

Verzeichnis

Anlage I.

der

Atomgewichte der Elemente, die für das Arzneibuch in Betracht kommen.

Aluminium	Al	27,1	Magnesium	Mg	24,32
Antimon	Sb	120,2	Mangan	Mn	54,93
Arfen	As	74,96	Natrium	Na	23,00
Baryum	Ba	137,37	Phosphor	P	31,0
Blei	Pb	207,10	Platin	Pt	195,0
Bor	B	11,0	Quecksilber	Hg	200,0
Brom	Br	79,92	Sauerstoff	O	16,00
Calcium	Ca	40,09	Schwefel	S	32,07
Chlor	Cl	35,46	Silber	Ag	107,88
Chrom	Cr	52,0	Silicium	Si	28,3
Eisen	Fe	55,85	Stickstoff	N	14,01
Jod	J	126,92	Wasserstoff	H	1,008
Kalium	K	39,10	Wismut	Bi	208,0
Kohlenstoff	C	12,00	Zink	Zn	65,37
Kupfer	Cu	63,57	Zinn	Sn	119,0
Lithium	Li	7,00			

Verzeichnis

Anlage II.

der

Reagentien und volumetrischen Lösungen, die zur Prüfung der Arzneimittel erforderlich sind.

Soweit die Reagentien im Arzneibuch als Arzneimittel beschrieben sind, sind sie durch einen Stern (*) gekennzeichnet und müssen den dort gestellten Anforderungen entsprechen. Die übrigen Reagentien, für die keine besonderen Vorschriften gegeben sind, müssen rein sein.

Aceton $\text{CH}_3 \cdot \text{CO} \cdot \text{CH}_3$. (Mol.-Gew. 58,048.)

Neu aufgenommen.

Aceton — Dimethylketon $(\text{CH}_3)_2\text{CO}$ — ist der wichtigste Vertreter der sehr reaktionsfähigen Gruppe der Ketone. Aceton findet sich im Blut und im Harn; in größeren Mengen im Harn der Diabetiker. Der Nachweis geschieht hier mit Hilfe der Reaktionen von Legal, Lieben oder Gunning (vgl. Anlage III). Das Aceton wird im Großbetriebe durch Destillation von Calciumacetat gewonnen. Das Aceton ist eine bei $56,5^\circ$ siedende, farblose, leicht bewegliche und eigentümlich ätherisch und erfrischend riechende Flüssigkeit vom spez. Gewicht 0,7966 bei 15° . Aceton ist ein gutes Lösungsmittel für Harze; das Arzneibuch läßt daher das häufig mit Harzen verunreinigte Cantharidin (Bd. I, S. 326) aus Aceton umkristallisieren. Die Reinheit des Handelsproduktes ist für diesen Zweck ausreichend. Aceton dient in Verbindung mit Pyridinbasen zum Vergällen (Denaturieren) des Branntweins, der nicht für Genußzwecke dienen soll.

***Alkohol, absoluter.**

Gehalt, spez. Gewicht und Siedepunkt wurden in Übereinstimmung gebracht.

Das Präparat des Arzneibuches vom spez. Gewicht 0,796 bis 0,797 bei 15° (S. 197) dient als Lösungsmittel.

***Ammoniakflüssigkeit.**

Enthält 10 Prozent NH_3 . Ammoniakflüssigkeit ist ein sehr häufig gebrauchtes Reagens. Es neutralisiert Säuren, fällt Eisen- und Tonerdeverbindungen und setzt viele Alkaloide in Freiheit (vgl. Opium II, S. 195). Man verwende nur ein völlig chlorfreies Präparat und achte darauf, daß die Ammoniakflüssigkeit des Reagentienschanks immer auch das richtige spezifische Gewicht oder den richtigen Ammoniakgehalt besitzt. Durch das öftere Öffnen des Reagensstandgefäßes oder auch durch das Stehenlassen der offenen Flasche, wie das beim Arbeiten zuweilen unvermeidlich ist, verliert die Ammoniakflüssigkeit leicht ihren richtigen Gehalt, und die falsche Stärke der Ammoniakflüssigkeit kann dann zu falschen Schlüssen verleiten (z. B. bei der Prüfung der Chinasalze auf Nebenalkaloide, vgl. Chin. sulfuric. I, S. 356).

Ammoniumcarbonatlösung.

1 Teil *Ammoniumcarbonat ist in einem Gemische von 4 Teilen Wasser und 1 Teil *Ammoniakflüssigkeit zu lösen.

Unverändert geblieben.

Die mit Ammoniak versetzte Lösung des käuflichen Ammoniumcarbonates enthält nach den Ausführungen von Bd. I, S. 217 nicht die Komponenten des Hirschhornsalzes, Ammoniumbicarbonat und Ammoniumcarbaminat, sondern neutrales Ammoniumcarbonat $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$.

Zur Darstellung ist ein zerfallenes Ammoncarbonat verwendbar. Das Reagens löst Arsensulfid, nicht jedoch Antimonsulfid und Zinnsulfid und fällt Calcium-, Strontium- und Baryumsalze als Carbonate.

Ammoniumcarbonatlösung, gesättigte.

Bei Bedarf ist 1 Teil *Ammoniumcarbonat in 5 Teilen Wasser zu lösen.

Die Lösung von Ammoniumcarbonat in Wasser ist neu aufgenommen worden. Durch Wasser wird das Ammoniumcarbaminat in neutrales Ammoniumcarbonat übergeführt. Die Lösung enthält daher Ammoniumbicarbonat, NH_4HCO_3 , und Ammoniumcarbonat, $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$. Die Lösung dient u. a. zum Nachweise von Arsen im Goldschwefel. Die gesättigte Ammoniumcarbonatlösung wird bei Bedarf immer frisch bereitet.

***Ammoniumchlorid.**

Das Präparat des Arzneibuches, s. Ammoniumchloridlösung.

Ammoniumchloridlösung.

1 Teil *Ammoniumchlorid ist in 9 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert.

Ammonium chloratum NH_4Cl . Mol.-Gew. 53,50. Das Präparat des Arzneibuches (s. B. I, S. 218) ist von genügender Reinheit; die Lösung hält sich gut. Durch Verdunsten der Lösung überziehen sich Stopfen und Hals des Standgefäßes sehr bald mit einer Salzschieht, die beim Ausgießen der Lösung leicht abfällt. Durch Überziehen von Hals und Stopfen mit einer dünnen Vaseline-schicht läßt sich dies wohl vermeiden, besser dürfte es aber sein, der Verdunstung dadurch vorzubeugen, daß man eine Glaskappe oder eine weiße Porzellansalbenkruke überstülpt. Das Reagens löst Magnesiumhydroxyd, bzw. verhindert die Fällung von Magnesiumsalzen durch Ammoniak, nicht aber durch Phosphate.

Ammoniumoxalatlösung.

1 Teil Ammoniumoxalat ist in 24 Teilen Wasser zu lösen. Neutrales Ammoniumoxalat $\text{C}_2\text{O}_4(\text{NH}_4)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Unverändert.

Das neutrale Ammoniumoxalat durch Sättigung von Ammoniakflüssigkeit mit Oxalsäure und Abdampfen der Lösung dargestellt, bildet glänzend rhombische Prismen und löst sich leicht in Wasser, nicht in Weingeist. Beim Erhitzen verwandelt es sich in Oxamid, $\text{C}_2\text{O}_3(\text{NH}_2)_2$, das weiter in C_2N_2 , CO_2 , CO und NH_3 zerfällt. Die Ammoniumoxalatlösung entwickelt auf Zusatz von Natronlauge Ammoniak und fällt aus Calciumsalzlösung in ammoniakalischer, neutraler oder essigsaurer Lösung weißes Calciumoxalat, das in Salzsäure löslich ist. Nur das reinste Präparat ist als Reagens zu verwenden. Dasselbe darf 1. beim Glühen im Platintiegel keinen Rückstand hinterlassen; 2. das Salz am Platindraht in

die farblose Flamme gebracht, darf sie vorübergehend gelb, nicht violett färben (Kalium) 3. muß es frei sein von Schwefelsäure und Metallen. Die wässrige Lösung darf daher, zum Sieden erhitzt und mit Salzsäure angesäuert, durch Baryumnitratlösung selbst nach 12stündigem Stehen nicht getrübt werden. Die wässrige Lösung darf weder durch Schwefelwasserstoff noch durch Schwefelammonium verändert werden und soll auf Lackmus neutral reagieren. Man bereite die Lösung mit kaltem destilliertem Wasser und filtriere sie nach kurzer Zeit des Absetzens.

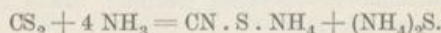
Ammoniumrhodanidlösung, $\frac{1}{10}$ -Normal.

Sie enthält 7,612 g CNS.NH₄ (Mol.-Gew. 76,12) in 1 Liter.

Der Gehalt ist nach den revidierten Atomgewichten berechnet worden.

In der 4. Ausgabe des Arzneibuches wurde das Molekulargewicht des Ammoniumrhodanids mit 76,18 angenommen, jetzt 76,12.

Ammoniumrhodanid wird dargestellt durch Erwärmen von Schwefelkohlenstoff mit alkoholischem Ammoniak.



Ein Gemenge von 300 T. konzentr. Ammoniaklösung, 300 T. starkem Alkohol und 70–80 T. Schwefelkohlenstoff wird einen Tag stehen gelassen. Sodann destilliert man gegen $\frac{2}{3}$ der Flüssigkeit ab und dampft den Rückstand vorsichtig zur Kristallisation ein.

Ammoniumrhodanid (nicht Ammoniumrhodanat, wie zuweilen fälschlich angegeben wird) kristallisiert in wasserhellen großen Prismen, die sich in Wasser und Alkohol leicht lösen, bei 147° schmelzen und bei 170° eine molekulare Umlagerung in Schwefelharnstoff, $\text{CS} \begin{smallmatrix} \text{NH}_2 \\ \text{NH}_2 \end{smallmatrix}$, erleiden. Ammoniumrhodanid gibt beim Erwärmen mit Natronlauge Ammoniak ab; die wässrige Lösung wird durch Eisenchlorid blutrot gefärbt. Man prüfe das Salz auf Alkalien, indem man 2 g in einer Platinschale erhitzt: es darf kein wägbarer Rückstand bleiben. Ferner prüfe man mit Schwefelwasserstoff und Ammoniak auf Metalle, es soll weder ein Niederschlag noch eine Färbung entstehen. Baryumnitratlösung soll in der wässrigen Lösung (1+19) des Salzes keine Trübung hervorrufen (Schwefelsäure). Zur Prüfung auf Chloride löse man nach Volhard 0,5 g Ammoniumrhodanid in 100 ccm Wasser, erhitze die Lösung auf dem Wasserbade und setze in kleinen Anteilen Salpetersäure so lange zu, als noch eine Einwirkung (Gasentwicklung) zu beobachten ist; man erwärmt das Gemisch nun (nötigenfalls unter Ersetzung des verdampften Wassers) so lange weiter, bis eine Probe mit Eisenchlorid keine Rhodanreaktion mehr gibt. Alsdann wird die Flüssigkeit mit Ammoniak abgestumpft, auf etwa 10 ccm eingedampft, mit Salpetersäure angesäuert und mit Silbernitrat auf Chlor geprüft.

Ammoniumrhodanidlösung dient zur Titrierung des Chlors oder des Silbers nach Volhard. Zur Darstellung der Lösung löst man, da das Salz leicht Feuchtigkeit anzieht, etwas mehr als die vorgeschriebene Menge Ammoniumrhodanid in kaltem destilliertem Wasser auf und stellt die Lösung am besten gegen die $\frac{1}{10}$ -Normal-Silbernitratlösung ein. Zu diesem Zwecke läßt man in ein Kölbchen 20 ccm $\frac{1}{10}$ -Normal-Silbernitratlösung laufen, gibt 3 ccm Salpetersäure und 1 ccm Ferriammoniumsulfatlösung hinzu und läßt nun unter Umschwenken so lange Ammoniumrhodanid zulaufen, bis ein Tropfen in der Lösung eine blutrote Färbung (Bildung von Ferrirhodanid) verursacht. Hierzu sollen 20 ccm der $\frac{1}{10}$ -Normal-Ammoniumrhodanidlösung erforderlich sein.

Die Volhardsche Bestimmung gibt beim Arbeiten mit nicht zu verdünnten Lösungen in salpetersaurer Lösung sehr genaue Resultate. Schon die 4. Ausgabe des Arzneibuches hat daher diese Methode zur Bestimmung des Senföls, sowohl des reinen Öles als auch des Senfsamens und des Senfpapiers aufgenommen, und die Methode wird auch in der 5. Ausgabe zu den gleichen Zwecken benutzt.

Amylalkohol.

Spezifisches Gewicht 0,814. Siedepunkt 129° bis 131°.

Gärungsamylalkohol C₅H₁₁OH.

Unverändert geblieben.

Der im Fuselöl vorkommende sog. Gärungsamylalkohol ist eine farblose, vollkommen flüchtige Flüssigkeit von unangenehmem, zum Husten reizendem Geruch. Er besteht hauptsächlich aus inaktivem Isobutylcarbinol, (CH₃)₂CH.CH₂.CH₂.OH. Den Anforderungen des Arzneibuches genügen nur die reinsten Präparate, die sich mit einem gleichen Volum konzentrierter Schwefelsäure geschüttelt nur gelblich färben. Da der Amylalkohol lediglich zum

Nachweis von Teerfarbstoffen im Himbeer- und Kirschsirup benutzt wird, so genügen hierfür farblose Handelssorten, ev. ein durch Destillation gereinigtes Präparat. — 10 g müssen sich im Wasserbade vollkommen verflüchtigen lassen.

*Äther.

Unverändert.

Das Präparat des Arzneibuches ist von genügender Reinheit (s. Bd. I, S. 179). Bei einem spez. Gewicht von 0,720 ist es praktisch frei von Alkohol und Wasser. Äther, der längere Zeit in dem halbgefüllten Standgefäß gestanden und vor dem Zutritt von Licht und Luft nicht geschützt aufbewahrt worden ist, ist vor dem Gebrauch stets auf Säurefreiheit zu prüfen. Um stets wasserfreien Äther zur Hand zu haben, bewahrt man einen kleinen Vorrat über scharf geglühtem Kaliumcarbonat auf und filtriert im Bedarfsfalle die notwendigen Mengen durch ein bei 100° getrocknetes und über konzentrierter Schwefelsäure aufbewahrtes Filter ab. Völlig wasserfreien und säurefreien Äther erhält man durch Destillation über metallischem Natrium. Äther ist ein Lösungsmittel für Fette, Harze, freie Alkaloide (nicht deren Salze), Jod, Brom.

*Ätherweingeist.

Als Reagens neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient als Lösungsmittel.

Ägnatron.

Gehalt mindestens 90 Prozent NaOH, Mol.-Gew. 40,01.

Die wässrige Lösung (1 + 5) muß hinsichtlich der Reinheit den an Natronlauge gestellten Anforderungen entsprechen.

Verlangt wird ein Gehalt von mindestens 90 Prozent NaOH.

Im allgemeinen reicht die Reinheit des Natrium causticum alcohole depuratum bzw. die aus diesem dargestellte Lösung aus. Indessen ist dieses Präparat häufig eisenhaltig, auch enthält es oft Spuren von Tonerde, gewöhnlich auch Spuren von Chloriden und Sulfaten, worauf bei der Verwendung Rücksicht zu nehmen ist. Es muß frei von Nitraten und besonders von Nitriten sein. Wegen der Prüfung auf diese Stoffe vgl. das unter Kali causticum fusum, Bd. I, S. 708, Gesagte.

Bedarf man ein völlig reines Ätznatron, so ist das durch Umsetzung von Natriumsulfat mit Barythydrat, oder noch besser das aus metallischem Natrium dargestellte Präparat (Natrium causticum e natrio) zu wählen. Natronhydrat fällt die meisten Oxyde der Schwermetalle, setzt Ammoniak, sowie die Alkaloide aus ihren Salzen in Freiheit. Die Aufbewahrung des meist in Stangenform gelieferten Ätznatrons geschehe in Glasbüchsen, die mit paraffinierten Korken verschlossen werden. Nach dem Gebrauch verschließe man die Büchse durch Eintauchen von Stopfen und Flaschenhalt in geschmolzenes Weichparaffin sofort wieder vollkommen.

Barytwasser.

1 Teil kristallisiertes Baryumhydroxyd ist in 19 Teilen Wasser zu lösen.

Kristallisiertes Baryumhydroxyd $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$.

Unverändert.

Baryumhydroxyd bildet sich beim Zusammenbringen von Baryumoxyd mit Wasser. Fabrikmäßig wird es dargestellt aus dem durch Glühen von Baryumsulfat mit Kohle entstehenden Schwefelbaryum dadurch, daß man die wässrige Lösung mit gewöhnlichem Kupferoxyd so lange kocht, bis eine Probe der Flüssigkeit keinen Schwefelwasserstoff ausgibt oder Bleilösung nicht schwärzt. Aus der vom unlöslichen Schwefelkupfer abfiltrierten, heißen Lösung kristallisiert beim Erkalten Baryumhydroxyd in großen farblosen Blättern oder Prismen, die durch Umkristallisieren aus heißem Wasser gereinigt werden. Zur Darstellung des Barytwassers löse man reinsten Ätzbaryt, Baryum hydricum purissimum des Handels, der frei von Chloriden, Nitraten und fremden Metallen ist, in ausgekochtem, heißem Wasser. Die filtrierte Lösung ist sorgfältig und vor Luftzutritt zu bewahren, da sie aus der Luft begierig Kohlensäure anzieht und sich dadurch unter Abscheidung von Baryumcarbonat trübt. Verschuß durch Natronkalkröhren verhindert den Zutritt von Kohlensäure. — Barytwasser dient zur Prüfung des Kreosots (Bd. II, S. 18).

Zur Trennung der Alkalien von Magnesiumsalzen bedarf man Ätzbaryt, der frei von Alkalien ist. Man stelle denselben aus dem Handelspräparat durch mehrmaliges Umkristallisieren aus siedendem Wasser dar. Die mit Salpetersäure angesäuerte wässrige

Lösung (1 + 29) werde durch Silbernitrat nicht verändert (Chlor). Die wässrige Lösung wird mit einem Überschuß von Schwefelsäure ausgefällt. Das Filtrat hinterlasse beim Eindampfen und Glühen höchstens Spuren eines glühbeständigen Rückstandes.

Baryumnitratlösung.

1 Teil Baryumnitrat ist in 19 Teilen Wasser zu lösen.

Baryumnitrat $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$.

Unverändert.

Baryumnitrat wird durch Auflösen von Baryumcarbonat in Salpetersäure, oder durch Zersetzen des aus Baryumsulfat und Kohle dargestellten Baryumsulfids mit Salpetersäure gewonnen. Es setzt sich nach dem Eindampfen der klar filtrierten Lösung in schweren, glänzenden, farblosen Oktaedern ab, die kein Kristallwasser enthalten und sich leicht in Wasser, besonders heißem, lösen. Zur Darstellung der Lösung benutze man das Baryum nitricum purissimum des Handels, da nur dieses klare Lösungen gibt. Die wässrige Lösung reagiert neutral, und sie werde, wie unter Barytwasser angegeben, auf Chlor und Alkalien geprüft. Bedarf man ein von Alkalien zuverlässig freies Präparat, so kristallisiert man das Handelspräparat mehrmals aus Wasser um. Baryumnitrat dient zur Erkennung des Sulfatrestes (SO_4''), mit dem sich das Baryum-Ion (Ba'') zu in Wasser und Säuren beinahe unlöslichem Baryumsulfat umsetzt.

Benzol C_6H_6 .

Spezifisches Gewicht 0,880 bis 0,890. Siedepunkt 80° bis 82° .

Unverändert geblieben.

Benzol entsteht bei der trockenen Destillation vieler organischer Substanzen. Es findet sich in größeren Mengen im leichten Steinkohlenteeröl, aus dem es fast ausschließlich dargestellt wird. Reines Benzol wird auch durch Destillation von Phtalsäure oder Benzoesäure mit Kalk gewonnen. Benzol ist eine farblose, leicht bewegliche, stark lichtbrechende Flüssigkeit, die eigentümlich ätherisch riecht, bei 81° siedet und bei 0° zu einer weißen kristallinischen Masse erstarrt. Es soll völlig flüchtig sein, sich mit konzentrierter Schwefelsäure nicht stark färben oder merklich erhitzen. Mit rauchender Salpetersäure (Vorsicht!) bildet es das bittermandelartig riechende Nitrobenzol. Ein sehr gutes Präparat ist das *Benzolum crystallatum*. Man verwechsle es nicht mit Benzinum Petrolei, Bd. I, S. 288. Benzol mischt sich mit $\frac{1}{2}$ Teil Weingeist klar; ist zur klaren Mischung eine größere Menge Weingeist erforderlich, so liegt die Möglichkeit vor, daß es mit Benzinum Petrolei versetzt ist, das zur klaren Lösung 5 Teile Weingeist erfordert. Benzol löst Jod mit violetter Farbe (Benzin mit himbeerroter Farbe), Brom, Fette, Harze, Kautschuk, Alkaloide. Feuergefährlich!

Bleiacetatlösung.

1 Teil *Bleiacetat ist in 9 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert.

Das reine Bleiacetat, Plumbum aceticum, $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{CO}_2)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, löse man in vorher ausgekochtem destilliertem Wasser. Die Lösung bildet durch Aufnahme von Kohlensäure aus der Luft bald Bodensätze von Bleicarbonaten. Hals und Stopfen überziehen sich gewöhnlich mit schwarzem Bleisulfid. Bleiacetat ist Reagens auf den Sulfat- (SO_4'') und Sulfid- (SH') Rest, ebenso auf die Anionen der Chrom- und Jodwasserstoffsäure, der Fruchtsäuren, Weinsäure, Citronensäure, sowie der Gerbsäure.

Bleiacetatlösung, weingeistige.

Bei Bedarf ist 1 Teil *Bleiacetat in 29 Teilen *Weingeist von 30° bis 40° zu lösen.

Neu aufgenommen.

Die weingeistige Bleiacetatlösung findet eine ähnliche Anwendung wie die wässrige zum Fällen von Gerbsäure (Ratanhiagerbsäure).

***Bleieffig.**

Unverändert.

Der Liquor Plumbi subacetici des Arzneibuches. Reagens auf die Anionen des Schwefelwasserstoffes und der Ameisensäure. Fällt Gerbstoffe. Gummischleim trübt sich beim Vermischen mit Bleieffig, während er beim Vermischen mit Bleiacetat klar bleibt. Bleipapier ist mit Bleieffig getränktes und getrocknetes Filtrierpapier (Nachweis von Schwefelwasserstoff).

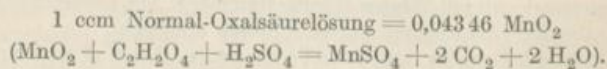
Borax.Als Reagens neu aufgeführt.*

Das Präparat des Arzneibuches, Bd. I, S. 302, genügt auch den Anforderungen als Reagens. Dient zur Unterscheidung von Kap-Aloe und Natal-Aloe.

Braunstein MnO_2 .*Unverändert.*

Manganum hyperoxydatum nativum. Der als Mineral, Pyrolusit, natürlich vorkommende Braunstein bildet schwere, dunkelgraubraune, abfärbende Stücke mit einem zwischen 60 und 90 Prozent schwankenden Gehalt an MnO_2 . Zum Gebrauch werden die Stücke erbsengroß zerschlagen und das feine Pulver abgesiebt. Braunstein dient zur Darstellung von Chlorgas (Identifizierung von Salzsäure). Ferner dient er als Katalysator zur Erkennung von Wasserstoffsuperoxyd.

Zur Gehaltsbestimmung erhitzt man am bequemsten eine gewogene Menge Braunstein mit gemessener überschüssiger Normaloxalsäure und verdünnter Schwefelsäure in einem Bechergläse oder Erlenmeyerschen Kolben, bis aller Braunstein gelöst ist, und titriert die überschüssige Oxalsäure mit eingestellter Kaliumpermanganatlösung zurück.

**Bromwasser.**

Die gesättigte Lösung von *Brom in Wasser.

Unverändert.

Die gesättigte wässrige Lösung enthält in 30 Teilen etwa 1 Teil Brom. Um stets eine gesättigte Lösung vorrätig zu haben, bringt man in das Standgefäß des Bromwassers etwas mehr Brom, als von dem Wasser gelöst werden kann. Das Bd. I, S. 306 über die Aufbewahrung von Brom Gesagte gilt auch für Bromwasser. Man verwahre es am besten neben Brom in einem besonderen Schränkchen in einem kühlen Keller und benutze hierzu eine Glasflasche mit gut eingeschliffenem Glasstopfen und gut aufgeschliffener Überfangglocke. Die Schlifffläche der Überfangglocke wird, um das Entweichen der Bromdämpfe zu vermeiden, mit Vaseline abgedichtet. Bromdämpfe sind giftig, und es ist daher beim Arbeiten mit Brom oder Bromwasser die größte Vorsicht anzuwenden (Abzug). Als Gegenmittel nach Einatmung wird empfohlen: vorsichtiges Riechen an verdünnter Ammoniakflüssigkeit, Weingeist oder Ätherweingeist.

Man beachte, daß das von den Ärzten als Aqua bromata verschriebene Präparat eine Auflösung von 1 Teil Brom in 200 Teilen Wasser ist. Brom ist ein Oxydationsmittel, es geht aber auch mit einer Reihe von Stoffen Verbindungen ein, daraus den Wasserstoff verdrängend. Diese Verbindungen bilden zuweilen charakteristisch geformte oder gefärbte Niederschläge. So gibt z. B. Bromwasser mit Phenol, Acidum carbolium, selbst in großer Verdünnung noch eine weiße kristallinische Fällung von Tribromphenol, $\text{C}_6\text{H}_2\text{Br}_3\text{OH}$.

Calciumcarbonat.

Die mit Hilfe von *verdünnter Essigsäure hergestellte wässrige Lösung (1 + 49) darf durch Silbernitratlösung nicht verändert werden. Im übrigen muß Calciumcarbonat den an Calcium carbonicum praecipitatum gestellten Anforderungen entsprechen.

Anforderungen unverändert.

Dieses Präparat dient zur Prüfung der Benzoesäure auf Chlorverbindungen. Da das Calcium carbonicum praecipitatum des Arzneibuches Spuren von Chlor enthalten darf, so ist es nicht hinreichend rein. Man erhält mit Sicherheit ein chlorfreies Präparat durch Fällung einer Calciumnitratlösung mit Natriumcarbonat. S. Bd. I, S. 73 und 313.

Calciumchlorid, entwässertes.Geförntes oder geschmolzenes Calciumchlorid CaCl_2 .*Neu aufgenommen.*

Calciumchlorid wird als Nebenprodukt bei der Darstellung von Ammoniak aus Chlorammonium und Ätzkalk und bei der Bereitung von Kohlensäure aus Calciumcarbonat und Salzsäure gewonnen. Die Lösung wird zur Trockne eingedampft und geschmolzen. Bei Rotglühhitze verliert das Calciumchlorid alles Wasser. Das geschmolzene Salz wird in Stangen oder auf ebene trockene Platten ausgegossen und nach dem Erkalten in Stücke geschlagen oder durch

ein groblöcheriges Sieb gerieben und so in zerkörntem Zustand erhalten. Bei der Fertigstellung des Salzes ist Feuchtigkeit fernzuhalten, und das Salz ist sofort nach der Herstellung in gut verschließbare Gefäße zu verpacken. Das Calciumchlorid kommt in erbsen- oder bohnen-großen weißen, mehlig bestäubten Stücken oder in unregelmäßig gestalteten schweren harten Krusten in den Handel. Das Salz ist durch seine große Verwandtschaft zum Wasser ausgezeichnet, es dient daher bei vielen chemischen Operationen zum Entwässern. Das Salz wird an einem trocknen Ort in Glasbüchsen aufbewahrt, dessen Korkstopfen man in den Flaschenhals versenkt und die so gebildete Vertiefung mit Paraffin ausgegossen hat.

Calciumchloridlösung.

1 Teil kristallisiertes Calciumchlorid ist in 9 Teilen Wasser zu lösen.

Kristallisiertes Calciumchlorid $\text{CaCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Unverändert.

Calciumchlorid geht mit Wasser zwei Verbindungen ein, mit 2 und mit 6 Molekeln H_2O . Die Verbindung mit 6 Molekeln H_2O setzt sich aus der entsprechend eingedampften Lösung des Salzes in großen farblosen rhombischen Kristallen ab. Diese Kristalle sind an der Luft zerfließlich, sie erzeugen beim Auflösen in Wasser Kälte, während das vollständig entwässerte Salz beim Zusammenbringen mit Wasser Wärme freimacht. Die Lösung des kristallisierten Salzes reagiert neutral, die des entwässerten Salzes schwach alkalisch.

Calciumchlorid ist Reagens auf Oxalsäure, z. B. bei Acidum formicicum, Glycerinum und Hydrogenium peroxydatum solutum.

Calciumhydroxyd $\text{Ca}(\text{OH})_2$.

Bei Bedarf sind 2 Teile *gebrannter Kalk mit 1 Teil Wasser zu lösen.

Neu aufgenommen als Reagens.

Das Löschen des Kalkes ist Bd. I, S. 248 eingehend beschrieben. Sorgfältig gelöschter Kalk bildet ein weißes trocknes Pulver, das aus der Luft Kohlensäure aufnimmt und daher bei Bedarf stets frisch zu bereiten ist.

Calciumhydroxyd dient zur Biltzschen Prüfung des Magnesiumsulfates auf Natriumsulfat. Vgl. Bd. II, S. 81.

Calciumsulfatlösung.

Die gesättigte wässrige Lösung.

Calciumsulfat $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Unverändert.

Zur Darstellung von Gipswasser kann das Calcium sulfuricum ustum des Arzneibuches nicht verwendet werden. Man nimmt dazu entweder das auch im Handel zu beziehende Calcium sulfuricum praecipitatum ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) oder das natürliche Mineral Marienglas, das die gleiche Zusammensetzung hat. Das präzipitierte Calciumsulfat oder das in einer Porzellanschale fein gepulverte Marienglas wird in einer Glasflasche mit etwa 200 Teilen Wasser übergossen und kräftig durchgeschüttelt. Nach dem Absetzen des Ungelösten kann das klar abgegossene Gipswasser verwendet werden. Das Gipswasser gibt mit Ammoniumoxalat (Calcium) und mit Baryumnitrat (Schwefelsäure) weiße Niederschläge. Man prüft das Gipswasser auf fixe Alkalien, indem man das Calcium vollständig mit Ammoniumoxalat ausfällt, das Filtrat in einer Platinschale verdampft und den Rückstand glüht; es soll kein oder nur in Spuren ein Rückstand hinterbleiben. Das Reagens dient zur Prüfung der Weinsäure auf Oxal- und Traubensäure, vgl. Bd. I, S. 155, und des Calc. hypophosph. auf Baryumsalze.

*Chloralhydrat.

Neu aufgenommen.

Das Präparat des Deutschen Arzneibuches besitzt genügende Reinheit. Es dient zur Prüfung von Balsamum peruvianum auf fette Öle (vgl. Bd. I, S. 284).

*Chlorkalk.

Neu aufgenommen.

Fester Chlorkalk des Arzneibuches wird bei der Prüfung der Brechwurzel tinktur verwendet. Vgl. Bd. II, S. 473.

Chlorkalklösung.

Bei Bedarf ist 1 Teil *Chlorkalk mit 9 Teilen Wasser anzureiben und die Mischung zu filtrieren.

Unverändert.

Da Chlorkalklösungen nicht sehr lange haltbar sind, so sollen sie jedesmal frisch bereitete werden. Chlorkalklösung ist ein Oxydationsmittel und findet bei der Prüfung des Acetanilids (bei der sog. Indophenol-Reaktion), Benzaldehyds (Nachweis von Nitrobenzol) und β -Naphthols (Nachweis von α -Naphthol) Verwendung. S. Bd. I, S. 47, 287 und Bd. II, S. 104.

***Chloroform.**

Unverändert geblieben.

Das Präparat des Arzneibuches ist von hinreichender Reinheit. Chloroform ist Lösungsmittel für Jod, Brom, Fette, Öle, Kautschuk, Guttapercha, Alkaloide.

Zur Wiedergewinnung des bei den analytischen Arbeiten verwendeten Chloroforms sammelt man alle Chloroformrückstände, und zwar die jodhaltigen für sich. Die letzteren werden zunächst mit Thiosulfatlösung zur Entfernung des Jods ausgeschüttelt und dann mit den anderen Chloroformrückständen gemeinsam gereinigt. Die Chloroformrückstände werden zunächst zur Entfernung beigemengten Äthers und Alkohols mit viel Wasser ausgeschüttelt, dann mit konzentrierter Schwefelsäure und zum Schluß mehrmals mit Wasser ausgewaschen, endlich wird das Chloroform mit geschmolzenem Chlorkalcium oder mit geglühter Pottasche entwässert und im Wasserbade abdestilliert. Genügt das Chloroform noch nicht den Anforderungen des Arzneibuches, so muß der Reinigungsgang (vgl. Bd. I, S. 369) wiederholt werden, andernfalls wird das Chloroform durch Zusatz von Alkohol auf das geforderte spezifische Gewicht gebracht.

***Chlorwasser.**

Unverändert.

Das Präparat des Arzneibuches. Chlorwasser ist Oxydationsmittel, es wird zum Nachweis von Bromiden und Jodiden, ferner zur Identifizierung einiger Alkaloide (Thalleiochinreaktion Bd. I, S. 360, Alloxanthinreaktion des Koffeins und des Theobromins Bd. I, S. 384; Bd. II, S. 453) gebraucht.

Chromsäurelösung.

Bei Bedarf sind 3 Teile *Chromsäure in 97 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert.

Acidum chromicum — CrO_3 — ist ein starkes Oxydationsmittel. Die Lösung wird bei der Prüfung des Kokains, des Phenacetins und Lactylphenetidins benutzt. Vor Staub sorgfältig geschützt, hält sich die Lösung ohne Einbuße ihrer Wirksamkeit längere Zeit.

Dimethylaminoazobenzol.

1 Teil Dimethylaminoazobenzol ist in 199 Teilen *Weingeist zu lösen. Versetzt man die Mischung von 100 ccm Wasser und 2 Tropfen dieser Lösung mit 1 Tropfen $\frac{1}{10}$ -Normal-Salzsäure, so muß eine deutliche Rosafärbung auftreten, die auf Zusatz von 1 Tropfen $\frac{1}{10}$ -Normal-Natrlauge wieder verschwindet.

Dimethylaminoazobenzol $\text{C}_6\text{H}_5\text{.N:N.C}_6\text{H}_4\text{N(CH}_3)_2[1,4]$.

Neu aufgenommen.

Aus Diazobenzolsulfosäure und Dimethylanilin entsteht Dimethylanilin-azobenzolsulfosäure. Es ist das ebenfalls als Indikator viel verwendete Methylorange oder Helianthin. Nach Entfernung der Sulfosäure gewinnt man das vorliegende Präparat.

Dimethylaminoazobenzol ist eine schwache Base, die im undissoziierten Zustande, also bei Gegenwart von Hydroxylionen, sich mit gelber Farbe löst, aber als Salz dissoziiert bei Gegenwart von Wasserstoffionen wegen der roten Farbe ihres Kations die Lösung rot färbt. Es ist der einzige basische Indikator des Arzneibuches und dient zum Titrieren von Alkalien und Alkalicarbonaten. Mit den schwachen Säuren, Kohlensäure, Schwefelwasserstoff kann diese schwache Base keine Salze bilden. Die Gegenwart von diesen Säuren in der Lösung stört keineswegs; man kann daher z. B. Carbonate mit Dimethylaminoazobenzol als Indikator

titrieren. Der Umschlag tritt bei einer gewissen Wasserstoffionenkonzentration in der Lösung ein, sie liegt bei Dimethylaminoazobenzol für Zimmertemperatur bei 10^{-3} bis 10^{-4} Mol. H⁺ im Liter (Arbeiten a. d. Kaiserl. Gesundheitsamte XXX, Heft 1 [1909]).

***Eisenchloridlösung.**

Bei Bedarf nach Vorschrift zu verdünnen.

Unverändert.

Es ist die Eisenchloridlösung des Arzneibuches und zwar auch in Verdünnung nur tropfenweise zu verwenden. Eisenchlorid ist ein Reagens zur Erkennung der Essigsäure und der Acetate, aus den Jodiden setzt es Jod in Freiheit, mit Phenolen und seinen Derivaten (Salicylsäure) gibt es charakteristische Färbungen, ebenso mit Benzoesäure und mit Sulfo- und Ferrocyanverbindungen. Je nach dem Verhalten der Gerbstoffe gegen Eisenchlorid unterscheidet man eisenbläuernde und eisen-grünende Gerbstoffe. In stark saurer Lösung gibt Codein mit Eisenchlorid eine blaue Färbung, zum Unterschied von Morphin, das diese Reaktion nicht zeigt.

***Eisenpulver.**

Unverändert.

Eisenpulver dient zur Prüfung des Broms auf Jod und verschiedener Salze auf Salpetersäure.

Eiweißlösung.

Bei Bedarf ist frisches Eiweiß in 9 Teilen Wasser zu lösen und die Lösung zu filtrieren.

Neu aufgenommen.

Das Weiße des Hühnereies wird in bekannter Weise vom Dotter getrennt und mit 9 Teilen kaltem Wasser geschüttelt. Die von Eierhäuten getrübe Flüssigkeit wird durch Filtration geklärt. Selbstverständlich sind nur frische unverdorbene Eier zu verwenden. Eiweißlösung dient zum Nachweis von Gerbsäure in der Gallussäure. Gekochtes Eiweiß dient zur Bestimmung der verdauenden Kraft des Pepsins.

***Essigäther.**

Als Reagens neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient zum Auflösen der Alkaloide bei der Gehaltsbestimmung im Opium und in seinen Präparaten.

***Essigsäure.**

Essigsäure des Arzneibuches dient als Lösungsmittel für Harze, Öle, Fette u. a. und als Ansäuerungsmittel in den Fällen, wo man die Gegenwart der Mineralsäuren vermeiden will.

***Essigsäure, verdünnte.**

Unverändert.

Verdünnte Essigsäure des Arzneibuches dient als Ansäuerungsmittel und als Lösungsmittel für Carbonate, Oxyde.

Essigsäureanhydrid (CH₃CO)₂O.

Neu aufgenommen.

Essigsäureanhydrid bildet sich bei der Destillation von gleichen Teilen Natriumacetat und Acetylchlorid. Das Destillat wird, um es völlig von Chlorverbindungen zu befreien, nochmals über Natriumacetat destilliert. Essigsäureanhydrid ist eine farblose, bewegliche, stechend riechende Flüssigkeit vom spez. Gewicht 1,073 bei 20°, die bei 137° siedet. Essigsäureanhydrid dient zur Veresterung des Santalols bei der Gehaltsbestimmung des Santalöls.

Ferri-Ammoniumsulfatlösung.

Bei Bedarf ist 1 Teil Ferri-Ammoniumsulfat in einem Gemische von 8 Teilen Wasser und 1 Teil *verdünnter Schwefelsäure zu lösen.

Ferri-Ammoniumsulfat $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$.

Unverändert.

Zur Darstellung des Ferri-Ammoniumsulfates (Ammoniak-Eisenalaun) werden 28 Teile Ammoniumsulfat in 300 Teilen Ferrisulfatlösung (spezifisches Ge-

wicht 1,318) aufgelöst, die Lösung durch Eindampfen zur Kristallisation gebracht, die Kristalle, wie üblich, auf einer Saugscheibe gesammelt, mit destilliertem kaltem Wasser nachgespült und bei Zimmertemperatur unter Lichtabschluß getrocknet. Ferriammoniumsulfat bildet große, hellviolette Oktaeder, die an der Luft verwittern und dem Licht ausgesetzt sich braun färben. Es ist löslich in 2 Teilen Wasser, unlöslich in Weingeist. Die wässrige Lösung reagiert sauer. Die Lösung dient als Indikator bei der Chlor- bzw. Silberbestimmung nach Volhard. Vgl. Ammoniumrhodanidlösung. Eisenalaun ist in wohlverschlossenen Glasgefäßen, vor Licht geschützt, aufzubewahren.

*Ferrosulfat.

Als Reagens neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches dient bei der Prüfung des Jods zum Nachweis von Cyan.

Ferrosulfatlösung.

Bei Bedarf ist 1 Teil *Ferrosulfat in einem Gemische von 1 Teil Wasser und 1 Teil *verdünnter Schwefelsäure zu lösen.

Unverändert geblieben.

Das Reagens dient zum Nachweise der Salpetersäure mittels der sogenannten Schichtprobe (Prüfung teils auf Identität, teils auf Verunreinigung), ferner zur Prüfung auf Verunreinigung mit Cyanverbindungen und endlich zur Identifizierung des Pyrogallols (Unterschied von Brenzkatechin). Die Lösung ist im Bedarfsfalle frisch zu bereiten, da durch den Sauerstoff der Luft rasch Oxydation stattfindet. Der Zusatz von Schwefelsäure soll diese Oxydation verhindern.

*Formaldehydlösung.

Neu aufgenommen.

Die 35 Prozent Formaldehyd enthaltende Lösung des Arzneibuches dient zum Nachweis von organischen Verunreinigungen von Narkosechloroform (Bd. I, S. 368), als Identitätsreagens des Morphins (Bd. II, S. 92) und zur Reduktion des Quecksilbers bei der jodometrischen Bestimmung des Quecksilbers in den Sublimatpastillen und der weißen Quecksilbersalbe (Bd. II, S. 209) nach Rupp.

Furfurolösung, weingeistige.

2 Teile frisch destilliertes Furfurol sind in 98 Teilen *Weingeist zu lösen.

Furfurol $C_4H_3O \cdot CHO$.

Neu aufgenommen.

α -Furfurol $C_4H_3O \cdot CHO$ (1,4) ist der Aldehyd des Furfuralkohols oder der Brenzschleimsäure. Es entsteht bei der Destillation von Weizenkleie (oder von einigen anderen Kohlehydraten) mit verdünnter Schwefelsäure. Furfurol ist eine farblose, aromatisch riechende Flüssigkeit, vom spez. Gewicht 1,163 bei 13°, die bei 162° siedet. Es bräunt sich an der Luft und zeigt alle Eigenschaften eines Aldehydes. Die weingeistige Lösung des Furfurols, in wohlverschlossener Flasche vor Licht geschützt aufbewahrt, ist haltbar. Furfurolösung dient zur Identifizierung des Sesamöles und zur Prüfung von Arachisöl auf Verunreinigung mit Sesamöl (Bd. I, S. 186, 147).

Gerbsäurelösung.

Bei Bedarf ist 1 Teil *Gerbsäure in 19 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert geblieben.

Das zur Auflösung benutzte Wasser muß eisenfrei sein. Die Lösung verdirbt leicht, färbt sich dunkel, schimmelt wohl auch und enthält dann Ellagsäure und Gallussäure. Ein kleiner Zusatz von Weingeist verhindert wohl das Schimmeln, ist aber unzulässig. Man bereite sie deshalb jedesmal frisch.

Gerbsäure gibt mit den meisten Alkaloiden und einigen diesen nahestehenden Glykosiden und Basen unlösliche Niederschläge; sie fällt Eiweißstoffe, Leim und ist ein Reagens auf Eisenverbindungen.

*Glycerin.

Unverändert.

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient meist als Lösungsmittel bei der chemischen Untersuchung und als Aufhellungsmittel in der mikroskopischen Technik.

Hämatoxylin $C_{16}H_{14}O_6 \cdot 3 H_2O$.*Unverändert.*

Das Hämatoxylin ist in dem Kampecheholz enthalten und wird am einfachsten dargestellt, indem man das käufliche Kampecheholz-Extrakt mit viel Sand vermischt und diese Mischung wiederholt mit wasserhaltigem Äther extrahiert. Die ätherischen Auszüge werden durch Abdestillieren des Äthers bis zur Sirupkonsistenz konzentriert und nach Zusatz von etwas Wasser der Kristallisation überlassen. Die erhaltenen Kristalle werden mit kaltem Wasser gewaschen, abgepreßt und aus siedendem Wasser unter Zusatz von etwas schwefliger Säure umkristallisiert.

Farblose glänzende, quadratische Säulen, die zwischen 100° – 120° unter Schmelzung wasserfrei werden. Hämatoxylin ist schwer löslich in kaltem Wasser, leicht löslich in Alkohol und in Äther, auch in siedendem Wasser. Die wässrige Lösung des Indikators, der selbst eine schwache Säure ist, ist im undissoziierten Zustande bei Gegenwart von Säuren gelb (gefärbt), dissoziiert als Salz aber bei Gegenwart von ätzenden und kohlensauren Alkalien und Luftzutritt, und ist dann wegen der Farbe seines Anions blauviolett (—).

Hämatoxylin ist einer der 5 vom Arzneibuch verwendeten sauren Indikatoren. Es sind durchgängig sehr schwache Säuren, die im undissoziierten Zustande wie Phenolphthalein ungefärbt oder wie die anderen anders gefärbt sind als ihre Anionen. Um den Farbenumschlag zu erzielen, muß eine bestimmte Hydroxylionenkonzentration in der Lösung sein, die um so größer sein muß, je schwächer die Säure ist. Nach ihrer Stärke geordnet sind die 5 sauren Indikatoren des Arzneibuches: Jodeosin, Hämatoxylin, Lackmus, Kurkuma, Phenolphthalein. Jodeosin ist die stärkste und Phenolphthalein die schwächste Säure. Zum Titrieren von schwachen Basen wie den Alkaloiden können nur die beiden stärksten Säuren Jodeosin und Hämatoxylin verwendet werden.

Das Arzneibuch benutzt den Indikator bei der Gehaltsbestimmung der Chinarinde und der Brechwurzel und der daraus hergestellten galenischen Präparate, zur Titration von Chinin, Cinchonin und Emetin. Die hierzu nötige alkoholische Lösung des Hämatoxylins ist stets frisch zu bereiten, weil sie sich im Verlaufe der Aufbewahrung infolge der Bildung von Hämatein $C_{16}H_{12}O_6$ gelb bis braun färbt.

Das kristallisierte Hämatoxylin ist vor Licht geschützt aufzubewahren, da es sich unter dem Einflusse des Lichtes und der Luft rötlich färbt.

Hexamethylentetramin.Neu aufgenommen.*

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient zur Identifizierung des Diacetylmorphinhydrochlorides als ein Derivat des Morphins mit Hilfe der Marquis'schen Reaktion. Statt der sonst üblichen Formalinschwefelsäure wird hier Hexamethylentetramin und Schwefelsäure genommen.

Holzkohle, gepulverte.Als Reagens neu aufgenommen.*

Die Holzkohle des Arzneibuches.

Holzkohle dient zur Identitätsprüfung von Methylsulfonyl und Sulfonyl mit Hilfe der Merkapthanreaktion.

Jod.Als Reagens neu aufgenommen.*

Das feste Jod des Arzneibuches dient zum Nachweis des Quecksilbers (als Merkurijodid) in Hydrargyrum salicylicum (Bd. I, 689).

Jodeosinlösung.

1 Teil Jodeosin ist in 500 Teilen *Weingeist zu lösen. Übergießt man in einer Flasche aus weißem Glase 100 cem Wasser mit einer 1 cm hohen Schicht *Äther, fügt 1 Tropfen $\frac{1}{100}$ -Normal-Salzsäure und 10 Tropfen Jodeosinlösung hinzu, so muß die untere wässrige Schicht nach kräftigem Umschütteln ungefärbt bleiben. Fügt man hierauf der Mischung 2 Tropfen $\frac{1}{100}$ -Normal-Nalilauge zu, so muß die untere wässrige Schicht nach kräftigem Umschütteln blaßrosa gefärbt werden.

Jodeosin. Tetrajobfluorescein $C_{20}H_8J_4O_5$.*Unverändert.*

Das Jodeosin — Eosinum jodatum — kommt auch unter den Namen Erythrosin, Pyrosin und Dianthin in den Handel. Zur Darstellung löst man 10 Teile Fluorescein in überschüssiger

verdünnter Natronlauge, fügt 32 Teile Jod hinzu und schüttelt bis zur vollständigen Auflösung, die gelbe Farbe der Flüssigkeit geht in tiefrot über. Man säuert die Lösung mit verdünnter Salzsäure an und filtriert den ausfallenden Niederschlag ab, darauf löst man ihn nochmals in Natronlauge, fällt ihn wieder durch Säure aus und wäscht ihn nun so lange, bis ihm jede Spur freier Säure entzogen ist. Jodeosin ist ein scharlachrotes, kristallinisches Pulver, das sich in Weingeist mit tieferer, in Äther mit gelbroter Farbe löst. In Wasser, das mit einer Spur Salzsäure angesäuert ist, soll Jodeosin unlöslich sein. Jodeosin darf beim Verbrennen keinen glühbeständigen Rückstand hinterlassen. Die vom Arzneibuch vorgeschriebene Prüfung auf die Empfindlichkeit des Indikators ist stets auszuführen. Man muß stets in Rücksicht ziehen, daß man möglicherweise nicht das freie Jodeosin, also die Säure, sondern ein Alkalisalz desselben unter den Händen hat.

Die Anwendung des Jodeosins als Indikator beruht darauf, daß die freie Säure in Wasser so gut wie unlöslich ist, von Äther dagegen im undissoziierten Zustand mit gelber Farbe gelöst wird. Wird die Flüssigkeit aber alkalisch, so bildet sich das Alkalisalz des Jodeosins, dessen Anion rot gefärbt ist und die unter dem Äther befindliche wässerige Schicht nimmt Rosafärbung an. Bei den Arbeiten mit Jodeosin ist auf die Reaktion der Gläser zu achten, sie dürfen kein Alkali an das Wasser abgeben (AUSDÄMPFEN nach Bd. I, S. 35 empfehlenswert). Alkalisch reagierende Gläser überziehen sich sehr bald mit einer rosafarbenen Schicht, die das Erkennen der Endreaktion erschwert. Jodeosin dient als Indikator bei der Titration einer Reihe von Alkaloiden.

Jodlösung.

Es ist die $\frac{1}{10}$ -Normal-Jodlösung anzuwenden.

Jodlösung, $\frac{1}{10}$ -Normal. *

Sie enthält in 1 Liter 12,692 g J (Mol.-Gew. 126,92), das mit Hilfe von 20 g *Kaliumjodid gelöst ist.

Der Jodgehalt der Lösung ist dem revidierten Atomgewicht des Jods entsprechend geändert.

Zur Darstellung der $\frac{1}{10}$ -Normal-Jodlösung benutze man das nach Bd. I, S. 704 gereinigte (chlorfreie) Jod. Man schüttet in einen 1-Liter-Kolben etwa 13 g reines Jod, 20 g Kaliumjodid und 50 ccm Wasser. Wenn nach öfterem Umschütteln und längerem Stehen völlige Auflösung des Jods erfolgt ist, so füllt man mit Wasser bis zur Liter-Marke auf. Die Lösung ist jetzt etwas stärker als sie sein soll und muß nun auf ihren richtigen Gehalt eingestellt werden.

Man benutzt hierzu die $\frac{1}{10}$ -Normal-Natriumthiosulfatlösung: In ein Kölbchen läßt man 10 ccm der $\frac{1}{10}$ -Normal-Natriumthiosulfatlösung fließen, verdünnt mit 30—40 ccm Wasser, fügt 5—10 Tropfen frisch bereiteter Stärkelösung hinzu und läßt nun unter Umschwenken so lange von der Jodlösung zufließen, bis durch einen Tropfen gerade Blaufärbung der Flüssigkeit eintritt. Man zieht aus drei übereinstimmenden Versuchen das Mittel.

Gesetzt, man hätte für 10 ccm $\frac{1}{10}$ -Normal-Natriumthiosulfatlösung nur 9,4 ccm Jodlösung verbraucht, so enthalten diese 9,4 ccm schon die nötige Jodmenge, um 10 ccm $\frac{1}{10}$ -Normal-Natriumthiosulfatlösung zu binden. Es sind daher 9,4 ccm Jodlösung auf 10 ccm oder 940 ccm Jodlösung auf 1000 ccm zu verdünnen. Man stellt hierauf fest, wieviel Jodlösung im ganzen vorhanden ist und berechnet, auf welches Volumen die Gesamtmenge zu verdünnen ist. Angenommen, es waren noch 970 ccm vorhanden, so stellt man folgende Rechnung an:

$$940 : 1000 = 970 : x$$

$$x = 1032.$$

Die vorhandenen 970 ccm Jodlösung wären daher mit Wasser auf 1032 ccm zu verdünnen. Ein weiterer Versuch muß dann zeigen, daß 10 ccm Jodlösung gerade hinreichen, um 10 ccm $\frac{1}{10}$ -Normal-Natriumthiosulfatlösung zu binden, d. h. fügt man zu 10 ccm $\frac{1}{10}$ -Normal-Natriumthiosulfatlösung 30—40 ccm Wasser und 5—10 Tropfen Stärkelösung und läßt nun von der Jodlösung unter Umschwenken zufließen, so muß bei Verbrauch von 9,95 ccm Jodlösung noch eine farblose Lösung vorliegen, die durch einen die 10 ccm vervollständigenden Tropfen blau gefärbt wird.

Die so hergestellte Jodlösung ist eine $\frac{1}{10}$ -Normal-Jodlösung, weil sie in 1 Liter den zehnten Teil des Äquivalentgewichtes des Jods (Äquivalentgewicht = Atomgewicht J = 126,92) enthält. 1 ccm dieser $\frac{1}{10}$ -Normal-Jodlösung enthält 0,012 692 g Jod und bindet genau 0,024 822 kristallisiertes Natriumthiosulfat.

Normal-Jodlösung und Normal-Natriumthiosulfatlösungen sind die Maßflüssigkeiten, die bei der mit Jodometrie bezeichneten Bestimmungsmethode Verwendung finden. Um die geringsten Spuren von Jod in einer Flüssigkeit zu erkennen, setzt man der Lösung wenig Stärke in Form einer Auflösung von löslicher Stärke oder von Jodzinkstärkelösung hinzu. Jod bildet mit Stärke eine tiefblau gefärbte Verbindung, die Jodstärke, von bedeutender Färbekraft. Nach dem Verschwinden der blauen Jodstärke in einer Lösung ist auch die kleinste Menge Jod in ihr verschwunden. Stärkelösung und Jodzinkstärkelösung dienen daher in der Jodometrie als Indikatoren.

Über den chemischen Verlauf der Reaktion s. Bd. I, S. 704, 705; Bd. II, S. 134.

Das Arzneibuch läßt jodometrisch Chlor, Eisen, Arsen und Antimon bestimmen.

Die Jodlösung ist in Flaschen mit gut eingeschliffenen Glasstopfen vor Licht geschützt aufzubewahren. Da sich der Gehalt an freiem Jod (der Titer) trotzdem mit der Zeit ändert, so ist der Wirkungswert vor jeder Versuchsreihe zu bestimmen.

Jodlösung, weingeistige.

25 g *Jod sind in 500 ccm *Weingeist zu lösen.

Statt in 500 g wird das Jod jetzt in 500 ccm Weingeist gelöst.

Man kann auch 250 g Jodtinktur mit 297 ccm Weingeist vermischen.

Wegen der Veränderlichkeit des Titors der weingeistigen Jodlösung ist hier keine Normallösung, sondern eine empirische Lösung gewählt worden, deren Gehalt jeweils vor dem Versuch mit $\frac{1}{10}$ -Normal-Natriumthiosulfatlösung zu ermitteln ist. Die Lösung dient mit gleichen Teilen weingeistiger Mercurichloridlösung gemischt zur Bestimmung der Jodadditionszahl nach von Hübl in Fetten und fetten Ölen. Bd. I, S. 43.

Jodzinkstärkelösung.

4 g lösliche Stärke und 20 g *Zinkchlorid werden in 100 g kochendem Wasser gelöst. Der erkalteten Flüssigkeit wird die farblose, durch Erwärmen frisch bereitete Lösung von 1 g Zinkfeile und 2 g *Jod in 10 g Wasser hinzugefügt, hierauf die Flüssigkeit zu 1 Liter verdünnt und filtriert.

Jodzinkstärkelösung ist farblos, nur wenig opalisierend. Ein Gemisch von 1 ccm Jodzinkstärkelösung und 20 ccm Wasser muß durch 1 Tropfen $\frac{1}{10}$ -Normal-Jodlösung stark blau gefärbt werden, darf sich aber auf Zusatz von verdünnter Schwefelsäure nicht blau färben.

Die Vorschrift zur Herstellung der Lösung ist etwas geändert, statt Weizenstärke wird jetzt lösliche Stärke verwendet. Neu ist die Prüfung der Lösung auf ihre Empfindlichkeit.

Die obige Bereitungsweise kann etwas vereinfacht werden, indem man an Stelle von 1 g Zinkfeile und 2 g Jod 2,5 g trocknes Zinkjodid (Zincum jodatum purissimum) verwendet, das im Handel in genügender Reinheit (farblos) zu haben ist. Die Lösung ist an einem dunklen Ort zu filtrieren und hält sich lange Zeit gut, wenn sie in Flaschen aus gelbem Glas und kühl aufbewahrt wird.

Jodzinkstärkelösung ist ein empfindliches Reagens auf die Anwesenheit von freien Halogenen — Chlor, Brom — und solchen Körpern — salpetrige Säure, Ferrisalze, Wasserstoffsuperoxyd — die imstande sind, Jod aus Jodiden freizumachen und dadurch die Bildung von blauer Jodstärke zu bewirken. Außerdem wird die Lösung als Indikator in der Jodometrie an Stelle von einer einfachen Lösung der löslichen Stärke benutzt. Der Zusatz von Zinkchlorid bezweckt zum Teil, die Zersetzung der Stärkelösung (durch Gärung) zu verhindern, außerdem befördert er die Löslichkeit der Stärke.

*Kalilauge.

Bei Bedarf nach Vorschrift zu verdünnen.

Unverändert.

Die 15 prozentige Lauge des Arzneibuches. Sie neutralisiert Säuren und fällt die meisten Metalle als Oxyde oder Hydroxyde aus ihren Salzlösungen, im Überschuß angewandt löst sie Aluminiumhydroxyd, Bleihydroxyd und Zinkhydroxyd. Ferner dient sie zur Verseifung von Harzen, Fetten und fetten Ölen, zur Lösung von Naphthol. Sie ist bei der „Isonitril“-Reaktion zum Nachweis von primären Aminen (Acetanilid) beteiligt, spaltet Trichloressigsäure in Chloroform und Kohlensäure und dient endlich auch zur Identifizierung einiger Alkaloide (Cocain, Codein, Arecolin).

Kalilauge, Normal-.

Sie enthält 56,11 g KOH (Mol.-Gew. 56,11) in 1 Liter.

Den revidierten Atomgewichten entsprechend ist der Gehalt an KOH geändert worden.

Alle die Gehaltsbestimmungsmethoden, die darauf beruhen, eine Säure mit einem Alkali und umgekehrt ein Alkali mit einer Säure zu sättigen, faßt man unter den Bezeichnungen Acidi- oder Alkalimetrie zusammen. Als Maßflüssigkeiten sind im Arzneibuche Salzsäure und Kalilauge herangezogen worden. Der Endpunkt der Sättigung wird, da er in den farblosen Maßflüssigkeiten nicht sichtbar ist, durch einen Indikator angezeigt, d. i. eine Säure oder Base, die im Sättigungspunkt Farbumschlag zeigt. Als Indikatoren läßt das Arzneibuch Dimethylaminoazobenzol, Hämatoxylin, Jodeosin, Lackmuspapier, Phenolphthalein benutzen. Zur Darstellung der Normal-Kalilauge verwendet man ein möglichst kohlenstoffreies Kaliumhydroxyd (Kali causticum alcohole depuratum). Man löse etwa 65 g Kaliumhydroxyd in 300 ccm Wasser, fälle das Karbonat mit Barytwasser, solange noch ein Niederschlag entsteht, lasse absetzen, gieße vorsichtig vom Niederschlag ab oder filtriere durch ein Barytfilter, fülle die Lösung nach dem Erkalten zu 1 Liter auf, lasse sie 24 Stunden absetzen und gieße die vollkommen klare Lösung von einem etwaigen geringen Bodensatz ab. Die Lösung ist nun voraussichtlich zu stark und muß auf den richtigen Gehalt eingestellt werden. In der Regel bedient man sich zum Einstellen der Normal-Salzsäure. Zu diesem Zwecke läßt man in ein Kölbchen 10 ccm Normal-Salzsäure fließen, verdünnt mit etwa 30 ccm Wasser, fügt 5 Tropfen Phenolphthaleinlösung hinzu und läßt nun unter Umschwenken so lange von der bereiteten Kaliumhydroxydlösung zutropfen, bis ein Tropfen gerade dauernde Rotfärbung hervorbringt.

Hatte man hierzu 9,2 ccm Kaliumhydroxydlösung verbraucht, so enthalten diese 9,2 ccm schon diejenige Menge KOH, die eigentlich erst in 10 ccm enthalten sein soll. Man muß daher 9,2 ccm der Lösung bis auf 10 ccm oder 920 ccm derselben bis auf 1000 ccm verdünnen. Vgl. auch bei Jodlösung.

Zur Einstellung der Normal-Kalilauge kann man auch Oxalsäure verwenden. Die Oxalsäure (siehe dort) muß zu diesem Zwecke besonders gereinigt und umkristallisiert werden. Man wägt etwa 0,5—1,0 g Oxalsäure genau ab, löst in Wasser, fügt Phenolphthaleinlösung zu und titriert mit der Kaliumhydroxydlösung wie vorher.

Kristallisierte Oxalsäure, $C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$, 1 g bedarf zur Sättigung 15,87 ccm Normal-Kalilauge.

Die so dargestellte Kaliumhydroxydlösung heißt Normal-Kalilauge, weil sie im Liter das Äquivalentgewicht des Kaliumhydroxyds (als einwertige Base = dem Mol.-Gew. 56,11) in Grammen enthält.

1 ccm Normal-Kalilauge enthält 0,0561 g KOH und sättigt 0,03647 HCl oder 0,04905 H_2SO_4 oder 0,063 01 HNO_3 . Normal-Kalilauge dient zur Gehaltsbestimmung der stärkeren Säuren des Arzneibuches, ferner zur Bestimmung des Säuregrades von Honig und versüßtem Salpetergeist und zur Prüfung des Formaldehyds auf Ameisensäure.

Kalilauge zieht aus der Luft Kohlensäure an, man verwahre sie deshalb in wohlverschlossenen Flaschen. Als Verschuß können mit weißem Ceresin ausgekochte Korkstopfen verwendet werden, die, um das Herausspringen zu vermeiden, mit Wachspapier tektiert werden.

Außer Normal-Kalilauge läßt das Arzneibuch noch $\frac{1}{10}$ - und $\frac{1}{100}$ -Normal-Kalilauge verwenden. Zu ihrer Herstellung wird Normal-Kalilauge in einem Maßzylinder mit kohlenstofffreiem Wasser entsprechend verdünnt. Die fertigen Mischungen müssen mit den in gleicher Weise hergestellten Verdünnungen der Normal-Salzsäure verglichen und übereinstimmend befunden werden.

Kalilauge, $\frac{1}{10}$ -Normal-.

Sie enthält 5,611 g KOH (Mol.-Gew. 56,11) in 1 Liter. $\frac{1}{10}$ -Normal-Kalilauge ist gegen $\frac{1}{10}$ -Normal-Salzsäure unter den Versuchsbedingungen einzustellen, die bei der Verwendung der $\frac{1}{10}$ -Normal-Kalilauge obwalten.

Der Gehalt den revidierten Atomgewichten entsprechend abgeändert.

Die $\frac{1}{10}$ -Normal-Kalilauge dient zur Säurebestimmung im Tamarindenmus und zur Gehaltsbestimmung einiger Drogen an Alkaloiden.

Kalilauge, $\frac{1}{100}$ -Normal-.

Sie enthält 0,5611 g KOH (Mol.-Gew. 56,11) in 1 Liter. $\frac{1}{100}$ -Normal-Kalilauge ist gegen $\frac{1}{100}$ -Normal-Salzsäure unter den Bedingungen einzustellen, die bei der Verwendung der $\frac{1}{100}$ -Normal-Kalilauge obwalten.

Der Gehalt den revidierten Atomgewichten entsprechend abgeändert.

Die $1/100$ -Normal-Kalilauge dient zur Gehaltsbestimmung einiger Drogen an Alkaloiden.

Kalilauge, weingeistige.

Bei Bedarf ist 1 Teil *Kaliumhydroxyd in 9 Teilen *Weingeist zu lösen.

Unverändert geblieben.

Zur Herstellung ist Kali causticum alcohole depuratum zu verwenden. Die Lösung färbt sich im Verlaufe der Aufbewahrung durch Bildung von Aldehydharz etwas dunkel. Man kann dem vorbeugen, indem man Weingeist verwendet, der über Kaliumhydroxyd abdestilliert worden ist, und die Lösung im Lichte aufbewahrt. Man halte auch nicht zu große Mengen vorrätig. Weingeistige Kalilauge findet bei der Vitalischen Reaktion Verwendung, die mit Atropin und Skopolamin positiv und mit Homatropin negativ ausfällt; ferner gibt sie Farben- und Geruchreaktionen, die zur Identitätsprüfung von Zitwerblütenpulver und Stovain dienen.

Kalilauge, weingeistige, $1/2$ -Normal.

*Weingeistige Lösung von *Kaliumhydroxyd, die 28,055 g KOH (Mol.-Gew. 56,11) in 1 Liter enthält. Farblose oder doch nur blaßgelbliche Flüssigkeit. Im Licht aufzubewahren.

Gehalt der Lösung den revidierten Atomgewichten entsprechend abgeändert. Aufbewahrung vorgeschrieben.

Zur Darstellung der weingeistigen $1/2$ -Normal-Kalilauge ist ebenfalls Kali causticum alcohole depuratum und ein sehr reiner, am besten über Kali hydricum abdestillierter Weingeist zu verwenden. Man löse das Kaliumhydroxyd zunächst in der dreifachen Menge Weingeist durch anhaltendes Schütteln in einer verschlossenen Flasche. Dann lasse man absetzen, gieße klar ab und ermittle die Menge der Lösung und ihren Gehalt durch Titration mit $1/2$ -Normal-Salzsäure. Nun verdünne man die Lösung mit Weingeist entsprechend und prüfe nochmals die fertige Lösung auf die Richtigkeit ihrer Titer. Beim Einstellen der Lauge gegen $1/2$ -Normal-Salzsäure müssen die gleichen Bedingungen eingehalten werden wie beim Hauptversuch, d. h. man muß die gleichen Mengen Weingeist, ferner den gleichen Indikator anwenden wie beim Hauptversuch, und ebenso mit der Säure auf farblos oder mit dem Alkali auf gefärbt titrieren wie beim Hauptversuch. Auch müssen die Flüssigkeiten bei beiden Versuchen während der gleichen Zeit auf die gleiche Temperatur gebracht werden.

Mit weingeistiger $1/2$ -Normal-Kalilauge wird die Säure- und Verseifungszahl in Wachs, Harzen, Balsamen, Fett oder Öl bestimmt. Vgl. Bd. I, S. 42.

***Kaliumacetatlösung.**

Unverändert geblieben.

Die 33,3 Prozent Kaliumacetat enthaltende wässrige Lösung des Arzneibuchpräparates. Sie dient zum Nachweis der Weinsäure und des richtigen Äthergehaltes in ätherhaltigen Flüssigkeiten.

Kaliumbromatlösung.

Sie enthält 1,6702 g KBrO_3 (Mol.-Gew. 167,02) in 1 Liter.

Neu aufgenommen.

Kaliumbromat bildet sich neben Kaliumbromid beim Auflösen von Brom in konzentrierter Kalilauge. Da das Kaliumbromat ähnlich dem Kaliumchlorat in kaltem Wasser weniger löslich ist als das Kaliumbromid, so ist es von diesem durch wiederholte Kristallisation leicht zu trennen und rein darzustellen. Ferner kann es auch auf elektrolytischem Weg erhalten werden. Das Verfahren gleicht dem für die Darstellung von Kaliumchlorat (Bd. I, S. 717) angegebenen.

Zur Darstellung der $1/100$ -molaren Lösung wird das vorher zerriebene und über Schwefelsäure getrocknete Salz genau abgewogen und in der Hälfte des Wassers gelöst. Nach Lösung wird mit Wasser bis zur Marke aufgefüllt.

Kaliumbromatlösung dient in Verbindung mit Kaliumbromidlösung zur Gehaltsbestimmung der verflüssigten Karbolsäure (Bd. I, S. 89).

Kaliumbromidlösung.

6 g getrocknetes *Kaliumbromid sind in Wasser zu 1 Liter zu lösen.

Neu aufgenommen.

Das pulverförmige bei 100° getrocknete Salz des Arzneibuches.

Die Kaliumbromidlösung wird in Verbindung mit Kaliumbromatlösung (siehe oben) bei der Gehaltsbestimmung der verflüssigten Karbolsäure verwendet.

*Kaliumcarbonatlösung.

Unverändert geblieben.

Die 33,3 Prozent Kaliumcarbonat enthaltende Lösung — Liquor Kalii carbonici — des Arzneibuches. Sie neutralisiert Säuren und fällt die meisten Metalle aus ihren Salzlösungen als Carbonate. Bei der Prüfung von Weinstein findet Kaliumcarbonatlösung als Lösungsmittel Verwendung. Morphin- und Apomorphin werden von Kaliumcarbonatlösung gefällt, letzter Niederschlag ist gefärbt (Nachweis von Apomorphin in Morphin).

*Kaliumchlorat.

Als Reagens neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches wird bei der Prüfung von gepulvertem und reduziertem Eisen auf Arsen zur Herstellung einer Ferrichloridlösung verwendet.

Kaliumchromatlösung.

1 Teil chlorfreies, gelbes Kaliumchromat ist in 19 Teilen Wasser zu lösen.

Kaliumchromat K_2CrO_4 .

Unverändert geblieben.

Die Darstellung von Kaliumchromat ist unter Kalium dichromicum (Bd. I, S. 720) beschrieben. Kaliumchromat kristallisiert in schönen gelben vierseitigen Säulen, die sich sehr leicht in Wasser lösen.

Die wässrige Lösung werde durch Phenolphthalein nicht gerötet (freies Alkali) und nach dem Ansäuern mit Salpetersäure durch Silbernitrat nicht getrübt (Chloride). Die Kaliumchromatlösung dient als Indikator bei der maßanalytischen Bestimmung des Chlors mit Silbernitrat nach Mohr, daher muß sie auch selbst chlorfrei sein. Der bei dieser Methode als Endreaktion entstehende stark rot gefärbte Niederschlag von Silberchromat ist sowohl in freier Salpetersäure als auch in Ammoniak leicht löslich; man hat daher darauf zu achten, daß die zu untersuchenden Flüssigkeiten weder freies Ammoniak noch freie Salpetersäure enthalten.

Kaliumdichromatlösung.

1 Teil *Kaliumdichromat ist in 19 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert geblieben.

Das Präparat des Arzneibuches — $K_2Cr_2O_7$ — in 5 prozentiger wässriger Lösung. Die Lösung hält sich gut; sie fällt Baryum und Bleisalze, manche Alkaloide und dient zum Identitätsnachweis des Strychnins.

Kaliumferrichanid $K_3Fe(CN)_6$.

Das feste Salz als Reagens neu aufgenommen.

Das rote Blutlaugensalz bildet sich beim Einleiten von Chlor in eine wässrige Lösung von Kaliumferrocyanid — $K_4Fe(CN)_6$ —, was so lange fortgesetzt werden muß, bis eine Probe der Lösung mit Eisenchlorid kein Berlinerblau erzeugt. Nach dem Eindampfen der Lösung scheidet sich das Salz in schön roten, glänzenden, rhombischen Kristallen ab, die in Wasser leicht löslich, in Weingeist unlöslich sind.

Das feste Salz wird bei der Prüfung des Codeinum phosphoricum auf Morphin verwendet.

Das Salz erleidet, dem Licht ausgesetzt, von der Oberfläche aus eine Reduktion zu Kaliumferrocyanid. Das Salz ist daher vor Licht geschützt aufzubewahren.

Kaliumferrichanidlösung.

Bei Bedarf ist 1 Teil der zuvor mit Wasser gewaschenen Kristalle von Kaliumferrichanid in 19 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert geblieben.

Zur Entfernung von Kaliumferrocyanid, das sich an der Oberfläche der Kristalle bei der Aufbewahrung leicht bildet, müssen die Kristalle vor dem Auflösen mit Wasser gewaschen werden. Die frisch bereitete Lösung ist mit Baryumnitrat auf Schwefelsäure und auf Chlor

in der Weise zu prüfen, daß der mit Silbernitrat erhaltene, ausgewaschene Niederschlag in der zehnfachen Menge einer Mischung aus gleichen Teilen konzentrierter Schwefelsäure und Wasser löslich sein muß. Ferner darf die Lösung mit Ferrisalzen keine blaue Färbung geben. Kaliumferrocyanidlösung ist ein spezifisches Reagens auf Ferroverbindungen, mit denen es einen blauen Niederschlag (Turnbulls blau) gibt, der in saurer Flüssigkeit beständig ist, durch Alkalien aber zerlegt wird. Zum Nachweis der Gegenwart oder des Fernseins von Ferroverbindungen oder von reduzierend wirkenden Stoffen, die eine Reduktion zu Kaliumferrocyanid bewirken können, wird die Kaliumferrocyanidlösung im Arzneibuch mehrfach benutzt. Die Lösung hält sich nicht lange, ohne daß eine Reduktion zu Kaliumferrocyanid eintritt, sie ist daher bei Bedarf frisch zu bereiten.

Kaliumferrocyanidlösung.

1 Teil Kaliumferrocyanid ist in 19 Teilen Wasser zu lösen.

Kaliumferrocyanid $K_4Fe(CN)_6 \cdot 3H_2O$.

Unverändert geblieben, nur die Bemerkung, daß die Lösung nur „bei Bedarf“ anzufertigen sei, ist weggefallen.

Das „gelbe Blutlaugensalz“ wird nach einem älteren Verfahren folgendermaßen dargestellt. Stickstoffreiche, organische Materie, wie Blut, Horn, Fleisch, Leder u. a. werden mit Pottasche und Eisenfeile gemengt, verkohlt und geglüht. Dabei entsteht aus dem Kohlenstoff und Stickstoff der verwendeten organischen Stoffe und dem durch Glühen der Pottasche mit Kohle freiwerdenden Kalium Kaliumcyanid, das beim Auslaugen mit Wasser auf das von vornherein beigemischte Eisen und den in den organischen Stoffen ebenfalls vorhandenen Schwefelverbindungen in der Weise einwirkt, daß sich Kaliumferrocyanid und Kaliumsulfid oder Kaliumsulfat bildet. Das durch Eindampfen der Lösung erhaltene Salz wird durch Umkristallisieren gereinigt.

Neuerdings wird Kaliumcyanid als Nebenprodukt bei der Verarbeitung der Rübenschlempe gewonnen. Durch Digerieren der wässerigen Lösung von Kaliumcyanid mit Eisenfeile oder gepulverten Schwefeleisen gewinnt man leicht das gelbe Blutlaugensalz. In ersterem Fall bildet sich neben Kaliumferrocyanid unter Wasserstoffentwicklung Kalilauge, im zweiten Falle Schwefelkalium.

Das gelbe Blutlaugensalz kristallisiert aus wässriger Lösung in großen, hellgelben, quadratischen, luftbeständigen Tafeln, die bei Zimmertemperatur in 4 Teilen Wasser, aber nicht in Weingeist löslich sind. Mit Salpetersäure darf das Salz nicht aufbrausen (Kohlensäure), noch darf die Lösung nach dem Ansäuern mit Salpetersäure durch Baryumnitrat weiß gefällt werden (Schwefelsäure). Kaliumferrocyanidlösung ist das spezifische Reagens auf Ferrisalze, sie erzeugt in diesen Salzlösungen blaue Niederschläge (Berlinerblau), die durch Alkalien zerlegt werden; Kaliumferrocyanidlösung fällt ferner Kupfersalze rotbraun, Zink-, Blei-, Silbersalze weiß.

Kaliumferrocyanidlösung ist nur eine beschränkte Zeit haltbar, daher öfter frisch zu bereiten.

*Kaliumhydroxyd.

Festes Atzkali ist als Reagens neu aufgenommen worden.

Das 85 Prozent Kaliumhydroxyd enthaltende Präparat des Arzneibuches. Frisch zerleinerte, erbsengroße Stückchen von Kaliumhydroxyd dienen zum Nachweis von Aldehyd und Vinylalkohol im Äther.

Kaliumjodatstärkepapier.

Bestes Filtrierpapier wird mit einer Lösung von 0,1 g Kaliumjodat und 1 g löslicher Stärke in 100 cem Wasser getränkt und getrocknet.

Kaliumjodat KJO_3 .

Neu aufgenommen.

Beim Kochen von Jod mit Kalilauge entsteht ein Gemisch von Kaliumjodid und Kaliumjodat. Beim Eindampfen der Lösung scheidet sich zuerst das schwer lösliche Kaliumjodat ab, das durch Umkristallisieren leicht gereinigt werden kann. Das nach obiger Vorschrift bereitete Kaliumjodatstärkepapier dient zum Nachweis von schwefliger Säure im Carra-geen und im weißen Leim. Die Jodsäure wird von der schwefligen Säure zu freiem Jod reduziert, das die Stärke blau färbt.

Kaliumjodid.Das feste Salz als Reagens neu aufgenommen.*

Das Präparat des Arzneibuches. Es ist besonders auf ein jodsäurefreies Kaliumjodid Wert zu legen. Da die Kaliumjodidlösung bei der Aufbewahrung besonders durch die Einwirkung des Lichtes sich bald zersetzt und unter Abscheidung von Jod gelb färbt, so läßt das Arzneibuch jetzt das Kaliumjodid für die meisten Reaktionen frisch lösen und hat daher das feste Salz als Reagens aufgenommen. Die Jod-Ionen geben in saurer Lösung unter dem Einflusse von Oxydationsmitteln ihre Ladung ab, das freigemachte elementare Jod kann auf jodometrischem Wege leicht bestimmt werden. Hierauf beruht die Anwendung des Kaliumjodids zum Nachweis von Peroxyden (Wasserstoffsuperoxyd, Äthylperoxyd im Narkoseäther) und in der Jodometrie. Ein jodsäurehaltiges Kaliumjodid enthält nun schon eine derartige Sauerstoffquelle, es findet daher die Entladung des Jod-Ions ohne den Zutritt einer solchen statt. Kaliumjodid fällt Bleisalze gelb, Silbersalze gelblich, Merkurisalze lebhaft rot. Die wässerige Kaliumjodidlösung ist Lösungsmittel für elementares Jod. (Über die Chemie dieses Vorganges vgl. Bd. I, S. 704.) Kaliumjodid dient auch in der Fällungsanalyse als Indikator (Bd. I, S. 245).

Kaliumjodidlösung.

Bei Bedarf ist 1 Teil *Kaliumjodid in 9 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert geblieben.

Anwendung unter Kaliumjodid.

Kaliumnitrat.Neu aufgenommen.*

Das Präparat des Arzneibuches.

Kaliumpermanganat.Neu aufgenommen.*

Das feste Salz des Arzneibuches dient zum Identitätsnachweis von Atropin (Bittermandelölgeruch) und Strychnin (Blaufärbung).

Kaliumpermanganatlösung.

Wenn bestimmte Konzentrationsverhältnisse nicht vorgeschrieben sind, so ist eine Lösung von 1 Teil *Kaliumpermanganat in 999 Teilen Wasser zu verwenden.

Unverändert.

In der Oxydimetrie, d. i. die quantitative Bestimmung von chemischen Stoffen mit Hilfe des in bestimmten Reaktionen aus dem Kaliumpermanganat freiwerdenden Sauerstoffs, bedient man sich einer Normallösung, die ein Gramm-Äquivalent Sauerstoff pro Liter freimacht. Eine derartige Lösung würde 31,6 g KMnO_4 im Liter enthalten müssen. Da die Kaliumpermanganatlösung unter dem Einflusse von Licht und Staub leicht ihren Titer ändert, so stellt man in der Regel nicht Normal-, sondern empirische Lösungen dar, deren Titer man vor jeder Versuchsreihe neu bestimmt. Eine sorgfältig bereitete $\frac{1}{10}$ -Normal-Kaliumpermanganatlösung vor Licht und Staub geschützt hält sich nach hier gemachten Erfahrungen übrigens monatelang ohne Veränderung des Titers. Die Kaliumpermanganatlösung des Arzneibuches ist ungefähr $\frac{1}{30}$ -Normal.

Die oxydierende Wirkung des Kaliumpermanganats wird in verschiedener Weise benutzt: zur Überführung von Ferro-Ionen in Ferri-Ionen, zum Nachweis von organischen Verunreinigungen, zum Nachweis von schwefliger Säure, zur Identifizierung von Arzneistoffen wie Benzoe, Cocain, Strychnin, Hydrastisfluidextrakt.

Über Permanganatlösung zur Oxydimetrie, die in dem Arzneibuch keine Verwendung mehr findet, siehe die betreffenden Lehrbücher von Beckurts, Medicus oder Weinland.

Kaliumsulfat.Neu aufgenommen.*

Das Präparat des Arzneibuches. Zur Identitätsprüfung der essigsauren Tonerdelösung.

Kalkwasser.Unverändert geblieben.*

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient zum Identitätsnachweis von Citronensäure, Weinsäure, Milchsäure, des Morphins, des Pyrogallols, des Teers, der Granatrinde, ferner zum Nachweis von freiem Kohlendioxyd.

Karbonsäurelösung.

Bei Bedarf ist 1 Teil *Karbonsäure in 19 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert geblieben.

Statt der kristallisierten ist es bequem, die verflüssigte Karbonsäure zu verwenden; man mische dann 1,1 Teil mit 18,9 Teilen Wasser. Karbolwasser dient zur Anstellung der Indophenolreaktion beim Acetanilid.

Kaliodium.Unverändert.*

Das Präparat des Arzneibuches. Zur Prüfung des Kreosots auf Steinkohlenkreosot.

Königswasser.

Bei Bedarf sind 1 Teil *Salpetersäure und 3 Teile *Salzsäure zu mischen.

Neu aufgenommen.

Die Mischung der beiden starken Säuren des Arzneibuches soll Zinnober lösen. Königswasser enthält freies Chlor; die Mischung der Säuren und die Prüfung des Zinnobers ist daher im Freien oder unter einem gutziehenden Abzuge vorzunehmen.

Kupfer Cu.*Neu aufgenommen.*

Kupfer kommt in Oktaedern kristallisiert gediegen im Mineralreich vor, aber auch in Verbindung mit Sauerstoff, Kohlensäure und Schwefel, aus denen es im Hüttenbetrieb abgeschieden wird. Chemisch rein wird das Kupfer durch Reduktion von erhitztem Kupferoxyd im Wasserstoffgasstrom oder durch Elektrolyse seiner wasserlöslichen Salze gewonnen. Kupfer besitzt eine eigentümlich rote Farbe, ist sehr dehnbar und zähe und hat ein spezifisches Gewicht von 8,93. Kupferdraht und Kupferblech (nicht Messing) des Handels besitzen eine den Zwecken des Arzneibuches genügende Reinheit. Es dient zur Identifizierung der Salpetersäure, worin sich Kupfer auflösen soll.

Um dem Kupfer seine metallische Oberfläche zu erhalten, ist es vor Feuchtigkeit geschützt in einem Glase aufzubewahren. In feuchter Luft überzieht sich das blanke Kupfer mit einer grünen Schicht, oder es bekommt da, wo es mit Wassertropfen bedeckt war, grüne Flecke von basisch-kohlensaurem Kupferoxyd.

Kupferoxyd CuO.

Es ist geförntes Kupferoxyd zu verwenden.

Als Reagens neu aufgenommen. Es findet aber keine Verwendung im Arzneibuch.

Zweckmäßig wäre es zu verwenden bei der Prüfung von Kampfer auf Chlorverbindungen, die von unreinem synthetischem Kampfer herrühren können. Verbrennt man eine Spur einer halogenhaltigen Substanz an einem Körnchen Kupferoxyd in der nicht leuchtenden Flamme, so wird diese durch das sich bildende flüchtige Kupferhaloid grünblau gefärbt (Beilsteinsche Probe).

Kupfersulfatlösung.

1 Teil *Kupfersulfat ist in 49 Teilen Wasser zu lösen.

Neu aufgenommen als Reagens.

Die wässrige Lösung des Arzneibuchpräparates dient in Verbindung mit Natronlauge zur Anstellung der „Biuretreaktion“ im Protargol und zum Identitätsnachweis von Atoxyl.

Kupfertartratlösung, alkalische.

a) 3,5 g *Kupfersulfat sind in Wasser zu 50 ccm zu lösen.

b) 17,5 g *Kaliumnatriumtartrat und 5 g Ätznatron sind in Wasser zu 50 ccm zu lösen.

Bei Bedarf sind gleiche Raumteile der beiden Lösungen zu mischen.

Sachlich nicht verändert.

Dieses Reagens ist die sogenannte „Fehlingsche Lösung“. Da die Lösung sich schlecht hält, läßt das Arzneibuch zwei Lösungen, nämlich eine Kupfersulfatlösung und eine alkalische Kaliumnatriumtartratlösung, vorrätig halten und bei Bedarf mischen. Die blaue alkalische Kupfertartratlösung wird von Aldehyden und aldehydartigen Stoffen wie den reduzierenden Zuckerarten in der Hitze leicht zu dem als roter Niederschlag ausfallenden Kupferoxydul reduziert. Solche reduzierende Zuckerarten sind u. a. Traubenzucker und Milchsucker, während Rohrzucker erst nach der Inversion, Spaltung in Dextrose und Lävulose, reduziert. Eine brauchbare Fehlingsche Lösung stellt eine tiefblaue Flüssigkeit dar, die bei 5 Minuten langem Kochen weder einen gelben noch roten Niederschlag abscheidet.

Gewöhnlich wird in der analytischen Praxis die folgende etwas verdünntere Lösung nach Soxhlet verwendet:

Kupfervitriollösung ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 34,64 g Kupfersulfat zu 500 ccm in destilliertem Wasser gelöst.

Seignettesalznatronlösung: 173 g Seignettesalz ($\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) und 50 g Natriumhydroxyd (NaOH) zu 500 ccm in destilliertem Wasser gelöst.

Zum Gebrauch werden gleiche Volumina (25 ccm) beider Lösungen gemischt. Diese beiden Lösungen, getrennt in mit sorgfältig gereinigten Gummistopfen verschlossenen Flaschen aufbewahrt, halten sich monatelang unverändert.

50 ccm Fehlingscher Lösung werden reduziert von

0,2376 g Traubenzucker (Dextrose)	} in 1 prozentiger Lösung (1 g in 100 ccm)
0,2572 g Fruchtzucker (Lävulose)	
0,3378 g Milchsucker	
0,2470 g Invertzucker (invertierter Rohrzucker)	

Zur volumetrischen Bestimmung des Trauben- oder Milchsuckers, z. B. bei der Bestimmung des ersteren im Harn der Diabetiker, verfährt man folgendermaßen.

50 ccm der frisch gemischten Fehlingschen Lösung werden in einer weißen Porzellanschale zum Sieden erhitzt und darin erhalten. Dann läßt man aus einer Ausgießbürette unter beständigem Kochen den reinen oder verdünnten Harn so lange zufließen, bis der sich in kurzer Zeit absetzende Niederschlag rein ziegelrot gefärbt ist und die über ihm stehende Flüssigkeit beim Neigen der Schale eine blaue Färbung nicht mehr erkennen läßt. Durch einen Vorversuch stellt man den ungefähren Zuckergehalt des Harns fest und bringt ihn, wenn er über 1 Prozent ist, durch Verdünnen mit Wasser auf diesen Prozentsatz. Ist die Zuckerlösung oder der Harn stark gefärbt, so kann man den Endpunkt der Reaktion nicht erkennen. Man filtriert dann eine kleine Menge ab und versetzt das mit Essigsäure angesäuerte Filtrat mit einem Tropfen Ferrocyankaliumlösung. Rotfärbung zeigt die Gegenwart von Kupfer an. Oder man bringt einen Tropfen der Reaktionsflüssigkeit auf ein Stück dickes Filtrierpapier und in einiger Entfernung davon einen Tropfen angesäuerte Ferrocyankaliumlösung. Beide Tropfen umgeben sich mit einem Flüssigkeitsring. Bei Gegenwart von noch unausgefälltem Kupfer bildet sich an der Berührungsstelle der beiden Ringe eine rote Zone.

Berechnung. Hat man zur Ausfällung von 50 ccm Fehlingscher Lösung 24,5 ccm Harn gebraucht, so entsprechen diese 24,5 ccm 0,2376 Traubenzucker. 100 ccm Harn werden daher 0,97 g Zucker enthalten.

Kurkumapapier.

Zur Herstellung des Kurkumapapiers mischt man 1 Teil Kurkumatinktur mit 3 Teilen *Weingeist und 4 Teilen Wasser, trinkt mit dieser Flüssigkeit Streifen von bestem Filtrierpapier und trocknet sie vor Licht geschützt in einem ungeheizten Raum. Kurkumapapier muß durch 1 Tropfen einer Mischung aus 1 ccm $\frac{1}{10}$ -Normal-Nalilauge und 25 ccm Wasser sofort gebräunt werden.

Kurkumapapier ist vor Licht geschützt in gut verschlossenen Gefäßen aufzubewahren.

Sachlich unverändert. Die Herstellung des Papiere und der Tinktur sind getrennt behandelt worden.

Kurkumapapier wird durch Alkalien braun und durch freie Borsäure nach dem Trocknen der Lösung kirschrot und nach dem Betupfen mit Kalilauge dunkelblau gefärbt.

Kurkumatinktur.

10 Teile grob gepulvertes Kurkumarhizom werden mit 75 Teilen *Weingeist 24 Stunden lang unter wiederholtem Umschütteln bei 30° bis 40° ausgezogen; der Auszug wird nach dem Absetzen filtriert.

Kurkumarhizom. Das getrocknete Rhizom von *Curcuma longa* Linné.

Curcuma longa L. ist eine in Ostindien und China kultivierte, der Familie der Zingiberaceae angehörende Pflanze. Der Hauptwurzelstock ist eiförmig, 1–3 cm dick, durch die Blattnarben geringelt und mit Wurzelresten besetzt, seitlich zylindrische, etwas gekrümmte, 2–5 cm lange, bis 1 cm dicke, geringelte Nebenwurzelstöcke tragend; in der Handelsware sind beide getrennt, erstere mit den Narben der abgebrochenen Äste als Rhiz. *Curcum. rotund.*, die Äste als Rhiz. *Curcum. long.* Die Farbe ist graubraun, gelb bestäubt.

Der Querschnitt ist hornartig, dunkelbraun bis hellgelb, Rinde ungefähr $\frac{1}{5}$ des Durchmessers, durch eine scharfe gelbe Linie aus Gefäßbündeln vom Kern abgegrenzt. Gefäßbündel außerdem als hellgelbe Punkte im Kern und Rinde gleichmäßig verteilt.

Geruch gewürzhaft, Geschmack bitter-aromatisch, erwärmend. Die flachen, großen, exzentrisch geschichteten Stärkekörner sind häufig verkleistert. 1 Prozent ätherisches Öl. Die Wurzel enthält zwei gelbe Farbstoffe, von denen der eine wasserlöslich ist und auf Alkalien nicht reagiert, der andere dagegen in Weingeist löslich und ein empfindliches Reagens auf Alkalien und Borsäure ist. Chemisch ist der letztere Farbstoff eine Säure, die undissoziiert gelb ist, aber dessen Anion braun aussieht.

Die weingeistige Tinktur der Kurkumawurzel dient zur Anfertigung des Kurkumapapiers und zum Nachweis von Natriumsulfat im Magnesiumsulfat.

Lackmuspapier, blaues und rotes.

1 Teil Lackmus wird dreimal mit je 5 Teilen siedendem *Weingeist ausgezogen. Der Rückstand wird mit 10 Teilen Wasser 24 Stunden lang bei Zimmertemperatur ausgezogen und die Flüssigkeit filtriert.

Zur Herstellung des blauen Lackmuspapiers wird die wässrige Lackmuslösung in der Siedehitze tropfenweise mit so viel *verdünnter Schwefelsäure versetzt, bis 1 ccm nach Zusatz von 100 ccm Wasser violettblau gefärbt ist. Die auf diese Weise neutralisierte Lackmuslösung wird mit 1 Teil Wasser verdünnt; damit werden Streifen von bestem Filtrierpapier getränkt und vor Licht geschützt in einem ungeheizten Raume getrocknet. Blaues Lackmuspapier muß durch 1 Tropfen einer Mischung von 1 ccm $\frac{1}{10}$ -Normal-Salzsäure und 99 ccm Wasser sofort gerötet werden.

Zur Herstellung des roten Lackmuspapiers wird die neutralisierte Lackmuslösung weiter mit so viel *verdünnter Schwefelsäure versetzt, bis 1 ccm nach Zusatz von 100 ccm Wasser blaßrot gefärbt ist. Die auf diese Weise angesäuerte Lackmuslösung wird mit 1 Teil Wasser verdünnt; damit werden Streifen von bestem Filtrierpapier getränkt und vor Licht geschützt in einem ungeheizten Raume getrocknet. Rotes Lackmuspapier muß durch 1 Tropfen einer Mischung von 1 ccm $\frac{1}{10}$ -Normal-Kalilauge und 99 ccm Wasser sofort gebläut werden.

Blaues und rotes Lackmuspapier sind vor Licht geschützt in gut verschlossenen Gefäßen aufzubewahren.

Die Vorschrift zur Herstellung der Lackmuslösung ist abgeändert worden.

Der Lackmus wird aus Flechten (*Roccella*-, *Variolaria*- und *Lecanora*-Arten) in Holland und Frankreich dadurch hergestellt, daß die gemahlene Flechte einige Wochen lang mit Urin und unter weiterem Zusatz von Pottasche, Alaun und Kalk der Verwesung überlassen und alsdann mit Kreide, Gips u. a. vermengt in kleine Würfel von blauer Farbe geformt wird. In relativ geringer Menge sind darin mehrere Farbstoffe enthalten: Erythrolitmin, Azolitmin und Indigo. Azolitmin ist in Wasser, aber nicht in Weingeist löslich und soll der für die Tinktur und das Papier zu verwendende empfindliche Indikator sein. Es ist in feinen, braunen, glänzenden Blättchen im Handel zu beziehen. Die Erfahrungen mit Azolitmin als Indikator scheinen aber dagegen zu sprechen, das Arzneibuch hält daran fest, die Indikatorflüssigkeit aus der Droge zu bereiten. Durch die Vorbehandlung mit Weingeist wird der den Farbumschlag störende rote Farbstoff — Erythrolitmin — entfernt. Die wässrige Lackmuslösung hält sich bei Luftzutritt lange un-

verändert. Zur Vermeidung von Verschmutzung verschließe man die Flaschen mit einem Wattebausch und zur Verhinderung von Schimmelbildung wird empfohlen, in die Lösung ein Körnchen Thymol zu geben.

Ferner wird empfohlen, um das Papier sicher säurefrei zu erhalten, es in eine dünne Ammoniaklösung (1 Teil Ammoniakflüssigkeit und 100 Teile Wasser) 24 Stunden lang einzulegen, dann nach dieser Zeit herauszunehmen, 24 Stunden zu wässern und an der Luft zu trocknen. Bei Verwendung von bestem Filtrierpapier erscheint das Auswaschen mit Ammoniak überflüssig. Der Lackmusfarbstoff ist eine Säure, die undissoziiert rot aussieht, deren Anion aber blau ist.

***Leim, weißer.**

Bei Bedarf ist 1 Teil *weißer Leim in 99 Teilen Wasser von 30° bis 40° zu lösen und die Lösung warm zu verwenden.

Neu als Reagens aufgenommen.

Die Lösung des weißen Leims dient zum Nachweis von Gerbsäuren in der Gallussäure.

Magnesiumsulfatlösung.

1 Teil *Magnesiumsulfat ist in 9 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert.

Das Präparat des Arzneibuches in 10 prozentiger Lösung.

Die Lösung hält sich gut und dient zum Nachweis der Phosphorsäure und Arsensäure (im Arsacetin) in ammoniakalischer Lösung.

Die in der quantitativen Analyse zur Bestimmung der Phosphorsäure benutzte Magnesiamixtur setzt sich wie folgt zusammen: Magnesiumchlorid kristallisiert 11 g, Ammoniumchlorid 14 g, Ammoniakflüssigkeit 60 ccm, Wasser 140 ccm. Nach mehrtägigem Stehen ist zu filtrieren.

***β-Naphthol.**

Neu aufgenommen als Reagens.

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient zum Identitätsnachweis von Anaesthesin und Novocain. Die Amidogruppe dieser Stoffe wird mit Natriumnitrit diazotiert und es bildet sich dann auf Zusatz von β-Naphthol ein Azofarbstoff.

Natriumacetat, wasserfreies CH_3COONa .

Das wasserfreie Salz neu aufgenommen.

Das wasserfreie Salz kann durch Erhitzen des kristallisierten Natriumacetats — $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ — leicht erhalten werden. Es dient zur Acetylierung des Santalöls bei der Gehaltsbestimmung des Santalöls.

Natriumacetatlösung.

1 Teil *Natriumacetat ist in 4 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert geblieben.

Die Lösung hält sich gut und dient dazu, um in Lösungen freie Mineralsäuren zu binden und an deren Stelle freie Essigsäure zu setzen, oder um Salze der Mineralsäuren in essigsäure Salze umzuwandeln.

***Natriumbicarbonat.**

Das Präparat des Arzneibuches. Bei der Bestimmung der arsenigen und antimonigen Säure auf jodometrischem Wege dient festes Natriumbicarbonat als Neutralisationsmittel (vgl. Bd. I, S. 71).

Natriumbicarbonatlösung.

Bei Bedarf ist 1 Teil gepulvertes *Natriumbicarbonat unter Vermeidung von starkem Schütteln in 19 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert geblieben.

Die 5 prozentige kalt bereitete Lösung dient bei der Identifizierung des Apomorphinhydrochlorides, die Base auszufällen.

Natriumbisulfatlösung.

Sie enthält etwa 30 Prozent Natriumbisulfat NaHSO_3 .

Unverändert geblieben.

Das Natriumbisulfid kristallisiert in kleinen glänzenden Prismen, die schon an der Luft Schwefeldioxyd abgeben und daher danach riechen. Die Lösung stellt man sich vorteilhaft folgendermaßen dar, indem man vom Natriumsulfid ausgeht. 40 Teile Natriumsulfid löse man in 60 Teilen Wasser und leite in die Lösung Schwefeldioxyd bis zur vollständigen Sättigung ein. Das Schwefeldioxyd stellt man durch Erhitzen von Holzkohlenpulver oder Schwefel oder Kupferdrehspänen mit konzentrierter Schwefelsäure her. Die Lösung ist in gut verschlossenen Glasflaschen vor Licht geschützt aufzubewahren.

Die Aldehyde geben mit Natriumbisulfidlösung schwerlösliche kristallinische Verbindungen, die als Salze von Oxydisulfosäuren aufzufassen sind, aber schon bei der Destillation mit verdünnter Schwefelsäure oder mit Sodalösung wieder zerfallen. Durch diese Verbindungen werden Aldehyde nachgewiesen oder der Aldehydgehalt ätherischer Öle bestimmt.

***Natriumcarbonat.**

Neu aufgenommen als Reagens.

Das kristallisierte Salz — $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ — des Arzneibuches. Es dient mit Natriumnitrat zur Schmelze bei dem Nachweis von Bleicarbonat, Schwerspat, Goldschwefel im Kautschuk.

***Natriumcarbonat, getrocknetes.**

Neu aufgenommen als Reagens.

Das entwässerte Salz des Arzneibuches. Es dient beim Nachweis von Stearinsäure im Walrat zur Verseifung der Säure.

Natriumcarbonatlösung.

1 Teil *Natriumcarbonat ist in 2 Teilen Wasser zu lösen.

Die Lösung wird jetzt stärker verlangt.

Beim Auflösen der Alkalicarbonate in Wasser findet Hydrolyse statt, die sich durch die alkalische Reaktion der Lösung zu erkennen gibt. Natriumcarbonatlösung fällt die meisten Metalle aus ihren Salzlösungen als Carbonate oder als Hydroxyde. Sie dient zur Sättigung von Säuren und als Aufschliebungsmittel bei der Alkaloidbestimmung in einer Reihe von narkotischen Extrakten. Die Lösung hält sich gut, doch neigt sie dazu, die Glasstopfen der Aufbewahrungsgefäße zu verkitten.

***Natriumchlorid.**

Das feste Natriumchlorid des Arzneibuches als Reagens neu aufgenommen.

Das Natriumchlorid dient zur Identifizierung von Quecksilberchlorid: Die saure Reaktion der Mercurichloridlösung wird durch Zusatz von Natriumchlorid aufgehoben (Bd. I, S. 674). Bei der Gehaltsbestimmung der Kresolseifenlösung fällt dem Natriumchlorid keine chemische Aufgabe zu, es soll lediglich das wässrige Destillat zur Erleichterung des Ausschüttelns mit Äther aussalzen.

Natriumchloridlösung.

1 Teil *Natriumchlorid ist in 9 Teilen Wasser zu lösen.

Neu aufgenommen.

Natriumchloridlösung dient zur Identifizierung von Collargol und Protargol als Kolloide.

Natriumchloridlösung, gesättigte.

Neu aufgenommen.

Die gesättigte wässrige Lösung von 15° enthält etwa 26,3 Prozent NaCl und dient zur Identifizierung der Mercurisalicylsäure und des Tannins.

Natriumchloridlösung, $\frac{1}{10}$ -Normal.

Sie enthält 5,846 g NaCl (Mol.-Gew. 58,46) in 1 Liter.

Der Gehalt der Lösung ist den revidierten Atomgewichten entsprechend abgeändert worden.

Die Maßflüssigkeiten zu den Fällungsanalysen sind Natriumchlorid-, Ammoniumrhodanid- und Silbernitratlösung.

Ist man im Besitze von völlig reinem Natriumchlorid, dessen Darstellung Band II, S. 121 angegeben ist, so kann man 5,846 g durch schwaches Glühen völlig trocken

gemachten Salzes in Wasser lösen und zu 1 Liter auffüllen. Diese Lösung benutzt man alsdann zur Einstellung der $\frac{1}{10}$ -Normal-Silbernitratlösung (als Ur-Lösung). Hat man dagegen eine eingestellte $\frac{1}{10}$ -Normal-Silbernitratlösung, so kann man die Natriumchloridlösung auf diese einstellen und braucht alsdann kein absolut reines Natriumchlorid anzuwenden.

In diesem Falle bringt man in ein Kölbchen 10 ccm der einzustellenden Natriumchloridlösung, die absichtlich etwas konzentrierter hergestellt worden ist (6,5 g NaCl in 1 Liter), fügt 3–5 Tropfen Kaliumchromatlösung hinzu und läßt nun so lange von der $\frac{1}{10}$ -Normal-Silbernitratlösung zufließen, bis der beim Einfallen der Silbernitratlösung sich regelmäßig bildende rote Niederschlag nicht mehr verschwindet, sondern eben bleibend wird. Gesetzt, man hatte für 10 ccm Natriumchloridlösung 10,7 ccm $\frac{1}{10}$ -Normal-Silbernitratlösung verbraucht, so berechnet man die 10 ccm $\frac{1}{10}$ -Silbernitratlösung entsprechende Menge der Natriumchloridlösung:

$$10,7 : 10 = 10 : x \quad x = 9,34.$$

Es sind daher 934 ccm Natriumchloridlösung bis auf 1000 ccm zu verdünnen.

Bei sorgfältiger Aufbewahrung behält die $\frac{1}{10}$ -Normal-Natriumchloridlösung ihren Titer längere Zeit unverändert. Sie dient zum Einstellen der $\frac{1}{10}$ -Normal-Silbernitratlösung und bei der Prüfung des *Argentum nitricum cum Kalio nitrico*.

*Natriumnitrat.

Als Reagens neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient zusammen mit Natriumcarbonat zur Schmelze bei der Zerstörung von organischen Stoffen. Kautschuk und Arsacetin werden auf diese Weise zerstört, ersteres um im Rückstand anorganische Verunreinigungen, letzteres um darin Arsen nachzuweisen.

Natriumnitritlösung.

Bei Bedarf ist 1 Teil *Natriumnitrit in 9 Teilen Wasser zu lösen.

Neu als Reagens aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches in Wasser gelöst. Die Lösung dient zum Diazotieren bei dem Nachweis der Amidogruppe im *Anaesthesin*, *Novocain*, *Pyramidon* und zur Erkennung von *Gurjunbalsam* im *Kopaivabalsam*.

Natriumphosphatlösung.

1 Teil *Natriumphosphat ist in 9 Teilen Wasser zu lösen.

Die Lösung ist jetzt 10 prozentig (früher 5-).

Sie dient zum Nachweise von Verbindungen des Magnesiums, Zinks, Calciums, Strontiums, Baryums. Man beachte, daß das sogenannte „Phosphorsalz“ nicht Natriumphosphat, sondern Natriumammoniumphosphat ist. — Zinkphosphat ist in Ammoniakflüssigkeit löslich, die Phosphate der übrigen genannten Metalle sind darin unlöslich.

*Natriumsulfat.

Als Reagens neu aufgenommen.

*Natriumsulfat, getrocknetes.

Neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches.

Bei der Bestimmung des Santalolgehaltes im Sandelöl wird das acetylierte Öl mit entwässertem Natriumsulfat getrocknet.

Natriumsulfit $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Neu aufgenommen.

Natriumsulfit bildet sich leicht beim Einleiten von Schwefeldioxyd in eine Sodalösung. Es bildet farblose, leicht in Wasser lösliche Kristalle, die sich an der Luft durch Sauerstoffaufnahme zu Natriumsulfat oxydieren. Man prüft auf den Sulfat-Rest, indem man die wässrige Lösung von Natriumsulfit mit Baryumnitrat fällt, bei Abwesenheit von Schwefelsäure ist der Niederschlag in Salzsäure löslich. Das feste Natriumsulfit dient zum Nachweis von Selen- und seleniger Säure in der Schwefelsäure. Das Salz ist in gut geschlossenen Gefäßen aufzubewahren.

Natriumsulfitlösung.

Bei Bedarf ist Natriumsulfit in Wasser nach Vorschrift zu lösen.

Das Lösungsverhältnis wird jetzt von Fall zu Fall vorgeschrieben. Eine Natriumsulfitlösung von vorgeschriebenem Gehalt dient zur Gehaltsbestimmung von Formaldehyd.

Natriumthiosulfatlösung, $\frac{1}{10}$ -Normal.

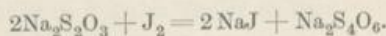
Sie enthält 24,822 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (Mol.-Gew. 248,22) in 1 Liter.

Der Gehalt der Lösung ist den revidierten Atomgewichten entsprechend abgeändert worden.

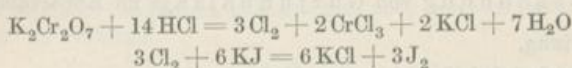
Man bereitet auch hier zunächst eine etwas konzentriertere Lösung, ermittelt deren Wirkungswert und verdünnt sie alsdann bis zu dem geforderten Gehalte. Die Einstellung kann nach zwei verschiedenen Verfahren erfolgen:

a) Man wägt mittels eines Wägeröhrchens 2—3 Portionen über Schwefelsäure getrocknetes, reines Jod (s. Bd. I, S. 704) im Gewichte von 0,2—0,3 g ab, schüttet dieselben direkt in je etwas Wasser und 1—2 g jodsäurefreies Kaliumjodid enthaltende Stöpselflaschen, verdünnt nach erfolgter Auflösung mit etwa 40—50 ccm Wasser, und läßt von der Natriumthiosulfatlösung so lange zulaufen, bis die Flüssigkeit nur noch schwachgelb gefärbt ist. Alsdann setzt man etwa 10 Tropfen Stärkelösung hinzu und läßt nun zu der durch Jodstärke blaufärbten Flüssigkeit noch so viel Natriumthiosulfatlösung hinzutropfen, daß die Flüssigkeit gerade farblos wird. 0,3 g Jod müssen 23,64 ccm Natriumthiosulfatlösung verbrauchen. Würden als Mittel von 2—3 Versuchen nur 20,2 ccm verbraucht werden, so sind 20,2 ccm bis zu 23,64 ccm oder 202 ccm bis zu 236,4 ccm zu verdünnen. Das Verdünnungsverhältnis anderer Mengen findet man durch einfache Rechnung.

Die geschilderte Reaktion verläuft nach der Gleichung.



b) Zur Einstellung der Natriumthiosulfatlösung halte man eine $\frac{1}{10}$ -Normal-Kaliumdichromatlösung vorrätig. Die Lösung hält sich unbegrenzte Zeit und läßt sich leicht genau herstellen. Das Kaliumdichromat ist durch Umkristallisieren zu reinigen und dann fein zerrieben im Exsikkator über Schwefelsäure zu trocknen. Die Reaktion verläuft nach den Gleichungen



Um eine $\frac{1}{10}$ -Normal-Kaliumdichromatlösung herzustellen, werden daher

$$\frac{294,2}{60} = 4,903 \text{ g } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$$

auf 1 Liter zu lösen sein. Da infolge des Luftsauerstoffs immer etwas Jod mehr verbraucht wird, so löse man nur 4,900 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ auf. Diese Menge entspricht dann genau einem Äquivalentgewicht Jod.

20 ccm dieser Lösung bringt man in einen Erlenmeyerkolben mit Glasstöpselverschluß, in dem sich eine Auflösung von 1 g Kaliumjodid in 10 ccm Wasser befindet, setzt alsdann 5 ccm Salzsäure hinzu und titriert das ausgeschiedene Jod in der unter a) angegebenen Weise mit Natriumthiosulfatlösung. Die $\frac{1}{10}$ -Normal-Natriumthiosulfatlösung ist dann so zu verdünnen, daß 20 ccm genau 20 ccm der $\frac{1}{10}$ -Normal-Kaliumdichromatlösung entsprechen.

Unter Lichtschutz aufbewahrt, hält sich die $\frac{1}{10}$ -Normal-Natriumthiosulfatlösung, wenn sich der Titer erst einmal eingestellt hat, längere Zeit unverändert, allmählich aber zersetzt sie sich doch. Daher ist ihr Wirkungswert vor jeder neuen Versuchsreihe neu festzustellen.

Die $\frac{1}{10}$ -Normal-Natriumthiosulfatlösung dient zur maßanalytischen Bestimmung von Chlor, Brom, Jod und Eisen.

***Natronlauge.**

Unverändert.

Natronlauge und Kalilauge werden gewöhnlich ohne Unterschied gebraucht. Für Absorptionen von Kohlensäure wird stets Kalilauge vorgezogen wegen der leichteren Löslichkeit des entstehenden Kaliumbicarbonates.

Reifers Reagens.

5 g *Kaliumjodid werden in 5 g siedendem Wasser gelöst und mit einer konzentrierten Lösung von *Quecksilberchlorid in siedendem Wasser versetzt, bis der dabei entstehende Niederschlag

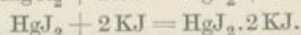
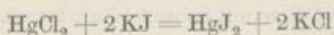
schlag sich nicht mehr löst; hierzu sind 2 bis 2,5 g Quecksilberchlorid erforderlich. Nach dem Abfühlen wird filtriert, das Filtrat mit einer Lösung von 15 g *Kaliumhydroxyd in 30 g Wasser versetzt und die Mischung auf 100 ccm verdünnt. Hierauf gibt man etwa 0,5 ccm der Quecksilberchloridlösung hinzu, läßt den gebildeten Niederschlag absetzen und gießt die überstehende Flüssigkeit klar ab.

Neßlers Reagens ist in Flaschen mit gut schließenden Gummistopfen aufzubewahren.

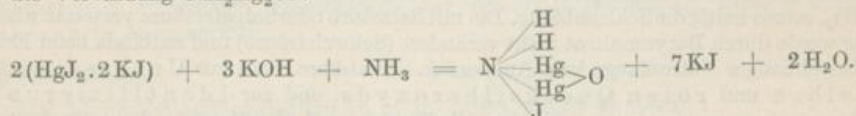
Neu aufgenommen.

Die Vorschrift zur Bereitung des Neßlerschen Reagens ist so ausführlich, daß ihr nichts zugefügt zu werden braucht.

Beim Zusammenbringen von Kaliumjodid mit Quecksilberchlorid entsteht ein Niederschlag von Quecksilberjodid, der sich in dem überschüssigen Kaliumjodid unter Bildung des Doppelsalzes $\text{HgJ}_2 \cdot 2\text{KJ}$ löst:



Die alkalische Lösung dieses Doppelsalzes gibt mit Ammoniak bräunliche Niederschläge oder bei kleinen Mengen von Ammoniak mehr oder weniger starke gelbe Färbungen unter Bildung der Verbindung $\text{NH}_2\text{Hg}_2\text{OJ}$:



Die Lösung setzt beim Stehen gern immer wieder ab, zum Gebrauch gießt man sie klar ab oder pipettiert sie ab. Das Arzneibuch läßt mit Neßlers Reagens destilliertes Wasser und Hexamethylentetramin auf Ammoniak und Narkoseäther auf Aldehyd oder Vinylalkohol prüfen.

Bei der Prüfung von Trink- und Gebrauchswässern auf Ammoniak ist es wegen des Calcium- und Magnesiumgehaltes dieser Wässer meist erforderlich, zur Entfernung dieser Stoffe die Wässer mit einer Lösung von Natriumcarbonat und Natriumhydroxyd zu behandeln. Zu 300 ccm Wasser gebe man 3 ccm einer Lösung, die auf 3 Teile Wasser 1 Teil Natriumcarbonat und $\frac{1}{2}$ Teil Natriumhydroxyd gelöst enthält, schüttele durch und lasse klar absitzen. Es scheiden sich Calciumcarbonat und basisches Magnesiumcarbonat aus; die über dem Niederschlage stehende Flüssigkeit dekantiert man oder filtriert sie durch ein ammoniakfreies Filter. 100 ccm des klaren Wassers gebe man in ein weites weißes Reagensglas und setze 1 ccm Neßlers Reagens hinzu. Tritt sofort oder nach einiger Zeit (Vorsicht, Laboratoriumsluft ist zuweilen ammoniakhaltig) gelbe Färbung oder die Bildung eines braunen Niederschlags ein, so ist Ammoniak im Wasser vorhanden. Durch Vergleich der Färbung mit einer durch Neßlers Reagens gefärbten Ammoniaklösung von bekanntem Gehalte läßt sich der Ammoniakgehalt des Wassers auch quantitativ bestimmen. (Medicus, Kurze Anleitung zur Maßanalyse; Ohlmüller u. Spitta, Die Untersuchung und Beurteilung des Wassers und des Abwassers.)

Nitroprussidnatriumlösung.

Bei Bedarf ist 1 Teil Nitroprussidnatrium in 39 Teilen Wasser zu lösen.

Nitroprussidnatrium $\text{Na}_2\text{Fe}(\text{NO})(\text{CN})_5 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Neu aufgenommen.

Zur Darstellung des Nitroprussidnatriums wird gelbes Blutlaugensalz mit mäßig konzentrierter Salpetersäure bei gelinder Wärme so lange digeriert, bis eine Probe der Flüssigkeit mit Eisenchlorid wie mit Eisenvitriol keinen blauen Niederschlag mehr gibt. Man läßt erkalten und den gebildeten Salpeter auskristallisieren. Die davon abgegossene saure Flüssigkeit wird nach Verdünnung mit Wasser durch Natriumcarbonat neutralisiert und wieder eingedampft. Beim Erkalten der hinreichend konzentrierten Lösung setzt sich das Nitroprussidnatrium in großen rubinroten Kristallen ab. Sie sind in Wasser leicht löslich, auch in verdünntem Alkohol. Die wässrige Lösung zersetzt sich allmählich unter Abscheidung eines blauen Niederschlages. Sie gibt mit allen wasserlöslichen Metallsulfiden, wie mit Schwefelwasserstoff eine prachtvolle purpurrote Färbung. Diese Reaktion ist äußerst empfindlich, so daß man damit kleinste Mengen von Schwefelverbindungen nachweisen kann. Nach der Reaktion von Weyl und Legal wird Aceton durch Nitroprussidnatrium und Natronlauge braunrot

gefärbt, das Arzneibuch benutzt diese Reaktion zum Nachweis von Aceton im Weingeist und im Senfspiritus (Nachweis von vergälltem Branntwein).

Oxalsäurelösung.

1 Teil Oxalsäure ist in 9 Teilen Wasser zu lösen.

Oxalsäure $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Als Lösung neu aufgenommen.

Oxalsäure findet sich in vielen Pflanzen an Kalium oder Calcium gebunden. Künstlich entsteht Oxalsäure aus vielen Kohlenstoffverbindungen durch Oxydation mit Salpetersäure oder durch Schmelzen mit Alkalien. Der letztere Weg wird auch bei der fabrikmäßigen Darstellung der Oxalsäure eingeschlagen. Man bereitet sie durch Schmelzen von Sägespänen (Cellulose) mit einem Gemenge von Ätzkali und Ätznatron zu gleichen Teilen in eisernen Pfannen bei 200 bis 220°. Die braune Schmelze wird mit Wasser ausgezogen und mit Kalkmilch gekocht. Das ausgeschiedene Calciumoxalat wird dann mit Schwefelsäure zersetzt und das Filtrat zur Kristallisation eingedampft.

Oxalsäure kristallisiert mit 2 Mol. Wasser in feinen durchsichtigen Prismen, die in trockener Luft schon bei 20° verwittern und in ein weißes Pulver zerfallen. Sie löst sich in 9 Teilen Wasser und auch ziemlich leicht in Alkohol. Die lufttrockene Säure soll beim Erhitzen auf dem Platinblech ohne Rückstand verdampfen, die Dämpfe der hierbei entweichenden wasserfreien Säure, $(\text{COOH})_2$, reizen heftig die Schleimhäute. Die mit Salzsäure oder Salpetersäure versetzte wässrige Lösung werde durch Baryumnitrat nicht verändert (Schwefelsäure) und entbinde beim Erhitzen mit überschüssiger Natronlauge kein Ammoniak. Oxalsäure dient zur Unterscheidung des gelben und roten Quecksilberoxyds und zur Identifizierung des Kaliumpermanganats. In der Alkalimetrie und Oxydimetrie dient Oxalsäure zur Einstellung des Titors, in der Oxydimetrie auch als volumetrische Reduktionslösung. Für die Zwecke der Maßanalyse muß die Oxalsäure mehrmals aus Wasser umkristallisiert und durch Pressen zwischen dicken Lagen von Filtrierpapier von dem anhaftenden Wasser befreit werden. Eine künstliche Trocknung ist wegen der Zersetzlichkeit der Säure nicht statthaft. $\frac{1}{10}$ -Normal-Oxalsäure enthält 6,303 g $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ im Liter. Dünne Oxalsäurelösungen neigen zur Schimmelbildung. Man verwahre sie in dunklen, mit Glasstopfen verschlossenen Flaschen und gebe in das Standgefäß zur besseren Konservierung ein Kügelchen reines metallisches Quecksilber. Das Quecksilber beeinträchtigt den Wirkungswert der Maßflüssigkeit nicht.

*Paraffin, flüssiges.

Neu aufgenommen als Reagens.

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient zur Charakterisierung des Naphthalins.

*Pepfin.

Neu als Reagens aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient bei der Gehaltsbestimmung des Tannalbins, die Eiweißstoffe wegzuverdauen.

Petroläther.

Spezifisches Gewicht 0,650 bis 0,660. Siedepunkt 40° bis 60°.

Die zwischen 40°—60° übergehende Fraktion neu aufgenommen.

Über die Gewinnung vgl. Bd. I, S. 288 ff.

Petroleumäther ist Lösungsmittel für Fette, Harze, Öle. Zum Nachweis von Sesamöl im Schweinefett wird nach den Ausführungsbestimmungen des Gesetzes betreffend die Schlachtvieh- und Fleischbeschau vom 3. Juni 1900 das Fett in Petroläther gelöst.

*Petroleumbenzin.

Die Anforderungen an Siedepunkt und spezifisches Gewicht sind geändert.

Das Präparat des Arzneibuches.

Es dient als Lösungsmittel für Fette, Öle, Kautschuk, Alkaloide bei den Gehaltsbestimmungen dieser Stoffe, ferner zur Identifizierung von Kopaivabalsam und von Storax, ferner zum Nachweis von Coerulignon im Kreosot. — Da sich im Petroleumbenzin während der Aufbewahrung höher siedende Stoffe bilden, so empfiehlt es sich, ein frisch rektifiziertes Präparat für analytische Zwecke zu benutzen. Man destilliert aus dem Wasserbade von 100 Teilen etwa 60 Teile ab und verwirft den Rückstand.

Phenolphthaleinlösung.

1 Teil *Phenolphthalein ist in 99 Teilen *verdünntem Weingeist zu lösen. Die Lösung muß farblos sein.

Unverändert.

Die weingeistige Lösung des Arzneibuchpräparats. Phenolphthalein ist eine sehr schwache Säure, dessen wässrige Lösung so gut wie undissoziiert ist, daher die Lösung des Phenolphthaleins, besonders auch in Säuren, ungefärbt ist. Mit starken Alkalien bildet sie in Wasser dissoziierte Salze, deren Anion intensiv rot gefärbt ist. Phenolphthalein dient daher als Indikator in der Alkalimetrie. Mit schwachen Basen, wie den Alkaloiden, kann sie keine Salze bilden. Sie kann daher auch nicht zum Titrieren dieser Stoffe benutzt werden. Man setze auf 100 ccm der zu titrierenden Flüssigkeit stets eine gleiche Menge, z. B. 3 Tropfen, des Indikators zu. — Zur Bestimmung von Carbonaten und von Ammoniak ist das Phenolphthalein nicht geeignet.

***Phosphorsäure.**

Als Reagens neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient zum Freimachen der schwefligen Säure bei ihrem Nachweis im Carrageen und weißen Leim und zum Unschädlichmachen des überschüssig zugesetzten Eisenchlorids bei der Jodbestimmung nach Rupp und Schirmer in Jodeisensirup.

Platinchloridlösung.

1 Teil Platinchloridchlorwasserstoff ist in 19 Teilen Wasser zu lösen.

Platinchloridchlorwasserstoff $\text{H}_2\text{PtCl}_6 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Unverändert geblieben.

Das Platinchlorid des Handels ist Platinchloridchlorwasserstoff von der oben angegebenen Zusammensetzung. Zur Darstellung wird Platin zunächst in Königswasser gelöst, die Lösung zur Trockne abgedampft und das verbleibende Platinchlorid mit einer gleichen Menge starker Salzsäure aufgenommen. Der Platinchloridchlorwasserstoff kristallisiert in braunroten, zerfließlichen Prismen.

Die wässrige Lösung hat eine gelbe (bei Gehalt an Chlorür bräunliche) Farbe, reagiert sauer und wird durch Kaliumjodid purpurviolett gefärbt. Beim vorsichtigen Glühen im Porzellantiegel muß Platinchloridchlorwasserstoff 37 Prozent Platinmetall hinterlassen, das an Salpetersäure nichts Lösliches abgeben darf (Natriumplatinchlorid). Die wässrige Lösung dient als Reagens für Ammoniak- und Kaliumsalze, mit denen sie gelbe kristallinische Niederschläge $[\text{PtCl}_6(\text{NH}_4)_2]$ und $[\text{PtCl}_6\text{K}_2]$ gibt, die besonders in einer Alkohol-Äthermischung schwer löslich sind. Außerdem ist sie eines der sog. „Allgemeinen Alkaloidreagentien“.

Quecksilberchloridlösung.

1 Teil *Quecksilberchlorid ist in 19 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert geblieben.

Die 5 prozentige Lösung des Arzneibuchpräparats. Sie dient zum Nachweis von Ammoniak im destillierten Wasser, zur Identifizierung von Atoxyl und ist ein Alkaloidreagens.

Quecksilberchloridlösung, weingeistige.

30 g *Quecksilberchlorid sind in 500 ccm *Weingeist zu lösen.

Unverändert geblieben.

Die weingeistige Lösung des Arzneibuchpräparats. Sie dient zur Bestimmung der Jodzahl von Fetten und Ölen nach von Hübl (vgl. Bd. I, S. 43).

***Quecksilberchlorür.**

Neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches. Mischungen von Kokain und Quecksilberchlorür schwärzen sich unter Quecksilberabscheidungen beim Betupfen mit Weingeist, ebenso verhalten sich Novocain und Pilokarpin. Die Reaktion dient zum Nachweis der Identität dieser Alkaloide.

Quecksilberoxyd.Als Reagens neu aufgenommen.*

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient zur Herstellung einer Mercurinitratlösung, die bei dem Identitätsnachweise des Veronals verwendet wird.

Quecksilberoxyd, gelbes.Als Reagens neu aufgenommen.*

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient zur Oxydation der Ameisensäure für den Nachweis von Essigsäure in ihr.

Salpetersäure.Gehalt, spezifisches Gewicht und Titer sind in Übereinstimmung gebracht.*

Die Salpetersäure des Arzneibuches mit 25 Prozent HNO_3 . Sie dient zum Auflösen von Metallen (Cu, Hg, Ag) und Carbonaten, zum Ansäuern bei der Prüfung auf Säuren mit den Gruppenreagentien — Silbernitrat, Baryumnitrat, Bleiacetat —, da die damit entstehenden Niederschläge in Salpetersäure unlöslich sind. Ferner gibt sie mit einer großen Reihe von Stoffen Farbenreaktionen, sie dient daher zu vielen Identitätsprüfungen.

Salpetersäure, rauchende.Unverändert.*

Das Präparat des Arzneibuches mit 86 Prozent HNO_3 . Es dient zur Vornahme der „Vitalischen“ Reaktion mit den sogenannten mydriatischen Alkaloiden der Solanaceen, Atropin, Skopolamin, Homatropin. Farbenreaktionen geben ferner Pilocarpin, Antipyrin, Salipyrin und Chrysarobin; hierzu gehört auch die mikrochemische Reaktion der Brechnuß. Endlich wird rauchende Salpetersäure auch für die Elaidinprobe verwendet zur Unterscheidung und Identifizierung von trocknenden und nicht trocknenden fetten Ölen.

Salpetersäure, rohe.Der Gehalt wurde auf 61—65 Prozent festgesetzt.*

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient zur Prüfung des Chloralhydrats auf Chloralalkoholat.

Salpetersäure, verdünnte.

Bei Bedarf durch Mischen von 1 Teil *Salpetersäure mit 1 Teil Wasser zu bereiten.

Unverändert geblieben.

Die verdünnte Salpetersäure durch Mischen der officinellen Salpetersäure mit gleichen Teilen Wasser hergestellt, enthält 12,5 Prozent HNO_3 und hat ein spezifisches Gewicht von 1,071 bei 15°. Sie dient als Ansäuerungsmittel an Stelle der konzentrierten Salpetersäure.

Salzsäure.Die Angaben über Gehalt, spezifisches Gewicht und Titer wurden in Übereinstimmung gebracht.*

Das Präparat des Arzneibuches mit 25 Prozent HCl. Es dient zur Fällung von Silber-, Blei- und Mercurosalzen, zum Ansäuern von Lösungen und zum Auflösen von sonst unlöslichen Salzen. Salzsäure gibt mit einigen Alkaloiden und ähnlichen Stoffen Farbenreaktionen, sie wird zum Nachweise von Ammoniak, im Bettendorfschen Arsen-Reagens, und zum Peptonisieren von Eiweißstoffen verwendet. Auf sauerstoffreiche Körper wirkt Salzsäure unter Entwicklung von gasförmigem Chlor reduzierend.

Für forensische Zwecke ist eine absolut arsenfreie Salzsäure anzuwenden (Bd. I, S. 110).

Salzsäure, Normal-.

Sie enthält 36,47 g HCl (Mol.-Gew. 36,47) in 1 Liter.

Der Gehalt an HCl den revidierten Atomgewichten entsprechend abgeändert.

Zur Bereitung füllt man 150 g der 25 prozentigen Salzsäure mit Wasser auf 1 Liter auf, bestimmt den Gehalt der Säure und verdünnt sie so, daß sie normal wird. Zur Einstellung verfährt man wie folgt:

a) man bringt 20 ccm der Normal-Kalilauge in ein Kölbchen, verdünnt mit 20 ccm Wasser, fügt 3 Tropfen Phenolphthaleinlösung hinzu und läßt von der vorher verdünnten Salzsäure bis gerade zur Farblosigkeit der roten Flüssigkeit zutropfen. Werden hierzu 18,8 ccm Salzsäure verbraucht, so sind 940 ccm derselben auf 1000 ccm aufzufüllen.

b) Man stellt diese Säure zweckmäßig auch als „Urflüssigkeit“ her. Zu diesem Zwecke bestimmt man den Chlorgehalt von 10 ccm der Säure gewichtsanalytisch. Die Säure ist dann normal, wenn 10 ccm bei dieser gewichtsanalytischen Chlorbestimmung entweder 1,4334 g Silberchlorid AgCl , oder 1,0788 g metallisches Silber ergeben. Die Bestimmung des gefällten Silberchlorids als metallisches Silber durch Reduktion im Wasserstoffstrome gibt die zuverlässigsten Ergebnisse.

Diese Lösung ist eine Normal-Salzsäure; 1 ccm derselben enthält 0,03647 g Chlorwasserstoff (HCl) und sättigt:

0,05611 g KOH oder 0,04001 g NaOH oder 0,03705 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ oder 0,01703 g Ammoniak oder 0,0691 g K_2CO_3 oder 0,053 g Na_2CO_3 .

Das Arzneibuch läßt mit Normal-Salzsäure Alkalien und Calciumhydroxyd unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator titrieren, dagegen Alkalicarbonat und Ammoniak mit Dimethylaminoazobenzol als Indikator.

Salzsäure, $\frac{1}{2}$ -Normal.

Sie enthält 18,235 g HCl (Mol.-Gew. 36,47) in 1 Liter.

Der Gehalt an HCl ist den revidierten Atomgewichten entsprechend abgeändert worden.

Man erhält die $\frac{1}{2}$ -Normalsalzsäure durch Vermischen von gleichen Volumen Normal-Salzsäure und Wasser.

Bei der Herstellung von Normal-Lösungen durch Verdünnen von starken Lösungen ist darauf zu achten, daß beide Flüssigkeiten genau die gleiche Temperatur besitzen.

Die $\frac{1}{2}$ -Normal-Salzsäure dient zur Einstellung der weingeistigen $\frac{1}{2}$ -Normal-Kalilauge und zum Rücktitrieren des unverbrauchten Überschusses bei der Restanalyse (Verseifungszahl, Säurezahl, Esterzahl).

Salzsäure, $\frac{1}{10}$ -Normal.

Sie enthält 3,647 g HCl (Mol.-Gew. 36,47) in 1 Liter.

Der Gehalt an HCl ist den revidierten Atomgewichten entsprechend abgeändert worden.

Die $\frac{1}{10}$ -Normal-Salzsäure wird bei der Gehaltsbestimmung von Drogen zum Titrieren von Alkaloiden verwendet.

Salzsäure, $\frac{1}{100}$ -Normal.

Sie enthält 0,3647 g HCl (Mol.-Gew. 36,47) in 1 Liter.

Der Gehalt an HCl ist den revidierten Atomgewichten entsprechend abgeändert worden.

Die $\frac{1}{100}$ -Normal-Salzsäure dient bei der Gehaltsbestimmung von Drogen und pharmazeutischen Zubereitungen zum Titrieren von Alkaloiden.

Salzsäure, rauchende.

Farblose, rauchende Flüssigkeit, die etwa 38 Prozent Chlornasserstoff enthält und hinsichtlich der Reinheit den an *Salzsäure gestellten Anforderungen entsprechen muß. Spezifisches Gewicht 1,190.

Unverändert geblieben.

Die Darstellung von reiner rauchender Salzsäure, die den Anforderungen des Arzneibuches entspricht, ist Bd. I, S. 109 beschrieben. Rauchende Salzsäure dient zur Unterscheidung von *Ammoniacum* und *Galbanum*, ferner zum Nachweis von Sesamöl im Erdnußöl (nach Baudouin) und von Stärkesirup und Dextrin im Honig und in Fruchtsäften.

*Salzsäure, verdünnte.

Neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches mit 12,5 Prozent HCl und dem spezifischen Gewicht 1,061 bis 1,063. Es findet eine ähnliche Verwendung wie die starke Salzsäure zum Sättigen und Lösen von Basen.

Schwefel.

Es ist *gefällter Schwefel zu verwenden.

Als Reagens neu aufgenommen.

Der gefällte Schwefel des Arzneibuches. Er dient zur Nachweise von Baumwollsaamenöl (nach Halphen) in Fetten und fetten Ölen.

Schwefelkohlenstoff CS_2 .

Spezifisches Gewicht 1,272. Siedepunkt 46° .

Unverändert.

Schwefelkohlenstoff wird fabrikmäßig durch Überleiten von Schwefeldampf über glühende Kohlen hergestellt; man erhält so eine farblose, schwere Flüssigkeit, die sehr unangenehm riecht. Das Rohprodukt enthält Schwefel, Schwefelwasserstoff und andere Stoffe beigemengt, die ihm den unangenehmen Geruch erteilen, von dem es durch Rektifikation allein nicht befreit werden kann. Man erreicht dies durch wiederholtes Schütteln mit Bleioxyd oder mit Quecksilber und Quecksilberchlorid und nachherige Destillation. Der reine Schwefelkohlenstoff ist eine farblose, stark lichtbrechende, flüchtige, eigentümlich ätherisch riechende, neutral reagierende Flüssigkeit, die bei 46° siedet und das spezifische Gewicht 1,272 besitzt.

Gelbgefärbter Schwefelkohlenstoff, der beim Verdampfen auf dem Wasserbade einen gelben Rückstand (Schwefel) hinterläßt oder beim Schütteln mit Wasser diesem eine saure Reaktion (schweflige Säure) erteilt, oder mit Bleiessig (Schwefelwasserstoff) oder Baryumnitrat (Schwefelsäure) reagiert, ist als Reagens nicht verwendbar.

Schwefelkohlenstoff löst Jod, Schwefel (Halphensche Reaktion zur Prüfung von fetten Ölen auf Baumwollsaamenöl), Phosphor, Fette, Öle, Karbolsäure. Sein Dampf, eingeatmet, erzeugt Schwindel, Kongestionen und heftiges Erbrechen; wegen dieser giftigen Eigenschaften, als auch seiner leichten Entzündlichkeit halber, ist beim Arbeiten mit Schwefelkohlenstoff die größte Vorsicht zu beachten.

***Schwefelsäure.**

*Das spezifische Gewicht erfuhr eine kleine Abänderung.**

Die Säure des Arzneibuches mit 94 bis 98 Prozent H_2SO_4 . Spezifisches Gewicht 1,836 bis 1,841.

Die Schwefelsäure besitzt als starke Säure die Fähigkeit, schwächere Säuren aus ihren Verbindungen zu treiben, mit den alkalischen Erden und mit Blei bildet sie schwerlösliche Verbindungen und dient daher als Reagens auf diese Stoffe.

Die konzentrierte Schwefelsäure zieht mit Begierde Wasser an (vgl. Bd. I, S. 143). Man benutzt sie daher zum Trocknen von Gasen und wasserhaltigen Substanzen bei Zimmertemperatur (Exsikkatorfüllung). Beim Zusammenbringen mit organischen Stoffen nimmt die Schwefelsäure sogar die Elemente des Wassers aus festgefügtten Verbindungen auf und ruft Spaltungen oder wie bei den Kohlehydraten Verkohlungen hervor. Die Spaltungen sind bei einigen Körpern mit Farbenscheinungen verbunden, die Schwefelsäure dient dann zur Identifizierung dieser Stoffe (Harze, Alkaloide u. a.). Fett, Staub werden von konzentrierter Schwefelsäure zerstört, man benutzt sie daher zum Reinigen von Mörsern, Büretten und anderen Instrumenten aus Glas oder Porzellan. Schwefelsäure ist in Verbindung mit Ferrosulfatlösung Bestandteil der Nitratreaktion zur Nachweise von Salpetersäure. Schwefelsäure fällt Gerbsäure aus ihrer wässrigen Lösung und löst den mit Eisenchlorid in einer Gerbsäurelösung erzeugten Niederschlag wieder auf.

***Schwefelsäure, verdünnte.**

Das spezifische Gewicht erfuhr eine geringe Änderung.

Die mit 5 Teilen Wasser verdünnte Schwefelsäure des Arzneibuches enthält 15,6 bis 16,3 Prozent H_2SO_4 und hat ein spezifisches Gewicht von 1,109 bis 1,114.

Verdünnte Schwefelsäure dient zur Ansäuerung von Lösungen, z. B. bei der Permanganatprobe, sowie bei der jodometrischen Eisenbestimmung. Abgesehen von der wasserentziehenden Wirkung der starken Schwefelsäure wird die verdünnte Schwefelsäure zu ähnlichen Zwecken verwendet wie jene.

Schwefelwasserstoffgas H_2S .

Bei Bedarf durch Lösen von Schwefeleisen in *verdünnter Schwefelsäure zu bereiten. Schwefeleisen FeS .

Das Schwefelwasserstoffgas ist als Reagens neu aufgenommen worden.

Um reines Schwefelwasserstoffgas, insbesondere arsenfreies zu erhalten, ist es erforderlich, von reinen arsenfreien Materialien auszugehen. Das Schwefeleisen ist meistens arsenhaltig, während die Schwefelsäure des Arzneibuches arsenfrei ist. Reines Schwefeleisen — FeS — kann man sich vorteilhaft selbst darstellen durch Zusammenschmelzen von 3 Teilen Eisenfeilspänen und 2 Teilen arsenfreiem Schwefel. Das so dargestellte Schwefeleisen ist eine schwarzgraue metallglänzende, kristallinische Masse, die meist noch kleine Menge unangegriffenes Eisen enthält. Beim Übergießen mit Säuren bildet sich daher neben Schwefelwasserstoff, Wasserstoff in kleinen Mengen, der aber für die Verwendung belanglos ist. Die Schmelze des Schwefeleisens wird in bohnen große Stücke zerschlagen. Das Pulver wird durch einen Durchschlag abgeschlagen. Zur Entwicklung des Gases bedient man sich eines weithalsigen, zylinderförmigen Gefäßes, das unten einen Stutzen zum Ablassen der Flüssigkeit besitzt und mit einem doppelt durchbohrten Gummistopfen verschlossen ist. Durch die eine Bohröffnung geht ein langes Trichterrohr bis zum Boden des Gefäßes, durch die andere ein zweimal umgebogenes Glasrohr zu einer Woulf'schen Flasche, die als Waschflasche dient und zur Hälfte mit abgekochtem destilliertem Wasser gefüllt ist. Der Ablassstutzen wird mit einem Gummistopfen verschlossen gehalten. Füllt man nun das Zylindergefäß vollständig mit Schwefeleisen an und gießt nach dem Aufsetzen des Stopfens verdünnte Schwefelsäure durch die Trichterröhre, so daß das Gefäß bis zum reichlichen Drittel gefüllt ist, so entwickelt sich bald ein Schwefelwasserstoffstrom. Er muß durch das trockene Schwefeleisen hindurchgehen, wird hier von etwa mitgerissener Säure befreit, wird weiterhin gewaschen und kann nun ohne weitere Reinigung als Reagens benutzt werden (vgl. Fig. 154). Nach dem Gebrauch der Apparatur läßt man sofort die Säure ab, ehe Eisensulfat auskristallisieren kann, und wäscht das unzersetzte Schwefeleisen durch Nachgießen von lauwarmem destilliertem Wasser. Der Apparat ist immer gebrauchsfertig zur Hand. Die Vorteile des Schwefelwasserstoffgases gegenüber dem Schwefelwasserstoffwasser in der analytischen Praxis sind unverkennbar: Das Gas ist reaktionsfähiger, da es unverdünnt zur Anwendung kommt, Schwefelwasserstoffwasser neigt zum Verderben und ist daher vielfach bereits zersetzt, wenn es verlangt wird.

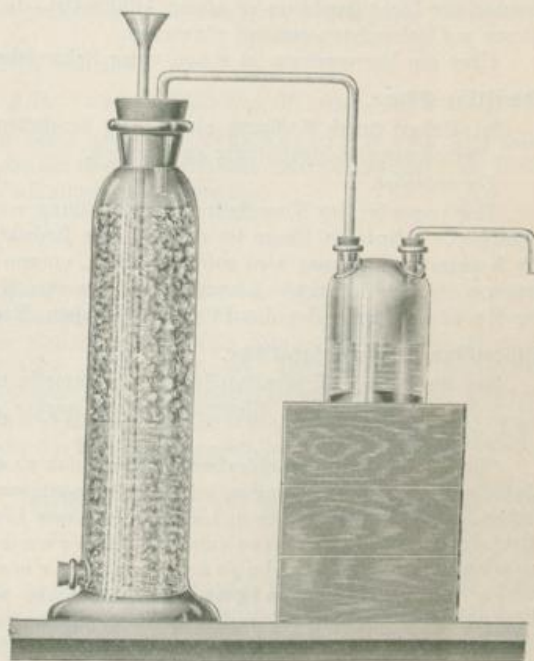


Fig. 154. Apparat zur Entwicklung von Schwefelwasserstoff.

Von Fozzes-Diacon ist die Darstellung von Schwefelwasserstoff aus Aluminiumsulfid empfohlen worden. Es bietet den Vorteil, daß die Anwendung jeder ätzenden Säure fortfällt. Man braucht das Sulfid nur in einen geeigneten Gasentwicklungsapparat mit Wasser in Berührung zu bringen, um sofort einen Strom reinen Schwefelwasserstoffs zu erzeugen. Man bringt zur Zersetzung nur so viel Aluminiumsulfid als man schätzungsweise gebrauchen wird. Das Aluminiumsulfid erhält man auf folgende Weise: Man bedeckt den Boden eines Mörsers mit gebrannter Magnesia (damit das sich bildende Sulfid nicht an den Mörserwänden anhaftet) und gibt dann das Gemisch aus Aluminium und Schwefel hinein. Wenn man dieses erhitzt, bildet sich ohne weiteres gelbes Aluminiumsulfid (Pharm. Zeitung 1907, S. 681).

Schwefelwasserstoff ist ein farbloses Gas von widrigem Geruch nach faulenden Eiern, durch starken Druck läßt es sich zu einer leicht beweglichen Flüssigkeit kondensieren, die bei -85° kristallinisch erstarrt. Wasser von Zimmertemperatur löst etwa das dreifache Volum von dem Gas, Alkohol nimmt davon das fünffache Volum auf. Schwefelwasserstoff ist giftig, daher Vorsicht beim Arbeiten.

Schwefelwasserstoff ist eine schwache Säure, deren Wasserstoff von den meisten Metallen vertreten werden kann. Eine Reihe von diesen Metallsulfiden sind im Wasser unlöslich oder schwer löslich, Schwefelwasserstoff dient daher zum Nachweis dieser Metalle (Arsen, Blei, Kupfer u. a.). Schwefelwasserstoff zersetzt sich unter Sauerstoffaufnahme sehr leicht. Schon der Sauerstoff der Luft zerlegt ihn bei Anwesenheit von Feuchtigkeit in Wasser unter Abscheidung von Schwefel. Schwefelwasserstoff ist daher ein kräftiges Reduktionsmittel, Jod wird zu Jodwasserstoffsäure, Eisenchlorid zu Eisenchlorür reduziert.

Schwefelwasserstoffwasser, gesättigtes.

Unverändert.

Wasser löst das dreifache Volum Schwefelwasserstoffgas, man leite das Gas in zur Hälfte mit ausgekochtem und wieder erkaltetem destilliertem Wasser gefüllte Flaschen von 200 ccm Inhalt unter öfterem Umschütteln ein. Wird der beim Umschütteln aufgesetzte Pfropfen abgestoßen, so ist das Wasser gesättigt. Schwefelwasserstoff verwahre man in vollständig gefüllten Flaschen vor Licht geschützt an einem kühlen Ort, da Luft, Licht und erhöhte Temperatur zersetzend auf Schwefelwasserstoff einwirken.

Über die Verwendung ist schon unter Schwefelwasserstoff das Nötige gesagt.

Schweflige Säure.

Bei Bedarf durch Ansäuern einer frisch bereiteten Lösung von Natriumfulfit (1 + 9) mit *verdünnter Schwefelsäure zu bereiten.

Unverändert.

Der vorstehenden Vorschrift zur Darstellung von schwefliger Säure bei Bedarf ist nichts zuzufügen. Schweflige Säure ist ein kräftiges Reduktionsmittel, eine wässrige dünne Lösung von Kaliumpermanganat wird sofort entfärbt, ebenso eine wässrige Jodlösung. Die erste Reaktion dient als Identitätsnachweis von Kaliumpermanganat, die zweite zur Entfernung der Jodfarbe bei dem Nachweise von Cyan in metallischem Jod.

Silberlösung, ammoniakalische.

Bei Bedarf ist Silbernitratlösung tropfenweise mit *Ammoniakflüssigkeit zu versetzen, bis sich der entstandene Niederschlag eben wieder gelöst hat.

Neu aufgenommen.

Beim Zutropfen von chlorfreiem Ammoniak zu einer Silbernitratlösung wird das Silberion als Silberoxyd niedergeschlagen, geht aber bei weiterem Zusatz von Ammoniak als ein komplexes Silber-Ammoniumion wieder in Lösung. In dieser Lösung ist das Silber leicht reduzierbar. Sie dient daher zum Nachweise von reduzierenden Stoffen, teils als Identitätsreaktion wie bei Gallussäure und Formaldehydlösung, teils zum Nachweis von Verunreinigungen (Aldehyd), wie z. B. bei Amylenhydrat. Die Lösung ist nicht haltbar, sie ist daher bei Bedarf stets frisch zu bereiten. Einige Zeit aufbewahrte ammoniakalische Silberlösungen sind in hohem Maße explosionsgefährlich; es sei dringend davor gewarnt, unverbrauchte Reste stehen zu lassen.

Silbernitratlösung.

1 Teil *Silbernitrat ist in 19 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert.

Die 5prozentige Lösung des Arzneibuchpräparates. Silbernitratlösung gibt mit löslichen Halogensalzen mehr oder weniger in Ammoniak lösliche Niederschläge. Das weiße Silberchlorid löst sich in Ammoniak leicht, das ebenfalls weiße Bromid schon weniger, und das gelbe Jodid ist nahezu unlöslich. Ferner fällt Silbernitrat Ortho-Phosphorsäure in neutraler Lösung gelb, Cyanwasserstoff weiß, Chromsäure rot und arsenige Säure weiß. Silbernitrat dient zum Nachweis dieser Säuren als Identitätsreaktion oder zum Nachweis von Verunreinigungen. Aldehydartige Körper reduzieren Silbernitrat (Nachweis der Ameisensäure im Ameisenspirit) unter Abscheidung von metallischem Silber.

Die Silbernitratlösung wird zweckmäßig in Flaschen mit Glasstöpselverschluß aus gelbbraunem Glase aufbewahrt.

Silbernitratlösung, $\frac{1}{10}$ -Normal.

Sie enthält 16,989 g AgNO_3 (Mol.-Gew. 169,89) in 1 Liter.

Der Gehalt an AgNO_3 ist dem revidierten Atomgewicht entsprechend abgeändert worden.

Das Präparat des Arzneibuches besitzt eine genügende Reinheit auch zur Darstellung dieser Maßflüssigkeit.

Obgleich das Silbernitrat im Handel sehr rein zu haben ist, so macht man auch hier die Lösung konzentrierter, als sie sein soll (löst also z. B. 18 g AgNO_3 zu 1 Liter), stellt ihren wahren Gehalt fest und verdünnt sie nach dem Ergebnis des Versuches.

Zur Einstellung benutzt man entweder die durch Auflösen von 5,846 g reinem, trockenem Natriumchlorid zu erhaltende Natriumchlorid-Urtiterlösung, oder man löst genau gewogene Mengen (0,1–0,15 g) von reinem, trockenem Natriumchlorid in Wasser, fügt 3–5 Tropfen Kaliumchromatlösung hinzu und läßt von der Silbernitratlösung bis zum Eintritt einer eben bleibenden Rotfärbung zulaufen. 0,1 g NaCl müssen dann genau 17,11 ccm $\frac{1}{10}$ -Normal-Silbernitratlösung entsprechen.

Diese Lösung ist eine $\frac{1}{10}$ -Normal-Silbernitratlösung, weil sie den $\frac{1}{10}$ Teil des Äquivalentgewichtes vom Silbernitrat (170) als Gramm enthält. Sie hält sich in braunen Stöpselflaschen längere Zeit unverändert. Indessen ist trotzdem ihr Wirkungswert vor jeder Versuchsreihe aufs neue festzustellen.

Je 1 ccm enthält 0,016989 g AgNO_3 und fällt:

0,003546 g Cl' oder 0,007992 g Br' oder 0,012692 g J' oder 0,002601 g CN' .

Die $\frac{1}{10}$ -Normal-Silbernitratlösung dient zur Gehaltsbestimmung von Salzen und pharmazeutischen Zubereitungen, die die oben angeführten Ionen enthalten. Als Indikatoren kommen Kaliumdichromat und Jodkalium in Anwendung.

Stärke, lösliche.

Neu aufgenommen.

Für die Darstellung von löslicher Stärke sind eine Reihe von Verfahren bekannt geworden. D.R.P. 149 588, 110 957, 157 896. Die Verfahren beruhen darauf, die Stärke mit Schwefelsäure, Natronlauge oder Chlorgas in eine lösliche Modifikation überzuführen, teilweise zu dextrinieren. Nach einem von Sulkowsky (Pharm. Zentrallh. 1900, 41, 492) angegebenen Verfahren bereitet man sie in folgender Weise: 10 g Kartoffelstärke werden mit 167 g Glycerin eine halbe Stunde lang auf 120° erwärmt und sodann auf 125 ccm gebracht. Diese Lösung gießt man in das vielfache Volum Alkohol; die hierdurch ausgefallte „lösliche Stärke“ wird gesammelt und getrocknet.

Die mit der „löslichen Stärke“ bereitete Lösung soll gegen Lackmus vollkommen neutral sein.

Stärkefölung.

Bei Bedarf ist 1 Teil lösliche Stärke in 99 Teilen siedendem Wasser zu lösen. Die Lösung ist vor der Verwendung auf Zimmertemperatur abzukühlen. Ein Gemisch von 5 ccm Stärkefölung und 100 ccm Wasser muß durch 1 Tropfen $\frac{1}{10}$ -Normal-Jodfölung deutlich blau gefärbt werden.

Neu aufgenommen.

Die Stärkefölung, deren Bereitung keine Schwierigkeiten bereitet, dient als Indikator in der Jodometrie, um kleine Mengen Jod nachzuweisen.

*Terpentinöl.

Neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches. Agaricinsäure ist in heißem Terpentinöl löslich (Identitätsprüfung).

Tierkohle.

Es ist beste Tierkohle zu verwenden.

Neu aufgenommen.

Die Tierkohle verbleibt bei der trockenen Destillation von Knochen, Blut und anderen animalischen Substanzen. Sie enthält alle in diesen vorhandenen unorganischen Stoffe, hauptsächlich Kalk, als phosphorsaure und kohlensaure Salze.

Einen großen Teil der in der Tierkohle enthaltenen Salze kann man nach E. Knecht durch Behandeln mit Salzsäure entfernen, und die noch zurückbleibende Asche (Eisenoxyd) kann durch Behandeln mit Flußsäure vermindert werden. Zum Schluß muß die Tierkohle sorgfältig ausgewaschen werden, um alle Säurereste zu entfernen. Die so behandelte Tierkohle enthält immer noch etwa 5,7 Prozent Stickstoff und 0,5 Prozent Schwefel. Das gegenüber der

Holzkohle stärkere Entfärbungsvermögen der Tierkohle wird neben der feineren Struktur dem Gehalt an stickstoffhaltiger Kohle zugeschrieben, da Versuche, den Stickstoff durch Erhitzen mit Natriumhydroxyd zu entfernen, gezeigt haben, daß damit auch eine Einbuße des Entfärbungsvermögens der Tierkohle eintritt.

Die Tierkohle bildet ein je nach dem Ursprung mehr oder weniger schwarzes Pulver, das vermöge seiner Porosität die Fähigkeit besitzt, trübe Flüssigkeiten zu klären, Geruch und Farbe aus ihnen zu entfernen. Letztere Eigenschaft benutzt das Arzneibuch, um farbige Fruchtsäfte zu entfärben, um in den entfärbten Fruchtsäften Reaktionen anzustellen (Prüfung auf Stärkesirup im Kirsch- und Himbeersirup).

***Wasserstoffsuperoxydlösung.**

Bei Bedarf nach Vorschrift zu verdünnen.

Neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches mit einem Gehalt von 3 Gewichtsprozenten H_2O_2 . Es dient in Verbindung mit Salpetersäure zum Auflösen der Mennige bei der Prüfung derselben auf fremde Beimengungen und zum Identitätsnachweis von Pilokarpinhydrochlorid mit der Helch'schen Reaktion.

***Weingeist.**

Abgesehen von der Prüfung, sachlich unverändert.

Das Präparat des Arzneibuches mit rund 90 Volumprozenten oder 86,5 Gewichtsprozenten $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$. Es dient als Lösungsmittel oder die Löslichkeit in Weingeist wird zur Identifizierung der Stoffe benutzt.

***Weingeist, verdünnter.**

Als Reagens neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches mit einem Gehalte von rund 68,5 Volumprozenten oder 60,5 Gewichtsprozenten $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$.

***Weinsäure.**

Als Reagens neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient zur Identitätsprüfung des Resorcins.

Weinsäurelösung.

Bei Bedarf ist 1 Teil *Weinsäure in 4 Teilen Wasser zu lösen.

Unverändert geblieben.

Die 20prozentige Lösung des Arzneibuchpräparats. Sie dient zum Nachweise von Kalium- und Ammoniumsalzen, mit denen sie, wenn sie im Überschusse ist, schwer lösliches Kaliumbitartrat oder Ammoniumbitartrat bildet. Die Lösung ist vorschriftsmäßig stets frisch zu bereiten, da sich in alten Lösungen gern Pilzwucherungen bilden.

Zinnacetatlösung, weingeistige, gesättigte.

Bei Bedarf ist zerriebenes *Zinnacetat mit *Weingeist bis zur Sättigung zu schütteln und die Mischung zu filtrieren.

Neu aufgenommen.

Die nach Vorschrift bereitete Lösung wird zumeist trübe durch das Filter gehen, durch öfteres Zurückgießen und erneute Filtration durch dasselbe Filter ist sie klar zu erhalten. Die Lösung dient zum Nachweise der Weinsäure in der Aluminiumacetotartratlösung.

Zinnfeile.

Unverändert geblieben.

Die Gewinnung des Zinks geschieht im Hüttenbetrieb, durch Reduktion von Galmei, ZnCO_3 , oder von gerösteter Zinkblende, ZnS , mit Kohle in retortenähnlich gebauten Muffelöfen. Das so gewonnene Metall ist arsenhaltig. Man reinigt es vom Arsen dadurch, daß man das Zink in einem Tiegel schmilzt und in die geschmolzene Masse unter Umrühren Salpeter einträgt. Von diesem wird ein Teil des Zinks, aber auch das Arsen oxydiert, das sich als Arsensäure mit dem Kalium des Salpeters als Kaliumarseniat vereinigt. Bei starkem Arsengehalt des Zinks ist die

Operation zu wiederholen. Die Prüfung auf Arsen geschieht am besten mit dem Marshschen Apparat.

Zink ist ein bläulich weißes Metall mit kristallinischem Bruch, es ist bei Zimmertemperatur spröde, aber es wird beim Erhitzen gegen 130° geschmeidig und hämmerbar, und über 200° wieder spröde und in erwärmtem Mörtel pulverisierbar. Das spezifische Gewicht des Zinks ist etwa 7; es schmilzt bei 423° , bei Rotglühhitze verflüchtigt es sich und bei Luftzutritt verbrennt der Dampf mit helleuchtender, grünlicher Flamme zu Zinkoxyd.

Das vom Arzneibuch jetzt geforderte Präparat ist Zinkfeile. An feuchter Luft überzieht sich das Zink mit einer dünnen Schicht von Zinkoxyd oder basischem Zinkcarbonat, es ist daher, um es metallisch zu erhalten, in wohlverschlossenen Gefäßen aufzubewahren.

Zink entwickelt sowohl in saurer als auch in alkalischer Flüssigkeit Wasserstoff, der naszierende Wasserstoff ist ein kräftiges Reduktionsmittel; das Zink findet daher im Arzneibuch Verwendung zum Reduzieren von Benzaldehyd und Nitrobenzol beim Nachweis des letzteren im ersteren und zur Reduktion von Salpetersäure in Ammoniak zum Nachweise der Verunreinigung mit dieser Säure in verschiedenen Salzen. Zinkfeile wird auch bei der Bereitung der Jodzinkstärkelösung verwendet.

Zinnchlorürlösung.

5 Teile kristallisiertes Zinnchlorür werden mit 1 Teil *Salzsäure zu einem Brei angerührt, und dieser wird mit trockenem Chlorwasserstoff gesättigt. Die dadurch erzielte Lösung wird nach dem Absetzen durch Asbest filtriert.

Bläßgelbliche, lichtbrechende, stark rauchende Flüssigkeit. Spezifisches Gewicht mindestens 1,900. Ein Gemisch von 1 cem Zinnchlorürlösung und 10 cem Weingeist darf sich innerhalb 1 Stunde nicht trüben. Ein Gemisch von 1 cem Zinnchlorürlösung und 10 cem Wasser darf durch Baryumnitratlösung innerhalb 10 Minuten nicht getrübt werden.

Zinnchlorürlösung ist in kleinen, mit Glasstopfen verschlossenen, vollständig gefüllten Flaschen aufzubewahren.

Kristallisiertes Zinnchlorür $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Sachlich unverändert, bei der Prüfung auf SO_4 ist jetzt Baryumnitratlösung zu verwenden.

Löst man metallisches Zinn (Zinnspäne) unter Erwärmen in konz. Salzsäure, so kristallisiert während des Erkaltes der Lösung das wasserhaltige Zinnchlorür (Stannochlorid) $\text{SnCl}_2 + 2\text{H}_2\text{O}$ aus. Dieses Salz löst sich in wenig Wasser unzersetzt auf, mit viel Wasser zersetzt es sich in Salzsäure und weißes Zinnoxichlorür $\text{Sn}(\text{OH})\text{Cl}$. Die Zersetzung erfolgt nach der Gleichung: $\text{SnCl}_2 + \text{H}_2\text{O} = \text{HCl} + \text{Sn}(\text{HO})\text{Cl}$. Bei Gegenwart einer entsprechenden Menge von Salzsäure bleibt die Lösung klar.

Das Zinnchlorür ist ein energisches Reduktionsmittel. Insbesondere hat es die Eigenschaft, gelöste Arsenverbindungen in der Kälte nach einiger Zeit, rascher beim Erwärmen, zu metallischem Arsen zu reduzieren, welches letzteres sich bei geringen Mengen durch Auftreten einer bräunlichen Färbung, bei größeren Mengen durch Abscheidung brauner Flocken zu erkennen gibt. Diese Tatsache ist von Bettendorf zum Nachweise des Arsens verwertet worden. Unter dem „Bettendorfschen Reagens“ verstand man eine freie Salzsäure enthaltende Lösung von Zinnchlorür. Flückiger hat nun 1889 die Beobachtung gemacht, daß eine Zinnchlorürlösung zum Nachweise des Arsens besonders dann geeignet ist, wenn sie mit gasförmiger Salzsäure gesättigt ist. Hierauf ist die Aufnahme dieses Reagens in das Arzneibuch zurückzuführen.

Zur Darstellung bringt man 5 T. kristallisiertes, zerriebenes Zinnchlorür in einen geeigneten Kolben, fügt 1 T. (rauchende) Salzsäure (s. d.) hinzu und mischt mit einem Glasstabe das Salz mit der Flüssigkeit. Den Kolben verschließt man mit einem doppelt durchbohrten Gummistopfen, dessen eine Bohrung ein nicht zu enges Gaszuführungsrohr, dessen andere ein Gasabzugsrohr enthält, [Durch das Zuführungsrohr leitet man einen Strom gasförmiger Salzsäure, die am besten durch Zersetzung von Kochsalz mittels Schwefelsäure (s. Bd. I, S. 110) erzeugt und durch konzentrierte Schwefelsäure getrocknet wird. Die nicht absorbierte Salzsäure leitet man ins Freie oder läßt sie von vorgelegtem Wasser aufnehmen, wobei das Ableitungsrohr nur wenig in das Wasser eintauchen darf. Die Absorption des Salzsäuregases erfolgt unter Selbsterwärmung und unter Volumvergrößerung der Flüssigkeit. Mit Rücksicht auf den erwähnten ersten Punkt ist es daher zweckmäßig, das Absorptionsgefäß durch Einstellen in kaltes Wasser kühl zu halten. In dem Maße, als Salzsäure aufgenommen wird, erfolgt allmählich die Auflösung des Zinnchlorürs, außerdem die Volumvermehrung des Kolbeninhaltes. Nimmt das Volum nicht mehr zu, so ist die Sättigung der Flüssigkeit erfolgt.

Man läßt die Lösung hierauf an einem kühlen Orte in gut geschlossenem Glasstöpselgefäße so lange absetzen, bis sie sich abgekühlt hat und filtriert sie endlich durch Glaswolle. Die Bestimmung des spez. Gewichtes ergibt alsdann, das dasselbe mindestens 1,900 beträgt, in der Regel wird es = 2,00—2,05 sein.

Durch die Prüfung mit Weingeist sollen, da Zinnchlorür bei Gegenwart genügender Mengen von Salzsäure in Weingeist ohne Trübung löslich ist, grobe Verunreinigungen nachgewiesen werden, die vielleicht zugesetzt worden sind, um das spez. Gewicht zu erhöhen. Es würden z. B. durch Weingeist gefällt werden: Natriumchlorid, Magnesiumsulfat, Zinksulfat.

Falls Schwefelsäure SO_4 in mehr als Spuren zugegen ist, wird durch Baryumnitrat innerhalb 10 Minuten eine Trübung entstehen. Die vorgeschriebene Verdünnung ist notwendig, weil sonst Baryumnitrat ausgeschieden wird und für Baryumsulfat gehalten werden kann. Die Abwesenheit von SO_4 ist nötig. Enthält das Reagens nämlich Schwefelsäure, so kann es nur in der Kälte benutzt werden, weil sonst in der Wärme durch die Einwirkung des Zinnchlorürs auf die Schwefelsäure diese zu Schwefelwasserstoff reduziert wird.

Die Aufbewahrung der Zinnchlorürlösung in kleinen, völlig gefüllten Glasflaschen mit Glasstopfen ist nötig, weil das Zinnchlorür durch Aufnahme von Sauerstoff aus der Luft in Zinnoxchlorid übergeht und alsdann seinen Charakter als Reduktionsmittel verliert.

Das Reagens bildet eine spez. schwere, blaßgelbliche, lichtbrechende, an der Luft rauchende Flüssigkeit.

Es reduziert arsenige Säure sowohl wie Arsensäure zu metallischem Arsen:



Hierbei nimmt die zu untersuchende Flüssigkeit, wie schon erwähnt, je nach der Größe des Arsengehaltes entweder nur braune Färbung an oder es kommt zur Ausscheidung brauner Flocken.

Um eine sichere Grundlage für die Beurteilung der zu beobachtenden Färbungen zu gewinnen, empfiehlt es sich, stets eine gleiche Schicht des Reagens mit dem Untersuchungsobjekt zu vergleichen.

Nach Beckurts (Apoth.-Ztg. 1891, S. 449) ist man imstande, nach Vorschrift des Arzneibuches in je 1 ccm bzw. 1 g von *Acidum aceticum*, *Acidum aceticum dilutum*, *Acidum hydrochloricum*, *Acidum phosphoricum*, *Acidum sulfuricum*, *Calcium phosphoricum*, *Liquor Ferri acetici*, *Magnesium sulfuricum*, *Natrium sulfuricum*, *Tartarus stibiatus*, *Zincum oxydatum* $\frac{1}{10}$ mg arseniger Säure durch schwache, $\frac{1}{5}$ mg durch starke braune Trübung zu erkennen.

Über die Genauigkeit der Prüfung des Glycerins auf Arsen siehe Bd. I, S. 642.

Bezüglich des Wismutnitrats hat es sich ergeben, daß schon Wismutoxyd an sich von dem Reagens mit goldgelber Farbe gelöst wird, auch scheinen andere begleitende Verunreinigungen (Selen, Tellur) eher reduziert zu werden als das Arsen.

Schließlich sei darauf hingewiesen, daß diesem modifizierten Bettendorfschen Verfahren unter allen Umständen nur der Wert einer Vorprobe zukommt. Wenn es sich um den exakten Nachweis von Arsen handelt, wird man auch heute noch stets auf das Verfahren von Marsh zurückgreifen müssen.

*Zuder.

Neu aufgenommen.

Das Präparat des Arzneibuches. Es dient zur Identitätsprüfung von Morphin und Veratrin.