

Ueber Darstellung des *Argentum nitricum*;

von

Fr. Müller,

d. Z. in Bremen.

Dieses dem Arzneischatze unentbehrliche Präparat, sowohl krystallisirt als auch geschmolzen, wird wohl selten in den kleineren und manchen grösseren Apotheken bereitet, obgleich die Darstellung desselben viel weniger Mühe und Kosten erfordert, als manches andere. — Wie sehr nützlich und vortheilhaft es ist — nicht nur in wissenschaftlicher, sondern auch pecuniärer Hinsicht — auch die chemischen Fabrikate in den pharmaceutischen Laboratorien selbst darzustellen, ist von vielen Seiten schon genugsam empfohlen worden; trotzdem treffen solche Vorschläge gar zu häufig nur taube Ohren, und manche Principale fahren fort, oft selbst die einfachsten und mit der geringsten Mühe darzustellende Arzneimittel (z. B. Extracte) von Fabriken einzukaufen und ihre Officin dadurch in einen Kaufladen mit Arzneiwaaren zu verwandeln. Würden sie weniger die oft geringe Arbeit scheuen und eine genaue Berechnung aufstellen, so würde in den meisten Fällen das eigne Präparat billiger ausfallen als das gekaufte, zumal noch sicherer für dessen richtige Zubereitung und Reinheit verbürgt werden könnte.

Bevor ich zum Beweise dieser hierdurch ausgesprochenen Ansicht die Resultate der verschiedenen Versuche über Zubereitung des Höllensteins aufführe, will ich erst die Methode angeben, nach der ich gearbeitet habe; sie ist sehr einfach, leicht und sicher.

Das in Arbeit genommene Silber bestand gewöhnlich aus geprägter Silbermünze, hauptsächlich Hannoverschen Thalern von neuerem Gepräge; diese zeigten unter den gangbaren Münzsorten den geringsten Kupfergehalt. Das

Silber wurde in einer hinreichenden Menge (fast drei Theilen) reiner Salpetersäure von 1,200 spec. Gew., durch mässiges Erwärmen unterstützt, aufgelöst, die Solution zur Trockne verdampft und die erhaltene vom Kupfergehalt grüngefärbte Salzmasse in einer Porcellanschale über der Spirituslampe in Fluss gebracht und darin so lange erhalten, als sich noch Bläschenentwicklung zeigte und bis ein herausgenommenes Pröbchen, in Wasser gelöst und filtrirt, völlig farblos erschien und keine Reaction auf Kupfer mehr gab. Die erkaltete, jetzt von Kupferoxyd schwarz gefärbte Masse wurde in destillirtem Wasser gelöst, filtrirt und zur Krystallisation abgeraucht; die erhaltenen Krystalle wurden auf einem Glastrichter gesammelt, abgespült und in einer bis 30° erwärmten Temperatur so viel als möglich von anhängendem Wasser befreit. Sollte Höllenstein gegossen werden, so wurde von diesen trocknen Krystallen nicht mehr auf einmal geschmolzen, als die Form fassen konnte, was ich durch einen Versuch ermittelte, und, wenn die Masse ruhig floss, schnell in die völlig blank geputzte eiserne Form gegossen.

Die erkalteten Stängelchen hatten von anhängendem Eisenoxyd gewöhnlich eine gelbliche Farbe, die jedoch leicht und völlig entfernt wurde durch gelindes Abputzen mit einem in Salpetersäure getauchten leinernen Läppchen. Der gewonnene Höllenstein hatte eine schöne emailleweisse Farbe, ganz wie Porcellanstäbchen.

Nachstehende Resultate ergeben beim Schmelzen des Höllensteins einen Verlust von ungefähr 2,5 Proc. im Verhältniss zu der Ausbeute an Krystallen, der wohl hauptsächlich von dem Verdampfen des von den Krystallen eingeschlossenen Wassers, theils auch wohl von dem Abputzen mit Salpetersäure herrührt.

Ausbeute an krystallisirtem und geschmolzenem salpetersaurem Silber und Kostenberechnung:

- 4) 5 Unz. 6 Dr. 4 Scr. Silber (40 Hannoversche Thaler)
in 16 Unz. Salpetersäure gelöst, gaben krystallisirt
9 Unz. 4 Dr., geschmolzen 8 Unz. 7 Dr. Ausbeute.

- | | |
|---|------------------|
| 5 Unz. 6 Dr. 1 Scr. Silber..... | 10 Thlr. |
| 1 Pfd. Salpetersäure | — " 5 Sgr. |
| Nebenbedarf (Feuerung, Wasser etc.
ohne Utensilien)..... | — " 3 " |
| <hr/> | |
| 8 Unz. 7 Dr. Höllenstein | 10 Thlr. 8 Sgr.; |
| 1 Unz. = 1 Thlr. 4 Sgr. 9 Pf. | |
- 2) 8 Unz. 5 Dr. Silber (15 Hannov. Thaler) in 24 Unz. Salpetersäure gelöst, gaben krystallisirt 13 Unz. 7 Dr., geschmolzen 13 Unz. 4 Dr. Ausbeute.
- | | |
|-------------------------------|-------------------|
| 8 Unz. 5 Dr. Silber..... | 15 Thlr. |
| 1½ Pfd. Salpetersäure..... | — " 7 Sgr. 6 Pf. |
| Nebenbedarf | — " 4 " 6 " |
| <hr/> | |
| 13½ Unz. Höllenstein | 15 Thlr. 12 Sgr.; |
| 1 Unz. = 1 Thlr. 4 Sgr. 3 Pf. | |
- 3) 14 Unz. 4 Dr. Silber (25 theils Hannov., theils Preuss. Thaler) in 40 Unz. Salpetersäure gelöst, gaben krystallisirt 21 Unz., geschmolzen 20½ Unz. Ausbeute.
- | | |
|-------------------------------|-------------------|
| 14½ Unz. Silber | 25 Thlr. |
| 2½ Pfd. Salpetersäure ... | — " 12 Sgr. 6 Pf. |
| Nebenbedarf | — " 5 " 6 " |
| <hr/> | |
| 20½ Unz. Höllenstein..... | 25 Thlr. 18 Sgr.; |
| 1 Unz. = 1 Thlr. 7 Sgr. 6 Pf. | |
- 4) 14 Unz. Silber (14 alte Kronthaler) in 44 Unz. Salpetersäure gelöst, gaben krystallisirt 49 Unz. 4½ Dr., geschmolzen 49 Unz. 1 Dr. Ausbeute.
- | | |
|-------------------------------|-------------------|
| 14 Unz. Silber..... | 21 Thlr. 28 Sgr. |
| 2¾ Pfd. Salpetersäure... | — " 13 " 9 Pf. |
| Nebenbedarf..... | — " 5 " 3 " |
| <hr/> | |
| 19 Unz. 1 Dr. Höllenstein | 22 Thlr. 17 Sgr.; |
| 1 Unz. = 1 Thlr. 5 Sgr. 5 Pf. | |
- 5) 2 Unz. 7 Dr. Silber (5 Hannov. Thaler) in 8½ Unz. Salpetersäure gelöst, gaben krystallisirt 4 Unz. 4½ Dr., geschmolzen 4 Unz. 2¾ Dr. Ausbeute.
- | | |
|-------------------------------|-------------------|
| 2 Unz. 7 Dr. Silber.... | 5 Thlr. |
| 8½ Unz. Salpetersäure.. | — " 2 Sgr. 10 Pf. |
| Nebenbedarf | — " 2 " 2 " |
| <hr/> | |
| 4 Unz. 2¾ Dr. Höllenstein | 5 Thlr. 5 Sgr.; |
| 1 Unz. = 1 Thlr. 5 Sgr. 9 Pf. | |

Nehmen wir das Mittel von den 5 Versuchen, so stellt sich der Durchschnittspreis der Unze auf 4 Thlr. 5½ Sgr.,

dagegen den Fabrikpreis von 4 Thlr. 20 Sgr. gehalten, er giebt einen Unterschied von $44\frac{1}{2}$ Sgr. für die Unze oder 7 Thlr. 22 Sgr. für das Pfund; eine Summe, die durch eigener Hände Fleiss von dem Apotheker mehr verdient verdient werden könnte.

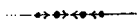
Folgendes ist bei dieser Methode noch zu berücksichtigen. Die Auflösung des Silbers in der Säure darf nicht bei zu grosser Erhitzung geschehen, weil durch die zu rasch und häufig entwickelten Stickgasbläschen eine Menge Silber mit fortgerissen wird. — Je mehr Kupfer das Silber enthält, um so längere Zeit erfordert das Schmelzen, um alles Kupfer zu reduciren; nebenbei wird auch etwas Silbersalz zersetzt, dessen Menge sich daher nach der Dauer des Schmelzens richtet. Hat man Hannoversche Thaler in Arbeit genommen, so ist der Silbergehalt des Kupferrückstandes in der Regel so unbedeutend, dass dessen Wiedergewinnung kaum die Kosten der zum Auflösen des Rückstandes nöthigen Säure deckt; bei Preussischen Thalern*) und Kronthalern wurde bei einer Quantität von 44 Unzen in Arbeit genommenen Silbers noch 4 bis $4\frac{1}{2}$ Dr. Chlorsilber wieder gewonnen.

Beim Giessen des Höllesteins hat man sich zu hüten, die abfallenden, nicht völlig reinen Stückchen wieder in die schmelzende Masse zu werfen, weil dadurch der nachfolgende Guss leicht gefärbt werden kann; desshalb ist's auch gut, gerade nur so viel zu schmelzen, als die Form fassen kann, wodurch der Abfall verhütet wird. Das Ausgiessen muss rasch geschehen und erst dann, wenn in der schmelzenden Masse keine spratzelnde Bewegung und kein Schäumen mehr bemerkt wird. Geschieht das Ausgiessen langsam, so erstarrt ein Theil der Stängelchen früher als der andere, wodurch sie an Zusammenhang verlieren und bröcklich werden. Leicht läuft auch das Salz an Schale und Form herab und bildet Abfall.

Zum Schmelzen und Ausgiessen ist ein Porcellan-

*) Die Preussischen Thalerstücke enthalten 75 Proc., die Zweithalerstücke 90 Proc. Silber in ihrer Mischung. Die Red.

schälchen, das mit einer eisernen Zange gehalten wird, passlicher als ein Tiegel, der weniger gut zu halten und leichter dem Zerspringen unterworfen ist. — Eine blank geputzte eiserne Form ist insofern besser, weil dadurch die Stängelchen völlig rein und weiss ausfallen, während sie in einer mit Fett ausgestrichenen Form eine graue oder schwärzliche Farbe von reducirtem Silber annehmen. Im ersteren Falle darf man jedoch nicht unterlassen, dieselbe mit etwas Salpetersäure abzututzen.



Leichte Bildung der Oxalsäure aus Aloe.

(Briefliche Mittheilung des Herrn Apothekers E. Krause d. jünger.
zu Schildau.)

Neulich hatte ich *Extr. Aloes* bereitet und wollte mir aus einem Theile des harzigen Rückstandes Pikrinsalpetersäure bereiten, wesshalb ich 1 Theil mit 8 Theilen roher Salpetersäure von 1.385 spec. Gew. in einem geräumigen Kolben übergoss und im Sandbade erwärmte. Von meiner Arbeit abgerufen, liess ich den Kolben im Sandbade stehen. Nach mehreren Stunden fand ich die Flüssigkeit bis zum dritten Theile eingekocht und den Rückstand fest genug zu einer Krystallmasse erstarrt. Verwundert über eine solche schnelle Bildung der Pikrinsalpetersäure, untersuchte ich diese Krystalle, die aber keineswegs sich als diese Säure verhielten.

Ich löste diese Krystalle in Wasser auf, wobei sich die von Scheele und Braconnot (s. *Handwörterbuch von Liebig und Poggendorff*. 68.) beschriebene künstliche Aloesäure als gelbes Pulver absetzte, so wie auch bei Verdünnung der geringen Mutterlauge mit Wasser.

Die krystallinische Säure habe ich durch mehrmaliges Umkrystallisiren in schönen glänzenden farblosen Krystallen erhalten, und übersende Ihnen anliegende Probe davon. Die Krystalle scheinen vierseitige Säulen mit abgestumpften Endkanten zu sein. Sie verwittern in einer Wärme von etwa 40°, sind in Wasser, Aether und Alko-