ARCHIV DER PHARMACIE.

CXCI. Bandes drittes Heft.

A. Originalmittheilungen.

I. Chemie und Pharmacie.

Die Darstellung des salpetersauren Silberoxydes;

von Dr. Mierzinski.

So einfach dieselbe auch zu sein scheint, bietet sie dennoch verschiedene Schwierigkeiten dar und ist mit vielem und grossen Risiko verbunden, wenn etwa Methoden angewendet werden, welche, wenn auch theoretisch völlig richtig, doch für die Praxis unpassend sind. So erhält man, beispielsweise, nach der von Gräger zuerst angegebenen und von Hager modificirten Methode nach vielem Hin- und Her-Manipuliren wohl völlig reines Silbernitrat; ein praktischer Apotheker jedoch, welcher die dazu verwendeten Materialien, Zeit etc. berechnet, wird sich dieser Methode, und überhaupt landläufiger Silbermünzen, bei der Bereitung dieses Präparates nicht bedienen, da für ihn kein Gewinn, wohl aber Verlust erwachsen würde. Die einfachste und durch Nichts weiter zu ersetzende Methode ist die nachstehende, aus vieljähriger Praxis entstammende. Bei der Bereitung muss man sogenanntes Feinsilber, nie stark kupferhaltige Silbermünzen, als den Ausgangspunkt annehmen. In eine Porzellanschale giesst man das entsprechende Gewicht völlig reiner chlorfreier Salpetersäure von 1,20 — 1,18 spec. Gew. soviel, dass die Schale von der Säure zur Hälfte gefüllt wird, setzt auf diese einen entsprechend grossen Trichter umgekehrt auf, so, dass die überspritzende und condensirte Flüssigkeit an den Trichterwänden in die Schale zurück-

fliessen kann. Man giebt nun nach und nach das Silber in die Säure, und erwärmt die auf einem Sandbade stehende Schale. Sobald sich alles gelöst hat, wird ohne zu filtriren, die Lauge in derselben Schale völlig eingedampft, eingetrocknet und das Salz geschmolzen. Ich bemerke hier, dass diese Schmelzung nie soweit getrieben werden darf, dass sich das Kupfernitrat zersetzt, wie vielfach empfohlen wird. Unbestritten steht es fest, dass sich in einer Kupfer- und Silbernitrat enthaltenden Lösung zuerst das Erstere, sodann erst die Silberverbindung zersetzt, soviel stehet aber andererseits ebenfalls fest, dass der Moment, wann die Zersetzung des Kupfernitrates beendet ist, und die des Silbernitrates anfängt, durch kein äusserliches Zeichen erkennbar ist, und dass es daher jedes Mal geschieht, dass entweder das Kupfernitrat noch nicht völlig reducirt, oder aber dass sich nebenbei bereits Silbernitrat zersetzt hat. Wird jedoch, wie ich bereits erwähnte, die Lösung bloss einfach geschmolzen, was wegen Entfernung der überschüssigen Säure geschieht, so muss der Rückstand, schmutzig weiss grünlich, nicht aber grau oder gar schwarz aussehen.

Nachdem der Kuchen kalt geworden ist, wird derselbe in warmem destillirten Wasser gelöst, und die Lösung durch ein, mit Sorgfalt bereitetes, Asbestfilter filtrirt, nie aber durch Papier!! Ein solches Asbestfilter hält lange Zeit aus, sobald der Trichter, was überhaupt geschehen muss, durch eine Glasplatte vor Staub geschützt wird. Die filtrirte, neutrale, Lösung wird mittelst chemisch reiner, verdünnter Salpetersäure schwach sauer gemacht, und auf dem Sandbade so weit eingedampft, dass man beim Blasen über die Oberfläche der Lauge einen schwachen, schaumartigen Anflug bekommt.

In diesem Falle wird die Schale herabgenommen und an einen staubfreien Ort zum Krystallisiren gestellt. Nach 12 bis 16 Stunden wird die Mutterlauge von den Krystallen abgegossen, selbe wiederum wie früher eingedampft und zum Krystallisiren hingestellt, während die jedesmal erhaltenen Krystalle auf einen Trichter gebracht und mit destillirtem

Wasser abgewaschen werden. Nur dann kann man schöne, ausgebildete Krystalle erhalten, wenn die Lauge angesäuert und langsam an einem ruhigen Orte zum Krystallisiren hingestellt worden ist. Aus neutraler Lauge erhält man unscheinbare, weiche, unregelmässige Krystalle, welchen, im Falle selbe geschmolzen werden sollen, jedesmal einige Tropfen Salpetersäure zugesetzt werden müssen.

Da meistens geschmolzener Silbersalpeter verlangt wird, so ist es in diesem Falle gar nicht nöthig, die erst erhaltene Silberlösung einzudampfen und zu schmelzen, sondern diese wird gleich filtrirt und bis zu dem vorbemerkten Punkte eingedampft, und die erhaltenen, abgewaschenen Krystalle zum Schmelzen verwendet. Dies letztere geschieht in einer kleinen, mit einer Handhabe und Tülle versehenen Porzellanschale. (Zum Füllen der üblichen Formen genügt eine Schale von $\frac{1}{4}$ Pfund Fassungsraum). Die Formen werden mit fein gepulvertem Talk (Talcum venet.) öfters rein geputzt, und nicht zu heiss gehalten. Beim Schmelzen ist weder eine schwache noch starke Hitze zu halten, es ist die Schmelze weder zu heiss noch zu kalt einzugiessen; den richtigen Punkt trifft man, sobald sich beim schwachen Ueberblasen über die Schmelze Anzeichen einer Haut zu bilden anfangen. Sobald die Masse erstarrt ist, wird die Form geöffnet, die Stängelchen werden von ihrem Gussansatz befreit, (welcher wiederum mit verschmolzen wird), und in Gläser gegeben. Jedes Berühren mit den Händen, mit Papier u. dgl. m. ist unstatthaft. In dieser Art erhält man durch mehrmaliges Krystallisirenlassen den bei weitem grössten Theil (die Hälfte mehr an, Gewicht) des ursprünglich verwendeten Feinsilbers als Silbersalpeter. Im Rest concentrirt sich alles im Silber befindliche Kupfer. Sobald aus der Mutterlauge grüngefärbte, also kupferhaltige Krystalle anschliessen, werden diese gelöst mit der Mutterlauge vereinigt und das Silber als Chlorsilber ausgefällt.

Dieses letztere wird vollkommen ausgewaschen. Nachdem ich verschiedene Methoden, sowohl auf trockenem, wie auf nassem Wege ohne den verlangten Erfolg versucht, gab

mir nachstehendes Verfahren das beste Resultat. Das vollkommen ausgewaschene noch feuchte Chlorsilber brachte ich mit dem doppelten Gewichtstheile Kalilauge von 1,25 spec. Gew. in eine Porzellanschale, welche bloss zur Hälfte mit dem Gemische angefüllt war; dasselbe wurde zum Sieden gebracht und darin durch 8 bis 10 Minuten erhalten. Hierauf setzte ich unter Umrühren in ganz kleinen Portionen Glycerin zu, solange, bis der Niederschlag schwarz und die darüber stehende Flüssigkeit eine schmutzig hellbraune Farbe angenommen hatte. Ich liess noch einige Minuten kochen, sodann erkalten, brachte den Niederschlag auf ein Filter, und wusch zuerst mit destillirtem Wasser, sodann mit verdünnter Chlorwasserstoffsäure und zuletzt wiederum mit destillirtem Wasser völlig aus und trocknete den grauweissen Niederschlag. Wurde derselbe auf etwa 200°C. erhitzt, so nahm er eine mattweisse, silberähnliche Farbe an. Ein in dieser Weise vorbereitetes Silbermetall ist völlig frei von Kupfer.

Der Zusatz von Glycerin muss, wie bereits angedeutet, in sehr kleinen Portionen geschehen, da in Folge der stürmischen Reaction ein Uebersteigen der Flüssigkeit und daher Verlust entstehen kann.

Wird das reducirte Silbermetall in Salpetersäure gelöst, filtrirt, eingedampft und geschmolzen, so erhält man, zugechnet zu dem ersten Product, völlig die theoretisch berechnete Menge Silbernitrat als Ausbeute.

Beitrag zur Kenntniss der Aconit-Alkaloïde;

von Dr. F. A. Flückiger.

Der allergrösste Theil des auf dem Continente, ganz besonders in Deutschland, verbrauchten Aconitins wurde seit Jahren durch Friedrich Hübschmann in Zürich, früher in Stäfa, dargestellt und in den Handel gebracht, wie ich theils aus dessen schriftlichen Aeusserungen, noch kurz vor seinem Tode, weiss und neuerdings von dem kun-