

## ERSTE ABTHEILUNG.

*Originalmittheilungen wissenschaftlichen und praktischen Inhalts.*

### 1. Abhandlungen.

#### **Ueber die Darstellung des Antimonoxydes durch Oxydation des käuflichen Antimonmetalles mittelst Salpetersäure,**

von F. L. WINCKLER.

Neuerdings sind wiederholt Zweifel gegen die Zweckmäßigkeit der Darstellung des Antimonoxydes durch Oxydation des Antimonmetalles mittelst Salpetersäure erhoben worden, da man dabei die Bildung der höheren Oxydationsstufen des Antimons beobachtet haben will. Nach meiner Erfahrung kömmt aber hiebei alles auf das Verfahren an, welches man anwendet. Schon seit länger als zehn Jahren bereite ich Brechweinstein aus salpetersaurem Antimonoxyd, und kenne keine Bereitungsart, welche, namentlich bei der Darstellung kleinerer Mengen dieses Präparates, einfacher und vortheilhafter wäre, als diese. Das erforderliche salpetersaure Antimonoxyd bereite ich auf folgende Weise: 10 Unzen möglichst feingepulvertenkäuflichen Antimonmetalles werden in einer porcellanenen Abrauchschale mit 30 Unzen roher Salpetersäure von 1,3 sp. G., welche man von dieser Stärke durch Mischen gleicher Gewichtstheile Säure von 1,517 sp. G. (wie man solche durch Destillation eines Gemisches von gleichen Gewichtstheilen salpetersauren Kalis und englischer Schwefelsäure, ohne Wasserzusatz, erhält) und Wasser gewinnt, so lange unter beständigem Umrühren mittelst eines Glas-

staves über mässigem Kohlenfeuer erhitzt, bis keine Entwicklung von salpetriger Säure mehr bemerkbar ist; hierauf werden noch 6 Unzen Salpetersäure von derselben Stärke zugesetzt, und das Erhitzen der Mischung unter fortgesetztem Umrühren unterhalten, bis die suspendirte pulverige Masse völlig weiss erscheint. Zur vollständigen Oxydation der angegebenen Menge Antimons reicht die vorgeschriebene Menge Säure vollständig aus, und ist noch in hinlänglichem Ueberschusse vorhanden, um fremde Bestandtheile des Antimons aufzunehmen. Die Arbeit ist in höchstens 1½ Stunden beendet, und wenn man dieselbe unter einem gutziehenden Rauchfang vornimmt, keineswegs belästigend. Ist die vollständige Oxydation des Antimons auf diese Weise erreicht, so verdünnt man die Mischung mit Wasser, und wäscht das sich sehr leicht und vollständig ablagernde salpeters. Antimonoxyd wiederholt mit Wasser aus, bis das abgegossene Wasser nicht mehr merklich sauer reagirt. Das getrocknete salpetersaure Antimonoxyd beträgt 14 Unzen, erscheint rein, kreideweiss von Farbe, und liefert mit 15 Unzen sauren weinsauren Kalis gegen 24 Unzen reinsten, kalkfreien Brechweinsteins. Es versteht sich von selbst, dass, behufs der Darstellung zum Brechweinstein, das salpetersaure Antimonoxyd nicht trocken angewendet zu werden braucht, sondern ausgewaschen, sogleich mit dem sauren weinsauren Kali zusammengegeben wird.

Durch Digestion mit kohlensaurem Natron oder mit Aetzammoniakflüssigkeit lässt sich das salpetersaure Antimonoxyd leicht entsäuren; von 14 Unzen desselben erhielt ich, nach der Behandlung mit Ammoniakflüssigkeit, 12 Unzen Oxyds.

Ueber der Weingeistflamme erhitzt, entwickelt das salpetersaure Antimonoxyd reichlich salpetrige Säure und wenig Wasser, der gelbe Rückstand ist ein sauerstoffreicherer Oxyd, welches mit saurem weinsaurem Kali fast keinen Brechweinstein bildet. Durch Digestion mittelst Ammoniaks wurden, bei Anwendung von 200 Gr. salpetersauren Antimonoxydes, 42 Gr. im Wasserbade vollständig ausgetrockneten salpetersauren Ammoniaks erhalten, und betrachtet man dieses mit dem kry-

stallisirten Salz gleich zusammengesetzt, so würde der Salpetersäuregehalt des Oxydes gegen 14 Procent betragen.

Die bei der Darstellung des salpetersauren Antimonoxydes erhaltenen Abwaschflüssigkeiten enthielten eine beträchtliche Menge Bleis, Kupfers und eine geringe Quantität arseniger Säure.

Jedenfalls ist hiedurch entschieden, dass sich bei der Oxydation des Antimons mit Salpetersäure von 1,3 sp. Gewicht fast nur Antimonoxyd bildet, und bei öfterer Wiederholung dieser Arbeit habe ich nie ein anderes Resultat erhalten; ein anderer Versuch überzeugte mich aber auch, dass selbst bei der Behandlung desselben Antimonmetalles mit Salpetersäure von 1,517 spec. Gewicht, und zwar unter Anwendung derselben Temperatur, fast nur reines Antimonoxyd gebildet wird. 240 Gr. gepulverten Antimonmetalles wurden mit der doppelten Gewichtsmenge Salpetersäure von der angegebenen Stärke übergossen und das Gemisch unter Umrühren über Kohlenfeuer erhitzt. Die Oxydation erfolgte äusserst stürmisch, und das gebildete salpetersaure Oxyd hinterliess bei der Digestion mit einem Ueberschuss von saurem weinsauren Kali nur eine sehr geringe Menge metallischen Antimons und kaum Spuren einer höheren Oxydationsstufe des Antimons. Zur Begutachtung und Prüfung meiner Präparate habe ich der Direction der pharmaceutischen Gesellschaft der Pfalz Proben übersendet. Die Resultate genauerer analytischer Untersuchungen der durch Oxydation des chemisch reinen Antimonmetalles mittelst Salpetersäure erhaltenen Producte, hoffe ich in Kürze berichten zu können.

Das in neuerer Zeit von Preuss zur Bereitung des Antimonoxydes vorgeschlagene Verfahren, hat sich mir nicht als zweckmässig bewährt.  $18\frac{1}{2}$  Unzen Antimons,  $9\frac{3}{4}$  Unzen Salpeters und  $8\frac{1}{2}$  Unzen sauren schwefelsauren Kalis wurden innig gemischt, diese Mischung löffelweise in einem rothglühenden Schmelztiegel verbrannt, und der Rückstand hierauf noch einige Zeit geglüht. Der zusammengesinterte Rückstand war im untern Raume des Tiegels halb geschmolzen,

erschien auf dem Bruche blassgrün, von der Farbe abgesehen, geschmolzener Kalischwefelleber ähnlich. Durch Zerreiben und Auskochen mit Wasser wurden 20 Unzen Antimonoxyds von gelbbrauner Farbe erhalten, welches an Salpetersäure noch beträchtliche Mengen Bleis und Kupfers abgibt, mithin noch sehr unrein ist.

Arsen konnte nicht mit Bestimmtheit darin nachgewiesen werden.

#### Nachschrift der Direct. der pharm. Gesellschaft der Pfalz.

Der Aufforderung des Herrn Dr. Winckler entsprechend, haben wir die uns von ihm gütigst überschickten Präparate: 1) salpetersaures Antimonoxyd, 2) Antimonoxyd, 3) Brechweinstein und 4) Schwefelantimon, aus Brechweinstein bereitet, geprüft. Nach briefl. Mittheilungen sind 1) und 2) nach Winckler's Verfahren durch Oxydation von Antimonmetall mittelst Säure von 1,3 sp. G., 3) aber aus salpetersaurem Antimonoxyd, bei der Oxydation metallischen Spiessglanzes mittelst Salpetersäure von 1,527 sp. G. erhalten worden.

Sämmtliche Präparate sind zunächst frei von das Antimon gewöhnlich begleitenden Metallen (so dass die Salpetersäure offenbar als Reinigungsmittel des meisten käuflichen Spiessglanzes wird dienen können). Das salpetersaure, völlig weisse Salz, von unkrystallinischem, pulverigem Ansehen, bietet genau die von Herrn Dr. Winckler angegebenen Merkmale dar, und wird bei Behandlung mit Weinstein bis auf eine sehr kleine Menge Rückstands in Brechweinstein umgewandelt, so dass jedenfalls nur sehr kleine Mengen höherer Oxyde das salpetersaure Salz begleiten. Das durch Aetzammoniak aus dem Nitrate abgeschiedene, nicht völlig weisse, pulverige Oxyd löst sich in verdünnter Essigsäure bis auf einen ganz geringen Rückstand allmählig auf; die abfiltrirte Flüssigkeit wird durch Cyaneisenkalium weiss, durch Schwefelwasserstoffgas lebhaft rothbraun niedergeschlagen. Der auf letzterem Wege erhaltene Niederschlag stimmt in allen Eigenschaften mit dem vom Herrn Verfasser eingesandten Schwefelantimon überein,

und beide Präparate gestatten schon vermöge ihrer feurigen Farbe auf einen gewissen Grad von Reinheit zu schliessen. Das erwähnte säurefreie Oxyd tritt an Wasser nichts ab, ist geschmacklos, nimmt in höherer Temperatur einen gelben Stich an, wird auf der Kohle vor dem Löthrohre sehr leicht reducirt, sublimirt sich in verschlossenen Gefässen, und geräth leicht in's Schmelzen, nach dem Erkalten eine perlgraue krystallinische Masse bildend. In conc. Salzsäure ist das fragliche Präparat völlig löslich, und Schwefelwasserstoffgas schlägt die Lösung dunkel orangefarbig nieder. Bei Behandlung des Antimonoxyds mit Weinstein und Wasser bleibt ein nur sehr kleiner Rückstand zurück. Der uns überschickte Brechweinstein stellt fast farblose, durchscheinende, glänzende Oktaëder mit rhombischer Basis dar, ist nicht hygroskopisch, in 15,2 Th. kalten destillirten Wassers ganz löslich, und verhält sich gegen Cyaneisenkalium und Schwefelwasserstoffgas in der oben angedeuteten Weise. Mit Rücksicht auf die von Herrn Dr. Winckler angegebenen Verhältnisse ist somit die Herstellung salpetersauren Antimonoxydes behufs der Bereitung des Brechweinsteins gewiss äusserst empfehlungswerth.

### **Verfälschung des Bittersalzes,**

von Dr. E. RIEGEL,

Apotheker in St. Wendel.

Die äussere Beschaffenheit eines mir zugekommenen Bittersalzes, das ausser wenigen kleinen, nadelförmigen Krystallen, in welcher Form das Bittersalz, wie bekannt, gewöhnlich im Handel vorkommt, eine bedeutende Menge zertrümmerter, grösserer rhomboëdrischer Krystalle wahrnehmen liess, erregte bei mir den Verdacht einer Verfälschung mit Kali- oder Natriumsulphat. Um mich von der Anwesenheit dieser Alkalien zu überzeugen, unterwarf ich das Salz folgender Prüfung. Die Auflösung desselben in der gehörigen Menge Wassers ward mit einem Ueberschusse von essigsaurem Baryt versetzt,

die von dem schwefelsauren Baryt abfiltrirte Flüssigkeit, die überschüssigen essigsauren Baryt, essigsäure Magnesia und die etwa vorhandenen Alkalien ebenfalls in Verbindung mit Essigsäure enthielt, zur Trockne verdunstet, und der Rückstand geglüht. Die geglühte Masse, ausser Magnesia die übrigen Basen im Zustande der kohlsauren Verbindung (bei zu schwacher Glühhitze bleibt die Magnesia auch mehr oder weniger kohlsäurehaltig zurück) enthaltend, ward mit heissem Wasser behandelt; die erhaltene Lösung gab durch Verdunsten eine nicht geringe Menge einer weissen Salzmasse, die einen kühlensalzigen Geschmack besass, stark alkalisch reagirte und in Wasser leicht löslich war. Durch das Verhalten gegen Reagentien, besonders aber gegen das Löthrohr, gab sich die Salzmasse als kohlsaures Natron zu erkennen; die bedeutende Menge desselben verräth eine Verfälschung des Bittersalzes mit Natronsulphat. Die rhomboëdrische Gestalt der weniger zertrümmerten Krystalle, die deutlicher unter dem Vergrößerungsglase bemerkt werden konnte, so wie das schwache Knistern beim Erhitzen des Salzes, liessen vermuthen, dass die angeführten Krystalle schwefelsaure Natron-Talkerde seien. Eine möglichst genaue Untersuchung derselben sollte über die Richtigkeit oder Unrichtigkeit dieser Ansicht Aufschluss geben.

Es wurden demnach 50 Gran der ausgesuchten, grössern, am wenigsten zertrümmerten Krystalle in Wasser gelöst, die Lösung bis zur gänzlichen Präcipitation der Schwefelsäure mit essigsauerm Baryt versetzt und das Ganze gelinde erwärmt. Die von dem schwefelsauren Baryt abfiltrirte Flüssigkeit ward zur Trockne abgedampft, geglüht und mit einem Ueberschusse von Schwefelsäure versetzt. Die schwefelsaure Natronlösung wurde eingedampft und der Rückstand zur Entfernung der überschüssigen Schwefelsäure mit kohlsaurem Ammoniak, nach der Vorschrift von Berzelius, stark geglüht. Der geglühte Rückstand von schwefelsauerm Natron wog 17,5 Gran.

Der bei Behandlung mit heissem Wasser ungelöst gebliebene

Rückstand ward in Chlorwasserstoffsäure gelöst, die vorhandene Baryterde unter den bekannten Cautelen durch Schwefelsäure ausgefällt, und die von dem entstandenen Präcipitate abfiltrirte Flüssigkeit zur Trockne verdunstet, gegläht und gewogen. Sie betrug 18,75 Gran schwefelsaurer Magnesia.

Der Wassergehalt ward auf die bekannte Methode durch Erhitzen im Platintiegel bestimmt und zu 27 Procent gefunden.

Die Zusammensetzung der Krystalle berechnet sich demnach, wie folgt:

Schwefelsaure Magnesia . . .	37,50
Schwefelsaures Natron . . .	35,00
Wasser . . . . .	27,00
Verlust . . . . .	0,50
	<hr/>
	100,00

Oder :

Gefunden:		Berechnet:	
Magnesia . . . . .	12,583	Magnesia . . . . .	11,104
Natron . . . . .	15,393	Natron . . . . .	16,803
Schwefelsäure . . . . .	44,884	Schwefelsäure . . . . .	43,084
Wasser . . . . .	27,140	Wasser . . . . .	29,009
	<hr/>		<hr/>
	100,000		100,000

Nach Murray besteht die schwefelsaure Natron-Talkerde aus:

Schwefelsaurer Magnesia . . .	32
Schwefelsaurem Natron . . .	39
Wasser . . . . .	28
	<hr/>
	99

Die vorstehende Untersuchung gibt die Bestandtheile der erwähnten Krystalle ziemlich übereinstimmend mit den von Murray gefundenen Bestandtheilen der schwefelsauren Natron-Talkerde, so wie der durch Rechnung gefundenen. \*) Der

\*) Ein ähnliches Präparat ist auch mir schon unter der Bezeichnung „Bittersalz“ vorgekommen. Es waren rhomboëdrische, luftbeständige, unschmelzbare, in der Hitze knisternde, wasserreiche Krystalle, die von 3 Theilen Wassers aufgenommen wurden. Es war

grössere Gehalt an Magnesia und Schwefelsäure möchte wol in den dem untersuchten Salze anhängenden und wegen der Zertrümmerung schwierig ganz davon zu trennenden Krystallen von reiner schwefelsaurer Talkerde zu suchen sein.

Aus dem Vorhergehenden lässt sich mit grosser Wahrscheinlichkeit annehmen, dass das fragliche Bittersalz grösstentheils aus dem erwähnten Doppelsalze, schwefelsaurer Natron-Talkerde, bestand, und einige Krystalle von reiner schwefelsaurer Talkerde (bei einer besondern Prüfung wurden diese als solche erkannt) beigemischt enthielt.

Zum Schlusse diene noch die Bemerkung, dass ich das Salz unter dem Namen Bittersalz von einem Freunde, bei dem das äussere Ansehen ebenfalls den Verdacht einer Verfälschung erweckte, zur Untersuchung erhielt und dass, die Bezugsquelle zu ermitteln, mir nicht gelungen ist.

### Ueber das Rumicin, den gelben Farbestoff der Radix Lapathi.

von Dr. E. RIEGEL.

Zur Darstellung dieses interessanten Körpers wurden mehrere Methoden versucht, die hier angeführt werden sollen. 1) Die Wurzel *Rad. Lapathi* \*) wurde mehrere Mal kalt mit Alcohol von 92% ausgezogen, die vereinigten Auszüge zur Entfernung des Alcohol der Destillation unterworfen. Der Rückstand von der Destillation, abgedampft, gab ein dunkelgelbbraunes Extract, das mit einer grossen Menge Wassers behandelt wurde; das Unlösliche, von der Flüssigkeit abfiltrirt, ward mit kochendem Wasser behandelt, wobei sich ein gelblicher Körper beim Erkalten ausschied. Diese Masse wurde so oft

dies also offenbar kein Gemenge von Glaubersalz und Bittersalz, welches letztere nicht selten im Handel vorkommt. Nach Geiger kommt bekanntlich auch schwefelsaure Kali-Magnesia statt des Bittersalzes vor. J. E. H.

\*) Von *Rumex obtusifolius* Linné.



mit kochendem Wasser versetzt, als die überstehende Flüssigkeit noch von Eisenchloridlösung dunkel gefärbt wurde. Das bei diesen Operationen sich ausscheidende Rumicin wurde in absolutem Alcohol aufgelöst, die Auflösung durch Destillation und Verdunsten vom Alcohol befreit und der hierbei bleibende Rückstand in reinem Aether aufgelöst. Aus der ätherischen Auflösung schied sich nach dem Abdestilliren und Verdunsten des Aethers in sehr gelinder Wärme das Rumicin in kleinen körnigen oder warzenförmigen, schön gelben, schwach ins Röthliche ziehenden Krystallen aus.

2) Das geistige Extract der Grindwurzel ward in kaltem Wasser aufgelöst, die trübe Auflösung so lange mit Schwefelsäure, Chlorwasserstoffsäure oder Salpetersäure versetzt, als noch ein schnell zusammenballender, dunkler Niederschlag entstand. Dieser Niederschlag wurde mit kaltem Wasser gewaschen, in kochendem Wasser aufgelöst und das beim Erkalten sich ausscheidende Rumicin durch Behandlung mit absolutem Alcohol und Aether, wie oben angegeben, gereinigt.

3) Das geistige Extract ward in kaltem Wasser aufgelöst, die trübe Auflösung im Ueberschusse mit Aetzammoniak versetzt; zu der klaren, dunkelpurpurothen Flüssigkeit ward so lange eine Auflösung von Alaun gegossen, als diese noch einen rothen, dem Florentinerlak ähnlichen Niederschlag hervorbrachte. Dieser, gehörig ausgesüsst, wurde so lange mit verdünnter Schwefelsäure behandelt, bis sich die rothe Farbe des Niederschlags in eine gelbe umänderte. Der von der überstehenden Flüssigkeit abfiltrirte Präcipitat lieferte nach gehörigem Auswaschen mit kaltem Wasser und der angegebenen Reinigung mit Alcohol und Aether das Rumicin in reinem Zustande. Es wurde nach der Methode, die Vaudin zur Darstellung des Rheins empfahl, ein Theil gröblich gepulverter *Radix Lappathi* mit 8 Thl. Salpetersäure von 32° B. in einem Glasgefäße 24—36 Stunden bei einer Temperatur von 60—80° C. digerirt. Die braungelbgefärbte Flüssigkeit ward von dem Rückstande abfiltrirt, zur Syrupconsistenz gebracht und dann mit Wasser verdünnt. Das sich ausschei-

dende schmutziggelbe Rumicin ward durch Aussüssen mit Wasser und Behandlung mit Alcohol und Aether gereinigt.

Das auf verschiedene Weise dargestellte Rumicin ward zur weitem Reinigung nach der Vorschrift von Geiger mehre Tage in gelinder Wärme mit Salpetersäure behandelt, wodurch es eine rothbraune Farbe erhielt. Noch feucht ward es mit Aether digerirt, der eine gesättigt rothgelbe Farbe dadurch erhielt und die ätherische Lösung mit Bleioxydhydrat behandelt, bis die Flüssigkeit rein gelb erschien. Das nach Entfernung des Aethers erhaltene Rumicin war schön goldgelb mit einem schwachen Stich ins Röthliche, und färbte sich nicht an der Luft.

5) Am leichtesten jedoch gelang die Darstellung des Rumicins durch Behandlung mit Aether, wie dies aus dem Gang der Analyse hervorgeht. Es wurde zu diesem Zwecke, wie Brandes zur Darstellung des Rhabarbergelbes empfohlen, gröblich gepulverte *Radix Lapathi* mit reinem Aether wiederholt ausgezogen, bis dieser nichts mehr aufzulösen schien. Der Aether wurde aus den einzelnen Auszügen bis auf geringen Rückstand abdestillirt, aus dem sich beim Erkalten eine geringe Menge einer körnigen, krystallinischen, bräunlichgelben Masse absonderte, die von der überstehenden Flüssigkeit abfiltrirt, zwischen Fliesspapier gepresst und getrocknet wurde. Diese gelbe krystallinische Substanz wurde zur weitem Reinigung mit Alcohol von 75% gekocht und die Auflösung abfiltrirt; aus derselben schieden sich beim Erkalten kleine, schön gelb gefärbte Krystalle aus. Diese wurden gesammelt und durch mehrmalige Wiederholung dieser Operation in möglichst reinem Zustande erhalten.

In diesem Zustande besteht das Rumicin aus kleinen, körnigen und warzenförmig zusammengehäuften Krystallen, die getrocknet als ein körniges Pulver erscheinen und unter dem Mikroskope keine bestimmte Form erkennen lassen. Es besitzt eine schöne hochgelbe Farbe mit einem sehr schwachen Stich ins Röthliche, färbt den Speichel hochgelb, hat einen eigenthümlichen, schwach reizenden Geruch, der an frische

Grindwurzel erinnert und einen schwach bitterlichen Geschmack.

Es verändert sich nicht an der Luft; beim vorsichtigen Erhitzen in einem Destillirapparate scheint sich ein Theil davon unverändert zu verflüchtigen, wenigstens konnte ich in dem Verhalten des gelben krystallinischen Anflugs und des nicht sublimirten Rumicins keinen Unterschied finden. Beim Erhitzen im Platinlöffel fliesst es sogleich zu einer dunkeln, rothbraunen Flüssigkeit und entwickelt schön gelbgefärbte Dämpfe, worauf dichte weisse folgen, die einen eignen Geruch besitzen; eine lockere, aufgeschwollene Kohle bleibt zurück, die beim stärkern Erhitzen völlig verschwindet. Eine Ammoniakentwicklung konnte sowol hiebei, als beim Erhitzen nicht wahrgenommen werden.

In Wasser ist das Rumicin sehr schwer löslich, 500 Th. kalten Wassers lösen kaum 1 Th. davon auf; die Auflösung ist schwach gelblich. Kochendes Wasser löst etwas mehr auf, ungefähr 300 Th. 1 Theil. Die Auflöslichkeit des Rumicins in Alcohol ist auch nicht bedeutend, 410 Th. Alcohol von 75% lösen bei gewöhnlicher Temperatur ungefähr 1 Th. auf, und etwas mehr in der Siedhitze. Absoluter Alcohol wirkt stärker auflösend, in der Wärme ebenfalls mehr, als in der Kälte; 1 Theil Rumicin erfordert ungefähr 100 Th. kochenden absoluten Alcohol zur Auflösung. Aether nimmt ebenfalls keine grosse Menge davon auf, die Auflösung besitzt eine schön gelbe Farbe. Mandelöl löst eine geringe Menge Rumicins auf, ebenso Mohnöl, Olivenöl und Nussöl; in der Siedhitze löst es sich vollständig in diesen Oelen auf, die dadurch eine gesättigt gelbe Farbe annehmen. Terpentingöl, Citronen-, Bergamott- und Cajeputöl, sowol rectificirtes als nicht rectific., lösen ebenfalls in der Kälte eine geringe Menge dieses Körpers auf, die in der Hitze zunimmt. Ebenso verhalten sich die meisten andern ätherischen Oele, als: Kamillen-, Schafgarben-, Pfeffermünze-, Krausemünze-, Sadebaum-, Dostenöl etc.; etwas geringer scheint die Auflöslichkeit in Zimmt-, Nelken- und Baldrianöl zu sein. Essigäther, *Spiritus nitrico-* und *Spiritus muria-*

*tico-äthereus*, Schwefelkohlenstoff etc. lösen gleichfalls eine geringe Menge von Rumicin auf. Sämmtliche Auflösungen besitzen eine mehr oder weniger gelbe Farbe, und man kann sich von der Gegenwart des Farbestoffs in denselben durch Zusatz von einigen Tropfen Aetzammoniaks überzeugen, das sogleich eine vom Hellrothen bis in's tief Dunkelpurpurrothe übergehende Färbung, je nach der Menge der aufgelösten Substanz, hervorbringt. Am ausgezeichnetsten ist das Verhalten des Rumicins gegen Alkalien. Etwas davon mit einigen Tropfen Aetzkalkflüssigkeit versetzt, nimmt sogleich eine intensiv dunkelpurpurrothe oder blutrothe Farbe an, und es erfolgt eine vollständige Auflösung. Diese besitzt eine solche tingirende Kraft, dass 1 Gr. Rumicins, in Aetzkali gelöst, 5000 Gr. noch schön blassroth färbt, bei einer 30,000fachen Verdünnung ist die Farbe schwach gelb. Aehnlich das Verhalten gegen Aetzammoniakflüssigkeit, die das Rumicin ebenfalls sehr leicht zu einer tief dunkelrothen Flüssigkeit auflöst, die eine ebenso starke, ja fast noch stärkere tingirende Kraft besitzt, als die Auflösung in kaustischem Kali. Bei einer 50,000fachen Verdünnung war die Farbe noch schwach röthlich. Die Auflösungen von kohlensaurem Kali, Natron und Ammoniak verhalten sich gegen das Rumicin fast ebenso, wie die kaustischen Alkalien, nur sind die Erscheinungen schwächer. 1 Gr. mit einer concentrirten Auflösung von kohlensaurem Natron gibt eine dunkelrothe Auflösung, die bei einer 500fachen Verdünnung noch dunkelrosenroth gefärbt erscheint. Die Auflösung in kaustischem Kali oder Ammoniak gibt mit basischem und neutralem essigsauerm Blei, Chlorcalcium und Chlorbaryum röthlichgelbe Niederschläge; die überstehende Flüssigkeit ist vollkommen farblos. Kalkwasser wird ebenfalls durch Rumicin dunkelroth gefärbt; die Auflösung lässt nach einiger Zeit einen dunkelrothen Niederschlag, eine Verbindung von Rumicin mit Kalk (rumicinsaueren Kalk), fallen; die überstehende Flüssigkeit ist ungefärbt. Auch die organischen Alkalien, Atropin, Hyoscyamin, Chinin etc., färben dasselbe intensiv purpurroth, so dass es als eins der empfindlichsten Reagentien auf Alka-

lien angesehen werden kann. Die alkalischen, rothgefärbten Auflösungen des Rumicins werden durch Säuren gelb gefärbt; ein Ueberschuss von Alkali ruft jedoch die rothe Farbe wieder hervor. Concentrirte Schwefelsäure löst es zu einer dunkelrothen, etwas in's Violette übergehenden Flüssigkeit auf. Wasser fällt daraus unverändertes gelbes Rumicin. Beim Erhitzen der Lösung geht die Farbe derselben mehr in die blaue über und beim Kochen schwärzt sie sich unter Entwicklung von schwefliger Säure. Wird das aus der schwefelsauren Auflösung durch Wasser gefällte Rumicin in einer Auflösung von kohlen-saurem Kali gelöst, so kann in derselben keine Schwefelsäure entdeckt werden. Es scheint also, dass das Rumicin keine Verbindung mit Schwefelsäure eingehe. Salpetersäure wirkt bei gewöhnlicher Temperatur nicht darauf; in der Hitze löst es sich darin mit rother Farbe, die bald in Gelb übergeht. Es entwickeln sich hiebei wenig rothe Dämpfe. Aus der salpetersauren Auflösung fällt Wasser unverändertes Rumicin aus. Alaunauflösung fällt aus der alkalischen Rumicinauflösung einen schönen, amarantrothen, in Wasser unlöslichen Niederschlag, wobei die Flüssigkeit völlig entfärbt wird.

Die wässrige Auflösung des Rumicins wird von schwefelsaurem Eisenoxydul, neutralem essigsaurem Blei, Quecksilberchlorid und salpetersaurem Silber nicht verändert, in der mit einem Alkali versetzten Auflösung entstehen durch diese Reagentien verschieden gefärbte Niederschläge, deren Farbe durch freie Säure in die gelbe umgewandelt wird. Salpetersaures Quecksilberoxydul und basisch essigsaures Blei erzeugen in der wässrigen Lösung gelblichweisse und röthliche Flocken.

Eisenchlorid färbt die Auflösung bräunlichgrün;\*) Zinnchlorür trübt sie unter Entfärbung und Abscheidung eines blassgelben Niederschlags.

Das Rumicin theilt, wie aus dem Angeführten hervorgeht,

\*) Vielleicht wegen spurweisen Rückhalts an Tanningensäure?  
Die Red.

die meisten Eigenschaften des Rhabarbarins, und es möchte die Identität beider Substanzen nicht sehr in Zweifel zu ziehen sein. \*)

### Ueber die Vorräthighaltung des Eises in den Apotheken,

von C. HOFFMANN.

Im medicinischen Argos (II, S. 678) verlangt Herr Dr. Schreiber in Leipzig, dass in den Apotheken Eis stets vorräthig gehalten werde.

Die Apotheker haben seit mehren Decennien mit Opfern mannigfaltiger Art die Stufe zu erkämpfen gesucht, welche die Wissenschaft ihnen anweist, mit um so grössern, als durch die weiterschreitende Kultur, aber auch durch manche Verirrungen des menschlichen Verstandes ihr Nahrungszweig einen empfindlichen Stoss erleiden musste und wirklich erlitten hat. Dazu kamen noch die Materialisten, Kaufleute und Krämer, welche fast allenthalben, bestehenden Gesetzen und Verordnungen zum Hohn, ungestraft ihr den Apotheker beeinträchtigendes Wesen treiben! Doch das sind Uebergangsperioden in einer vielbewegten Zeit, und es leidet hoffentlich keinen Zweifel, dass die Pharmacie siegreich daraus hervorgehen werde, d. h. dass die Vernünftigen bald zum Bewusstsein kommen, und dass die Regierungen endlich den Krebschaden, den die Krämer veranlassten, mit Einem gutgeführten Schutte ausmerzen werden.

Gewiss ist übrigens, dass unter solchen Verhältnissen dem Apotheker jegliche, seinem Berufe nicht entgegenstrebende, Schonung zu Theil werden sollte. Verlangt ein Arzt ein neues

---

\*) Wir verdanken dem Herrn Verfasser auch eine sehr umfassende Analyse der *Radix Lapathi acuti*, die wir nächstens veröffentlichen werden. Möchte Hr. Dr. Riege seiner Zeit eine vergleichende Elementar-Analyse des sogenannten Rhabarbarins und des Rumi-cins nachfolgen lassen!

Die Red.

Arzneimittel, irgend ein neues Präparat, so säumt gewiss kein Apotheker, oft mit grossen Kosten dasselbe sich anzuschaffen oder zu bereiten, — nicht selten, um nach Verbrauch einer geringen Quantität es für immer zu dem Wüste obsoleter Mittel zu stellen oder es verdorben wegzuerwerfen. Dessen ungeachtet kommt jeder Apotheker mit Eifer dieser Pflicht, welche der Staat nicht nur, sondern auch die Wissenschaft an ihn macht, nach. Wenn jedoch das Verlangen manches Arztes so weit geht, Ungeeignetes von dem Apotheker zu begehren, so halte ich es für keine geringere Pflicht, dieser Forderung mit Ernst im Interesse des ganzen Standes zu begegnen.

So erlässt nun Herr Dr. Schreber, wie oben berührt, den „Wunsch und Vorschlag,“ das Eis solle jeder Zeit aus den Apotheken erhalten werden können. Nach einer Anrührung dieses Heilmittels sagt er: „Ein solches Mittel muss man bekommen können, und zwar zu jeder Zeit da, wo man es, gleich andern Heilmitteln, zu verlangen berechtigt ist, — in den Apotheken.“ Der Verfasser verwechselt hier von vornherein die Begriffe von Heilmittel und Arzneimittel; aber es ist fast dem Laien nicht fremd, dass letzteres stets das erstere, allein ersteres nicht immer das letztere in sich schliesst, — und dass nur Arzneimittel aus den Apotheken gefordert werden können, versteht sich wol von selbst. Arzneimittel aber heissen solche Mittel,\*) welche ausschliesslich, — oder beinahe ausschliesslich, — zum Zwecke der Heilung der Krankheiten, in eigenen Vorrathsbehältnissen — Apotheken — verwahrt, und nach ärztlichen Vorschriften verwendet werden. Diese Begriffs-Bestimmung passt selbst auf die Blutegel, auf das Eis aber lässt sie sich nicht anwenden. Dem Vorschlage des Herrn Dr. Schreber widerspricht somit die objective Stellung des Apothekers. Selbst die in ihren Anforderungen nicht karge bayer. Apotheker-

\*) Buchner's Inbegriff der Pharm. I, §. 6 u. ff.

ordnung vom Jahr 1837 fordert doch im §. 21, Nro. 4 nur „wo möglich eine Eisgrube.“

In praktischer Hinsicht ist diese Zumuthung grösstentheils unausführbar. Wo befinden sich gegenwärtig Eisgruben? Nur in grössern Städten, da wo die Conditoren desselben für die Feinschmeckerei des Publikums bedürfen. In kleinern Städten findet man eine solche Anstalt nicht, und wenn auch mit grossen Kosten der eine oder die zwei Apotheker des Ortes eine Eisgrube errichten würden, so müsste sie gewöhnlich so weit von der Apotheke, zumal in nassen, niedrig gelegenen Orten, entfernt sein, dass bei schnell verlangter Hülfe, oft zur Nachtzeit, durch die nothwendig verzögerte Herbeischaffung des Eises der kostbarste Moment, und damit auch der Zweck der Eisanwendung verloren gehen müsste. Auch der ziemlich theuere Malapert'sche Eisbildungs-Apparat bietet in der Praxis mehr als ein Hinderniss dar. — Eine verhältnissmässig hohe Taxe des Eises will Herr Dr. Schreiber dem Apotheker gestatten; dies ist aber, wie ich vermuthen muss, eine *captatio benevolentiae*, die jeder Apotheker zu würdigen wissen wird, denn so wenig man auch dem Publikum dafür abverlangt, es würde dennoch, den Maassstab der Procente anlegend, den Preis enorm finden, in so ferne es in Betracht zöge, dass dies Mittel nur gefrorenes Wasser ist. *Exempla sunt odiosa!*

Was nun die wissenschaftliche Begründung obiger Forderung anbelangt, so glaube ich, dass gar keine Gründe sie zu unterstützen vermögen. Der Verfasser gibt dem Eis den Vorzug vor den Schmucker'schen Fomentationen und hält die Anwendung des Eises „in Schweinsblasen am passendsten und bequemsten, und zwar schon deshalb, weil damit „der Vortheil, die Kälte trocken anzuwenden, verbunden ist.“ In warmen Zimmern, zumal auf der Hautwärme auch in kalten, schmilzt das Eis; in Schweinsblasen eingebunden, wird der Kranke davon freilich nicht genässt, — eben so wenig aber auch von den Schmucker'schen Fomentationen, wenn sie auf diese Art angewendet werden, wie ich schon sehr häufig



gesehen. In allen Lehrbüchern der Chemie und Physik finden sich Vorschriften, nach welchen ein beliebiger Kältegrad, im Sommer selbst bis zu  $-24^{\circ}$  R., erzeugt werden kann, und werden diese Kälte erzeugende Mittel in eine Schweinsblase geschlossen, so mögen sie noch bei Weitem dem Eise vorzuziehen sein.

Der Vorschlag des Herrn Verfassers zerfällt daher aus allgemein pharmaceutischen, aus praktischen und aus wissenschaftlichen Gründen in sich selbst, 1) weil dem Apotheker überhaupt aus principiellen Rücksichten die Verpflichtung eines Eisdepositärs nicht zugemuthet werden kann, 2) weil die Aufbewahrung des Eises oft ganz unthunlich ist und weil der Zweck dadurch sehr häufig gar nicht erreicht wird, und 3) weil die Medicin hinlängliche zweckmässigere Mittel zur Substitution des Eises in Krankheitsfällen besitzt.

---

## 2. Notizen.

### *Formyljodid.*

Nach Serullas, der bekanntlich zuerst das Formyljodid oder Jodoform darstellte, wird zur Bereitung dieses Körpers eine alcoholische Auflösung von Jod mit einer Auflösung von kaustischem Kali in Alcohol vermischt und der Mischung Wasser zugefügt, wodurch das Formyljodid als ein gelber krystallisirter Körper sich ausscheidet. Besser und praktischer jedoch als diese Methode darf die von Wittstock genannt und empfohlen werden. Nach derselben wurden  $1\frac{1}{2}$  Unzen Jods, 10 Drachmen kohlsauren Kalis (aus Weinstein bereitet), 6 Drachmen Alcohols von 0,835 sp. Gewicht und  $4\frac{1}{2}$  Unzen Wassers gemengt, und das Gemenge in einem Kolben so lange erhitzt, bis es farblos geworden. Das von der überstehenden Flüssigkeit abfiltrirte Formyljodid besass, getrocknet, ein schön gelbes, krystallinisches Ansehen, und betrug 75 Gran; von dem etwa anhängenden

Kalibicarbonat, das sich bei der Bereitung nebst Jodkalium gebildet, kann es durch Alcohol befreit werden.

Dr. E. Riegel.

#### *Berberin-Darstellung.*

Man bereitet sich einen concentrirten Auszug der Wurzelrinde oder der Rinde der ältern Aeste von *Berberis vulgaris* durch mehrstündiges Abkochen mit Wasser, lässt die Abkochung sich klären, seiht die Flüssigkeit durch Leinwand und dickt sie bis zur beginnenden Syrupsconsistenz ein, sie hierauf an kühler Stelle der Ruhe überlassend. Nach 12—24 Stunden scheidet sich eine grosse Menge krystallisirten Berberins ab, das durch Pressen und Umkrystallisiren leicht völlig rein erhalten werden kann. Die übrige Flüssigkeit gibt bei vorsichtigem Eindampfen etc. noch eine zweite Partie krystallisirten Berberins, und mittelst Alcohols kann nunmehr noch fast alles Berberin ausgezogen werden. In den rückständigen Flüssigkeiten ist nun das Oxykanthin vorhanden. Behandelt man diese Flüssigkeiten mit verdünnter Salpetersäure, so schlägt sich eine sehr reichliche Menge einer gelbbraunen, in Wasser löslichen, und in krystallinischem Zustande herstellbaren, sehr bittern Substanz nieder, die jedoch vom Berberin verschiedene Eigenschaften besitzt, und noch der nähern Untersuchung bedarf. Ihre therapeutische Wirksamkeit scheint jener des Berberins nahe zu kommen. Aus der salpetersäurehaltigen, von der gefällten Substanz abfiltrirten Flüssigkeit lagert sich beim Abdampfen theils noch mehr des erwähnten Stoffes oder Stoffgemenges, theils aber auch, in seidenglänzenden, aus feinen Prismen bestehenden, strahlig-concentrischen Büscheln Berberisorange ab, das in seinen Charakteren sich vom Berberin und Oxykanthin bestimmt unterscheidet, und über dessen Ursprung, Natur und Zusammensetzung spätere Mittheilung erfolgen soll. Gelegentlich wollen wir bemerken, dass auf ähnlichem Wege die Gewinnung des Oxykanthins bedeutend erleichtert und vereinfacht wird.

H.

*Künstliches Ultramarin.*

In diesem Jahrbuche, III, 221, ist auf die Bildung von künstlichem Ultramarin bei Bereitung des *Antimon. diaphoret. ablutum* hingewiesen worden. Auch bei Darstellung der Schwefelmilch kömmt dieselbe öfters vor. Wenn man z. B. nach Döbereiner in eine klare Auflösung von durch Schmelzen bereitetem Schwefelkalium so viel Chlorwasser giesst, dass das mit dem Schwefel verbundene Kalium in Chlorkalium übergeht, so scheiden die ersten Antheile des Chlorwassers immer eine grüne oder blaue flockige Substanz aus. Dies ist nicht der Fall, wenn reines kohlen-saures Kali mit reinem Schwefel in einem porcellanenen Topfe geschmolzen wird; ich habe auch die Ueberzeugung gewonnen, dass jene blauen Flocken bei meinen Versuchen kein Berlinerblau waren, was sich vermuthen liesse, und hie und da auch der Fall sein kann, wenn die zur Anwendung gelangende Pottasche Cyankalium enthielt, und ein eiserner Schmelztopf angewandt wurde. Auch kann hier der gewöhnliche Eisengehalt der Pottasche dazwischen treten. — Die Erzeugung ultramarinartiger Verbindungen liegt übrigens nahe, sobald man bedenkt, dass das *Kali carbonicum depuratum*, und noch mehr die *Cineres clavellati* bei Gegenwart von Schwefel und unter Anwendung von Hitze alle dazu erforderlichen Bedingungen in sich vereinigen. In wie ferne die Anwendung thönerner Gefässe, hessischer Tiegel u. s. w. beim Schmelzprocesse in der fraglichen Beziehung von Belang sein dürfte, habe ich nicht ermittelt, auch wäre noch zu untersuchen, ob bei Darstellung von Schwefelmilch auf nassem Wege Ultramarin gleichfalls erzeugt wird.

H.

*Essigsäures Kali, als Nebenproduct.*

Bei Bereitung der Oxalsäure (12 Unzen Sauerkleesalzes neutralisirt mit beiläufig 12 Unzen reinen kohlen-sauren Kalis, das erzeugte neutrale Oxalat zerlegt durch 36 Unzen Bleizuckers, das gefällte Bleioxydoxidat hierauf zersetzt mittelst 8 Unzen reiner, mit der 10fachen Gewichtsmenge destillirten

Wassers verdünnter Schwefelsäure) lässt sich aus der, durch Hydrothionsäure von aufgelöstem Bleisalze völlig befreien, vom niedergeschlagenen Bleioxyd oxalate abfiltrirten Flüssigkeit essigsäures Kali von schönster Weisse und hinreichender Reinheit erhalten. Das Nebenproduct betrug 16 Unzen, und wog somit mehr als zur Genüge die Productionskosten der Oxalsäure auf. H.

*Ferrum sulphuratum*

im gewöhnlichen Verhältnisse aus Schwefel und feinsten (alcoholisirter) Eisenfeile darzustellen, gelingt, wahrscheinlich aus dem Grunde, nicht leicht, weil sich bei der feinen Zertheilung des Metalles leicht Doppeltchwefeleisen erzeugt. Das Product entwickelt nämlich mit verdünnten Säuren kein Gas. Größere Eisenfeile gibt bekanntlich mit Schwefel (im Verhältnisse von 3:2) bis zu dem Momente erhitzt, wo sich der Schwefel entzündet, ein treffliches Präparat. V.

*Freiwillige Benzoësäure-Sublimation.*

Ein Opodeldokglas von anderthalb Unzen stand halbgefüllt mit Königsrauch etwa ein Jahr lang unbeachtet in meinem Zimmer. Als ich von dessen Inhalt wieder Gebrauch machen wollte, fand ich an allen Wänden und sogar am Pfropfe des Glases Benzoësäure, zum Theil in schönen Nadeln krystallisirt; aus der Benzoë des Königsrauchs konnte ich keine Spur Säure mehr erhalten. C. H.

*Schwefelsäure-Bildung*

beim langsamen Austrocknen feuchter Schwefelmilch an freier Luft, ursprünglich schon von Stieren beobachtet, ist auch mir vorgekommen. Sie lässt sich vermeiden, wenn man die Schwefelmilch möglichst rasch und so lange zwischen Leinwand und Fliesspapier presst, bis letzteres nicht mehr dadurch befeuchtet wird, und sie hierauf, in zertheiltem Zustande, in einem lauwarmen Luftstrome schnell trocknet. H.

