säure völlig entfernt ist, wenn das Hydratwasser ausgetrieben ist, was man leicht daran erkennt, wenn ein über die Deckelöffnung gehaltenes kaltes Metall nicht feucht beschlägt.

Das erhaltene Präparat ist ein sehr lockeres, leichtes Pulver von jedenfalls kräftigerer Wirkung, als das heftig geglühte dichte. Besonderer Vortheil liegt sowohl in dem sehr geringen Aufwande an Feuerungsmaterial und Schonung des Ofens resp. Heerdes bei dieser Methode, als ferner darin, dass der Apparat, wenn er rostfrei gehalten wird, sehr lange brauchbar bleibt und sich bei nur einigermassen frequentem Verbrauch sehr bald durch die ersparten hessischen Tiegel bezahlt macht.

Ueber Salpeterätherweingeist;

von
Wilms in Münster.

Die älteren Vorschriften liessen dieses Präparat aus einer mässig starken Salpetersäure und Alkohol, oder salpetersaurem Kali, Schwefelsäure und Alkohol, durch wiederholte, später einmalige Destillation und Rectification des Destillats bereiten. Diesen Vorschriften verdankt das pharmaceutische Präparat seinen Ruf als Arzneimittel. Nach unserer gegenwärtigen Pharmakopöe ist bekanntlich dazu eine höchst concentrirte, viel salpetrige Säure enthaltende Salpetersäure und stärkerer Alkohol vorgeschrieben. Man erhält danach ein in vieler Beziehung von dem früheren abweichendes Präparat. Abgesehen davon, dass die erste fast nur aus Aether bestehende Unze des Rectificats verworfen werden soll, hat das Präparat eine gelbliche Farbe und säuert sich ungleich eher als das frühere; nicht selten zeigt es schon gleich nach der Rectification, wenigstens in den ersten an Aether reichsten Antheilen, eine saure Reaction. Aus einer reinen Salpetersäure, welche wenig oder keine salpetrige Säure ent-

hält, und Alkohol von 0,835 — 0,840 spec. Gew. erhält man dagegen ein Destillat, welches von geringerer saurer Reaction und farblos ist, dabei aber dennoch einen sehr angenehmen und kräftigen Aethergeruch hat, welcher dem aus rauchender Säure bereiteten zwar ähnlich, jedoch nicht völlig gleich ist. Der gelbe sogenannte salpetrigsaure Aether wird immer erhalten, wenn die angewandte Säure viel salpetrige Säure enthält, oder bei zu starker Erhitzung bei der Destillation, auch wenn Kupferspäne der Mischung von Säure und Alkohol zugesetzt werden. In der neuen Auflage des Commentars beschreibt Mohr einen farblosen Salpeteräther, welcher bei 18° R. kochte, während der gelbe flüchtigere schon bei 14½° den Siedepunct hatte, waren auch beide, wie bemerkt wird, nicht als vollkommen rein zu betrachten, so ist es doch wichtig genug, die Umstände näher zu studiren, unter welchen der gelbe und der farblose Salpeteräther auftreten. Da mir, wie erwähnt, der letztere nur bei Intervenienz der salpetrigen Säure resp. des Stickgases erzeugt zu werden scheint, so kam es nur darauf an, Salpetersäure im Momente des Freiwerdens mit Alkohol zusammenzubringen, und zwar schien mir dies auf eine der Darstellung des Essigäthers analoge Weise am zweckmässigsten. Ich wandte dabei starken Alkohol an, um kein Wasser ins Präparat zu bringen, weil bei Wassergehalt andere Aetherarten, namentlich der Essigäther, bald sauer werden. Um das Resultat mit dem *Spiritus Aeth. nitrosi* der Pharmakopöe vergleichen zu können, wurde dieselbe Gewichtsmenge (24 Unzen) Alkohol von 0,810 und das 3 Unzen rauchender Salpetersäure entsprechende Aequivalent salpetersaures Bleioxyd (= 7½ Unzen) angewandt. Die zur Zerlegung des letzteren nöthige Menge (2½ Unzen) Schwefelsäure von 1,844 war vorher mit dem Alkohol rasch gemischt und hatte diese Mischung einige Tage gestanden. Als das getrocknete und fein zerriebene salpeters. Bleioxyd zugesetzt wurde, trat sogleich der Geruch des Salpetheräthers auf. Das Ganze wurde

jetzt bei sehr gelinder Wärme der Destillation aus dem Sandbade unterworfen. Es wurden erhalten:

Spec. Gew.

1)	4	Unzen	4	Drachmen	von 0,810	nicht sauer, von schwachem Aethergeruch
2)	4	"	1	"	" 0,816	eine Spur Säure zeigend, stärker nach Aether riechend
3)	4	"	3	"	" 0,827	schwach sauer, kräftiger Aethergeruch
4)	4	"	4	"	" 0,840	schwach sauer, stark nach Aether riechend
5)	4	"	4	"	" 0,840	desgl. desgl.

gemischt 22 Unzen von 0,830 spec. Gew.

Es folgten noch $1\frac{1}{2}$ Unzen von 0,845, welche zwar noch nach Aether rochen, zugleich aber auch deutlich nach Aldehyd, und mit Aetzkali starke Reaction gaben, deshalb verworfen wurden. Der Rückstand in der Retorte fing jetzt an trocken zu werden, es zeigten sich rothe Dämpfe, womit die Operation beendet war und die Retorte herausgenommen wurde. Die ganze Destillation ging ruhig, ohne Stossen, bei gleichmässigem gelinden Kochen von statten, das feuchte schwefelsaure Bleioxyd liess sich leicht aus der Retorte entfernen, die ersten 4 Unzen gingen über ehe vollständiges Kochen eintrat, und sind augenscheinlich reich an Alkohol, während später eine an Aether immer reichere Flüssigkeit kam. Alle Destillate waren farblos und enthielten so wenig freie Säure, dass 30 Tropfen Aetzkaliflüssigkeit völlig genügten, um dieselbe zu neutralisiren. Nach dem Absetzen wurde zur Rectification geschritten; über den Trichter des Dampfapparats destillirten:

Spec. Gew.

1)	1	Unze	von 0,834	höchst schwach gelblich gefärbt
2)	4	Unzen	4 Drch.	" 0,826 farblos
3)	4	"	1 " "	0,820 " }
4)	4	"	1 " "	0,820 " }
5)	4	"	4 " "	0,822 " }
6)	1	"	6 " "	0,823 " }

2 — 6 gemischt hatten
0,822 spec. Gew.

gemischt 20 Unzen = 0,823 bei 14° R.

Es folgten noch $1\frac{1}{4}$ Unzen = 0,829, welche noch kaum nach Aether rochen.

Bei dieser Rectification zeigten sich alle Antheile vollkommen säurefrei, es trat nicht einmal nach wiederholtem Befeuchten und Trocknen an der Luft eine Röthung des schwach blau gefärbten Reagenspapiers ein. Beim Vergleiche mit dem Präparate der Pharmacopöe ist dies sehr auffallend, weil da die ersten ätherischen Antheile des Rectificats nicht selten gleich nach der Abnahme schon schwach sauer reagiren. Ferner unterschied es sich besonders durch Farblosigkeit, indem nur die erste Unze eine leicht gelbliche Färbung zeigte; dabei war der Geruch nach Salpeteräther mindestens nicht schwächer als beim officinellen Präparate, nur war er angenehmer, mehr dem aus verdünnter reiner Salpetersäure bereiteten Präparate ähnlich; endlich ist eine saure Reaction jetzt nach vierwöchentlicher Aufbewahrung kaum bemerkbar. Das spec. Gewicht hält die Mitte des von der Pharmacopöe angegebenen; es würde daher diese Methode, abgesehen davon, dass sie ein haltbareres Präparat liefert, auch den Vortheil bieten, dass die lästige Darstellung der rauchenden Salpetersäure umgangen wird und kein Chlor ins Präparat kommen kann.

Als vorläufiger Versuch hat mir diese Arbeit gezeigt, wie sich ein ätherisches farbloses Destillat gewinnen lässt; sobald als möglich werde ich versuchen, aus grösseren Quantitäten den farblosen Salpeteräther zu isoliren, und wünsche sehr, dass sich bessere Kräfte mit gleichen Versuchen beschäftigen möchten.

Es ist erst dann möglich, die eigentliche Zusammensetzung des officinellen Präparats kennen zu lernen, wenn alle Verbindungen, die bei der Destillation der Salpetersäure mit Alkohol entstehen, genau untersucht sind. Aldehyd fand sich in dem von mir erhaltenen Destillate ebenso, wie es sich in dem Präparate der Pharmacopöe auch dann befindet, wenn die erste Unze des Rectificats verworfen ist. Cyan soll zuweilen darin vorkommen; ich habe nur einmal Spuren davon in einem Rückstande der

Destillation, welcher einige Monate gestanden hatte, gefunden. Gasförmig entweicht nach Mohr Stickgas und Kohlensäure, im Rückstande endlich soll Oxalsäure enthalten sein. Es schien mir nicht unwichtig, die Quantität derselben, welche durch Einwirkung einer bestimmten Menge Salpetersäure auf Alkohol erzeugt wird, zu bestimmen.

Die aufbewahrten Rückstände mehrerer Arbeiten, im Ganzen der zwölffachen Menge der Pharmakopöe-Vorschrift, wurden hierzu benutzt. Dieselben waren demnach von 36 Unzen rauchender Salpetersäure von 1,52 spec. Gew. Um das Product des ganzen Quantum kennen zu lernen, versuchte ich die noch bedeutende Menge Salpetersäure, welche in diesen Resten enthalten war, in Aether überzuführen, wozu neun Destillationen mit 2, 2, $1\frac{1}{2}$, 1, 1, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$, $\frac{1}{2}$ Pfd., im Ganzen also $9\frac{1}{2}$ Pfd. Alkohol von 0,835 spec. Gew. erforderlich waren, jedesmal wurde etwas mehr abdestillirt als Alkohol zugesetzt war. Alle Destillate enthielten Salpeteräther, natürlich in abnehmender Menge, so wie allmählig die Säure im Rückstande geringer wurde. Freie Säure war in den Destillaten nur wenig, alle zusammen erforderten kaum 3 Drachmen Magnesia zur Wegnahme derselben. Zur Neutralisation der vorher in den Präparaten, von denen die Rückstände herrührten, enthaltenen Säure war im Ganzen nicht mehr als 1 Unze Magnesia nöthig gewesen. Es waren demnach 36 Unzen Säure von 1,52 spec. Gew., mit Ausnahme der zur Sättigung von 11 Drachmen Magnesia nöthigen Menge, in Aether übergeführt worden. Der letzte etwa 2 Unzen betragende Rückstand obiger Destillationen wurde mit Wasser verdünnt und mit Ammoniakflüssigkeit übersättigt, wozu nur 3 Drachmen nöthig waren, sodann mit Chlorcalciumlösung vollständig gefällt. Der Niederschlag ausgewaschen, getrocknet und geglüht, gab 10,5 Gr. kohlensaure Kalkerde, welche 3,72 Gr. Oxalsäure entsprechen. Eine so geringe Quantität im Verhältniss zur grossen Masse der in Aether übergeführten

Säure hatte ich nicht vermuthet, die Bildung derselben kann daher wohl kaum als direct mit der Entstehung des Salpeteräthers zusammenhängend betrachtet werden. Gelänge es, die erzeugten andern Verbindungen: Aldehyd, Kohlensäure und Stickoxyd, ebenso genau quantitativ zu bestimmen, so würden daraus wohl Schlüsse auf die Bildung der ätherartigen Verbindungen der Oxydationsstufen des Stickstoffs zu machen sein. Ich vermute sehr, dass der farblose Salpeteräther ein anderer als der gelbe, vielleicht der Salpetersäureäther ist. Dass übrigens das Auftreten der Oxalsäure bei Entstehung des Salpeteräthers eben so wenig Antheil an der Aetherbildung hat, als das Weinöl beim einfachen Aether, ist nach obigem Resultate kaum zu bezweifeln.

Untersuchung eines amerikanischen Backpulvers;

von

Dr. E. Reichardt.

Durch Zufall wurde mir von einer Dame eine kleine Quantität eines weissen Pulvers übergeben, mit der Bitte, die geheimnissvollen Bestandtheile zu ermitteln, da die Anwendung desselben einen beliebten Zweig der feineren Bäckerei, das Kuchenbacken, betreffe. In der Hoffnung, dass auch viele Leser dieser Zeitschrift Liebhaber von Kuchen sind und gern den Hausfrauen ein Mittelchen sagen möchten, um lockere Kuchen zu erhalten, sei daher die Mittheilung der Untersuchung gestattet.

Schon vor mehreren Jahren erhielt ich ein Backpulver aus Amerika, welches nichts Anderes war als gereinigte Pottasche, wie sie hier, namentlich im südlichen Deutschland, ebenfalls häufig zum feineren Backwerk benutzt wird. Die Conditoren und Lebkuchenbäcker nehmen meistens kohlen-saures Ammoniak, und ich glaubte natürlich auch etwas derartiges vor mir zu haben, trotzdem dem vorliegenden Pulver etwas mehr Lob, als gewöhnlich, hinsichtlich der