

A. Anorganisch-chemische Körper.

Acidum arsenicosum, arsenige Säure, Arsen trioxyd, 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 Arsen trioxyd zu Arsen reducirt, das sich unter Verbreitung eines knoblauchartigen Geruches verflüchtigt.

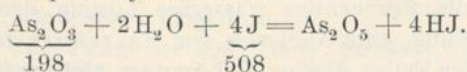
Identitäts-
reaktionen.

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 cem siedenden Wassers und verdünnt nach dem Erkalten auf 100 cem. Man giebt diese Lösung in eine Bürette und lässt jene zu 10 cem Zehntel-Normal-Jodlösung unter Umschütteln hinzufließen. Zur Entfärbung der letzteren müssen 10 cem der Lösung der arsenigen Säure genügen. Die Reaktion verläuft in der Weise, dass das Jod eine Oxydation des Arsen trioxyds zu Arsenpentoxyd bewirkt:



2*

Zufolge vorstehender Gleichung entfärben 508 Theile Jod 198 Theile arseniger Säure; in 10 cem der Zehntel-Normal-Jodlösung sind 0,127 g Jod enthalten. Diese Menge entspricht (508 : 198 = 0,127 : x) = $\frac{198 \cdot 0,127}{508} = 0,0495$ g arseniger Säure, welche in 10 cem 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) = $\frac{0,0495 \cdot 100}{0,05} = 99\%$ 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.

Identitäts-
reaktionen.

Versetzt man die 2procentige wässrige 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 grünesäumter 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 wässrigen 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 wässrige 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, stahlgänzende 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 lebhaftere Reaktion statt, derzufolge der Alkohol sich entzündet. Die Chromsäure wirkt auf den Alkohol oxydirend ein, ebenso auf eine grosse Anzahl anderer organischer Körper.

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

Die wässrige, 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

Identitäts-
reaktionen.

Prüfung.

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.

Identitäts-
reaktionen.

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.

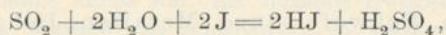
Versetzt man die mit 5 Raumtheilen verdünnte Salzsäure mit Jodzinkstärkelösung, so deutet eintretende Blaufärbung der Flüssigkeit auf einen Gehalt an Chlor. Das Chlor macht aus dem Jodzink Jod frei:



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:



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 Phenolphthaleinlösung 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 $38,5 \cdot 0,0365 = 1,40525$ g. 5 ccm Salzsäure (vom spec. Gew. 1,124) = $5 \cdot 1,124 = 5,62$ g enthalten 1,40525 g HCl, 100 Theile,

daher $\frac{100 \cdot 1,40525}{5,62} = 25$ 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 Entwicklung gelbrother Dämpfe zu einer blauen Flüssigkeit (s. Bd. II, Salpetersäure).

Identitäts-
reaktionen.

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 Wasserstoffentwicklung) 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 Phenolphthaleinlösung 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 $22,9 \cdot 0,063 = 1,4427$. — 5 ccm Salpetersäure (vom spec. Gew. 1,153) = $5 \cdot 1,153 = 5,765$ g enthalten 1,4427, 100 Theile, daher $\frac{100 \cdot 1,4427}{5,765} = 25,02$ 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 verfähre 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).

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-krySTALLINER Niederschlag von Ammonium-Magnesiumphosphat (s. Bd. II, Magnesium).

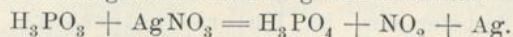
Identitätsreaktionen.

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

Prüfung.

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:



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:



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 .

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

Identitätsreaktionen.

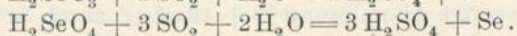
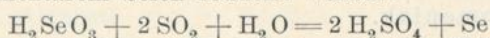
Schwefelsäure ist zu prüfen auf Arsen, Bleisulfat, schweflige Säure, salpetrige Säure, Salpetersäure, Chlor, Selen, Metalle.

Prüfung.

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:



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.

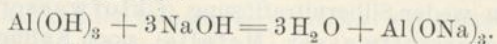
An Verunreinigungen enthält die rohe oder englische Schwefelsäure meist arsenige Säure und Arsensäure, schweflige Säure, Salpetersäure, Untersalpetersäure und salpetrige Säure, selenige Säure und Selensäure, Ferri- und Aluminiumsulfat, Bleisulfat und andere Körper.

Vorsichtig aufzubewahren!

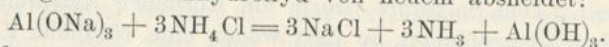
Alumen, Alaun, Aluminium-Kaliumsulfat, Kaliumalaun, $Al_2K_2(SO_4)_4 + 24H_2O$, bildet farblose, durchscheinende, harte, oktaëdrische Krystalle oder krystallinische Bruchstücke, die häufig oberflächlich bestäubt sind. Sie lösen sich in 10,5 Theilen Wasser und sind in Weingeist unlöslich. Die wässrige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

Identitäts-
reaktionen.

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



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



In der gesättigten wässrigen 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 wässrige 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 wässrigen 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 Hitzgrade 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 wässrige Lösung reagirt sauer und besitzt einen sauren, zusammenziehenden Geschmack.

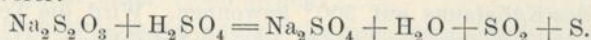
In der wässrigen Lösung erzeugt Baryumnitratlösung einen weissen, in Salzsäure unlöslichen Niederschlag (von Baryumsulfat), Natronlauge einen farblosen, gallertartigen, in überschüssiger Natronlauge löslichen Niederschlag, der sich auf genügenden Zusatz von Ammoniumchloridlösung wieder ausscheidet (Identität 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 wässrige Lösung (1 + 9) sei farblos. Kleine Mengen Calciumsulfat, auch wohl Kieselsäure oder Calciumsilicat bleiben ungelöst zurück. Die so erhaltene wässrige 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:



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

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

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

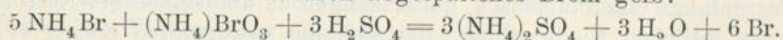
Identitäts-
reaktionen.

Fügt man zur wässrigen 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:



Die wässrige 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 Wechselersetzung von Baryumbromid und Ammoniumsulfat:



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 $\frac{\text{NH}_4\text{Br}}{98} : \text{AgNO}_3$, so entspricht 1 ccm der $\frac{1}{10}$ -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 $x = \frac{0,3}{0,00535} = 56,08 \text{ ccm } \frac{1}{10}\text{-Normal-Silbernitratlösung}$.

Ammoniumjodid würde, da sein Molekulargewicht $\text{NH}_4\text{J} = 145$ ist, weniger als 30,61 ccm $\frac{1}{10}\text{-Normal-Silbernitratlösung}$ zur Bindung verlangen, nämlich nur $\frac{0,3}{0,0127} = 23,62 \text{ ccm}$. Ammoniumjodid dürfte aber kaum im Ammoniumbromid angetroffen werden; sein Nachweis lässt sich zudem dadurch bequemer führen, dass man die wässrige 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 Hilfe der Silbertriturung sehr gut nachweisen.

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

Die Differenz zwischen NH_4Br und $\text{NH}_4\text{Cl} = 98 - 53,5 = 44,5$ verhält sich zu NH_4Br wie

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

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

$$\frac{0,00341865 \cdot 100}{0,3} = 1,139\% \text{ NH}_4\text{Cl}.$$

Ammonium carbonicum, Ammoniumcarbonat, kohlen-saures Ammon, Hirschhornsalz, flüchtiges Laugensalz. $\text{CO} < \begin{matrix} \text{O}(\text{NH}_4) \\ \text{OH} \end{matrix} + \text{CO} < \begin{matrix} \text{O}(\text{NH}_4) \\ \text{NH}_2 \end{matrix}$.

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.

Identitäts-
reaktionen.

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

Schule der Pharmacie. V.

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 wässrige 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 wässrigen Lösung dürfen durch 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung nicht sofort gebläut werden (Prüfung auf Ferrisalz).

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

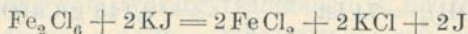
Säuert man die wässrige Lösung des Ammoniumchlorids (1 + 19) mit Salzsäure an, so darf dieselbe auf Zusatz von Ferrichloridlösung nicht geröthet werden.

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 wässrigen 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:



und das abgespaltene Jod durch Natriumthiosulfat titriert wird:



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

Man führt die Prüfung in folgender Weise aus: 10 ccm einer wässrigen 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 $\frac{1}{2}$ 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 $\frac{1}{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung zur Bindung des ausgeschiedenen Jods verbraucht werden, d. h. $2,5 \cdot 0,0056 = 0,014$ g bis $2,7 \cdot 0,0056 = 0,01512$ g Fe müssen in 0,56 g Eisensalmiak enthalten sein, oder der Eisensalmiak enthält bis

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

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

Vor Licht geschützt aufzubewahren.

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

Beim Einblasen eines Luftströmes trübt sich zufolge des Kohlen- säuregehaltes 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.

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.

Identitäts-
reaktion.

Prüfung.

4 ccm Normal-Salzsäure entsprechen, da das Aequivalent von

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

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.

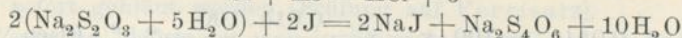
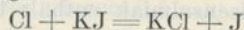
Identitäts-
reaktion.
Prüfung.

Lackmuspapier wird durch Chlorwasser gebleicht.

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 wässrige 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:



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

Vorsichtig und vor Licht geschützt aufzubewahren!

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

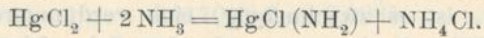
Prüfung.

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 Hydrargyriochloridlösung prüfen, wodurch ein reines destillirtes Wasser nicht

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



Ein schärferes Reagenz auf Ammoniak ist das sogenannte Nessler'sche Reagenz (s. Bd. II, Hydrargyriiodid), welches in ammoniak-haltendem Wasser eine gelbe Färbung oder einen bräunlichgelben Niederschlag von Hydrargyrioxyd-Hydrargyriiodamid $\text{HgJ}(\text{NH}_2) + \text{HgO}$ 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.

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

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

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

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

Identitätsreaktionen.

Prüfung.

(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 $0,0108 \cdot 20 = 0,216$ g Silber (oder $\frac{170 \cdot 0,216}{108} = 0,34$ 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 vorschrittmässigen 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 cem 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.

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.

Identitäts-
reaktionen.

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

Prüfung.

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 deshalb 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 Kohlensäureentwicklung 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, $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 + 10\text{H}_2\text{O}$, 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 wässrige 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 wässrige 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 wässrigen Lösung (1 + 49) mit 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung versetzt; es darf nicht sofort eine Bläuung der Flüssigkeit eintreten.

Bromum, Brom, $\text{Br} = 80$, 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 reducierend ein:



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 $\text{Ca}(\text{OCl})_2$ des Chlorkalks mit Salzsäure abscheidbare Menge Chlor verstanden.

Identitäts-
reaktionen.

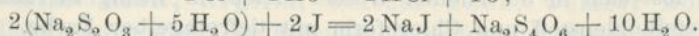
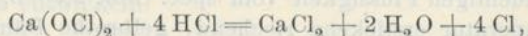
Chlorkalk mit Essigsäure übergossen entwickelt Chlor. In der so erhaltenen mit Wasser verdünnten und filtrirten Lösung erzeugt Ammoniumoxalatlösung eine weisse Fällung (von Calciumoxalat).

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 cem Wasser gemischt und mit 20 Tropfen Salzsäure angesäuert. Die klare rothbraune Lösung soll zur Bindung des ausgeschiedenen Jods mindestens 35,2 cem Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung erfordern.

Die hierbei stattfindenden Reaktionen verlaufen im Sinne folgender Gleichungen:



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 $\frac{1}{10}$ -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 $0,12496 \cdot 200 = 24,99\%$ 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 $\text{Ca}(\text{OH})_2$) zerfallen. Das Pulver, mit 3 bis 4 Theilen Wasser angerieben, bildet einen dicken, gleichmässigen Brei, der in Salpetersäure fast ohne Aufbrausen (also ohne Kohlensäureentwicklung) zum grössten Theile löslich ist. Die mit Wasser verdünnte und mit Natriumacetatlösung im Ueberschuss versetzte Lösung giebt mit Ammoniumoxalatlösung einen weissen Niederschlag von Calciumoxalat.

Eigen-
schaften
und
Identitäts-
reaktionen.

Calcium carbonicum praecipitatum, Calciumcarbonat, kohlen-saurer 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).

Identitäts-
reaktionen.

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 wässrige 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 wässrigen 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 wässrige Lösung (1 + 49) darf durch 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung nicht verändert werden.

Calcium phosphoricum, Calciumphosphat, sekun-

däres Calciumphosphat, phosphorsaurer Kalk, $\text{CaHPO}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$, bildet ein leichtes, weisses, krystallinisches Pulver, das in Wasser kaum löslich, in kalter Essigsäure schwer, in Salzsäure und Salpetersäure leicht löslich ist.

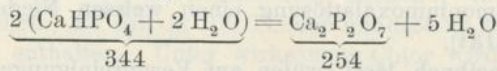
Identitäts-
reaktionen.

Die mit Hülfe von Salpetersäure hergestellte wässrige 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:



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

Wird 1 g Calciumphosphat mit 3 cem 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 wässrige 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.

Eigen-
schaften
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 kohlen-saures Blei, $2\text{PbCO}_3 + \text{Pb}(\text{OH})_2$ (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).

Identitäts-
reaktionen.

Die Prüfung erstreckt sich auf die Bestimmung des Bleioxyd-gehaltes, 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 $2\text{PbCO}_3 + \text{Pb}(\text{OH})_2$ nach enthält das Präparat 86,2 % PbO.

1 g Bleiweiss wird in 2 cem Salpetersäure unter Zusatz von 4 cem 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 Eisenoxysalze, wodurch eine Blaufärbung, und auf Kupfersalze, wodurch eine Rothfärbung bewirkt würde).

Vorsichtig aufzubewahren!

Cuprum sulfuricum, Cuprisulfat, schwefelsaures Kupferoxyd, Kupfervitriol, $\text{CuSO}_4 + 5\text{H}_2\text{O}$, 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 Baryum-nitratlösung einen weissen, in Salzsäure unlöslichen Niederschlag

Identitäts-
reaktionen.

(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 Ferrocyanat, 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 Kohlensäureentwicklung zu einer grünlich gelben Flüssigkeit löslich. Die mit Wasser verdünnte Lösung giebt sowohl mit Kaliumferrocyanidlösung als mit Kaliumferricyanidlösung einen blauen Niederschlag.

Prüfung. Auf Schwefelsäuregehalt 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-Natriumthiosulfatlösung 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 $\frac{1}{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung 0,0056 g Eisen entspricht, 17 bis 17,8 ccm also $0,0056 \cdot 17 = 0,0952$ bis $0,0056 \cdot 17,8 = 0,09968$ 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 wässrige Lösung wird durch Kaliumferrocyanidlösung allein nicht verändert, aber auf Zusatz von Salzsäure erst schmutzig grün, dann rein blau (Berlinerblau) gefärbt. Identitäts-
reaktion.

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

Die mit überschüssiger verdünnter Salpetersäure erhitze, dann wieder erkaltete, wässrige Lösung (1 + 19) darf durch Silbernitratlösung nur opalisierend (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 Liqueur ferri oxychlorati Gesagte. 1 ccm der $\frac{1}{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung entspricht 0,0056 g Eisen, 5 bis 5,3 ccm, daher $0,0056 \cdot 5 = 0,028$ g bis $0,0056 \cdot 5,3 = 0,02968$ g Fe, welche Menge in 1 g Eisenzucker enthalten ist, also 2,8 bis 2,968 %.

Ferrum pulveratum, Limatura Martis praeparata, gepulvertes Eisen, $\text{Fe} = 56$, 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 Entwicklung 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 Kaliumferrocyanidlösung einen dunkelblauen Niederschlag (von Ferroferrocyanid oder Turnbull's Blau Bd. II, Cyanverbindungen). Identitäts-
reaktion.

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:



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

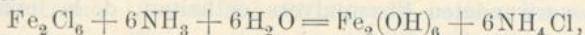
Zur Untersuchung auf fremde Metalle, wie Kupfer, Blei, überschichtet man einen Theil der vorstehend erhaltenen sauren Lösung mit Schwefelstoffwasser: es darf an der Berührungsfläche eine dunkle Zone nicht entstehen (eine solche kann von Bleisulfid oder Cuprisulfid herrühren).

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

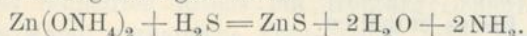
Prüfungsmethode bezweckt den Nachweis von Zink. Salpetersäure führt das Ferrochlorid in Ferrichlorid über (Bd. II, Eisen):



Ammoniak zerlegt das Ferrichlorid unter Abscheidung von Ferrihydroxyd:



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:

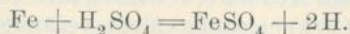


Bringt man den bei der Behandlung des Eisenpulvers mit verdünnter Salzsäure gebliebenen Rückstand mit Hilfe von Salpetersäure in Lösung, so darf die letztere nach Verdünnung mit Wasser weder durch Schwefelwasserstoffwasser dunkel (Blei- oder Kupfersulfid), noch durch überschüssige Ammoniakflüssigkeit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

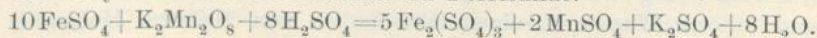
Das gepulverte Eisen soll in 100 Theilen mindestens 98 Theile reinen Eisens enthalten. Man führt eine Gehaltsbestimmung in folgender Weise aus:

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 titirt hierauf das ausgeschiedene Jod mittelst Zehntel-Normal-Natriumthiosulfatlösung. Zur Bindung des ausgeschiedenen Jods sollen mindestens 17,5 ccm Thiosulfatlösung verbraucht werden.

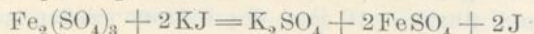
Durch die verdünnte Schwefelsäure wird das Eisen zu Ferrosulfat gelöst:



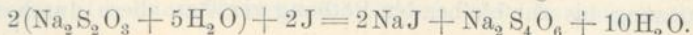
Kaliumpermanganatlösung bewirkt bei Gegenwart von Schwefelsäure eine Oxydation des Ferrosulfats zu Ferrisulfat:



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



und Natriumthiosulfat reagirt mit Jod im Sinne folgender Gleichung:



1 Mol. Natriumthiosulfat entspricht daher 1 Atom Jod oder $\frac{1}{2}$ Mol. Ferrisulfat oder 1 Mol. Ferrosulfat, oder 1 Atom Eisen, d. h. durch 1 ccm $\frac{1}{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung wird 0,0056 g Fe bestimmt. 17,5 ccm Thiosulfatlösung entsprechen $17,5 \cdot 0,0056 = 0,098$ 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, $\text{Fe} = 56$, 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.

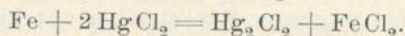
Der in Salzsäure unlösliche Rückstand von 1 g reducirten Eisens darf nicht mehr als 0,01 ($= 1\%$) betragen.

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.

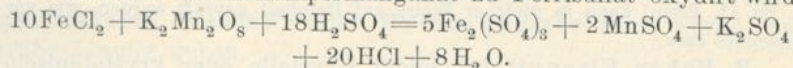
Zur Gehaltsbestimmung des reducirten Eisens verfährt man wie folgt: 1 g wird mit 5 g fein geriebenen Hydrargyrichlorids und 50 ccm Wasser in einem Fläschchen von 100 ccm Hohlraum eine Stunde im Wasserbade unter häufigem Umschwenken erwärmt und diese Flüssigkeit nach dem Erkalten mit Wasser auf 100 ccm 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 titirt 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:



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



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 $\frac{1}{2}$ Mol. Ferrisulfat oder 1 Mol. Ferrochlorid oder 1 Atom Eisen, d. h. durch 1 ccm $\frac{1}{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung wird 0,0056 g Fe bestimmt, und 16 ccm Thiosulfatlösung entsprechen $16 \cdot 0,0056 = 0,0896$ 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, $\text{FeSO}_4 + 7\text{H}_2\text{O}$; 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 feinkrystallisirte Salz verwenden (s. Bd. II, Eisen). Dasselbe bildet ein krystallinisches, an trockener Luft verwitterndes Pulver, welches sich in 1,8 Theilen Wasser mit grünlich-blauer Farbe löst.

Selbst die sehr verdünnte Lösung des Salzes giebt mit Kaliumferricyanidlösung einen dunkelblauen Niederschlag (von Ferriferrocyanid oder Turnbull's Blau), mit Baryumnitratlösung

Identitätsreaktionen.

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 wässriger 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, $\text{FeSO}_4 + \text{H}_2\text{O}$ (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 wässrige 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, $\text{Hg} = 200$, bildet ein flüssiges, stark silberglänzendes Metall vom spec. Gew. 13,573 bei 15° . Es wird bei $39,4^\circ$ 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.

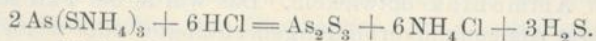
Quecksilberchlorid schmilzt beim Erhitzen im Probirrohre und verflüchtigt sich. Die wässrige Lösung röthet Lackmuspapier und nimmt auf Zusatz von Natriumchlorid neutrale Reaktion an. Aus der wässrigen Lösung fällt Silbernitratlösung weisses Silberchlorid, Schwefelwasserstoffwasser im Ueberschuss schwarzes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

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 wässrigen 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 sulfarsenigsäures Ammonium und arsenigsäures Ammonium löst (s. Bd. II):



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



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

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

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

Hydrargyriodid-Ammoniak bildet; letzteres löst sich sodann theilweise, theilweise bleibt Hydrargyrioxyd-Hydrargyriodamid $\text{HgJ}(\text{NH}_2) + \text{HgO}$ als rothbraunes Pulver zurück.

Prüfung. Durch die völlige Löslichkeit des Präparates in 20 Theilen siedenden Weingeistes wird die Abwesenheit von Hydrargyriodid, Hydrargyrioxyd und Hydrargyriarseniat festgestellt. Die erkaltete weingeistige Lösung sei farblos und röthe Lackmuspapier nicht. Eine Verunreinigung durch Hydrargyriochlorid 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, Hydrargyriochlorid, Mercuriochlorid, 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 Hydrargyriochlorid im Probirrohre erhitzt, so verflüchtigt es sich ohne zu schmelzen. Uebergiesst man Hydrargyriochlorid mit Natronlauge, so schwärzt es sich. Die Schwärzung rührt von der Bildung von Hydrargyrioxyd Hg_2O her.

Prüfung. Beim Erwärmen des Hydrargyriochlorids mit Natronlauge darf sich kein Ammoniak entwickeln. Das würde der Fall sein, wenn das Präparat Ammoniumverbindungen enthielte, oder wenn eine Verwechslung 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 Hydrargyriochlorids 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 angehängtes 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, Mercurchlorid, 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 geschlammtes, 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 Oxalbildung ein. Identitätsreaktion.

Die Prüfung betrifft den Nachweis von Stickstoffsauerstoffverbindungen, von Hydrargyriochlorid 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 Hilfe von Salpetersäure hergestellte wässrige Lösung (1 + 99) sei klar und werde durch Silbernitratlösung nur opalisierend 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 beigemischt 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.

Identitäts-
reaktion.

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).

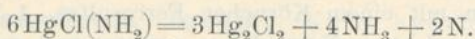
Prüfung.

Zum Nachweis von Quecksilberchlorid stellt man sich mit Hilfe von verdünnter Salpetersäure eine Lösung (1 + 99) her. Dieselbe sei klar und werde durch Silbernitratlösung nur opalisierend 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, $\text{HgCl}(\text{NH}_2)$, 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 Ammoniakentwicklung 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 Stickstoffentwicklung in Hydrargyrochlorid:



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 $\text{Hg}(\text{NH}_3\text{Cl})_2$ 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.

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 $17^\circ = 4,948$, Schmelzpunkt = 114° , Siedepunkt über 200° .

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

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-

Identitätsreaktionen.

Prüfung.

Identitätsreaktionen.

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) $\text{Fe}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]_3$. 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 Hilfe 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 $\frac{1}{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung entspricht 0,0127 g Jod (s. Aqua chlorata), 15,6 ccm daher $15,6 \cdot 0,0127 = 0,19812$ g,

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

Wird die wässrige 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.

Identitäts-
reaktion.

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

Prüfung.

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

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

$x = 0,044$ 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 Gasentwicklung) 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

$$\frac{\text{CO}_2 : \text{K}_2\text{CO}_3}{44 : 138} = 0,044 : x,$$

$$x = \frac{0,044 \cdot 138}{44} = 0,138 \text{ g K}_2\text{CO}_3 = 13,8\% \text{ Kaliumcarbonat.}$$

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

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

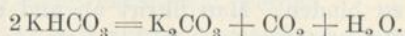
Die mit Salpetersäure übersättigte Lösung (1 + 49) darf weder durch Baryumnitratlösung (zeigt Sulfat an) sofort verändert, noch durch Silbernitratlösung mehr als opalisirend getrübt werden (ein kleiner Chlorgehalt ist also gestattet).

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

1 cem entspricht 0,056, 9 cem also $9 \cdot 0,056 = 0,504$ g KOH, die in 0,56 g des Präparates enthalten sein sollen ($= \frac{100 \cdot 0,504}{0,56} = 90\%$).

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 cem Normal-salzsäure ($= 0,056$) 10% KOH angezeigt.

Kalium bicarbonicum, Kaliumbicarbonat, doppelt-kohlensaures 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:



Identitäts-
reaktionen.

Kaliumbicarbonat braust, mit Säuren übergossen, lebhaft auf

(Kohlensäure). Die wässrige, 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 wässrige 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 wässrigen 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 wässrige 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 wässrige 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:

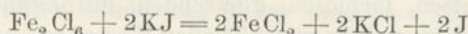


Aber nur wenn die Gelbfärbung sofort auftritt, kann man auf einen Gehalt an bromsaurem Salz schliessen, da bei längerer Einwirkung der freien Schwefelsäure auf den abgespaltenen Bromwasserstoff letzterer ebenfalls eine Zersetzung zu freiem Brom erfährt (vergl. Bd. II, Bromwasserstoff).

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 wässrige 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 wässrigen 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:



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 Chlorigehaltes führt man eine Titration mit Silbernitratlösung in ähnlicher Weise aus, wie bei Ammonium bromatum angegeben ist. 10 ccm einer wässrigen 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

KBr: AgNO₃, 1 ccm der $\frac{1}{10}$ Normal-Silbernitratlösung entspricht daher

$$\frac{0,3}{119} \\ 0,0119 \text{ g KBr, folglich } 0,0119 : 1 = 0,3 : x, \text{ also } x = \frac{0,3}{0,0119} = 25,21 \text{ ccm.}$$

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

$$\text{KCl: AgNO}_3 \text{ oder } 0,00745 : 1 = 0,3 : x, \text{ also } x = \frac{0,3}{0,00745} = 40,27 \text{ ccm.}$$

74,5

0,00745

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 $0,19 : x$,

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

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

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

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

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 wässrige Lösung braust, mit Weinsäurelösung übersättigt, auf (Kohlensäureentwicklung) und lässt einen weissen, krystallinischen Niederschlag fallen (von Kaliumbitartrat).

Identitäts-
reaktion.

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 wässrige 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 Silber-sulfid 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 wässrige 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 wässrigen, 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 $\frac{0,138}{2} \cdot 13,7 = 0,9453$ 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: s. reines Kaliumcarbonat.

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.

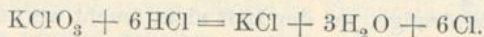
Diese Menge entspricht $\frac{0,138}{2} \cdot 13 = 0,897$ g = ca. 90% K_2CO_3 .

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

Identitäts-
reaktionen.
Prüfung.

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

Die wässrige Lösung, mit Salzsäure erwärmt, färbt sich grün-gelb und entwickelt reichlich Chlor: Identitätsreaktionen.



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

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

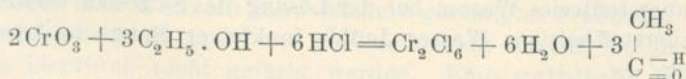
Die wässrige Lösung (1 + 19) darf weder durch Schwefelwasserstoff (Blei, Kupfer), noch durch Ammoniumoxalat (Kalk), noch durch Silbernitratlösung (Kaliumchlorid) verändert werden. 20 ccm der eben genannten wässrigen Lösung dürfen durch 0,5 ccm Kaliumferrocyanidlösung (Eisen) nicht verändert werden.

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 reducierend auf die Nitrate einwirkt.

Kalium dichromicum, Kaliumdichromat, doppelchromsaures Kalium, $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, bildet dunkelgelbrothe Krystalle, in 10 Theilen Wasser löslich, beim Erhitzen zu einer braunrothen Flüssigkeit schmelzend.

Die wässrige 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.



Das entstehende Chromichlorid ist lebhaft grün gefärbt.

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

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

Vorsichtig aufzubewahren!

Kalium jodat, 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.

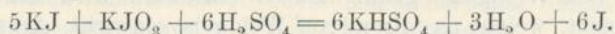
Identitäts-
reaktionen.

Die wässrige 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.

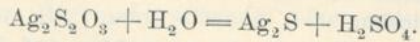
Am Platindraht erhitzt, muss das Salz die Flamme von Anfang an violett färben, eine Gelbfärbung zeigt Natriumsalz an. Bringt man zerriebenes Kaliumjodid auf befeuchtetes rothes Lackmuspapier, so darf dieses sich nicht sofort violettblau färben, anderenfalls enthält das Salz Alkalicarbonat. Die wässrige Lösung (1 + 19) wird auf Schwermetalle mit Schwefelwasserstoffwasser, auf Sulfat mit Baryumnitratlösung und auf Cyanid, wie folgt, geprüft: die wässrige 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:



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:



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 Wein-geist nahezu unlöslich.

Die wässrige 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 wässrige 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 15^0 und in 3 Theilen siedenden Wassers mit violett-rother Farbe lösen.

Identitäts-
reaktionen.

Die wässrige 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 Violetrothfärbung 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.

Identitäts-
reaktionen.

Die wässrige 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 Reaction 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 Eisenoxysalz 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 Reaction. 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 titirt. Es sollen 28 bis 28,2 ccm der letzteren verbraucht werden.

Da 1 Mol. $\frac{\text{NH}_3}{17}$ 1 Mol. HCl zur Sättigung erfordert, so entspricht 1 ccm Normalsalzsäure 0,017 g NH_3 , 28 ccm = $0,017 \cdot 28 = 0,476$ und 28,2 ccm = $0,017 \cdot 28,2 = 0,4794$ 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.

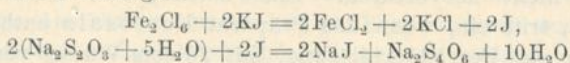
Liquor Ferri oxychlorati, flüssiges Eisenoxychlorid, dialysirte Eisenlösung (Darstellung s. Bd. II, unter Ferrichlorid) besteht aus einer braunrothen, klaren, geruchlosen Flüssigkeit von wenig zusammenziehendem Geschmack, welche in 100 Theilen nahezu 3,5 Theile Eisen enthält.

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 Ferrioxchlorid 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 titirt 20 ccm dieser Lösung mit Zehntel-Normalnatriumthiosulfatlösung.

Zufolge der Gleichungen:



entspricht 1 cem der $\frac{1}{10}$ Normalnatriumthiosulfatlösung 0,0056 g Fe. Zur Titration gelangen 20 cem der verdünnten Lösung = 1,12 g ursprünglich abgewogener Eisenoxychloridflüssigkeit. Sollen 100 Theile derselben 3,5 Theile Eisen enthalten, also $1,12 \text{ g} = \frac{3,5 \cdot 1,12}{100} = 0,0392$, und entsprechen 0,0056 g Fe

1 cem der Thiosulfatlösung, so die $0,0392 \text{ g} = \frac{0,0392}{0,0056} = 7$ cem.

20 cem der genannten verdünnten Lösung erfordern also 7 cem $\frac{1}{10}$ 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 Kaliumferrocyanid-Identitätsreaktionen. lösung tief blau (Berlinerblau) gefällt.

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

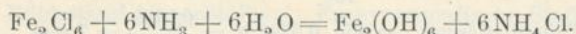
Bei Annäherung eines mit Ammoniakflüssigkeit benetzten Glasstabes oder eines mit Jodzinkstärkelösung getränkten Papierstreifens dürfen weder Nebel entstehen (von Ammoniumchlorid bei Anwesenheit freier Salzsäure), noch darf der Papierstreifen blau gefärbt werden (was bei Anwesenheit freien Chlors geschieht).

Wird 1 cem Ferrichloridlösung mit 3 cem Zinnchlorürlösung versetzt, so darf innerhalb einer Stunde eine Färbung (durch ausgeschiedenes elementares Arsen) nicht eintreten. — Werden 3 Tropfen mit 10 cem 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 Kaliumferrocyanidlösung 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:



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.

Identitäts-
reaktionen.

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 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ enthalten (s. Aq. Calcariae), in 4 Theilen also 0,00592 g, welche,

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

$$\frac{0,00592 \cdot 44}{74} = 0,00352 \text{ g CO}_2 \text{ binden können. 1 Theil Kalilauge darf}$$

demnach höchstens

$$0,00352 \text{ g CO}_2, \text{ bez. } \frac{0,00352 \cdot 138}{44} = 0,01104 \text{ g K}_2\text{CO}_3$$

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 cem der mit verdünnter Schwefelsäure gesättigten Kalilauge dürfen, mit 2 cem Schwefelsäure gemischt, dann mit 1 cem 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!

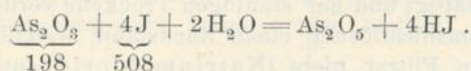
Liquor Kalii arsenicosi, Solutio arsenicalis Fowleri, Kaliumarsenitlösung, Fowler'sche Lösung, besteht aus einer stark alkalischen, in 100 Theilen 1 Theil arseniger Säure enthaltende Flüssigkeit.

Nach dem Ansäuern mit Salzsäure und darauffolgendem Zusatz von Schwefelwasserstoffwasser wird gelbes Arsentrisulfid gefällt. Identitäts-
reaktion.

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

5 cem der Kaliumarsenitlösung, mit 20 cem Wasser, 1 g Natriumcarbonat und einigen Tropfen Stärkelösung vermischt, müssen 10 cem Zehntel-Normal-Jodlösung entfärben; ein weiterer Zusatz von 0,1 cem 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:



1 cem $\frac{1}{10}$ Normal-Jodlösung enthält 0,0127 g Jod; diese Menge entspricht vorstehender Gleichung gemäss 0,00495 g As_2O_3 .

10 cem Jodlösung entsprechen 0,0495 g As_2O_3 (= 0,99%),

10,1 " " " 0,0500 " " (= 1,00%),

welche Menge in 5 cem 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 caustici), welche 0,00352 g CO₂ binden können. 1 Theil Natronlauge darf demnach höchstens

$$0,00352 \text{ g CO}_2, \text{ bez. } \frac{0,00352 \cdot 106}{44} = 0,00848 \text{ Na}_2\text{CO}_3$$

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.

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. Identitätsreaktionen.

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

Beim Glühen von Bleiglätte verliert dieselbe Feuchtigkeit und Kohlensäure; dieser Gewichtsverlust soll nicht mehr als 2⁰/₁₀ 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, kohlen-saures 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.

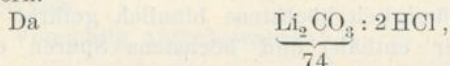
Lithiumcarbonat wird von Salpetersäure unter Aufbrausen (Kohlensäure) zu einer Flüssigkeit gelöst, welche am Platindraht in die nicht leuchtende Flamme gebracht, diese karminroth färbt (für Lithiumverbindungen kennzeichnend). Identitätsreaktionen.

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 wässrige 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.



so entspricht 1 ccm Normalsalzsäure 0,037 g Li_2CO_3 , 13,4 ccm entsprechen $13,4 \cdot 0,037 = 0,4958$ 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.

Identitäts-
reaktion.

Die mit verdünnter Schwefelsäure bewirkte Lösung giebt nach Zusatz von Ammoniumchloridlösung und überschüssiger Ammoniakflüssigkeit einen weissen, krystallinischen Niederschlag von Ammonium-Magnesiumphosphat, $\text{Mg}(\text{NH}_4)\text{PO}_4$ (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 opalisierend 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, $4\text{MgCO}_3 \cdot \text{Mg}(\text{OH})_2 + 4\text{H}_2\text{O}$ (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 Kohlensäureentwicklung zu einer Flüssigkeit, welche nach Zusatz von Ammoniumchloridlösung und überschüssiger Ammoniakflüssigkeit, mit Natriumphosphatlösung einen weissen, krystallinischen Niederschlag von Ammonium-Magnesiumphosphat $\text{Mg}(\text{NH}_4)\text{PO}_4$ giebt.

Identitäts-
reaktion.

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 wässrige 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 opalisierend 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 opalisierend getrübt werden.

Magnesium sulfuricum, Magnesiumsulfat, schwefelsaures Magnesium, Bittersalz, $\text{MgSO}_4 + 7\text{H}_2\text{O}$, 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.

Identitäts-
reaktion.

Die wässrige Lösung giebt mit Natriumphosphatlösung bei Gegenwart von Ammoniumchlorid und Ammoniak einen weissen, krystallinischen Niederschlag von Ammonium-Magnesiumphosphat (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.

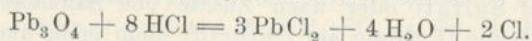
Bringt man das Salz am Platindraht in die nicht leuchtende Flamme, so soll es dieselbe nicht andauernd gelb färben, was bei Anwesenheit von Natriumverbindungen der Fall sein würde. Auf Arsen lässt das Arzneibuch mit Zinnchlorürlösung in der Weise prüfen, dass 1 g zerriebenen Magnesiumsulfats mit 3 ccm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

Die wässrige 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.

Identitäts-
reaktion
und
Prüfung.

Wird Mennige mit Salzsäure übergossen, so bildet sich unter Chlorentwicklung weisses, krystallinisches Bleichlorid:



Von Salpetersäure wird Mennige nur teilweise 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 Kohlensäureentwicklung völlige Lösung zu Bleinitrat statt:

Man löst 5 g Mennige in 10 ccm Salpetersäure und 10 ccm Wasser mit Hilfe 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.

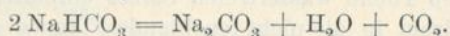
Vorsichtig aufzubewahren.

Natrium bicarbonicum, Natriumbicarbonat, doppelt-kohlensaures 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):



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.

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 $\frac{106 \cdot 100}{168} = 63,09$ 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 opalirend 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

Identitäts-
reaktionen.

Prüfung.

(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 Phenolphthaleinlösung 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 Phenolphthalein 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.

Identitäts-
reaktionen.

Am Platindraht in die nicht leuchtende Flamme gebracht, färbt es als Natriumverbindung dieselbe gelb. Die wässrige 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).

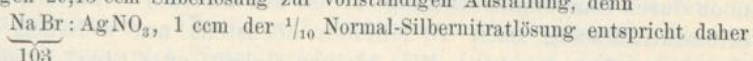
Die wässrige Lösung (1 + 19) darf weder durch Schwefelwasserstoffwasser (Blei- oder Kupfergehalt bedingen Dunkelfärbung), noch durch verdünnte Schwefelsäure (Probe auf Baryumbromid) verändert werden. — 5 ccm der erwähnten wässrigen Lösung, mit 1 Tropfen Ferrichloridlösung vermischt und alsdann mit Stärkelösung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

Auf Eisen wird in bekannter Weise mit Kaliumferrocyanid-
lösung geprüft.

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

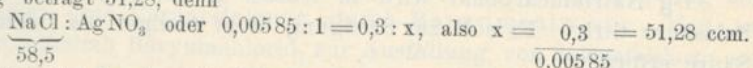
10 ccm einer wässerigen Natriumbromidlösung (3 g = 100 ccm)
des bei 100^o getrockneten Salzes dürfen, nach Zusatz einiger Tropfen
Kaliumchromatlösung, nicht mehr als 29,3 ccm Zehntel-Normal-
Silbernitratlösung bis zur bleibenden Röthung verbrauchen.

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



0,0103 g NaBr, folglich $0,0103 : 1 = 0,3 : x$, also $x = \frac{0,3}{0,0103} = 29,13 \text{ ccm.}$

Die 0,3 g Chlorid entsprechende Anzahl ccm $\frac{1}{10}$ -Normal-Silbernitrat-
lösung beträgt 51,28, denn



Gestattet das Arzneibuch 29,3 ccm Silberlösung zur Bindung des Halogens,
so ist ein der Differenz $29,3 - 29,13 = 0,17 \text{ ccm}$ entsprechender Gehalt an Chlorid
zulässig.

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

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

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

Multiplieirt man diese Zahl mit der 1 ccm Silberlösung entsprechenden Chlorid-
menge, also $0,3934 \cdot 0,00585$, so erhält man 0,00230139, welche Menge Chlorid
in 0,3 g des Präparates enthalten sein darf, oder

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

Natrium carbonicum, Natriumcarbonat, kohlen-
saures Natrium, Soda, $\text{Na}_2\text{CO}_3 + 10\text{H}_2\text{O}$. 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.

Identitäts-
reaktionen.

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 wässrige 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 titirt. Es soll zur Sättigung nicht weniger als 7 ccm der Säure erfordern.

Da nach dem Aequivalent $\frac{\text{Na}_2\text{CO}_3 + 10\text{H}_2\text{O}}{286}$

1 ccm Normalsalzsäure $\frac{286}{2000} = 0,143$ g Natriumcarbonat entspricht, so sind 7 ccm = $0,143 \cdot 7 = 1,001$ 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.

Identitäts-
reaktionen.

Am Platindraht erhitzt, färbt das Salz die Flamme gelb (Kennzeichen für die Natriumverbindung). Die wässrige 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 Eisenoxysalz, 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.

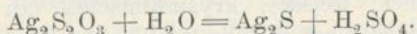
Am Platindraht erhitzt, färbt Natriumjodid die Flamme gelb (Kennzeichen für die Natriumverbindung). Die wässerige Lösung, mit wenig Chlorwasser gemischt und mit Chloroform geschüttelt, färbt letzteres violett (Nachweis des Jods). Identitätsreaktionen.

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 wässrige 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 herührend) 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 filtrirt; 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:



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 wässrige 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 wässrige 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. — Silbernitratlösung und Baryumnitratlösung dürfen die wässrige 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, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 + 12\text{H}_2\text{O}$, 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 wässrige 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 phosphorig-saures Natrium enthielt (s. Bd. II).

Vergl. auch Acidum phosphoricum!

Die wässrige 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 opalisierend getrübt werden. Ein kleiner Gehalt an Sulfat bez. Chlorid ist also gestattet.

Natrium sulfuricum, Natriumsulfat, schwefelsaures Natrium, reines Glaubersalz, $\text{Na}_2\text{SO}_4 + 10\text{H}_2\text{O}$, 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.

Identitäts-
reaktionen.

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

Prüfung.

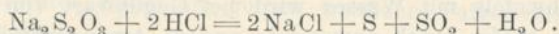
Die Prüfung hat sich auf Verunreinigungen durch Arsen, Schwermetalle, Magnesia und Kalk, sowie Natriumchlorid zu erstrecken.

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 wässrige 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, $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 + 5\text{H}_2\text{O}$, 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 wässrige Lösung bläut rothes Lackmuspapier schwach. Auf Zusatz von Salzsäure scheidet sich Schwefel ab und schweflige Säure entweicht:



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 eingeschlifftem 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.

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

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

Identitäts-
reaktionen.

Prüfung.

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).

Identitäts-
reaktionen.

Beim Erhitzen auf Kohle vor dem Löthrohre schmilzt Spiessglanz und verflüchtigt sich unter Schwefligsäureentwicklung in Form weisser Antimonoxyddämpfe, welche auf der Kohle einen weissen Beschlag bilden. Mit Salzsäure erwärmt, findet unter Schwefelwasserstoffentwicklung 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 ($= 0,5 \text{ ‰}$) 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. Identitäts-
reaktion.

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 beigemischt. 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 klümpertes 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!

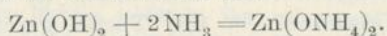
100 Theile Schwefel sollen beim Erhitzen höchstens 1 Theil Rückstand hinterlassen.

Talcum, Talk, Talkstein, Speckstein, fein gepulvertes Magnesiumsilikat (s. Bd. II, Magnesium), bildet ein fettig anzuführendes, 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.

Identitäts-
reaktionen.

Beim Erhitzen zersetzt sich das Zinkchlorid unter Ausstossung weisser Dämpfe und hinterlässt einen in der Hitze gelben Rückstand (Zinkoxyd). Die wässrige Lösung reagirt sauer und giebt sowohl mit Silbernitratlösung (Identität für Chlor), wie mit Ammoniakflüssigkeit (Zinkhydroxyd) weisse Niederschläge, die im Ueberschuss der letzteren löslich sind:



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, wässrige Lösung stark getrübt, und zur Auflösung des durch Weingeist bewirkten Niederschlags ist eine grössere Menge Salzsäure erforderlich, als oben zugelassen ist. — Die wässrige Lösung (1 + 9) darf, nach Zusatz von Salzsäure, weder durch Baryumnitratlösung 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.

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.

Identitäts-
reaktionen.

Die Prüfung hat sich auf Verunreinigungen durch Arsen, Sulfat, Chlorid, Carbonat, Kalk, Magnesia und auf fremde Metalle zu erstrecken.

Prüfung.

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!

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).

Prüfung.

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, $\text{ZnSO}_4 + 7\text{H}_2\text{O}$, besteht aus farblosen, an trockener Luft langsam verwitternden Krystallen, die von 0,6 Theilen Wasser gelöst werden, in Weingeist aber unlöslich sind. Die wässrige Lösung reagirt sauer und besitzt einen scharfen Geschmack.

Identitäts-
reaktionen.

Die wässrige 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 wässrigen 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 wässrige 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!