die beste und billigste Methode, und ist folgendes Verhältniss als das vortheilhafteste zu empfehlen:

1 Theil Alkohol, 8 Theile Chlorkalk, 1 Theil Aetzkalk und 40 Theile Wasser werden gemischt und der Destillation unterworfen.

Ein richtig bereitetes Chloroform muss farblos sein, ein spec. Gew. von mindestens 1,48 haben, durchaus neutral reagiren und kein freies Chlor und keine schweflige Säure enthalten, die leicht bei der Rectification über Schwefelsäure beigemengt werden kann, wenn die Destillation zu lange fortgesetzt wird. Mit concentrirter Schwefelsäure gemischt, darf es sich nicht braun färben, wodurch sowohl schwerer Salzäther, als auch aldehydartige Körper erkannt würden.

Ueber die Darstellung des essigsauen Natrons;

von

H. Wackenroder.

Im Archiv der Pharmacie B. 15. p. 171 vom Jahre 1838 habe ich zur Bereitung des essigsauen Kalis und Natrons die Benutzung des essigsauen Bleioxyds empfohlen, unter ausführlicher Darlegung der Gründe, die mich dazu bestimmten. Seit jener Zeit ist bis vor Kurzem alles essigsauere Natron, welches in dem Laboratorio unseres pharmaceutisch-chemischen Instituts zu chemischen, insbesondere analytischen Arbeiten verwendet wurde, auf die a. a. O. beschriebene Weise dargestellt worden. Man erhält in der That durch Zersetzung des Bleizuckers mit kohlensaurem Natron ein ganz reines essigsaueres Natron ohne grosse Kosten, zumal wenn das abfallende kohlensaure Bleioxyd wieder angewendet oder verwerthet werden kann, wozu sich freilich nur in den Apotheken eine gute Gelegenheit darbietet.

Indessen ist doch die Darstellung grösserer Mengen des essigsauen Natrons nach dieser Methode ziemlich zeitraubend. Auch geschieht es wohl, dass etwas unterschwefligsaures Natron, welches durch Einwirkung des

Schwefelwasserstoffs auf das essigsaure Natron zur Reinigung desselben von den letzten Spuren von Blei entstand, in die letzten Krystallisationen des essigsauren Natrons mit übergeht. Diese für die meiste Benutzung des Salzes völlig unschädliche Verunreinigung wird aber für analytische Scheidungen, vornehmlich des Eisenoxyds, nachtheilig. Da nun das essigsaure Natron in neuerer Zeit sehr häufig in der Analyse von uns angewendet wird, das käufliche Salz aber keinesweges immer ganz rein ist, so habe ich eine andere Darstellungsmethode eingeführt, die, wie mich dünkt, Vorzüge gewährt und allgemeine Anempfehlung verdient.

Die 6. Ausgabe der Preuss. Pharmacopöe hat das alte, schon von Westrumb und seinen Zeitgenossen gerühmte Verfahren, aus rohem Essig und Pottasche eine weisse *terra foliata tartari* zu erzielen, wieder in Erinnerung gebracht. Die Pharmacopöe giebt aber, wie mir scheint, eine nur wenig praktische Vorschrift zur Darstellung des *natrum aceticum*, weshalb auch schon mehrere beachtenswerthe Stimmen dagegen laut geworden sind. Da ich das Ungenügende der Benutzung des rohen Essigs früher erfahren und ausgesprochen (a. a. O.) habe, so würde ich jetzt schwerlich wieder darauf zurückgekommen sein, hätte nicht die vermehrte Production eines reinen und starken Schnellessigs gegenwärtig die Sachlage verändert. Es hat sich gezeigt, dass vermitteltst des reinen Schnellessigs, welcher z. B. von den Herren Chemnitius et Wagner in Jena fabrikmässig dargestellt und unter dem Namen Essigsprit das Maass zu $4\frac{1}{4}$ Sgr. verkauft wird, ein theils ganz, theils genügend reines essigsaures Natron zu billigem Preise leicht dargestellt werden kann.

Unser Verfahren besteht in Folgendem. In einem gusseisernen Kessel, einem sogenannten Grapen, von 8 bis 40 Maass Raumes-Inhalt, werden 2 Kilogramm (etwas mehr als 4 Pfd.) krystallisirtes kohlensaures Natron gebracht und mit soviel Schnellessig übergossen, als die Geräumigkeit des Kessels erlaubt, während zugleich Wärme angewendet wird. Die Flüssigkeit wird durch Einkochen vermindert, und ihr nach und nach so viel Essig hinzugefügt, bis eine

vollständige Sättigung des Alkalis eingetreten ist. Dazu sind gewöhnlich 43 Kilogramm oder etwa $44\frac{1}{2}$ Maass Essig erforderlich. Unter beständigem Kochen wird bis zur Trockne verdampft, das braune Salz aber in dem Kessel so stark erhitzt, bis es zu einer schwarzen Flüssigkeit geschmolzen ist, wozu keinesweges ein starkes Feuer gehört. Die Hitze bleibt weit unter dem Braunglühen. Auch ist keine andere Vorsicht bei diesem Schmelzen nöthig, als die, alle Klümpchen des Salzes vollständig zergehen zu lassen, und beim Beginn des Schmelzens nicht einzelne noch feuchte Stücke unter das schmelzende Salz unterzutauchen. In diesem Falle nämlich würde ein Theil des schmelzenden Salzes fortgeschleudert werden.

Das geschmolzene Salz lässt man in dem Kessel ganz erkalten und übergiesst es dann mit 4 Kilogramm Regenwasser. Beim Erwärmen findet sehr leicht eine völlige Lösung des geschmolzenen Salzes ohne alle Einmischung von Eisen statt. Die Flüssigkeit wird durch Filtration von dem schwarzen Rückstande getrennt und letzterer nach Erforderniss ausgewaschen. Die so erhaltene klare Flüssigkeit besitzt eine schwach weingelbe Farbe und reagirt alkalisch. Der geringe Ueberschuss von Natron braucht nicht mit reiner Essigsäure gesättigt zu werden. Ebenso wenig ist die Anwendung von Kohle zur Entfärbung nöthig. Die gelbe Farbe ist so gering, dass sie bei Verdünnung einer Probe der Lösung ganz verschwindet. Eine stark gelbe Farbe würde ein ungenügendes Schmelzen des Salzes anzeigen. Wenn man in solchem Falle die Entfärbung mit Kohle vornehmen will, so ist es zweckmässig das freie Alkali zuvor mit reiner Essigsäure zu sättigen.

Aus der concentrirten Flüssigkeit krystallisirt schon bei niedriger Lufttemperatur oder nach einigem Abdampfen in einer Porcellanschale ungefähr $\frac{1}{3}$ des Salzes in völlig reinen und weissen Krystallen heraus, während die übrigen $\frac{2}{3}$ bei wiederholtem Abdampfen erhalten werden. Auch diese letzteren Krystalle sind gewöhnlich ungefärbt und enthalten nur Spuren von schwefelsaurem Natron und Chlornatrium, auch wohl von Kalk, die um so deutlicher

werden, je näher die Krystallanschüsse der Mutterlauge stehen. In den meisten Fällen beeinträchtigen diese unbedeutenden Beimengungen die Anwendung des essigsauren Natrons als Scheidungsmittel nicht, und als Medicament niemals. Ein Umkrystallisiren des Salzes ist daher in der Regel unnöthig.

Die alkalisch reagirende Mutterlauge von gelblicher Farbe beträgt ungefähr 500 Grm. Sie enthält sehr wenig kohlessaures Natron, dagegen viel Chlornatrium und schwefelsaures Natron. Beim Eindampfen zur Trockne giebt die Mutterlauge trocknes unreines essigsaures Natron, das zu mancherlei Zwecken brauchbar ist.

An gutem und brauchbarem essigsaurem Natron erhält man aus 2000 Grm. Soda ungefähr 1580 Grm. (etwas mehr als 3 Pfd.) lufttrocknes krystallisirtes Salz, also ungefähr 78 Proc. des angewendeten kohlessauren Natrons, und 160 Grm. eingetrocknetes, unreines, essigsaures Natron. Der Aufwand an Essig beträgt $48\frac{1}{2}$ Sgr., an kohlessaurem Natron $4\frac{1}{2}$ Sgr. Nimmt man als Ausbeute 52 Unzen reines brauchbares essigsaures Natron an, und rechnet man für das Brennmaterial 3 Sgr., so betragen die directen Unkosten 26 Sgr. Nun pflegen 48 Unzen dieses Salzes in den Fabriken 36 Sgr. zu kosten. Es ist einleuchtend, dass bei ökonomischem Verfahren, sowohl beim Einkauf der Ingredienzien, als auch beim Abdampfen der Flüssigkeiten, worin die Hauptarbeit besteht, die Unkosten noch merklich verringert werden können. Natürlich hat die Reinheit der Soda den grössten Einfluss auf die Ausbeute. Werden die beim Eindampfen der Mutterlauge erhaltenen 160 Grm. unreines Salz auf krystallisirtes essigsaures Natron berechnet, so ergeben sich noch 264 Grm., und die Gesamtausbeute an essigsaurem Natron wäre 1840 Grm. oder 92 Proc. der Soda.

Eine völlige Reinheit der Soda und keine Zerstörung des essigsauren Natrons durch unnöthiges starkes Schmelzen vorausgesetzt, müsste man 95 Proc. des angewendeten krystallisirten kohlessauren Natrons (Atomg. = 179,16) an

lufttrockenem, krystallisirtem, essigsaurem Natron (Atomg. = 170,66) erhalten.

Es ist räthlich, nicht nur eine möglichst reine Soda zu benutzen, sondern auch keine zu grosse Menge von rohem essigsaurem Natron auf einmal in dem eisernen Kessel zu schmelzen. Die zum Schmelzen erforderliche Hitze kann alsdann gleichmässiger einwirken, und die Zerstörung beigemengter organischer Stoffe gelingt ohne Zersetzung von essigsaurem Natron besser. Die Verwendung von nur 4 Kilogramm Soda zur Zeit möchte für die meisten pharmaceutischen Laboratorien den Vorzug haben.

Nach einem Versuche des Herrn Göpel aus Dresden wurden bei Anwendung von 1000 Grm. käuflichen kohlen-sauren Natrons erhalten:

in der 1. Krystallisation	145 Grm.	ganz reines Salz
" " 2.	585 "	Salz mit sehr wenig schwefelsau- rem Natron und Chlornatrium
" " 3.	60 "	weniger reines Salz
<hr/>		
790 Grm. oder 78 Proc. der Soda.		

Bei einem andern Versuche von Herrn Piessbergen aus Gotha, wobei 2000 Grm. Soda benutzt wurden, erhielt man:

in der 1. Krystallisation	357 Grm.	essigsaures Natron völlig rein
" " 2.	540 "	" " mit einer Spur Schwefelsäure
" " 3.	377 "	essigs. Natron mit einer gerin- gen Menge Schwefelsäure
" " 4.	255 "	essigs. Natron, nicht mehr gut krystallisirtes und ziemlich gefärbtes Salz.
<hr/>		
1529 Grm. oder 76 Proc. der Soda.		

Die Mutterlauge, in beiden Fällen von verhältnissmäs-sig gleicher Menge, enthielt den Rest der Natronsalze.