist löslich ist.

Die rothes Lackmuspapier langsam bläuende, Phenolphthaleïn jedoch nicht röthende (anderenfalls Anwesenheit freien Alkalis bez. Alkalicarbonats) wässerige Lösung wird auf Zusatz von Ferrichloridlösung dunkelroth gefärbt (Kennzeichen für Essigsäure), und giebt mit Weinsäurelösung einen weissen, krystallinischen Niederschlag (von Kaliumbitartrat).

Diese Prüfung hat sich zu erstrecken auf Verunreinigungen durch fremde Metalle, Sulfat, Chlorid.

Die wässerige Lösung (1 + 19) darf durch Schwefelwasserstoff-

wasser nicht verändert werden (Prüfung auf Blei, Kupfer); nach Zusatz von Salpetersäure darf sie weder durch Baryumnitratlösung (Sulfat) verändert, noch durch Silbernitratlösung mehr als opalisirend getrübt werden. Eine Spur Chlorgehalt ist demnach gestattet.

20 ccm derselben wässerigen Lösung dürfen durch 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung nicht verändert werden (eine Bläuung würde auf Eisengehalt, eine Röthung auf Kupfergehalt hinweisen).

**Kalium tartaricum,** Kaliumtartrat, weinsaures Kalium, $\left(C_2H_2(OH)_2 < \begin{matrix} COOK \\ COOK \end{matrix}\right)_2 + H_2O$, besteht aus farblosen, luftbeständigen Krystallen, welche in 0,7 Theilen Wasser, in Weingeist nur wenig löslich sind.

Identitätsreaktionen. Kaliumbitartrat verkohlt beim Erhitzen und hinterlässt beim Glühen einen alkalisch reagirenden Rückstand (von Kaliumcarbonat). Derselbe färbt, am Platindraht in die nicht leuchtende Flamme gebracht, dieselbe violett (Kennzeichen für Kaliumverbindungen). Die concentrirte wässerige Lösung des Salzes giebt mit verdünnter Essigsäure einen in Natronlauge löslichen weissen, krystallinischen Niederschlag (von Kaliumbitartrat).

Prüfung. Es ist zu prüfen auf einen Gehalt an Kalk, fremden Metallen, Chlorid, Ammoniumverbindungen.

Wenn 1 g des Salzes in 10 ccm Wasser gelöst und die Lösung mit 5 ccm verdünnter Essigsäure geschüttelt wird:

$$C_2H_2(OH)_2 < \begin{matrix} COOK \\ COOK \end{matrix} + CH_3COOH = \underbrace{C_2H_2(OH)_2 < \begin{matrix} COOK \\ COOH \end{matrix}}_{\text{Kaliumbitartrat}} + \underbrace{CH_3COOK}_{\text{Kaliumacetat}},$$

so darf die von dem ausgeschiedenen Kaliumbitartrat durch Abgiessen getrennte Flüssigkeit, mit gleichviel Wasser verdünnt, durch 8 Tropfen Ammoniumoxalatlösung innerhalb einer Minute nicht verändert werden (Kalkgehalt würde Abscheidung von Calciumoxalat bewirken; nach der Fassung vorstehender Prüfungsvorschrift ist ein geringer Kalkgehalt gestattet, denn ein solcher würde unter Berücksichtigung der festgesetzten Zeitdauer von 1 Minute nicht zur Abscheidung gelangen).

Die wässerige Lösung (1 + 19) verändere Lackmuspapier nicht und werde durch Schwefelwasserstoffwasser (Prüfung auf Blei und Kupfer) nicht verändert. Dieselbe Lösung, mit Salpetersäure angesäuert, darf durch Silbernitratlösung nicht mehr als opalisirend getrübt werden. Eine Spur an Chlorverbindung ist also gestattet. — 20 ccm der vorgenannten wässerigen Lösung dürfen durch 0,5 ccm

Kaliumferrocyanidlösung nicht verändert werden (Blaufärbung zeigt Eisen, Rothfärbung Kupfer an). — Zur Prüfung auf Ammoniumverbindungen erwärmt man Kaliumtartrat mit Ammoniakflüssigkeit: es darf kein Ammoniak entwickelt werden.

**Keratin,** Hornstoff. Für den Hornstoff giebt das Arzneibuch eine Darstellungsmethode aus Federspulen an. Derselbe bildet ein bräunlichgelbes Pulver oder ebenso gefärbte, durchscheinende geruch- und geschmacklose Blättchen, welche beim Erhitzen unter Verbreitung des Geruches nach verbranntem Horn eine schwierig veraschbare Kohle geben. Hornstoff löst sich nicht in den gewöhnlichen Lösungsmitteln und verdünnten Säuren, wohl aber in concentrirter Essigsäure, Alkalien und Ammoniakflüssigkeit.

Hornstoff darf weder an Wasser, Weingeist, Aether und verdünnte Säuren, noch an mit Salzsäure angesäuerte, wässerige Pepsinlösung etwas abgeben. Es darf daher, wenn man 1 g des im Trockenschranke getrockneten, zerriebenen Hornstoffes mit 0,1 g Pepsin, 100 ccm 50° warmen Wassers und 10 Tropfen Salzsäure unter wiederholtem Umschütteln eine Stunde bei 45° stehen lässt, nach dem Sammeln des Rückstandes auf einem Filter und Auswaschen mit Wasser beim Trocknen ein Gewichtsverlust des Hornstoffes nicht stattgefunden haben. Ein Gewichtsverlust könnte darauf zurückgeführt werden, dass der Hornstoff noch durch Pepsin verdaubare Körper, wie Eiweissstoffe, als Verunreinigung enthält. Prüfung.

100 Theile Hornstoff dürfen beim Veraschen nicht mehr als 1 Theil Rückstand hinterlassen. Wird 1 Theil Hornstoff 24 Stunden lang mit 15 Theilen Essigsäure oder Ammoniakflüssigkeit bei 35 bis 40° hingestellt, so dürfen nicht mehr als 3 Theile Rückstand hinterbleiben.

**Kreosot,** Buchenholztheerkreosot, bildet eine schwach gelbliche, stark lichtbrechende, neutrale, ölige Flüssigkeit von durchdringendem, rauchartigem Geruch und brennendem Geschmack. Kreosot geht beim Erhitzen grösstentheils zwischen 205 und 220° über, erstarrt selbst bei —20° noch nicht und lässt sich mit Aether, Weingeist und Schwefelwasserstoff klar mischen. Löst sich in 120 Theilen heissen Wassers; beim Erkalten dieser Lösung scheidet sich das Kreosot theilweise wieder aus.

Das Kreosot besteht im Wesentlichen aus Phenolen (Guajacol, Kreosol, Kresole) und Phenolestern; auf die Phenole haben folgende Farbreaktionen Bezug: die wässerige Lösung wird durch Bromwasser rothbraun gefällt, sie nimmt auf Zusatz von sehr wenig Identitätsreaktionen.

Ferrichloridlösung unter Trübung eine graugrüne oder schnell vorübergehend blaue Färbung an und wird schliesslich schmutzigbraun unter Abscheidung von ebenso gefärbten Flocken. Die weingeistige Lösung färbt sich mit einer geringen Menge Ferrichloridlösung tiefblau, mit einer grösseren dunkelgrün.

Prüfung. Kreosot soll keine freie Säure (z. B. Essigsäure) enthalten: 1 Tropfen Kreosot, auf Lackmuspapier gebracht, darf daher letzteres nicht röthen, auch wenn das Papier mit Wasser angefeuchtet wird. — 1 ccm Kreosot und 2,5 ccm Natronlauge müssen eine klare, hellgelbe Mischung geben, welche sich auch beim Verdünnen mit 50 ccm Wasser nicht trübt. Die Phenole lösen sich klar in Natronlauge, bei Gegenwart von Kohlenwasserstoffen aber trübt sich die Lösung. Die reichliche Anwesenheit von Phenolen (besonders von Guajacol und Kreosol, welche von allen Kreosot-Phenolen die medicinisch wichtigsten sind) ergiebt sich dadurch, dass 1 Raumtheil Kreosot mit 10 Raumtheilen einer mit absolutem Alkohol dargestellten Kaliumhydroxydlösung (1 + 4) gemischt, nach kurzem zu einer festen, krystallinischen Masse erstarrt. — Zur Prüfung auf Carbolsäure wird 1 Raumtheil Kreosot in einem trockenen Glase mit 1 Raumtheil Collodium geschüttelt; es darf keine Gallertbildung eintreten. Diese würde für einen Gehalt des Kreosots an Carbolsäure sprechen. Das Gelatiniren wird durch die Ausscheidung von Dinitrocellulose bedingt. Auch lässt sich Carbolsäure durch die Glycerinprobe nachweisen: In 3 Raumtheilen einer Mischung aus 1 Theil Wasser und 3 Theilen Glycerin sei Kreosot fast unlöslich; Carbolsäure würde in Lösung gehen. Man führt diese Probe am besten in einem kleinen graduirten Cylinder aus. — Wird 1 ccm Kreosot mit 2 ccm Petroleumbenzin und 2 ccm Barytwasser geschüttelt, so darf die Benzinlösung keine blaue oder schmutzige, die wässerige Flüssigkeit keine rothe Färbung annehmen. Das geschieht, wenn das Präparat Coerulignon $C_{12}H_6O_6(OCH_3)_4$ (einen Abkömmling des Pyrogallols) enthält. Das Coerulignon ist ein giftiger Körper.

Ein gutes Kreosot darf ferner sich nicht am Sonnenlichte bräunen und muss ein spec. Gew. nicht unter 1,07 besitzen.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,2 g, grösste Tagesgabe 1,0 g.

**Liquor Aluminii acetici,** Aluminiumacetatlösung, bildet eine klare, farblose Flüssigkeit vom spec. Gew. 1,044 bis 1,046, in 100 Theilen 7,5—8,0 Theile basischen Aluminiumacetats $(CH_3COO)_2(OH)Al$ (s. Bd. II) enthaltend. Sie riecht schwach nach

Essigsäure, reagirt sauer und besitzt einen süsslich zusammenziehenden Geschmack.

Aluminiumacetatlösung gerinnt beim Erhitzen im Wasserbade nach Zusatz von 0,02 Theilen Kaliumsulfat und wird nach dem Erkalten in kurzer Zeit wieder flüssig und klar. Diese Reaktion beruht darauf, dass in der Wärme zwischen basischem Aluminiumacetat und Kaliumsulfat eine Umsetzung in Aluminiumsulfat und Kaliumacetat sich vollzieht, während Aluminiumhydroxyd sich gelatinartig abscheidet: Identitätsreaktionen.

$$3(CH_3COO)_2(OH)Al + 3K_2SO_4 = Al_2(SO_4)_3 + 6CH_3COOK + Al(OH)_3.$$

Beim Erkalten der Flüssigkeit erfolgt eine Umsetzung in entgegengesetztem Sinne, und die Flüssigkeit wird, indem sich das Aluminiumhydroxyd löst, wieder klar.

Das Präparat darf durch Schwefelwasserstoff nicht verändert werden (Prüfung auf fremde Metalle, wie Kupfer und Blei) und bei der Vermischung mit 2 Raumtheilen Weingeist sofort nur opalisiren, aber keinen Niederschlag geben. Ein Niederschlag entsteht dann, wenn das Präparat basischer ist, als durch obige Formel angegeben, z. B. wenn es basisches Aluminium-$^1/_3$-Acetat enthält $(CH_3COO)(OH)_2Al$. Prüfung.

Zwecks einer Aluminiumoxydbestimmung lässt das Arzneibuch 10 g Aluminiumacetatlösung durch Ammoniakflüssigkeit fällen: der Niederschlag muss nach dem Trocknen und Glühen 0,25—0,30 g Aluminiumoxyd geben.

**Liquor Ammonii acetici,** Ammoniumacetatlösung, essigsaure Ammoniumflüssigkeit, bildet eine klare, farblose, vollkommen flüchtige Flüssigkeit, welche in 100 Theilen 15 Theile Ammoniumacetat ($CH_3 . COONH_4$) enthält.

Die Lösung werde weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Prüfung auf fremde Metalle, wie Kupfer, Blei), noch durch Baryumnitratlösung (auf Sulfatgehalt), noch, nachdem sie mit Salpetersäure angesäuert worden, durch Silbernitratlösung (auf Chloridgehalt) mehr als opalisirend getrübt. Prüfung.

**Liquor Ferri albuminati,** Eisenalbuminatlösung. Das durch Fällen einer Eiweisslösung mit Ferrioxychloridflüssigkeit und Lösen des Niederschlages mit Natronlauge, Versetzen mit Weingeist, Zimmtwasser, aromatischer Tinktur und Wasser hergestellte Präparat (s. Arzneibuch) bildet eine im durchscheinenden Licht klare, im zurückgeworfenen Licht wenig trübe, rothbraune Flüssig-

keit von kaum alkalischer Reaktion und schwachem Zimmtgeschmack. In 100 Theilen sind fast 4 Theile enthalten.

Identitätsreaktionen und Prüfung.

Mit wenig Weingeist vermischt, bleibt die Eisenalbuminatlösung klar, durch Zusatz von Zehntel-Normal-Natriumchloridlösung oder Salzsäure entsteht ein Niederschlag (von Eisenalbuminat).

Werden 5 ccm Eisenalbuminatlösung mit 5 ccm Carbolsäurelösung (1 + 19) vermischt, dann mit 5 Tropfen Salpetersäure versetzt, so entsteht ein bräunlicher Niederschlag. Carbolsäure ist ein Fällungsmittel für Eiweiss; in dem vorliegenden Falle wird Eisenalbuminat niedergeschlagen. Das Filtrat von dieser Fällung darf durch Silbernitratlösung nur schwach opalisirend getrübt werden. Es sind also Spuren Chlorid gestattet.

40 ccm Eisenalbuminatlösung, mit 0,5 ccm Normal-Salzsäure gemischt, müssen ein farbloses Filtrat geben. Durch diese Reaktion ist ein grösserer Gehalt an Natronlauge ausgeschlossen. Zur Sättigung derselben würden 0,5 ccm Normal-Salzsäure nicht hinreichen, das Filtrat enthielt dann noch Ferrisalz und würde gefärbt sein.

**Liquor Ferri subacetici,** Basische Ferriacetatlösung, essigsaure Eisenflüssigkeit, bildet eine rothbraune, schwach nach Essigsäure riechende Flüssigkeit, welche basisches Ferri-$^2/_3$-Acetat $(CH_3COO)_4(OH)_2Fe_2$ (s. Bd. II) gelöst enthält. 100 Theile der basischen Ferriacetatlösung enthalten 4,8 bis 5 Theile Eisen. Spec. Gew. 1,087 bis 1,091.

Identitätsreaktionen.

Erwärmt man Ferriacetatlösung bis zum Sieden, so spaltet sich aus der $^2/_3$-Acetatverbindung Essigsäure ab, und ein aus basischem Ferri-$^1/_3$-Acetat bestehender rothbrauner Niederschlag senkt sich zu Boden:

$$(CH_3COO)_4(OH)_2Fe_2 + 2H_2O = (CH_3COO)_2(OH)_4Fe_2 + 2CH_3COOH.$$

Verdünnt man Ferriacetatlösung mit Wasser bis zur gelblichen Farbe, so entsteht nach Zumischung einer kleinen Menge Salzsäure auf Zusatz von Kaliumferrocyanidlösung ein blauer Niederschlag (Berlinerblau).

Prüfung.

Es ist zu prüfen auf einen Gehalt an Eisenoxydulsalz, auf fremde Metalle, Salzsäure, auf Alkalien und alkalische Erden, auf freie Essigsäure. Das Arzneibuch schreibt ferner eine Eisenbestimmung vor.

1 Theil Ferriacetatlösung, mit 5 Theilen Wasser verdünnt, darf nach Zusatz von etwas Salzsäure durch Kaliumferricyanidlösung nicht gebläut werden (Prüfung auf Eisenoxydulsalz). — Das

nach dem Ausfällen durch Ammoniakflüssigkeit erhaltene farblose, alkalische Filtrat werde durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert (Kupfer und Zink würden aus ammoniakalischer Lösung gefällt werden, ersteres schwarz, letzteres weiss), nach dem Ansäuern mit Salpetersäure durch Silbernitratlösung höchstens opalisirend getrübt (von Silberchlorid) und hinterlasse nach dem Verdampfen und Glühen keinen Rückstand. Ein solcher könnte aus Salzen der Alkalien oder alkalischen Erden bestehen.

5 ccm basischer Ferriacetatlösung geben nach dem Vermischen mit 10 ccm Normal-Kalilauge ein Filtrat, welches durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert wird. Durch diese Reaktion wird festgestellt, dass Essigsäure nicht im Ueberschuss vorhanden ist. Wäre das der Fall, so würden die 10 ccm Normal-Kalilauge zur Ausfällung des Eisens nicht ausreichen, das Filtrat würde gelblich gefärbt sein und mit Schwefelwasserstoff eine schwarze Fällung von Ferrosulfid geben.

Zur Eisenbestimmung werden 2 ccm Ferriacetatlösung mit 1 ccm Salzsäure versetzt, mit 20 ccm Wasser verdünnt und hierauf, nach Zusatz von 1 g Kaliumjodid bei einer 40° nicht übersteigenden Wärme im verschlossenen Gefässe eine halbe Stunde stehen gelassen. Diese Mischung soll nach dem Erkalten zur Bindung des ausgeschiedenen Jods 18,5—19,5 ccm Zehntel-Normal-Natriumthiosufatlösung verbrauchen.

Man berücksichtige das über die Eisenbestimmung unter Liquor ferri oxychlorati Gesagte. 1 ccm der Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung entspricht 0,0056 g Eisen, 18,5 ccm daher $0{,}0056 \times 18{,}5 = 0{,}1036$ g Fe, 19,5 ccm also $0{,}0056 \times 19{,}5 = 0{,}1092$ g Fe.

Diese Mengen sind in 2 ccm Ferriacetatlösung z. B. vom spec. Gew. 1,090 enthalten. Die Lösung enthält demnach $\frac{0{,}1036 \,.\, 100}{2 \,.\, 1{,}09} = 4{,}75\,\%$ bis $\frac{0{,}1092 \,.\, 100}{2 \,.\, 1{,}09} = 5\,\%$ Eisen.

Vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Liquor Kalii acetici,** Kaliumacetatlösung, bildet eine klare, farblose Flüssigkeit, welche in 3 Theilen 1 Theil Kaliumacetat ($CH_3 . COOK$) enthält. Spec. Gew. 1,176—1,180.

Mit gleichen Theilen Wasser verdünnt, darf Kaliumacetatlösung weder durch Schwefelwasserstoffwasser (fremde Metalle), noch durch Baryumnitratlösung (Sulfat) verändert, durch Silbernitratlösung aber, nach Zusatz von Salpetersäure, höchstens opalisirend getrübt werden. Eine Spur Chlorid ist demnach gestattet. Prüfung.

Kaliumacetat soll frei von brenzlichem Geruche, also aus einer reinen Essigsäure dargestellt sein.

**Liquor Plumbi subacetici,** Bleiessig, bildet eine klare, farblose Flüssigkeit, welche in Lösung halb-basisch-essigsaures Blei $[(CH_3COO)_2Pb]_2 + PbO + H_2O$ (s. Bd. II, Essigsäure) enthält. Spec. Gew. 1,235—1,240.

Identitätsreaktionen und Prüfung.

Bleiessig bläut rothes Lackmuspapier, darf aber Phenolphthaleïnlösung nicht röthen (Alkaligehalt würde auch Röthung der letzteren bewirken). Ferrichloridlösung giebt mit Bleiessig eine röthliche Mischung, aus der sich beim Stehen ein weisser Niederschlag (von Bleichlorid) abscheidet, während die Flüssigkeit dunkelroth wird (auf die Bildung von basischem Ferriacetat zurückzuführen). Durch Zusatz von 50 Theilen Wasser wird der Niederschlag wieder gelöst.

Nach Zusatz von Essigsäure werde der Bleiessig durch Kaliumferrocyanidlösung rein weiss gefällt. Enthält der Bleiessig Kupfer, so entsteht ein röthlich gefärbter Niederschlag von Cupriferrocyanid.

Vorsichtig aufzubewahren!

**Lithium salicylicum,** Lithiumsalicylat, $C_6H_4(OH)COOLi$, bildet ein weisses, geruchloses, krystallinisches, süsslich schmeckendes Pulver, das von Wasser, sowie von Weingeist leicht gelöst wird. Erhitzt giebt das Salz einen kohligen, mit Säuren aufbrausenden, die Flamme karminroth färbenden Rückstand (kennzeichnend für Lithium). Die wässerige Lösung scheidet auf Zusatz von Salzsäure einen weissen, in Aether sowie in heissem Wasser löslichen krystallinischen Niederschlag ab und wird durch wenig Ferrichloridlösung selbst bei starker Verdünnung blauviolett gefärbt (kennzeichnend für Salicylsäure).

Identitätsreaktionen.

Prüfung.

Es ist zu prüfen auf fremde organische Körper, Metalle, Sulfat, Chlorid und fremde Alkalichloride.

Die concentrirte wässerige Lösung des Salzes (1 + 4) sei farblos, nach einigem Stehen höchstens schwach röthlich sich färbend, und röthe blaues Lackmuspapier nur schwach.

Von Schwefelsäure muss das Salz ohne Aufbrausen und ohne Färbung aufgenommen werden (vergl. Natrium salicylicum). Die wässerige Lösung (1 + 19) darf durch Schwefelwaserstoffwasser (Metalle) und durch Baryumnitratlösung (Sulfat) nicht verändert werden. 2 Raumtheile der bezeichneten Lösung, mit 3 Raumtheilen Weingeist versetzt und mit Salpetersäure angesäuert, dürfen auf Zusatz von Silbernitratlösung (Chlorid) nicht verändert werden.

Wird der Verbrennungsrückstand von 0,3 g Lithiumsalicylat in 1 ccm Salzsäure aufgenommen und die filtrirte Lösung zur Trockene verdampft, so muss der verbleibende Rückstand (Lithiumchlorid) in 3 ccm Weingeist klar löslich sein. Das ist, wenn reines Lithiumchlorid vorliegt, der Fall, nicht aber, wenn jenes andere Alkalichloride, wie z. B. Natriumchlorid enthält.

**Menthol,** Pfefferminzkampher, $C_{10}H_{19}OH$, besteht aus farblosen Krystallnadeln vom Geruch und Geschmack der Pfefferminze, bei 43° schmelzend und bei 212° siedend. Auf dem Wasserbade verdampft Menthol aus offener Schale ohne Rückstand. Von Aether, Chloroform, Weingeist wird Menthol reichlich gelöst, nur sehr wenig vom Wasser.

Identitätsreaktionen und Prüfung.

Für die Identität des Menthols sind seine äusseren Eigenschaften, sowie Schmelz- und Siedepunkt wichtig. Das Arzneibuch lässt ferner folgende Reaktionen ausführen: Menthol giebt mit 40 Theilen Schwefelsäure eine braunrothe, trübe Flüssigkeit, welche sich im Laufe eines Tages klärt und an ihrer Oberfläche eine farblose, nicht mehr nach Menthol riechende Schicht zeigt. Die Schwefelsäure wirkt wasserentziehend, und aus dem Menthol wird hierbei im Wesentlichen der Kohlenwasserstoff Di-Menthen $(C_{10}H_{18})_2$ gebildet.

Bringt man Menthol in eine Mischung von 1 ccm Essigsäure mit 3 Tropfen Schwefelsäure und 1 Tropfen Salpetersäure, so darf eine Färbung nicht entstehen. Diese Probe bezieht sich auf eine mögliche Verwechselung oder Verfälschung des Menthols mit Thymol. Ein Körnchen Thymol in die Mischung eingestreut, bewirkt das Auftreten einer schön smaragdgrünen Färbung; auf Zusatz von Wasser schlägt dieselbe in gelb um.

**Morphinum hydrochloricum,** Morphinhydrochlorid, $C_{17}H_{19}NO_3 . HCl + 3H_2O$, besteht aus weissen, seidenglänzenden, oft büschelförmig vereinigten Krystallnadeln, oder weissen, würfelförmigen Stücken von mikrokrystallinischer Beschaffenheit. Löslich in 25 Theilen Wasser, 50 Theilen Weingeist zu farblosen, neutralen, bitter schmeckenden Flüssigkeiten.

Identitätsreaktionen und Prüfung.

Beim Befeuchten mit Salpetersäure nimmt Morphinhydrochlorid eine rothe Färbung an. Von Schwefelsäure soll Morphinhydrochlorid beim Verreiben ohne Färbung gelöst werden (Salicin, Zucker und andere organische Körper bedingen Gelb- bis Braunfärbung); eingestreutes basisches Wismutnitrat ruft in dieser Lösung dunkelbraune Färbung hervor. Das Morphin ist ein stark redu-

cirend wirkender Körper, es scheidet daher aus basischem Wismutnitrat metallisches Wismut ab.

Bei 100° verlieren 100 Theile Morphinhydrochlorid 14,5 Theile an Gewicht, dieser Gewichtsverlust entspricht, wie oben in der Formel angegeben, einem Wassergehalt von 3 Mol. auf 1 Mol. Morphinhydrochlorid. — Das Salz muss, ohne einen Rückstand zu hinterlassen, verbrennen. — Die wässerige Lösung des Morphinhydrochlorids (1 + 29) soll, auf Zusatz von Kaliumcarbonatlösung, sofort rein weisse, feine Krystalle von Morphin ausscheiden, die auch bei der Berührung mit Luft keine Färbung erleiden, auch alsdann damit geschütteltes Chloroform nicht röthlich färben. Eine solche Färbung tritt auf, wenn dem Salz Apomorphin beigemengt ist. — Beim Zutropfen von Ammoniakflüssigkeit soll in der wässerigen Lösung des Morphinhydrochlorids (1 + 29) ein Niederschlag entstehen, der sich leicht in Natronlauge, schwieriger in überschüssiger Ammoniakflüssigkeit und Kalkwasser löse. Diese Probe bezieht sich auf den Nachweis fremder Alkaloide.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,03 g, grösste Tagesgabe 0,1 g.

**Naphthalin,** $C_{10}H_8$, bildet glänzende, farblose, durchdringend riechende Krystallblätter, die schon bei 15° langsam verdampfen, bei 80° schmelzen und bei 218° sieden. Die entzündeten Dämpfe brennen mit leuchtender und russender Flamme. Naphthalin löst sich reichlich in Aether, Weingeist, Chloroform, Schwefelkohlenstoff, ebenso in flüssigem Paraffin. Von Wasser wird es nicht gelöst.

Prüfung. Beim Kochen des Napthalins mit Wasser darf dieses eine saure Reaktion nicht annehmen. Dieselbe könnte von anhängender Schwefelsäure herrühren, die zum Reinigen des Roh-Naphthalins benutzt wird. — Schüttelt man Naphthalin mit Schwefelsäure, so darf sich diese, selbst bei Wasserbadwärme, nicht oder höchstens blassröthlich färben. Eine Färbung zeigt fremde, in dem Steinkohlentheer vorkommende und aus dem Naphthalin nicht genügend abgeschiedene organische Körper an.

**Naphtolum,** $\beta$-Naphtol, Isonaphtol, $C_{10}H_7.OH$, bildet farblose, phenolartig riechende, glänzende Krystallblättchen oder ein weisses, krystallinisches Pulver, welches in etwa 1000 Theilen kalten und etwa 75 Theilen siedenden Wassers löslich ist und von Weingeist, Aether, Chloroform, Kali- und Natronlauge leicht aufgenommen wird. Schmelzpunkt 122°, Siedepunkt 286°.

Neben Schmelz- und Siedepunkt kommen folgende, den Körper als Phenol kennzeichnende Reaktionen in Betracht: Ferrichloridlösung färbt die wässerige Lösung des $\beta$-Naphtols grünlich; nach einiger Zeit erfolgt eine Abscheidung weisser Flocken. — Eine wässerige Lösung des $\beta$-Naphtols zeigt auf Zusatz von Ammoniakflüssigkeit eine violette Fluorescenz (bei Gegenwart von Alkali wirkt der Luftsauerstoff auf Phenole sehr leicht oxydirend, farbstoffbildend, ein). — Auf Zusatz von Chlorwasser zeigt die wässerige Lösung des $\beta$-Naphtols eine weisse Trübung, welche durch überschüssige Ammoniakflüssigkeit verschwindet. Die Lösung nimmt im letzteren Falle eine grüne, später braune Färbung an. Identitätsreaktionen.

$\beta$-Naphtol löse sich in 50 Theilen Ammoniakflüssigkeit ohne Rückstand auf; ein solcher könnte aus einer Beimengung fremder organischer Körper, z. B. Naphtalin, bestehen. Die Färbung der ammoniakalischen Flüssigkeit soll eine nur blassgelbe sein. — Ferrichloridlösung färbe die heiss gesättigte, wässerige Lösung nicht violett. Eine violette Färbung tritt bei Gegenwart des giftigen $\alpha$-Naphtols auf. Ueber die beiden Naphtole vergl. Bd. II. Beim Verbrennen des $\beta$-Naphtols darf kein Rückstand hinterbleiben. Prüfung.

Vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Natrium aceticum,** Natriumacetat, essigsaures Natrium, $CH_3.COONa + 3H_2O$, besteht aus farblosen, an warmer Luft verwitternden Krystallen, welche sich in 1 Theil Wasser, in 23 Theilen kalten und 1 Theil siedenden Weingeistes lösen.

Beim Erhitzen schmilzt Natriumacetat unter Verlust des Krystallwassers, wird dann wieder fest, um bei verstärkter Hitze von Neuem zu schmelzen. Beim Glühen wird es unter Entwickelung von Acetongeruch und Hinterlassung von Natriumcarbonat zersetzt: Identitätsreaktionen.

$$2\,CH_3COONa = CH_3 - CO - CH_3 + Na_2CO_3.$$

Der Rückstand kennzeichnet sich als Natriumcarbonat durch die alkalische Reaktion und die gelbe Flammenfärbung, wenn an einem Platindraht in die nicht leuchtende Flamme gebracht. — Die wässerige Lösung des Natriumacetats wird durch Ferrichloridlösung dunkelroth gefärbt (Kennzeichen für die Essigsäure).

Die wässerige Lösung bläut rothes Lackmuspapier, röthet aber nicht Phenolphthaleïnlösung (anderenfalls enthält das Salz Alkalicarbonat). Es ist ferner zu prüfen auf Verunreinigungen durch Metalle, Sulfat, Kalk, Chlorid. Prüfung.

Die wässerige Lösung des Salzes (1 + 19) darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Metalle, wie Kupfer, Blei), noch

durch Baryumnitrat- (Sulfat), noch durch Ammoniumoxalat- (Kalk), noch nach Zusatz einer gleichen Menge Wasser und Ansäuern mit Salpetersäure, durch Silbernitratlösung (Chlorid) verändert werden. Zur Prüfung auf Chlorid ist es nothwendig, eine verdünntere Lösung anzuwenden und dieselbe mit Salpetersäure anzusäuern, da sonst schwer lösliches Silberacetat sich abscheidet.

20 ccm der wässerigen Lösung (1 + 19) dürfen durch 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung nicht verändert werden (Prüfung auf Eisenoxydsalz).

**Natrium salicylicum,** Natriumsalicylat, salicylsaures Natrium, $C_6H_4(OH)COONa$, bildet weisse, krystallinische Schüppchen oder ein weisses Pulver, welches von 0,9 Theilen Wasser, sowie von 6 Theilen Weingeist gelöst wird.

Identitätsreaktionen. Beim Erhitzen hinterlässt das Salz einen kohlehaltigen, mit Säure aufbrausenden, die Flamme gelb färbenden Rückstand (von Natriumcarbonat). Salzsäure scheidet aus der nicht zu sehr verdünnten wässerigen Lösung weisse, in Aether leicht lösliche Krystalle (von Salicylsäure) ab. Durch Ferrichloridlösung wird die wässerige Lösung des Salzes selbst in 1000facher Verdünnung blauviolett gefärbt (kennzeichnend für Salicylsäure).

Prüfung. Die concentrirte wässerige Lösung des Salzes sei farblos und darf sich nach einigem Stehen höchstens schwach röthlich färben; sie reagire schwach sauer. — Von Schwefelsäure muss das Salz ohne Aufbrausen und ohne Färbung aufgenommen werden. Ein Natriumcarbonat haltendes Präparat braust mit Schwefelsäure auf, und gewisse fremde organische Körper geben mit letzterer eine Gelbfärbung. — Die wässerige Lösung (1 + 19) darf durch Schwefelwasserstoffwasser (fremde Metalle) und durch Baryumnitratlösung (Sulfat) nicht verändert werden. — 2 Raumtheile der bezeichneten Lösung, mit 3 Raumtheilen Weingeist versetzt und mit Salpetersäure angesäuert, dürfen durch Silbernitratlösung nicht verändert werden (Chlorid). Der Zusatz von Weingeist zur Lösung ist aus dem Grunde erforderlich, weil durch den nothwendigen Zusatz der Salpetersäure Salicylsäure abgeschieden wird; durch den Weingeist wird letztere aber in Lösung gehalten. —

**Paraffinum liquidum,** flüssiges Paraffin, bildet eine farblose, ölartige Flüssigkeit. Spec. Gew. 0,880.

Prüfung. Das flüssige Paraffin darf nicht fluoresciren, muss also von solchen Antheilen des Petroleums, aus denen das Paraffinum liquidum gewonnen wird (s. Bd. II), befreit sein. Der Siedepunkt darf nicht unter 360° liegen.

Werden 3 ccm flüssigen Paraffins in einem zuvor mit warmer Schwefelsäure ausgespülten Glase mit 3 ccm Schwefelsäure unter öfterem Durchschütteln 10 Minuten lang im Wasserbade erhitzt, so darf das Paraffin nicht verändert und die Säure nur wenig gebräunt werden. Diese Probe bezweckt den Nachweis organischer Verunreinigungen, die chemisch nicht näher gekennzeichnet werden können. Auf Säuregehalt (Schwefelsäure) wird, wie folgt, geprüft: 1 Raumtheil Weingeist, mit 1 Raumtheil flüssigen Paraffins gekocht, darf Lackmuspapier nicht röthen. Prüfung.

**Paraffinum solidum,** festes Paraffin, bildet eine weisse, mikrokrystallinische, geruchlose Masse, welche bei 74 bis 80° schmilzt.

Zur Prüfung auf verunreinigende, organische Körper und auf freie Säure (Schwefelsäure) verfährt man in gleicher Weise wie beim Paraffinum liquidum.

**Paraldehyd** bildet eine klare, farblose, neutrale oder nur sehr schwach sauer reagirende Flüssigkeit von eigenthümlich ätherischem Geruch, bei starker Abkühlung zu einer krystallinischen, bei + 10,5° schmelzenden Masse erstarrend. Paraldehyd löst sich in 8,5 Theilen Wasser zu einer beim Erwärmen sich trübenden Flüssigkeit, mit Weingeist und Aether in jedem Verhältniss mischbar. Siedepunkt 123 bis 125°, spec. Gew. 0,998.

Durch starke Abkühlung fest geworden, darf Paraldehyd nicht unter + 10° schmelzen. Enthält der Paraldehyd Acetaldehyd oder Alkohol, so beginnt das Präparat schon unter + 10° zu schmelzen. — 1 Theil Paraldehyd löse sich in 10 Theilen Wasser zu einer klaren, auch beim Stehen keine Oeltröpfchen abscheidender Flüssigkeit, die nach dem Ansäuern mit Salpetersäure weder durch Silbernitrat-, noch durch Baryumnitratlösung verändert wird. Das Erscheinen von Oeltropfen würde auf eine Beimengung von Valeraldehyd (aus fuselhaltigem Weingeist stammend) deuten. Durch Silbernitrat- und Baryumnitratlösung würde Salzsäure bez. Schwefelsäure nachgewiesen werden. — Erhitzt man Paraldehyd im Wasserbad, so muss er sich verflüchtigen, ohne einen unangenehmen Geruch zu hinterlassen. Zur Feststellung, dass kein zu saures Präparat vorliegt, versetzt man eine Mischung aus 1 ccm Paraldehyd und 1 ccm (natürlich säurefreiem) Weingeist mit 1 Tropfen Normal-Kalilauge: die Flüssigkeit darf eine saure Reaktion nicht zeigen. Prüfung.

Vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 5,0 g! Grösste Tagesgabe 10,0 g!

**Pepsin.** Unter Pepsin wird das im Magenschleim enthaltene Ferment verstanden, welches die Fähigkeit besitzt, unter Mitwirkung von Salzsäure Eiweissstoffe zu lösen. Man gewinnt das Pepsin aus der Magenschleimhaut des Schweines oder Rindes durch Abschaben, Befreien von den Schleimmassen, Eintrocknen bei einer 40° nicht übersteigenden Temperatur und Verdünnen mit Milchzucker, Traubenzucker, Stärkemehl, Gummi oder anderen Körpern bis auf die gewünschte Stärke. Das Pepsin des Arzneibuches ist so eingestellt, dass 1 Theil 100 Theile Eiweiss unter gewissen Bedingungen zu lösen vermag.

Ein mit Milch- oder Traubenzucker hergestelltes Pepsin ist ein weisses oder gelbliches, wenig hygroskopisches Pulver von eigenthümlichem, brodartigem Geruch, welches mit 100 Theilen Wasser eine kaum sauer reagirende, nahezu klare Lösung liefert.

Prüfung. Die Verdauungskraft des Pepsins für Eiweiss stellt das Arzneibuch, wie folgt, fest: Von einem Ei, welches 10 Minuten in kochendem Wasser gelegen hat, wird das erkaltete Eiweiss durch ein zur Bereitung von grobem Pulver bestimmtes Sieb gerieben. 10 g dieses zertheilten Eiweisses werden mit 100 ccm warmen Wassers von 50° und 10 Tropfen Salzsäure gemischt und 0,1 g Pepsin hinzugefügt. Wird dann das Gemisch unter wiederholtem Durchschütteln eine Stunde bei 45° stehen gelassen, so muss das Eiweiss bis auf wenige, weissgelbliche Häutchen gelöst sein.

Soll diese Probe ein brauchbares und verlässliches Resultat geben, so ist auf die genaue Zubereitung des Eiweisses für den Versuch grosse Aufmerksamkeit zu verwenden. Ferner muss man beachten, dass die Temperatur nicht über 50° hinausgehe, denn schon bei 55° wird die Eiweiss verdauende Eigenschaft des Pepsins aufgehoben.

**Phenacetin,** Para-Acetphenetidin, $C_6H_4 < \begin{matrix} OC_2H_5 & (1) \\ NH.COCH_3 & (4) \end{matrix}$,

besteht aus farblosen, glänzenden Krystallblättchen, welche mit 1400 Theilen kalten und etwa 70 Theilen siedenden Wassers, sowie mit etwa 16 Theilen Weingeist Lösungen geben. Schmelzpunkt 135°.

Identitätsreaktionen und Prüfung. Kocht man 0,1 g Phenacetin mit 1 ccm Salzsäure eine Minute lang, verdünnt hierauf die Lösung mit 10 ccm Wasser und filtrirt nach dem Erkalten, so nimmt die Flüssigkeit auf Zusatz von 3 Tropfen Chromsäurelösung allmählich eine rubinrothe Färbung an. Das Phenetidin ist ein leicht oxydirbarer Körper und geht hierbei in gefärbte Verbindungen über. Das Phenacetin als Acetylverbindung ist gegenüber Oxydationsmitteln jedoch ziemlich beständig und muss erst gespalten werden, wenn die Oxydationswirkung (wie in dem

vorliegenden Fall durch Chromsäure) eintreten soll. Man zerlegt daher die Acetylverbindung zunächst durch Kochen mit Salzsäure und erhält hierbei neben Essigsäure salzsaures Phenetidin, welches, wie das freie Phenetidin, durch Oxydationsmittel leicht angreifbar ist.

$$C_6H_4 < \begin{matrix} OC_2H_5 \\ NH.COCH_3 \end{matrix} + HCl + H_2O = C_6H_4 < \begin{matrix} OC_2H_5 \\ NH_2.HCl \end{matrix} + CH_3COOH.$$

Zur Prüfung auf einen etwaigen Gehalt an Acetanilid löst man 0,1 g Phenacetin in 10 ccm heissen Wassers, lässt erkalten und filtrirt: das Filtrat darf durch Bromwasser, welches bis zur Gelbfärbung hinzugefügt ist, nicht getrübt werden. Acetanilid ist leichter löslich in Wasser als Phenacetin; bei vorstehendem Verfahren wird also die grössere Menge des Phenacetins beim Erkalten wieder auskrystallisiren, während das Acetanilid im Filtrat gelöst bleibt und nun mit Bromwasser, mit welchem es ein Monobromderivat bildet, nachgewiesen werden kann.

Die Lösungen des Phenacetins in Wasser oder Weingeist müssen neutral sein. Beim Verbrennen darf Phenacetin keinen Rückstand hinterlassen. In Schwefelsäure soll es sich ohne Färbung lösen. Verunreinigungen organischer Natur werden hierdurch nachgewiesen.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 1,0 g. Grösste Tagesgabe 5,0 g.

**Physostigminum salicylicum,** Physostigminsalicylat, Eserinsalicylat, salicylsaures Physostigmin, $C_{15}H_{21}N_3O_2 . C_7H_6O_3$, besteht aus farblosen oder schwach gelblichen, glänzenden Krystallen, welche in 150 Theilen Wasser und in 12 Theilen Weingeist löslich sind. Diese Lösungen färben sich innerhalb weniger Stunden im zerstreuten Lichte röthlich.

Identitätsreaktionen und Prüfung.

Die wässerige Lösung des Salzes giebt mit Ferrichloridlösung eine violette Färbung (Kennzeichen für Salicylsäure) und wird durch Jodlösung getrübt (Alkaloidreaktion). Die Lösung in Schwefelsäure ist zunächst farblos, allmählich färbt sie sich jedoch gelb. In erwärmter Ammoniakflüssigkeit löst sich das kleinste Kryställchen des Salzes zu einer gelbroth gefärbten Flüssigkeit, die beim Eindampfen im Wasserbade einen grauen oder blaugrauen, in Weingeist mit blauer Farbe löslichen Rückstand hinterlässt. Beim Uebersättigen mit Essigsäure wird diese weingeistige Lösung roth gefärbt und zeigt starke Fluorescenz. Der obige Verdampfungsrückstand löst sich in einem Tröpfchen Schwefelsäure mit grüner Farbe, die

bei allmählicher Verdünnung mit Weingeist roth, jedoch von neuem grün wird, wenn der Weingeist verdunstet.

Beim Verbrennen darf Physostigminsalicylat keinen Rückstand hinterlassen.

Sehr vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,001 g, grösste Tagesgabe 0,003 g.

**Physostigminum sulfuricum**, Physostigminsulfat, Eserinsulfat, $(C_{15}H_{21}N_3O_2)_2H_2SO_4$, bildet ein weisses, krystallinisches, an feuchter Luft zerfliessendes Pulver, das von Wasser und Weingeist leicht aufgenommen wird.

Identitätsreaktionen und Prüfung.

Die wässerige Lösung giebt mit Baryumnitratlösung eine Fällung (Kennzeichen für das Sulfat), durch Ferrichloridlösung wird dieselbe nicht violett gefärbt (Salicylsäure muss abwesend sein). In seinem sonstigen Verhalten entspreche das Physostigminsulfat dem Physostigminsalicylat.

Sehr vorsichtig, vor Licht und Feuchtigkeit geschützt, aufzubewahren!

**Pilocarpinum hydrochloricum**, Pilocarpinhydrochlorid, $C_{11}H_{16}N_2O_2 . HCl$, besteht aus weissen, an der Luft Feuchtigkeit anziehenden Krystallen, welche sich leicht in Wasser und Weingeist, wenig in Aether und Chloroform lösen.

Identitätsreaktionen und Prüfung.

Die wässerige Lösung des Salzes (1 + 99) zeigt schwach saure Reaktion; sie wird durch Jodlösung, Bromwasser, Hydrargyrichloridlösung (Alkaloidreaktionen) reichlich gefällt. Die Fällung mit Silbernitratlösung kennzeichnet den Salzsäuregehalt des Salzes. Durch Ammoniakflüssigkeit und durch Kaliumdichromatlösung wird die wässerige Lösung des Salzes nicht getrübt, Natronlauge verursacht nur in der concentrirten wässerigen Lösung des Salzes eine Trübung. Pilocarpinhydrochlorid wird durch Schwefelsäure ohne Färbung, durch rauchende Salpetersäure mit schwach grünlicher Farbe gelöst.

Beim Verbrennen darf das Salz keinen Rückstand hinterlassen.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,02 g, grösste Tagesgabe 0,05 g.

**Plumbum aceticum**, Bleiacetat, Bleizucker, essigsaures Blei, $(CH_3COO)_2Pb + 3H_2O$, besteht aus farblosen, schwach verwitternden Krystallen oder weissen, krystallinischen Massen, die nach Essigsäure riechen, sich in 2,3 Theilen Wasser und 29 Theilen Weingeist lösen.

Die wässerige Lösung wird durch Schwefelwasserstoffwasser schwarz (Bleisulfid), durch Schwefelsäure weiss (Bleisulfat) und durch Kaliumjodidlösung gelb (Bleijodid) gefällt. Identitätsreaktionen.

Das Salz gebe mit 10 Theilen Wasser eine klare oder nur schwach opalisirende Lösung. Eine Trübung würde einem Gehalt an basischem Bleicarbonat zugeschrieben werden müssen. Kaliumferrocyanidlösung muss eine rein weisse Fällung von Bleiferrocyanid geben; ein Kupfergehalt würde durch das Mitentstehen von Cupriferrocyanid eine Rothfärbung des Niederschlags bewirken. Prüfung.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,1 g, grösste Tagesgabe 0,5 g.

**Plumbum aceticum crudum,** rohes Bleiacetat. Die Lösung des Salzes in 3 Theilen Wasser darf opalisiren (vergl. vorstehende Verbindung), aber mit Kaliumferrocyanidlösung einen gefärbten Niederschlag nicht geben, muss also von Kupfer frei sein.

Vorsichtig aufzubewahren!

**Pyrogallol,** Pyrogallussäure, $C_6H_3(OH)_3$, bildet sehr leichte, weisse, glänzende Blättchen oder Nadeln, welche sich in 1,7 Theilen Wasser zu einer klaren, farblosen, neutralen, an der Luft allmählich braune Färbung (durch die Oxydationswirkung der Luft) und saure Reaktion annehmenden Flüssigkeit, sowie in 1 Theil Weingeist und in 1,2 Theilen Aether lösen. Schmelzpunkt 131°. Bei vorsichtigem Erhitzen sublimirt Pyrogallol, ohne einen Rückstand zu hinterlassen.

Pyrogallol ist ein leicht oxydirbarer Körper, besonders in alkalischer Lösung findet diese Oxydation schnell statt, welche Eigenschaft es mit anderen Phenolen theilt: Schüttelt man Pyrogallol mit Kalkwasser, so färbt sich letzteres zunächst violett, alsbald aber tritt Braunfärbung und Schwärzung unter flockiger Trübung ein. Die Oxydationsfähigkeit des Pyrogallols ist eine so hervorragende, dass es z. B. aus einer Silbernitratlösung metallisches Silber ausscheidet. — Die frische, wässerige Lösung des Pyrogallols wird durch eine frisch bereitete Lösung von Ferrosulfat indigoblau, durch Ferrichloridlösung braunroth gefärbt.

Vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Resorcin,** Metadioxybenzol, $C_6H_4 < \begin{matrix} OH\,(1) \\ OH\,(3) \end{matrix}$, besteht aus farblosen oder schwach gefärbten Krystallen, die in etwa 1 Theil

Wasser, 0,5 Theilen Weingeist, ebenso in Aether, sowie in Glycerin leicht löslich, in Chloroform und Schwefelkohlenstoff schwer löslich sind. Beim Erhitzen verflüchtigt sich Resorcin vollkommen. Schmelzpunkt 110—111°.

Identitätsreaktionen und Prüfung.

Die wässerige Lösung (1 + 19) wird durch Bleiessig weiss gefällt (Orthodioxybenzol wird auch von neutralem Bleiacetat gefällt, das Resorcin nicht). Erwärmt man 0,05 g Resorcin und 0,1 g Weinsäure und 10 Tropfen Schwefelsäure vorsichtig, so erhält man eine dunkelkarminrothe Flüssigkeit.

Die wässerige Lösung soll ungefärbt sein, sie soll Lackmuspapier nicht verändern, also weder freie Säure, noch Alkali enthalten und darf beim Erwärmen keinen Phenolgeruch verbreiten (Prüfung auf Carbolsäure).

Vor Licht geschützt aufzubewahren!

**Saccharum,** Zucker, Rohrzucker, $C_{12}H_{22}O_{11}$, besteht aus weissen, krystallinischen Stücken oder bildet ein weisses Pulver, das in der Hälfte Wasser sich löst und einen farb- und geruchlosen, rein süss schmeckenden Sirup liefert.

Der mit Wasser hergestellte Sirup muss sich in allen Verhältnissen mit Weingeist klar mischen lassen. Schleimige Bestandtheile oder Kalksalze (Calciumsulfat) würden sich ausscheiden, also eine Trübung der Flüssigkeit bewirken. Lackmuspapier darf durch wässerige und weingeistige Zuckerlösungen nicht verändert werden.

Zur Prüfung auf Kalk-, Chlorid- und Sulfatgehalt prüft man die Lösung (1 + 19) mit Ammoniumoxalat-, bez. Silbernitrat-, bez. Baryumnitratlösung. Genannte Reagenzien dürfen nicht mehr als opalisirende Trübungen in der Flüssigkeit hervorrufen.

**Saccharum Lactis,** Milchzucker, $C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O$, besteht aus weisslichen, krystallisirten Massen in Trauben oder Platten oder bildet ein weisses Pulver, welches sich in 7 Theilen Wasser von 15° und in 1 Theil Wasser von 100° zu schwach süss schmeckender, nicht sirupartiger Flüssigkeit löst.

Prüfung.

Wird 1 g Milchzucker mit 10 ccm verdünnten Weingeistes eine halbe Stunde unter zeitweiligem Umschütteln in Berührung gelassen, dann filtrirt, so wird ein Filtrat erhalten, welches sich weder beim Vermischen mit 1 Raumtheil absoluten Alkohols trüben, noch beim Verdunsten auf dem Wasserbade mehr als 0,03 g Rückstand hinterlassen darf. Würde eine Trübung durch absoluten Alkohol erfolgen, so enthält der Milchzucker Dextrin, bleibt beim Ver-

dampfen des Filtrates auf dem Wasserbade ein grösserer Rückstand, als angegeben, so könnte ausser Dextrin auch Rohrzucker vorhanden sein. Milchzucker ist in verdünntem Weingeist sehr schwer löslich.

**Salol,** Salicylsäurephenyläther, $C_6H_4 < \begin{matrix} OH \\ COOC_6H_5 \end{matrix}$, bildet ein weisses, krystallinisches Pulver, das in Wasser fast unlöslich ist, von 10 Theilen Weingeist und 0,3 Theilen Aether, sowie leicht von Chloroform aufgenommen wird.

Identitätsreaktionen.

Die weingeistige Lösung giebt mit verdünnter Ferrichloridlösung (1 Raumtheil Ferrichloridlösung zu 20 Raumtheilen Wasser) eine violette Färbung. — Werden 0,2—0,3 g Salol mit wenig Natronlauge unter Erwärmen in Lösung gebracht, hierauf mit Salzsäure übersättigt, so scheidet sich Salicylsäure aus, während die Flüssigkeit gleichzeitig Phenolgeruch annimmt.

Salol muss ohne Rückstand verbrennlich sein. Es darf feuchtes Lackmuspapier nicht röthen und muss, mit 50 Theilen Wasser geschüttelt, ein Filtrat liefern, welches weder durch verdünnte Ferrichloridlösung (zeigt nicht gebundene Carbolsäure oder Salicylsäure an), noch durch Baryumnitrat- (Prüfung auf Sulfat), oder Silbernitratlösung (Nachweis von Chlorid) verändert werden darf.

**Santonin,** $C_{15}H_{18}O_3$, besteht aus farblosen, glänzenden Krystallblättchen, die sich am Licht gelb färben (es entsteht hierbei der Aethyläther der Photosantonsäure). Mit etwa 5000 Theilen Wasser, mit 44 Theilen Weingeist, sowie mit 4 Theilen Chloroform giebt Santonin neutrale Lösungen. Schmelzpunkt 170°.

Identitätsreaktionen und Prüfung.

Schüttelt man 0,01 g Santonin mit 1 ccm Schwefelsäure und 1 ccm Wasser, so darf eine Färbung nicht entstehen, aber beim Zusatz von 1 Tropfen Ferrichloridlösung wird die Flüssigkeit schön violett gefärbt (Identitätsreaktion). — Mit Schwefelsäure oder mit Salpetersäure durchfeuchtet, erleidet Santonin zunächst keine Färbung (Färbungen würden Salicin, Zucker, Brucin geben). Mit 100 Theilen Wasser und verdünnter Schwefelsäure gekocht, liefert es nach längerem Abkühlen und darauffolgendem Filtriren eine Flüssigkeit, die nicht bitter schmecken und nach Zusatz einiger Tropfen Kaliumdichromatlösung sich nicht färben soll. Diese Bestimmung des Arzneibuches läuft auf den Nachweis von Strychnin bez. Brucin hinaus. Es soll einmal eine Verwechselung des Santonins und Strychnins vorgekommen sein. Das Arzneibuch hält daher eine Prüfung auf dasselbe für geboten. Ein Gehalt an Strychnin oder Brucin würden ein bitter

schmeckendes Filtrat geben, und auf Zusatz von Kaliumdichromat würden sich die gelb gefärbten Chromate genannter Alkaloide abscheiden.

Das Santonin soll, ohne Rückstand zu hinterlassen, verbrennbar sein.

Vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,1 g, grösste Tagesgabe 0,5 g!

## Sapones.

Das Arzneibuch führt eine reine Kaliseife (Sapo kalinus), eine gewöhnliche Kaliseife (Schmierseife, grüne oder schwarze Seife) und eine Natronseife (medicinische Seife, Sapo medicatus) auf. Ueber die Darstellung dieser Präparate s. Bd. II, Seife.

Die reine Kaliseife sei eine gelbbräunliche, durchsichtige, weiche, schlüpfrige Masse von schwachem, seifenartigem Geruche. In Wasser und Weingeist sei sie löslich; Beimengungen von Stärke oder Mehl, Leim, Pflanzenschleim, Wasserglas, Alaun, Kaliumsulfat würden eine trübe Lösung mit Weingeist geben.

Werden 10 g Kaliseife in 30 ccm Weingeist gelöst und darauf mit 0,5 ccm Normal-Salzsäure versetzt, so muss die Lösung klar bleiben (bei Anwesenheit von Harzseife findet Trübung statt) und darf sich auf Zusatz von 1 Tropfen Phenolphthaleïnlösung nicht roth färben. Geschieht dies, so enthält die Kaliseife einen grösseren Gehalt an freiem Alkali als zulässig. 0,5 ccm Normal-Salzsäure binden $\frac{0,056}{2} = 0,028$ g KOH. Die Kaliseife darf daher 0,28 % nicht gebundenes Kaliumhydroxyd enthalten.

An die Schmierseife stellt das Arzneibuch die Anforderung, dass von einer erkalteten Lösung von 5 g in 10 ccm heissen Wassers 1 Raumtheil mit 1 Raumtheil Weingeist gemischt eine klar bleibende Flüssigkeit geben und nach Zusatz von 2 Tropfen Salzsäure einen flockigen Niederschlag nicht abscheiden soll. Gröbere Verunreinigungen von Stärke oder Mehl, Leim, Wasserglas, Kaliumsulfat etc. sind hierdurch ausgeschlossen. Die Entstehung eines flockigen Niederschlags auf Zusatz von Salzsäure würde auf eine Beimengung von Harzseife schliessen lassen.

Die medicinische Seife (Sapo medicatus) sei weiss, nicht ranzig, in Wasser und Weingeist löslich. Eine durch gelindes Erwärmen hergestellte Lösung von 1 g Seife in 5 ccm Weingeist darf, mit 1 Tropfen Phenolphthaleïnlösung versetzt, nicht geröthet und durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert werden. Diese

Prüfung schliesst also den Gehalt an freiem Alkali und an fremden Metallen (Kupfer) aus.

**Scopolaminum hydrobromicum** (Hyoscinum hydrobromicum), Scopolaminhydrobromid, $(C_{17}H_{21}NO_4 . HBr)_2 + 7H_2O$, bildet farblose, rhombische Prismen, die von Wasser und Weingeist sehr leicht gelöst werden. Die Lösungen röthen blaues Lackmuspapier schwach. 100 Theile verlieren über Schwefelsäure und bei 100° etwa 12,3 Theile an Gewicht. Das über Schwefelsäure getrocknete Salz schmilzt gegen 190°.

Die wässerige Lösung des Scopolaminhydrobromids (1 + 59) wird durch Silbernitratlösung gelblich gefällt (Silberbromid), durch Natronlauge weisslich getrübt (durch die freie Base Scopolamin), durch Ammoniakflüssigkeit hingegen nicht verändert. Identitätsreaktionen.

Mit dem Atropin (auch Homatropin) theilt das Scopolamin folgende Farbreaktion: 0,01 g Scopolaminhydrobromid, mit 5 Tropfen rauchender Salpetersäure in einem Porzellanschälchen auf dem Wasserbade eingedampft, hinterlässt einen kaum gelblich gefärbten Rückstand, welcher nach dem Erkalten mit weingeistiger Kalilauge übergossen, eine violette Färbung annimmt.

Beim Verbrennen darf Scopolaminhydrobromid keinen Rückstand hinterlassen.

Sehr vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,0005 g grösste Tagesgabe 0,002 g.

**Spiritus,** Weingeist, $C_2H_5OH$, bildet eine farblose, klare, flüchtige, leicht entzündliche Flüssigkeit vom spec. Gew. 0,830 bis 0,834, einem Alkoholgehalt von 91,2 bis 90 Raumtheilen oder 87,2 bis 85,6 Gewichtstheilen in 100 Theilen entsprechend.

Weingeist darf Lackmuspapier nicht verändern, also weder freie Säure noch freies Alkali enthalten. Ersteres ist häufiger der Fall. Will man mit blauem Lackmuspapier prüfen, so macht sich die saure Reaktion auf dem Papier — besonders wenn nur sehr geringer Säuregehalt vorhanden ist — erst bemerkbar, wenn der Weingeist vom Papier abgedunstet ist. — Weingeist muss von fremdartigem Geruche frei sein und sich mit Wasser ohne Trübung mischen (bei einem grösseren Gehalte von Fuselöl würde die verdünnte Flüssigkeit trübe sein). — 10 ccm Weingeist dürfen sich, wenn mit 5 Tropfen Silbernitratlösung versetzt, selbst beim Erwärmen weder trüben noch färben. Enthält der Weingeist Acetaldehyd oder Ameisensäure, so findet eine Reduktion des Silbernitrats statt, und die Flüssigkeit erscheint durch sich abscheidendes Prüfung.

metallisches Silber getrübt. — Werden 50 ccm Weingeist mit 1 ccm Kalilauge bis auf 5 ccm verdunstet und der Rückstand mit verdünnter Schwefelsäure übersättigt, so darf sich ein Geruch nach Fuselöl nicht entwickeln. — Werden in einem Probirrohre gleiche Raumtheile Schwefelsäure und Weingeist vorsichtig über einander geschichtet, so darf sich auch bei längerem Stehen eine rosenrothe Zone zwischen beiden Flüssigkeiten nicht bilden. Runkelrüben- bez. Melassespiritus (s. Bd. II) würde eine solche rosenrothe Zone geben.

Werden 10 ccm Weingeist mit 1 ccm Kaliumpermanganatlösung vermischt, so darf die rothe Flüssigkeit ihre Farbe vor Ablauf von 20 Minuten nicht in Gelb verändern. Das tritt bei einem Gehalt von Acetaldehyd ein, der auf Kaliumpermanganat schnell reducirend einwirkt.

Zur Prüfung auf Metalle versetzt man den Weingeist mit Schwefelwasserstoffwasser; es darf keine Färbung auftreten; ebenso wenig beim Vermischen mit Ammoniakflüssigkeit. Letztere würde bei einem Gehalte des Weingeistes an Gerbstoffen, die aus dem Lagerfasse aufgenommen sein können, eine Färbung bewirken, auch andere nicht näher zu bezeichnende, organische Körper anzeigen.

Beim Verdunsten darf Weingeist keinen Rückstand hinterlassen.

**Spiritus Aetheris nitrosi,** versüsster Salpetergeist, bildet eine klare, farblose oder schwach gelbliche Flüssigkeit von angenehmem, ätherischem Geruch und süsslichem, brennendem Geschmack. Sie ist mit Wasser klar mischbar und besitzt das spec. Gew. 0,840 bis 0,850.

Identitätsreaktion. Beim Vermischen des versüssten Salpetergeistes mit einer frisch bereiteten concentrirten Auflösung von Ferrosulfat in Salzsäure entsteht eine schwarzbraun gefärbte Flüssigkeit. Die Färbung rührt von einer Verbindung des Ferrosulfats mit Stickoxyd her (vergl. Acidum nitricum).

Prüfung. 10 ccm des Präparats dürfen, nach Zusatz von 3 Tropfen Normal-Kalilauge, eine saure Reaktion nicht geben. Das Arzneibuch lässt demnach nur einen sehr geringen Gehalt an freier Säure zu. — Der versüsste Salpetergeist muss völlig flüchtig sein.

**Strychninum nitricum,** Strychninnitrat, $C_{21}H_{22}N_2O_2 . HNO_3$, besteht aus farblosen, sehr bitter schmeckenden Krystallnadeln, welche mit 90 Theilen kalten und 3 Theilen siedenden Wassers, sowie mit 70 Theilen kalten und 5 Theilen siedenden

Weingeistes neutrale Lösungen geben. In Aether und in Schwefelkohlenstoff ist Strychninnitrat unlöslich.

Beim Kochen eines Körnchens Strychninnitrats mit Salzsäure tritt Rothfärbung ein. (Andere Strychninsalze geben die Rothfärbung nicht.) Aus der wässerigen Lösung des Salzes scheidet Kaliumdichromatlösung kleine, rothgelbe Krystalle ab (von Strychninchromat), welche mit Schwefelsäure in Berührung gebracht, vorübergehend blaue bis violette Färbung annehmen. Identitätsreaktionen.

Strychninnitrat darf beim Verbrennen keinen Rückstand hinterlassen. — Mit Salpetersäure zerrieben, soll es sich gelblich, jedoch nicht roth färben. Rothfärbung ist ein Beweis dafür, dass das Salz Brucin enthält. Prüfung.

Sehr vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,01 g. Grösste Tagesgabe 0,02 g.

**Sulfonal,** Diaethylsulfondimethylmethan, $\begin{matrix}CH_3\\CH_3\end{matrix}>C<\begin{matrix}SO_2C_2H_5\\SO_2C_2H_5\end{matrix}$, besteht aus farb-, geruch-, geschmacklosen, prismatischen Krystallen, welche mit 500 Theilen kalten, 15 Theilen siedenden Wassers, mit 65 Theilen kalten und 2 Theilen siedenden Weingeistes, sowie mit 135 Theilen Aether neutrale Lösungen geben. Schmelzpunkt 125 bis 126°.

Wird 0,1 g Sulfonal mit gepulverter Holzkohle im Probirrohre erhitzt, so tritt der höchst unangenehme Geruch nach Mercaptan auf (s. Bd. II). Diese Reaktion ist lediglich die Folge einer durch die Kohle veranlassten Reduktion. Auch andere reducirend wirkende Körper, z. B. Pyrogallol veranlassen beim Erhitzen mit Sulfonal das Auftreten von Mercaptangeruch. Die Reaktion verläuft vermuthlich so, dass zunächst aus dem Diaethylsulfondimethylmethan Mercaptol entsteht: Identitätsreaktionen.

$$\begin{matrix}CH_3\\CH_3\end{matrix}>C<\begin{matrix}SO_2C_2H_5\\SO_2C_2H_5\end{matrix}+4C=\begin{matrix}CH_3\\CH_3\end{matrix}>C<\begin{matrix}SC_2H_5\\SC_2H_5\end{matrix}+4CO,$$

und dass das Mercaptol bei Anwesenheit kleiner Feuchtigkeitsmengen eine theilweise Rückspaltung in Aceton und Mercaptan erleidet:

$$\begin{matrix}CH_3\\CH_3\end{matrix}>C<\begin{matrix}SC_2H_5\\SC_2H_5\end{matrix}+H_2O=\begin{matrix}CH_3\\CH_3\end{matrix}>CO+2HSC_2H_5.$$

Sulfonal sei vollkommen flüchtig. Beim Lösen in siedendem Wasser (1 + 49) darf sich keinerlei Geruch entwickeln (nach anhängendem Mercaptan). — Diese wässerige Lösung darf, nach dem Erkalten filtrirt, weder durch Baryumnitrat- (Schwefelsäure), noch durch Silbernitratlösung (Salzsäure bez. Chloride) verändert Prüfung.

werden. — 1 Tropfen Kaliumpermanganatlösung darf durch 10 ccm obiger Lösung nicht sofort entfärbt werden. Das geschieht, wenn dem Sulfonal noch eine Spur Mercaptol anhängt.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 4 g. Grösste Tagesgabe 8 g!

**Tartarus boraxatus,** Boraxweinstein, bildet ein weisses, an der Luft feucht werdendes, sauer schmeckendes und reagirendes, in einem Theile Wasser lösliches, amorphes Pulver.

Identitätsreaktionen. Die wässerige Lösung wird durch Weinsäurelösung nach einiger Zeit krystallinisch gefällt (Kaliumbitartrat). Das Salz, mit etwas Schwefelsäure befeuchtet, ertheilt der Flamme eine grüne Färbung (Kennzeichen für Borsäure). Beim Erhitzen bläht es sich auf und hinterlässt einen verkohlten, alkalischen Rückstand.

Prüfung. Die wässerige Lösung (1 + 9) darf durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert (fremde Metalle) und durch Ammoniumoxalatlösung (Kalk), sowie nach Zusatz einiger Tropfen Salpetersäure durch Baryumnitrat- (Sulfat) und durch Silbernitratlösung (Chlorid) nicht mehr als opalisirend getrübt werden.

**Tartarus depuratus,** Weinstein, Kaliumbitartrat, Cremortartari, $\begin{matrix}CH(OH)COOH\\CH(OH)COOK\end{matrix}$, bildet ein weisses, krystallinisches, säuerlich schmeckendes Pulver, welches sich in 192 Theilen kalten und in 20 Theilen siedenden Wassers löst, nicht in Weingeist, wohl aber unter Aufbrausen in Kaliumcarbonatlösung (es bildet sich neutrales Kaliumtartrat), auch in Natronlauge (es bildet sich Natrium-Kaliumtartrat).

Identitätsreaktionen. Weinstein verkohlt beim Erhitzen zu einer grauschwarzen Masse, die beim Behandeln mit Wasser eine alkalische Flüssigkeit liefert. Vergl. Kaliumtartrat. Das Filtrat giebt auf Zusatz überschüssiger Weinsäure unter Aufbrausen einen krystallinischen Niederschlag (Identität für Kalium).

Prüfung. Es ist zu prüfen auf einen Gehalt an Sulfat, Chlorid, fremden Metallen, Kalk und Ammoniumsalzen.

5 g des Salzes, mit 100 ccm Wasser geschüttelt, geben ein Filtrat, welches, nach Zusatz von Salpetersäure, durch Baryumnitratlösung nicht verändert, durch Silbernitratlösung höchstens schwach opalisirend getrübt werde. Es soll also Sulfat abwesend und Chlorid nur in Spuren zugegen sein. — Die Lösung des Salzes in Ammoniakflüssigkeit werde durch Schwefelwasserstoffwasser nicht verändert (Grünfärbung zeigt Eisen, Braunfärbung

Kupfer oder Blei an). Wird 1 g Weinstein mit 5 ccm verdünnter Essigsäure unter wiederholtem Umschütteln eine halbe Stunde behandelt, dann mit 25 ccm Wasser gemischt und nach dem Absetzen die Flüssigkeit klar abgegossen, so darf dieselbe, auf Zusatz von 8 Tropfen Ammoniumoxalatlösung, innerhalb einer Minute eine Veränderung nicht erleiden. Ein sehr geringer Kalkgehalt ist dieser Prüfungsvorschrift des Arzneibuches zu Folge gestattet. — Enthält der Weinstein Ammoniumsalz, so wird beim Erwärmen mit Natronlauge Ammoniak entwickelt werden.

**Tartarus natronatus,** Natrium-Kaliumtartrat, Seignettesalz, $\begin{matrix} CH(OH)COONa \\ | \\ CH(OH)COOK \end{matrix} + 4H_2O$, besteht aus farblosen Säulen, welche in 1,4 Theilen Wasser zu einer neutralen Flüssigkeit löslich sind.

In der wässerigen Lösung bewirkt Essigsäure einen weissen, krystallinischen, in Natronlauge leicht löslichen Niederschlag (von Kaliumbitartrat): Identitätsreaktionen.

$$\begin{matrix} CH(OH)COONa \\ | \\ CH(OH)COOK \end{matrix} + CH_3 . COOH = \begin{matrix} CH(OH)COOH \\ | \\ CH(OH)COOK \end{matrix} + CH_3 . COONa.$$

Auf dem Wasserbade schmelzen die Krystalle (in ihrem Krystallwasser) zu einer farblosen Flüssigkeit; bei stärkerem Erhitzen verliert dieselbe Wasser und verwandelt sich in eine schwarze Masse, welche durch Auslaugen mit Wasser eine alkalische Flüssigkeit (Natrium- und Kaliumcarbonat enthaltend) bildet. Die letztere hinterlässt beim Verdunsten einen weissen, die Flamme gelb färbenden Rückstand (Natriumreaktion).

Es ist zu prüfen auf einen Gehalt an fremden Metallen, Kalk, Sulfat, Chlorid und Ammoniumsalzen. Diese Prüfungen werden in ähnlicher Weise, wie bei Tartarus depuratus angegeben. vorgenommen. Prüfung.

**Tartarus stibiatus,** Brechweinstein, Antimonyl-Kaliumtartrat, $\left\{\begin{matrix} CH(OH) . COOK \\ | \\ CH(OH)COO(SbO) \end{matrix}\right\}_2 + H_2O$, bildet farblose Krystalle oder ein krystallinisches Pulver, allmählich verwitternd, in 17 Theilen kalten und 3 Theilen siedenden Wassers löslich, unlöslich in Weingeist.

Brechweinstein verkohlt in der Hitze. Die wässerige, schwach sauer reagirende Lösung giebt mit Kalkwasser einen weissen, in Identitätsreaktionen.

Essigsäure leicht löslichen Niederschlag (von Calciumtartrat), mit Schwefelwasserstoffwasser, nach dem Ansäuern mit Salzsäure, einen orangerothen Niederschlag (von Antimontrisulfid):

$$2\begin{cases}CH(OH)COOK\\CH(OH)COO(SbO)\end{cases}+3H_2S+2HCl=\mathbf{Sb_2S_3}+2KCl+2H_2O+2\begin{cases}CH(OH)COOH\\CH(OH)COOH\end{cases}$$

Prüfung. Zur Prüfung auf Arsen wird 1 g gepulverten Brechweinsteins mit 3 ccm Zinnchlorürlösung geschüttelt: es darf im Laufe einer Stunde eine Färbung (von ausgeschiedenem, elementarem Arsen) nicht eingetreten sein.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,2 g, grösste Tagesgabe 0,5 g.

**Terpinum hydratum,** Terpinhydrat, $C_{10}H_{18}(OH)_2+H_2O$. Das beim Stehenlassen von Terpentinöl mit verdünntem Alkohol und Salpetersäure in flachen Schalen an der Luft entstehende und durch Umkrystallisiren aus Alkohol gereinigte Terpinhydrat bildet glänzende, farblose und fast geruchlose, rhombische Krystalle, die beim Erhitzen in feinen Nadeln sublimiren, bei 116° schmelzend und Wasser verlierend. Terpinhydrat löst sich in etwa 250 Theilen kalten und 32 Theilen siedenden Wassers, über 10 Theilen kalten und 2 Theilen siedenden Weingeistes, über 100 Theilen Aether, ungefähr 200 Theilen Chloroform und 1 Theil siedender Essigsäure.

Identitätsreaktionen. Von Schwefelsäure wird Terpinhydrat mit orangegelber Färbung aufgenommen. Die wässerige, heisse Lösung entwickelt auf Zusatz von Schwefelsäure unter Trübung einen stark aromatischen Geruch (Flieder- oder Hyacinthgeruch). Es entsteht Terpineol. Terpineol wird hierbei durch Wasserabspaltung aus dem Molekül des Terpinhydrats gebildet.

Prüfung. Das Terpinhydrat ist durch seine äusseren Eigenschaften, durch seinen Schmelzpunkt und sein Verhalten hinreichend als rein gekennzeichnet. Das Arzneibuch bestimmt ferner, Terpinhydrat darf nicht terpentinartig riechen und selbst in heisser, wässeriger Lösung Lackmuspapier nicht verändern.

**Thallinum sulfuricum,** Thallinsulfat, Tetrahydroparachinanisolsulfat, $(C_9H_{10}(OCH_3)N)_2 . H_2SO_4$, bildet ein weisses oder gelblichweisses, krystallinisches Pulver von cumarinartigem Geruch; löslich in 7 Theilen kalten, 0,5 Theilen siedenden Wassers, in etwas mehr als 100 Theilen Weingeist, noch schwieriger in Chloroform, kaum in Aether. Beim Erhitzen über 100° schmelzend. Die wässerige Lösung reagirt sauer und bräunt sich allmählich am Licht.

Die wässerige Lösung wird durch Jodlösung braun, durch Gerbsäurelösung weiss, auch durch Kalilauge weiss gefällt, welche Fällung beim Schütteln mit Aether wieder verschwindet. Die vorstehenden Reaktionen sind allgemeine Reaktionen für basische organische Körper. Identitätsreaktionen und Prüfung.

Die verdünnte, wässerige Lösung des Thallinsulfats (1 + 99) wird ferner durch Ferrichloridlösung tief grün, nach einigen Stunden tief roth gefärbt. Nach dieser den Körper kennzeichnenden grünen Färbung trägt derselbe seinen Namen (θάλλος [thallos] heisst grüner Zweig).

Die Lösung in Schwefelsäure wird durch etwas Salpetersäure sofort tief roth, nach einiger Zeit gelbroth gefärbt. In der wässerigen Lösung ruft Baryumnitratlösung einen weissen, in Salzsäure unlöslichen Niederschlag hervor (Kennzeichen für Schwefelsäure).

Thallinsulfat muss, ohne Rückstand zu hinterlassen, verbrennbar sein und soll sich in Schwefelsäure farblos lösen.

Vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,5 g, grösste Tagesgabe 1,5 g!

**Theobrominum natrio-salicylicum,** Diuretin, bildet ein weisses, geruchloses Pulver von süsssalzigem, zugleich etwas laugenhaftem Geschmacke, in der Hälfte seines Gewichtes Wasser, besonders leicht beim Erwärmen löslich.

Die Lösung (1 + 4) ist farblos, bläut rothes Lackmuspapier und wird durch Ferrichloridlösung violett gefärbt (Salicylsäure). Aus der Lösung wird durch Salzsäure sowohl Salicylsäure, als auch nach einiger Zeit Theobromin als weisser Niederschlag abgeschieden. Durch Natronlauge, nicht aber durch Ammoniakflüssigkeit, findet wieder vollständige Lösung statt. Identitätsreaktionen.

2 g Theobrominum natrio-salicylicum werden in einem Porzellanschälchen in 10 ccm Wasser durch gelindes Erwärmen gelöst; diese Lösung wird mit etwa 5 ccm oder soviel Normal-Salzsäure versetzt, dass blaues Lackmuspapier kaum merklich geröthet wird, hierauf ein Tropfen verdünnter (1 + 9) Ammoniakflüssigkeit beigefügt, und die Mischung nach gutem Umrühren 3 Stunden bei 15 bis 20° stehen gelassen. Der entstandene Niederschlag (Theobromin) wird sodann auf ein bei 100° getrocknetes und nachher gewogenes Filter von 8 cm Durchmesser gebracht, zweimal mit je 10 ccm kalten Wassers gewaschen, im Filter bei 100° getrocknet und gewogen. Sein Gewicht betrage mindestens 0,8 g = 40 % Theobromin. Prüfung.

Vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 1,0 g, grösste Tagesgabe 8,0 g.

**Thymolum,** Thymol, Thymiansäure, $C_6H_3 \begin{cases} CH_3 & (1) \\ OH & (3), \\ C_3H_7 & (4) \end{cases}$ besteht aus farblosen, nach Thymian riechenden Krystallen, welche sich in weniger als 1 Theil Weingeist, Aether, Chloroform, sowie in 2 Theilen Natronlauge und in etwa 100 Theilen Wasser lösen. Mit Wasserdämpfen ist Thymol leicht flüchtig. Thymolkrystalle besitzen ein höheres specifisches Gewicht als Wasser, sinken also darin unter, während schmelzendes Thymol auf Wasser schwimmt. Schmelzpunkt 50—51°.

Identitätsreaktionen. In 4 Theilen Schwefelsäure löst sich Thymol in der Kälte mit gelblicher, beim gelinden Erwärmen mit schön rosenrother Farbe. Giesst man die Lösung in 10 Raumtheile Wasser und lässt die Mischung bei 35—40° mit einer überschüssigen Menge Bleiweiss (zum Binden der überschüssigen, freien Schwefelsäure) unter wiederholtem Umschütteln stehen, so färbt sich das Filtrat (welches Thymolsulfosäure $C_6H_2(SO_3H)(CH_3)(OH)(C_3H_7)$ enthält) auf Zusatz einer geringen Menge Ferrichloridlösung schön violett. — Die Lösung eines kleinen Krystalls Thymol in 1 ccm Essigsäure wird auf Zusatz von 6 Tropfen Schwefelsäure und 1 Tropfen Salpetersäure schön blaugrün gefärbt. Von dieser Reaktion, welche besonders kennzeichnend für das Thymol ist, macht das Arzneibuch bei der Prüfung des Menthols auf Thymol Gebrauch. — Wie auch bei anderen Phenolen bewirkt Bromwasser in der wässerigen Thymollösung eine Trübung. Carbolsäure giebt mit Bromwasser krystallinische Fällung von Tribromphenol.

Prüfung. Die Lösung des Thymols in Wasser sei neutral und darf durch Ferrichloridlösung nicht violett gefärbt werden. Das würde bei einem Gehalt des Thymols an Carbolsäure der Fall sein. Wird Phenol im offenen Schälchen der Wasserbadwärme ausgesetzt, so soll es sich vollständig verflüchtigen.

**Veratrin,** besteht aus Cevadin und Veratridin (s. Bd. II) und bildet ein weisses, lockeres Pulver oder weisse, amorphe Massen, deren Staub heftig zum Niessen reizt. An siedendes Wasser giebt Veratrin nur wenig ab; die filtrirte Lösung bläut rothes Lackmuspapier nur langsam. Veratrin ist in 4 Theilen Weingeist und in 2 Theilen Chloroform löslich; von Aether wird es weniger leicht, doch vollständig gelöst. Diese Auflösungen zeigen stark alkalische Reaktion.

Identitätsreaktionen. Mit Salzsäure gekocht liefert Veratrin eine roth gefärbte Lösung. Mit 100 Theilen Schwefelsäure verrieben ertheilt Veratrin

derselben zunächst eine grünlichgelbe Fluorescenz, nach und nach tritt eine starke Rothfärbung ein.

Veratrin muss, ohne Rückstand zu hinterlassen, verbrennlich sein. Die weingeistige Lösung darf durch Platinchloridlösung nicht gefällt werden. Durch diese Prüfungsvorschrift des Arzneibuches soll die Abwesenheit anderer Alkaloide, wie Strychnin, Brucin, Morphin, welche sämmtlich mit Platinchlorid Fällungen geben, dargethan werden. Prüfung.

Sehr vorsichtig aufzubewahren! Grösste Einzelgabe 0,005 g, grösste Tagesgabe 0,02 g!

**Zincum aceticum,** Zinkacetat, essigsaures Zink, $(CH_3 . COO)_2 Zn + 2 H_2 O$, besteht aus farblosen, glänzenden Blättchen, welche in 3 Theilen kalten, in 2 Theilen heissen Wassers und in 36 Theilen Weingeist löslich sind.

Die schwach saure, wässerige Lösung wird durch Ferrichloridlösung dunkelroth gefärbt (Kennzeichen für Essigsäure) und giebt mit Kalilauge einen weissen Niederschlag (von Zinkhydroxyd), der im Ueberschuss des Fällungsmittels löslich ist (zu Zinkoxydkalium). Identitätsreaktionen.

Ueberschüssiges Schwefelwasserstoffwasser fälle die wässerige Lösung (1 + 9) rein weiss. Zinksulfid sieht rein weiss aus; der Niederschlag ist aber gefärbt, sobald die Lösung Eisen-, Cadmium- oder Bleisalz enthält (Ferrosulfid ertheilt dem Niederschlag eine schwarze, Cadmiumsulfid eine gelbe, Bleisulfid eine braunschwarze Färbung). Das vom Sulfidniederschlage erhaltene Filtrat darf beim Verdampfen keinen Rückstand hinterlassen (Prüfung auf Alkali- bez. Erdalkaligehalt). Bei gelindem Erwärmen des Zinkacetats mit Schwefelsäure darf eine Schwärzung (herrührend von fremden organischen Bestandtheilen) nicht eintreten. Prüfung.

Vorsichtig aufzubewahren!

---