Vorgang. Wie beim essigsauren Morphin. 3775 Theile krystallisirtes Morphin erfordern also 455 Th. wasserfreie oder 1750 Theile Salzsäure von 1,130 spec. Gew. (worin 74 pCt. Wasser). Da das Salz sich in kaltem Wasser etwas schwer auflöst, so kann man einen grossen Theil desselben sogleich krystallisirt erhalten, wenn man, bei Anwendung von wenig Wasser, die Saturation in der Hitze vornimmt.

Prüfung. Das salzsaure Morphin schiesst in weissen, federartig aneinander gehäuften Nadeln an, welche geruchlos sind und stark bitter schmecken. An der Luft verändert es sich nicht; in der Hitze schmilzt es, verliert erst sein Wasser, dann zersetzt es sich und verbrennt ohne Rückstand. 1 Theil des Salzes wird bei gewöhnlicher Temperatur von 22 Theilen, in der Kochhitze aber schon von weniger als gleichen Theilen Wasser, hingegen nur von 60 Theilen kaltem und 10 Theilen heissem 80procentigem Weingeist aufgelöst; die Auflösungen reagiren neutral. Die Prüfung auf Verunreinigungen u. s. w. geschieht wie bei Morphinum purum.

Das schwefelsaure Morphin (Morphinum sulphuricum)

Formel: $\overset{+}{Mo} + SO_5 + 6\,HO$.

wird ebenso bereitet. 3775 Theile Morphin erfordern 613 Th. Schwefelsäure-Hydrat oder 3678 Theile verdünnte Schwefelsäure (worin $^1/_6$ Schwefelsäure-Hydrat). Es stimmt in seinen Eigenschaften am meisten mit dem salzsauren Morphin überein, löst sich aber in Wasser und Weingeist sehr leicht auf.

Natrium.*)

(Natrium.)

Formel: Na.

Bereitung. 2 Theile krystallisirtes kohlensaures Natron löse man in einem geräumigen eisernen Kessel in 2 Th. heissen Wassers auf, setze so lange zerriebene Weinsteinsäure hinzu, als noch ein Aufbrausen stattfindet (1 Theil

*) Bei den Präparaten des Natriums werde ich mich, wenn sie den in diesem Buche beschriebenen des Kaliums entsprechen, in der Regel kürzer fassen, wozu die Gründe leicht einzusehen sind.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0561-3

derselben wird dazu ausreichen) und rauche zur Trockne ab. Das trockne Salz verkohle man in einem bedeckten eisernen Tiegel, vermenge 20 Th. der zerriebenen kohligen Masse mit 3 Theilen feingepulverter und hierauf mit 6 Theilen grobgepulverter Holzkohle, schütte das Gemenge in eine beschlagene schmiedeeiserne Quecksilberflasche, und verfahre im Uebrigen ganz so, wie in dem Artikel „Kalium" angegeben worden ist. 20 Theile der durch Zersetzung des weinsteinsauren Natrons erhaltenen kohligen Masse liefern 3—4 Th. Natrium.

Vorgang. Durch Sättigen des kohlensauren Natrons mit Weinsteinsäure entsteht, unter Entwicklung von Kohlensäure, neutrales weinsteinsaures Natron.

1 M.-G. $NaO + CO_2 + 10HO$ und 1 M.-G. $\overline{T} + HO$ bilden:
1 M.-G. $NaO + \overline{T}$, 1 M.-G. CO_2 und 11 M.-G. HO.

1790 Theile krystallisirte Soda erfordern also 938 Theile krystallisirte Weinsteinsäure. Durch Glühen des gebildeten Salzes entsteht, ähnlich wie beim Weinstein (s. Kalium), ein inniges Gemenge von kohlensaurem Natron und Kohle. Ich ziehe das weinsteinsaure Natron dem essigsauren, dessen man sich zu diesem Zweck gewöhnlich bedient, vor, weil jenes einen an Kohle reichern Rückstand giebt. Wegen der leichtern Schmelzbarkeit des kohlensauren Natrons muss dieser kohligen Masse mehr Kohle hinzugesetzt werden, als der Weinsteinkohle. Was den Process der Reduction des Natrons selbst betrifft, so stimmt er in allen Theilen mit dem beim Kalium Gesagten überein.

Prüfung. Das Natrium erscheint in silberweissen, sonst dem Kalium im Aeussern sehr ähnlichen weichen Kügelchen, welche ein spec. Gew. von 0,96 besitzen und bei + 90° C. schmelzen. An der Luft oxydirt es sich nicht so rasch als das Kalium. In kaltem Wasser oxydirt es sich zwar mit grosser Heftigkeit, ohne jedoch in Flamme auszubrechen, was erst in warmem geschieht; die Farbe der Flamme ist stark gelb. Unter gereinigtem Steinöl behält es seinen Metallglanz weit länger als das Kalium (siehe Kalium).

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0562-9 DFG

Natrium chloratum depuratum.

(Natrum muriaticum depuratum. Gereinigtes Chlornatrium, salzsaures Natron.)

Formel: NaCl.

Bereitung. 80 Theile käufliches Kochsalz löse man in einem gläsernen oder porcellanenen Hafen in 180 Theilen Wasser auf, setze 1 Theil Kalkhydrat hinzu, lasse das Ganze unter fleissigem Umrühren mit einem Glasstabe 1 Woche lang bei gewöhnlicher Temperatur stehen und filtrire. Das Filtrat präcipitire man vollständig mit einer Auflösung von Chlorbaryum (von welchem 2 Th. nöthig seyn werden), filtrire, nachdem der Niederschlag sich gut abgesetzt hat, abermals, und fälle die klare Flüssigkeit mit krystallisirtem reinem kohlensaurem Natron (3—3½ Theilen). Der durch gehöriges Absetzenlassen vereinigte Niederschlag wird gleichfalls durch Filtriren geschieden, die klare Lauge endlich mit reiner Salzsäure neutralisirt, in einer porcellanenen Schaale zur staubigen Trockne abgeraucht und das Salzpulver in einem verschlossenen Gefässe aufbewahrt. Es wird gegen 70—75 Theile betragen.

Vorgang. Die in dem käuflichen Kochsalze gewöhnlich vorkommenden Verunreinigungen sind: Eisen (als Chlorid), Magnesia (als Chlormagnesium), Kalk (als Chlorcalcium) und Schwefelsäure (als schwefelsaures Natron). Durch Umkrystallisiren lassen sich dieselben, obgleich sie in nicht bedeutender Menge vorhanden sind, nur unvollständig trennen, weil das Chlornatrium, ähnlich wie der Salpeter, die Eigenschaft hat, während des Anschiessens in das Innere seiner Krystalle Mutterlauge einzuschliessen. Der hier eingeschlagene Weg zur Reinigung ist in so fern der beste, als dadurch die fremden Körper entfernt werden, ohne dass eine neue Verunreinigung zu befürchten wäre. Der Kalk schlägt als stärkere Base das Eisenoxyd und die Magnesia nieder, indem er an letztere beiden seinen Sauerstoff abgiebt und dafür das Chlor derselben aufnehmend, leicht lösliches Chlorcalcium bildet. Damit dieser Zweck sicher erreicht wird, muss der Kalk im Ueberschusse zugegen seyn, was man an der stark alkalischen Reaction der Flüssigkeit erkennt. Nach Beseitigung des Eisenoxyds und der Magnesia wird die Schwefelsäure durch Chlorbaryum niedergeschlagen; damit der schwefelsaure Baryt nicht mit durchs Filtrum geht, lässt man ihn zuvor vollständig absetzen. Der nun noch

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0563-4

vorhandene Kalk und der überschüssig zugesetzte Baryt werden durch das kohlensaure Natron in unlösliche kohlensaure Salze verwandelt; diesen Niederschlag darf man aber auch nicht sogleich abfiltriren, denn er bildet und sammelt sich immer erst nach Verlauf mehrerer Tage so vollständig, dass nunmehr in dem Filtrate keine neue Trübung entsteht. Das nach geschehener Filtration jetzt noch in der Salzlauge überschüssig vorhandene kohlensaure Natron wird durch die Salzsäure in Chlornatrium verwandelt, und ein etwaiger Ueberschuss der letztern beim Eindampfen zur Trockne entfernt.

Man pflegt zur Fällung des Kalks und Baryts, statt des kohlensauren Natrons, auch wohl das kohlensaure Ammoniak anzuwenden, diess führt aber zwei Uebelstände mit sich. Erstens präcipitirt das kohlensaure Ammoniak jene Basen nicht so vollständig wie das kohlensaure Natron, denn der gebildete Salmiak wirkt, wenn auch in geringem Grade, wieder auflösend auf die Niederschläge; und zweitens ist man, zur Entfernung des Salmiaks, genöthigt, das zur Trockne gebrachte Salz zu glühen.

Prüfung. Das auf die angegebene Weise gereinigte Kochsalz bildet ein schneeweisses krystallinisches, aus lauter kleinen Würfeln bestehendes Pulver, ohne Geruch, von eigenthümlichem Salzgeschmack. An der Luft verändert es sich nicht. In der Glühhitze schmilzt es und verflüchtigt sich, ohne Zersetzung, nach und nach. Vom Wasser wird es bei jeder Temperatur zwischen dem Gefrier- und Kochpunkte in gleicher Menge aufgenommen; 1 Th. Wasser löst nemlich 0,37 Th., oder 2,7 Theile Wasser lösen 1 Th. Salz auf, die Lösung reagirt neutral. Weingeist von 80% nimmt in der Kälte nur $^1/_{200}$, im Kochen $^1/_{80}$ des Salzes auf. Wird das Salz an der Luft leicht feucht, so enthält es zerfliessliche Salze (Chlorcalcium, Chlormagnesium). Giebt die wässrige Auflösung auf Zusatz von oxalsaurem Ammoniak eine Trübung, so ist Kalk vorhanden; und entsteht, nach Abscheidung des oxalsauren Kalks, durch phosphorsaures Ammoniak sogleich oder nach einigem Stehen ein weisser körniger Niederschlag, so deutet diess auf Magnesia (s. Ammon. chloratum). Gerbesäure oder Kaliumeisencyanür zeigen das Eisen durch einen violetten oder dunkelblauen Niederschlag (gerbesaures Eisen oder Berlinerblau), und Chlorbaryum die Schwefelsäure durch einen weissen Niederschlag an.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0564-0 DFG

Natrium oxydatum liquidum.

(Liquor natri caustici. Aetzende Natronlauge.)

Formel: $NaO + xHO$.

Bereitung. 2 Theile krystallisirtes kohlensaures Natron löse man in einem silbernen oder blanken eisernen Kessel in 16 Theilen kochenden Wassers auf, setze unter beständigem Umrühren mit einem silbernen oder eisernen Spatel nach und nach 1 Theil Kalkhydrat hinzu, koche noch $^1/_4$ Stunde lang, filtrire eine Probe ab, und giesse diese in verdünnte Schwefelsäure. Entsteht ein Perlen von sich entwickelnden Gasblasen, so muss noch Kalk zugesetzt werden; mischen sich aber (wie es gewöhnlich der Fall seyn wird) beide Flüssigkeiten ruhig miteinander, so schöpfe man den Inhalt des Kessels sammt dem Satze sogleich in einen, an einem eisernen Tenakel ausgespannten, weissen leinenen Spitzbeutel, giesse das Ablaufende so lange zurück, bis es ganz klar erscheint, und fange die klare Lauge in einer mit Trichter versehenen Glasflasche auf. Die im Spitzbeutel zurückbleibende Masse bringe man, wenn nichts mehr abläuft, in den Kessel zurück, verdünne sie mit 12 Theilen Wasser, erwärme, colire abermals, bringe die zuerst gewonnene Lauge in dem zuvor gereinigten Kessel zum Kochen, setze die zweite Lauge, in dem Maasse, als sie aus dem Spitzbeutel läuft, hinzu, und verdunste alles möglichst rasch so weit, bis eine herausgenommene und erkaltete Probe ein spec. Gewicht von 1,333 zeigt. Man nehme jetzt den Kessel vom Feuer, giesse die Lauge noch warm in ein mit einem Glasstöpsel zu verschliessendes Glas, untersuche nach vollständigem Erkalten noch einmal ihre specifische Dichtigkeit, und regulire dieselbe, im Falle sie mehr als 1,333 betragen sollte, durch Zusatz von Wasser. Die Ausbeute beträgt gegen $1^2/_3$ Theile.

Soll, was indessen selten vorkommen dürfte, trocknes Aetznatron bereitet werden, so verfahre man ganz so, wie bei Kali causticum.

Vorgang. Das kohlensaure Natron giebt seine Säure an den Kalk, welcher sich dadurch in unlöslichen kohlensauren Kalk verwandelt.

1 M.-G. $NaO + CO_2$ und 1 M.-G. CaO bilden:

1 M.-G. NaO und 1 M.-G. $CaO + CO_2$.

1790 Theile krystallisirtes (10 M.-G. Wasser enthaltendes)

kohlensaures Natron erfordern also 463 Theile Kalkhydrat. Aus den in dem Artikel „Kalium oxydat. hydrat.“ entwickelten Gründen muss aber weit mehr Kalk genommen werden. Die Erklärung der übrigen Cautelen bei der Bereitung ist in demselben Artikel ausführlich beschrieben.

Prüfung. Die ätzende Natronlauge von 1,333 spec. Gewicht enthält 24 pCt. Natron und 76 pCt. oder 11 M.-G. Wasser. In ihrem physicalischen und chemischen Verhalten stimmt sie mit der ätzenden Kalilauge so nahe überein, dass alles, was bei dieser gesagt worden ist, auch auf jene Anwendung findet. Sie unterscheidet sich aber von der Kalilauge leicht durch Weinsteinsäure, mit welcher sie, im Ueberschuss versetzt, keinen krystallinischen Niederschlag (Weinstein) bildet, denn das saure weinsteinsaure Natron ist ein in Wasser leicht lösliches Salz.

Natrium oxydatum aceticum.

(Terra foliala tartari krystallisabilis. Essigsaures Natron.)

Formel: $NaO + \overline{A} + 6\,HO$.

Bereitung. a) *Mittelst Essigsäure.* Eine beliebige Menge *reiner Essigsäure* giesse man in ein geräumiges Zuckerglas, setze unter beständigem Umrühren mit einem Glasstabe so lange zerriebene krystallisirte Soda hinzu, bis kein Aufbrausen mehr entsteht, und die saure Reaction verschwunden ist. Auf 1 Theil Säure von 1,045 spec. Gewicht gebraucht man ohngefähr 1 Theil Soda. Jetzt ertheile man der Flüssigkeit durch etwas Essigsäure wiederum eine deutlich saure Reaction, filtrire nöthigenfalls, rauche das Filtrat in einer porcellanenen Schaale bei gelinder Wärme zur Hälfte ab, und stelle die Schaale an einen kühlen Ort. Die nach mehrtägiger Ruhe ausgeschiedenen Krystalle sammle man in einem Trichter, die Mutterlauge versetze man, wenn sie nicht mehr sauer reagiren sollte, mit etwas Essigsäure, verdunste sie abermals, und wiederhole diess so oft, als noch Krystalle anschiessen. Sämmtliches Salz breite man auf Druckpapier aus, trockne es bei gewöhnlicher Temperatur oder bei ganz gelinder Wärme, und bewahre es an einem kühlen Orte auf. Die Ausbeute wird $^7/_8$ der angewandten Soda betragen.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0566-2 DFG

Ein zur Bereitung der reinen Essigsäure, des Essigäthers etc. hinreichend reines essigsaures Natron erhält man durch Sättigen des aus Branntwein bereiteten Essigs (sogenannten Schnellessigs) mit Soda, und Eindampfen zur Trockne. Das trockne Salz reibe man fein und hebe es als eingetrocknetes rohes essigsaures Natron auf. *)

b) *Mittelst Bleizucker.* Eine Auflösung von 1 Th. Bleizucker in 6 Theilen reinem Wasser präcipitire man mit einer Auflösung von 1 Theil krystallisirter Soda in 3 Th. Wasser vollständig (auf 4 Th. Bleizucker bedarf man ohngefähr 3 Theile Soda), filtrire nach dem Absetzen, wasche den Niederschlag mit Wasser aus, behandle die vereinigten Flüssigkeiten mit etwas Schwefelwasserstoff, so dass sie darnach riechen, verdunste sie ohngefähr bis zu dem Gewichte des angewandten Bleizuckers, filtrire, übersättige das Filtrat mit Essigsäure und befördere es wie oben zur Krystallisation. Man bekommt von 4 Theilen Bleizucker gegen $2^1/_2$ Theile essigsaures Natron.

Vorgang. a) Das kohlensaure Natron nimmt unter Entwicklung von Kohlensäure die Essigsäure auf und bildet damit das essigsaure Natron.

1 M.-G. $NaO + CO_2$ und 1 M.-G. $\bar{A}$ bilden:

1 M.-G. $NaO + \bar{A}$ und 1 M.-G. CO_2.

1772 Theile Essigsäure von 1,045 spec. Gew. (worin 36 pCt. reine Säure) werden also von 1790 Theilen krystallisirter Soda gesättigt.

Zur Darstellung des rohen essigsauren Natrons bedient man

*) Es könnte, was den Kostenpunkt betrifft, auf den ersten Blick vortheilhafter scheinen, ein zu obigen Zwecken brauchbares essigsaures Alkali, statt mittelst Soda, mittelst Potasche herzustellen, also statt rohem essigsaurem Natron rohes essigsaures Kali anzuwenden; allein dem ist nicht so. Zwar hat das bei der Destillation des letztern Salzes mit Schwefelsäure als Nebenproduct fallende schwefelsaure Kali einen weit grössern Werth, als das unter denselben Umständen aus dem Natronacetat hervorgehende schwefelsaure Natron; vergleicht man aber die jetzigen Preise der Soda und Potasche miteinander, und erwägt man ferner, dass die Soda in der Regel keine Spur von Chlormetallen enthält, die Potasche dagegen (anderer oft beträchtlichen Verunreinigungen nicht zu gedenken) nie frei davon ist, das daraus bereitete essigsaure Kali also mit Schwefelsäure stets ein Salzsäure haltiges Destillat giebt, so erscheinen die Vortheile der Anwendung des Kaliacetates vor denen des Natronacetates nur illusorisch.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0567-7 DFG

sich, um beim Abdampfen an Feuermaterial zu sparen, am besten eines möglichst starken Branntweinessigs; die stärksten im Handel vorkommenden Sorten enthalten gegen 12 pCt. Essigsäure und sind fast durch weiter nichts als eine sehr geringe Menge extractiver Materie, welche von den bei ihrer Bereitung angewandten hölzernen Gefässen herrührt, verunreinigt. Dieser Extraktivstoff ist die Ursache, dass dergleichen Essige nicht ganz farblos aussehen und das daraus bereitete Salz eine schmutzig weisse Farbe hat. Das in der Wärme eingetrocknete Salz ist wasserfrei.

b) Bleizucker (neutrales essigsaures Bleioxyd) und kohlensaures Natron verwandeln sich gegenseitig in unlösliches kohlensaures Bleioxyd und leichtlösliches essigsaures Natron.

$$1\ \text{M.-G.}\ PbO + \bar{A} + 3\ HO \text{ und } 1\ \text{M.-G.}\ NaO + CO_2 + 10\ HO$$

bilden:

$$1\ \text{M.-G.}\ PbO + CO_2,\ 1\ \text{M.-G.}\ NaO + \bar{A} \text{ und } 13\ \text{M.-G.}\ HO.$$

2370 Theile Bleizucker bedürfen also 1790 Theile krystallisirte Soda; ein kleiner Ueberschuss der letztern ist nothwendig, denn er verschafft die Gewissheit, dass der Bleizucker sich vollständig zerlegt hat. Zur Entfernung der in der Flüssigkeit aufgelöst gebliebenen Spuren von Blei wird Schwefelwasserstoff, und zur Abstumpfung des freien Natrons zuletzt noch Essigsäure zugesetzt. — Das nebenbei gewonnene kohlensaure Blei wird aufgehoben.

Prüfung. Das essigsaure Natron krystallisirt in ansehnlichen farblosen, gestreiften, schiefrhombischen Säulen, die schwach nach Essigsäure riechen und einen erwärmend salzigen Geschmack besitzen. An der Luft, und noch mehr in ganz gelinder Wärme verwittert es durch Abgabe von Wasser; stärker erwärmt schmilzt es in seinem Krystallwasser, wird dann wieder fest, schmilzt abermals und zersetzt sich wie das essigsaure Kali. 1 Theil des Salzes löst sich bei gewöhnlicher Temperatur in $2^1/_2$ Theilen Wasser auf, von kochendem bedarf es aber nicht mehr als sein gleiches Gewicht; auch in Weingeist löst es sich leicht auf. Die Lösungen müssen neutral oder doch nur ganz schwach sauer reagiren. Die Ausmittelung etwaiger Verunreinigungen geschieht wie bei Kali aceticum.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0568-3 DFG

Natrium oxydatum carbonicum depuratum.

(Soda depurata. Gereinigtes kohlensaures Natron, Soda.)

Formel: $NaO + CO_2 + 10\ HO$.

Bereitung. Um vollkommen reines kohlensaures Natron darzustellen, hat man nicht nöthig, den in dem Artikel Kali carbonicum c. befolgten, kostbaren Weg einzuschlagen, sondern jener Zweck wird schon durch Umkrystallisiren des käuflichen Salzes erreicht. Man löse also eine beliebige Menge käufliche krystallisirte Soda in einem blanken eisernen Kessel in der anderthalbfachen Menge reinen Wassers auf, filtrire noch heiss in porcellanene oder steinzeugene Schüsseln und stelle dieselben in die Kälte. Die nach ein oder mehreren Tagen angeschossenen Krystalle trenne man von der Mutterlauge, lasse sie auf Druckpapier ausgebreitet an der Luft trocknen und bewahre sie an einem kühlen Orte auf. Die Mutterlauge verdunste man zur weitern Gewinnung von Salz.

Ist die käufliche Soda stark mit schwefelsaurem Natron verunreinigt (wovon man sich leicht in der mit Salpetersäure übersättigten Auflösung durch salpetersauren Baryt überzeugt), so muss jede einzelne Krystallisation, nachdem sie getrocknet ist, auf schwefelsaures Natron untersucht, das reine Salz von dem unreinen separirt und letzteres noch einmal umkrystallisirt werden.

Färbt die Auflösung der käuflichen Soda kohlensaures Bleioxyd schwarz, so enthält sie Schwefelnatrium. In diesem Falle löse man das Salz in einem irdenen Hafen in 3 Theilen Wasser auf, setze so lange mit Wasser zum feinsten Brei angeriebenes kohlensaures Bleioxyd hinzu, bis in einer abfiltrirten Probe ein neuer Zusatz des Bleicarbonats nicht die geringste Färbung mehr erleidet, filtrire, und rauche im eisernen Kessel zur Krystallisation ab.

Vorgang. Die (durch Glühen von schwefelsaurem Natron, kohlensaurem Kalk und Kohle bereitete) käufliche Soda ist fast immer durch schwefelsaures Natron, mitunter auch durch Schwefelnatrium, Chlornatrium etc. verunreinigt; beim Umkrystallisiren bleiben die fremden Salze in der Mutterlauge. Man erhält, je nach dem Grade der Unreinheit, mehr oder minder grosse Quantitäten Mutterlauge, die aber noch immer so viel kohlensaures

Natron enthalten, um irgend einer Benutzung, z. B. zu Präcipitationen, werth zu seyn. Etwa vorhandenes Schwefelnatrium muss aber gleich Anfangs aus der Salzlauge entfernt werden; das zu diesem Behufe vorgeschriebene kohlensaure Bleioxyd tritt seine Säure und seinen Sauerstoff an das Natrium ab und verwandelt sich durch Aufnahme des Schwefels in unlösliches schwarzes Schwefelblei.

1 M.-G. NaS und 1 M.-G. $PbO + CO_2$ bilden:

1 M.-G. $NaO + CO_2$ und 1 M.-G. PbS.

Ein kleiner Ueberschuss von kohlensaurem Blei ist dabei nicht zu vermeiden, schadet aber auch nicht, weil nur leise Spuren desselben vom kohlensauren Natron aufgenommen und in die Mutterlauge übergeführt werden, in welcher sie sich durch eine mittelst Schwefelwasserstoff eintretende kaum merkliche Färbung kund geben. Enthält die Soda Schwefelnatrium, so ist sie auch nicht frei von unterschwefligsaurem, schwefligsaurem und schwefelsaurem Natron, welche sich durch die Einwirkung des Sauerstoffs und der Kohlensäure der Luft successive aus dem Schwefelnatrium bilden. Nemlich:

2 M.-G. NaS, 1 M.-G. CO_2 und 4 M.-G. O bilden:

1 M.-G. $NaO + 2\,SO$ und 1 M.-G. $NaO + CO_2$.

Ferner: 1 M.-G. $NaO + 2\,SO$ zerfällt in

1 M.-G. $NaO + SO_2$ und 1 M.-G. S.

Endlich: 1 M.-G. $NaO + SO_2$ und 1 M.-G. O bilden:

1 M.-G. $NaO + SO_3$.

Das unterschwefligsaure, schwefligsaure und schwefelsaure Natron werden vom kohlensauren Blei nicht zersetzt und gehen, erstere sich nach und nach in schwefelsaures verwandelnd, nebst etwa gegenwärtigem Chlornatrium etc., in die Mutterlauge über.

Prüfung. Das kohlensaure Natron krystallisirt in wasserhellen, schief rhombischen Säulen und Pyramiden, welche keinen Geruch und einen kühlend laugenartigen Geschmack besitzen. An der Luft beschlägt es schon bei gewöhnlicher Temperatur, schneller in ganz gelinder Wärme, mit einem weissen Pulver und zerfällt nach und nach ganz. Die Menge des dabei, ohne Anwendung von künstlicher Wärme, entweichenden Wassers wird verschieden angegeben; nach meinen wiederholten Versuchen beträgt sie durchschnittlich 44 Procent des Salzes oder 7 M.-G., so dass das zerfallene Salz noch 3 M.-G. Wasser enthält, welche aber noch unter dem Kochpunkte des Wassers vollständig aus-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0570-3 DFG

getrieben werden können. Erhitzt man die Krystalle schnell, so zerfliessen sie in ihrem Krystallwasser; nach Verdunstung desselben wird der Rückstand fest, und geräth erst in der Glühhitze wieder in Fluss, ohne dabei eine Zersetzung zu erleiden. Um 1 Theil des krystallisirten Salzes aufzulösen, sind 2 Theile kaltes Wasser, aber nicht ganz 1 Theil kochendes erforderlich; die Auflösung reagirt stark alkalisch. Vom Weingeist wird es nicht aufgenommen. Entwickelt das Salz beim Zerbrechen einen hepatischen Geruch, so ist Schwefelnatrium darin; bestimmter überzeugt man sich davon durch Schütteln der Solution mit etwas kohlensaurem Bleioxyd oder einer blanken Silbermünze, welche beide durch das Schwefelnatrium geschwärzt werden. Bei Gegenwart von Schwefelnatrium ist sicher auch unterschwefligsaures, schwefligsaures und schwefelsaures Natron vorhanden. Diese drei Salze können aber auch zugegen seyn, wenn bereits kein Schwefelnatrium mehr zu entdecken ist. Zur Erkennung des unterschwefligsauren und schwefligsauren Natrons entferne man zuvor das etwa vorhandene Schwefelnatrium durch Schütteln der Auflösung des kohlensauren Natrons mit Bleicarbonat, filtrire vom Schwefelblei ab, und giesse von dem Filtrate nach und nach in mit einigen Tropfen chromsaurer Kalilösung gefärbte, verdünnte Schwefelsäure, doch mit der Vorsicht, dass die Flüssigkeit sauer bleibt; die gelbrothe Farbe der Schwefelsäure wird dadurch in Grün umgewandelt. Diese Erscheinung beruht auf der Fähigkeit der unterschwefligen und schwefligen Säure, die Chromsäure auf Chromoxyd zu reduciren, sich selbst aber durch Aufnahme des von der Chromsäure abgeschiedenen Sauerstoffs in Schwefelsäure zu verwandeln.

3 M.-G. SO und 4 M.-G. CrO_3 bilden:
3 M.-G. SO_3, 2 M.-G. Cr_2O_3.

Ferner: 3 M.-G. SO_2 und 2 M.-G. CrO_3 bilden:
3 M.-G. SO_3 und 1 M.-G. Cr_2O_3.

Die Reaction erfolgt nur, wenn die Säuren sich im freien Zustande befinden, daher der Zusatz von Schwefelsäure. Das Chromoxyd tritt an die Schwefelsäure und alles bleibt klar. Kommt aber zu der mit chromsaurem Kali versetzten Schwefelsäure mehr unterschwefligsaures Natron, als erforderlich ist, die Chromsäure zu Oxyd zu reduciren, so zerfällt die durch die freie Schwefelsäure vom Natron abgeschiedene unterschweflige Säure in schweflige Säure, welche sich durch den Geruch, und in

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0571-8 DFG

Schwefel, welcher sich durch die milchige Trübung zu erkennen giebt.

2 M.-G. SO zerfallen in:
1 M.-G. SO_2 und 1 M.-G. S.

Speciell lässt sich die unterschweflige Säure durch ihr Verhalten zu salpetersaurem Silber erkennen; sie giebt nemlich damit einen weissen Niederschlag von unterschwefligsaurem Silber, der aber gleich nach seiner Entstehung anfängt, sich dunkler zu färben und endlich schwarz (zu Schwefelsilber) wird.

1 M.-G. AgO + 2 SO verwandelt sich in:
1 M.-G. AgS und 1 M.-G. SO_3.

Setzt man aber zu einer Auflösung von unterschwefligsaures Natron haltigem (und nöthigenfalls durch Schütteln mit Bleikarbonat vom Schwefelnatrium zuvor befreietem) kohlensaurem Natron salpetersaures Silber, so entsteht, neben dem unterschwefligsaurem Silber, auch ein gelblichweisser Niederschlag von kohlensaurem Silber; dieser letztere muss daher durch Essigsäure, in welcher sich das unterschwefligsaure Silber nicht löst, entfernt werden. Ferner kann das unterschwefligsaure Silber auch durch Chlorsilber verdeckt werden, wenn nemlich die Soda Chlornatrium enthält. Um nun sowohl die unterschweflige Säure als auch das Chlor sicher zu erkennen, stelle man, nach dem Uebersättigen der Sodalösung mit Essigsäure und Zusatz von salpetersaurem Silber im Ueberschuss, die Probe in die Wärme, füge nach Verlauf von etwa $^1/_4$ Stunde (in welcher Zeit sich das unterschwefligsaure Silber in Schwefelsilber verwandelt haben wird) Aetzammoniak im Ueberschuss hinzu, filtrire und übersättige das Filtrat mit Salpetersäure. Das Schwefelsilber löst sich nemlich nicht in Aetzammoniak auf, wohl aber das Chlorsilber, und dieses wird aus der ammoniakalischen Lösung durch Salpetersäure in weissen käsigen Flocken wieder niedergeschlagen. — Schwefelsäure wird in der mit Salpetersäure übersättigten Sodalösung durch Chlorbaryum angezeigt. Die käufliche Soda kann auch mit nicht unbedeutenden Mengen kohlensaurer Magnesia und Kalk verunreinigt seyn, mit denen sie unter Umständen auflösliche Doppelsalze bildet. Den Kalk erkennt man leicht durch oxalsaures Ammoniak, und die Magnesia in der vom oxalsauren Kalk abfiltrirten Flüssigkeit durch phosphorsaures Ammoniak (s. Ammon. chloratum). Etwa vorhandenes Aetznatron lässt sich nachweisen, wenn man mit Chlorbaryum im Ueberschuss präci-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0572-4 DFG

pitirt und in die überstehende Flüssigkeit einen Streifen Curcumapapier steckt, welches dadurch eine braune Farbe annimmt. Das kohlensaure Natron wird nemlich vom Chlorbaryum unter Abscheidung von kohlensaurem Baryt in Chlornatrium verwandelt, das Aetznatron aber bleibt im freien Zustande aufgelöst. Spuren von Eisen oder Kupfer lassen sich durch Gerbesäure, Schwefelammonium, Kaliumeisencyanür, Kieselerde durch Uebersättigen mit Salzsäure, Abrauchen zur Trockne und Auflösen in Wasser an dem bleibenden weissen, in Säuren unlöslichen Rückstande nachweisen. Wegen der Ausmittelung von Chromoxyd, welches ich auch spurweise in der Soda gefunden habe, verweise ich auf den Artikel „Kalium oxyd. carbon."

Um den Gehalt an reinem kohlensaurem Natron in der käuflichen Soda zu ermitteln, verfahre man gerade so wie bei der Potasche. 100 Gran krystallisirtes reines kohlensaures Natron werden durch eine Auflösung von 52 Gran Weinsteinsäure in 418 Gran Wasser, und 100 Gran wasserfreies reines kohlensaures Natron durch eine Auflösung von 141 Gran Weinsteinsäure in 359 Gran Wasser gesättigt.

Natrium oxydatum bicarbonicum.

(Natrum carbonicum acidulum. Doppelkohlensaures Natron.)

Formel: $(NaO + CO_2) + (HO + CO_2)$.

Bereitung. Das doppelkohlensaure Natron wird auf ganz ähnliche Weise, wie das entsprechende Kalisalz, dargestellt. Da man gewohnt ist, dasselbe in Pulverform vorräthig zu halten, so tritt hier ein wesentlicher Vortheil in der Bereitung dadurch ein, dass man nicht nöthig hat, sich der Auflösung zu bedienen, sondern das trockne Salz selbst benutzen kann. Die krystallisirte (10 M.-G. Wasser enthaltende) Soda eignet sich indessen hierzu nicht, denn in dem Grade als sich doppeltkohlensaures Salz (welches nur 1 M.-G. Wasser behält) verflüssigt sich die Masse durch Freiwerden der übrigen 9 M.-G. Wasser. Am besten entspricht dem Zwecke die durch ihre Lockerheit ausgezeichnete, an der Luft (ohne Anwendung künstlicher Wärme) zerfallene Soda, welche beiläufig noch 3 M.-G. Wasser einschliesst.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0573-0

Hat man daher Gelegenheit, die Kohlensäure aus gährenden Flüssigkeiten zu benutzen, so schütte man die zerfallene Soda 1 bis 2 Zoll hoch auf in hölzerne Rahmen gespannte Leinwand, stelle die Rahmen in die Nähe der Fässer und verfahre übrigens auf die in dem Artikel „Kalium oxyd. bicarb." angegebene Weise.

Bei Anwendung des kohlensauren Kalks zur Erzeugung der Kohlensäure verbinde man die in die Flasche *f* reichende Mündung der (möglichst weiten) Glasröhre *e* mit einem Stück Leinwand, führe sie bis beinahe auf den Boden der (noch leeren) Flasche, schütte hierauf durch den andern (nachher mit der Blase zu verschliessenden) Tubus derselben so viel zerfallene Soda hinein, dass die Flasche beinahe ganz angefüllt wird, und verfahre mit dem Hinzuleiten von Kohlensäure u. s. w. gleichfalls wie dort.

Die auf die eine oder andere Weise mit Kohlensäure gesättigte, theilweise zusammengesinterte Salzmasse zerreibe man, lasse sie an der Luft ausgebreitet so lange liegen, bis sie ganz trocken erscheint, und bewahre sie in verschlossenen Gläsern auf.

Enthielt die angewandte Soda fremde (gewöhnlich salz- oder schwefelsaure) Salze, so bleiben diese natürlich dem doppeltkohlensauren Natron beigemengt, können aber, ohne bedeutenden Verlust an letzterm, durch einfache Waschung mit kaltem Wasser vollständig entfernt werden. Hierzu kann die bei Kali nitr. abgebildete Vorrichtung benutzt werden. Man stosse das Salz so fein als möglich, füge $^2/_3$ seines Gewichts reines Wasser hinzu, bringe den Brei in den Apparat, giesse von Zeit zu Zeit Wasser nach, und setze das Waschen so lange fort, bis eine Probe der abgelaufenen Flüssigkeit, nach dem Uebersättigen mit Salpetersäure, weder durch salpetersauren Baryt, noch durch salpetersaures Silber eine Trübung mehr erleidet. Die breiige Masse wird auf flachen porcellanenen Schüsseln an der Luft getrocknet. — Ebenso verfährt man mit dem *käuflichen* doppeltkohlensauren Natron, wenn dasselbe nicht rein seyn sollte, und hat dabei den doppelten Vortheil, das Präparat auch von einem etwaigen Gehalte an einfach kohlensaurem Natron zu befreien.

Vorgang. Wie beim doppeltkohlensauren Kali. Das an der Luft zerfallene, noch 3 M.-G. Wasser enthaltende, einfach kohlensaure Natron sättigt sich, ohne aufgelöst zu seyn, vollständig mit Kohlensäure, bindet aber nunmehr nur noch 1 M.-G. Wasser chemisch, die andern beiden M.-G. Wasser bleiben in dem Ap-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0574-6 DFG

parate mit dem Salze gemengt, welches dadurch ein zusammengesintertes Ansehen bekommt, entweichen aber an der Luft vollständig. Damit die das Kohlensäuregas zuführende Glasröhre sich durch das Salzpulver nicht verstopfe, muss ihre Mündung durch Leinwand verschlossen werden, welche dem Gase den Durchgang gestattet, das Salz aber zurückhält. — Der Erfolg des Waschens beruhet auf dem Umstande, dass die fremden Salze, als: salzsaures, schwefelsaures, einfach kohlensaures Natron, weit leichter löslich sind, als das zweifach kohlensaure Natron.

Die Waschwässer werden zur Trockne abgeraucht, wodurch das mit aufgelöste doppeltkohlensaure Natron in einfach kohlensaures verwandelt wird, und das Salz zu Zwecken, wo ein Gehalt von salz- und schwefelsaurem Natron nichts schadet, benutzt.

Prüfung. Das doppeltkohlensaure Natron bildet ein schneeweisses, geruchloses Pulver von milde salzigem, hintennach kaum laugenhaften Geschmack. Es löst sich in 13 Theilen kaltem Wasser auf, verhält sich übrigens wie das doppeltkohlensaure Kali und wird auch ebenso wie dieses geprüft.

Natrium oxydatum chloricum.

(Chlorsaures Natron.)

Formel: $NaO + ClO_5$.

Bereitung. 3 Theile krystallisirtes schwefelsaures Ammoniak und 5 Theile chlorsaures Kali löse man zusammen in einer porcellanenen Schaale in 15 Theilen heissen Wassers auf, verdunste die Solution *im Wasserbade* unter beständigem Umrühren bis zur Consistenz eines dünnen Breies, bringe denselben nach dem Erkalten in einen geräumigen Glaskolben, übergiesse ihn mit seinem vierfachen Gewichte Weingeist von 80%, digerire einen Tag hindurch bei gelinder Wärme, filtrire und wasche die rückständige Salzmasse mit Weingeist aus. Sämmtliche geistige Flüssigkeiten versetze man mit dem vierten Theile ihres Gewichts Wasser, ziehe den Weingeist in einer Retorte ab, giesse die Solution in eine porcellanene Schaale, verdünne sie mit ihrem gleichen Gewichte Wasser, setze 5 Theile zerriebenes krystallisirtes kohlensaures Natron hinzu, erhitze unter beständigem Umrühren

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0575-2

im Wasserbade, verdünne, wenn das Ganze zu dick werden sollte und noch ein Geruch nach Ammoniak zu bemerken ist, wieder mit Wasser, und rauche endlich zur Trockne ab. Das trockne Salz löse man in seinem doppelten Gewichte heissen Wassers und befördere die Auflösung zur Krystallisation, wobei man, wenn dieselbe stark alkalisch reagiren sollte, die nach ein- bis zweimaligem Anschiessen erhaltene Mutterlauge zu einer neuen Bereitung aufhebt. Die Ausbeute beträgt etwas mehr, als man schwefelsaures Ammoniak genommen hatte.

Das chlorsaure Natron lässt sich nicht, wie das chlorsaure Kali, durch Behandlung des kohlensauren Natrons mit Chlor rein gewinnnen, weil das gleichzeitig und in grösster Menge entstehende Chlornatrium ziemlich gleiche Löslickkeit mit jenem besitzt. Auch ist an eine nur einigermassen genügende Trennung beider Salze durch Weingeist nicht zu denken, ob sie gleich mehrseitig anempfohlen wird. Wenn man, auf die beim chlorsauren Kali angegebene Weise, 1 M.-G. Chlornatrium und 6 M.-G. Kalk oder 1 M.-G. kohlensaures Natron und 5 M.-G. Kalk mit Chlor behandelt, so bekommt man gar kein chlorsaures Natron, sondern die gebildete Chlorsäure bleibt an den Kalk gebunden und das entweder schon vorhandene oder während der Einwirkung des Chlors entstandene Chlornatrium krystallisirt heraus. Es ist mithin offenbar, dass der günstige Erfolg bei der Darstellung des chlorsauren Kalis auf der Schwerlöslichkeit desselben beruht, und dass die entgegengesetzte Eigenschaft des chlorsauren Natrons jenem Verfahren geradezu hinderlich ist.

Die bisher meistentheils übliche Methode, das chlorsaure Natron zu bereiten, besteht darin, dass man saures weinsteinsaures Natron mit chlorsaurem Kali zersetzt, den dabei entstandenen schwerlöslichen Weinstein abfiltrirt, das Filtrat zur Trockne abraucht, wieder in Wasser löst, filtrirt und krystallisirt. Man bekommt dadurch auf bequeme Weise ein Präparat von schönem Aeussern, allein mit etwas weinsteinsaurem Salz verunreinigt, welches sich durch Schwarzwerden in der Hitze und Verpuffung zu erkennen giebt.

Das Verfahren, die Chlorsäure aus dem chlorsauren Kali durch Kieselfluorwasserstoffsäure abzuscheiden und mit Natron zu sättigen, ist theuerer, als das im Eingange beschriebene, und liefert gleich dem vorigen ein kalihaltiges Präparat.

Vorgang. Wenn schwefelsaures Ammoniak und chlorsaures

Kali in wässriger Lösung zusammen kommen, so erfolgt ein Austausch der Bestandtheile, und es bilden sich wiederum zwei auflösliche Salze, chlorsaures Ammoniak und schwefelsaures Kali.

1 M.-G. $NH_4O + SO_3 + HO$ und 1 M.-G. $KO + ClO_5$ bilden:

1 M.-G. $NH_4O + ClO_5$, 1 M.-G. $KO + SO_3$ u. 1 M.-G. HO.

938 Theile krystallisirtes schwefelsaures Ammoniak erfordern also 1533 Theile chlorsaures Kali. Die beiden neuentstandenen Salze lassen sich durch Weingeist, worin das schwefelsaure Kali unlöslich ist, trennen; bevor diess aber geschieht, muss der grösste Theil des Wassers entfernt werden. Ganz bis zur Trockne darf man nicht abrauchen, denn das chlorsaure Ammoniak würde sich dadurch, unter Zersetzung, theils verflüchtigen, theils in Salmiak verwandeln; die dabei auftretenden flüchtigen Produkte sind ausser Wasser: Chlor, Stickoxydul und Sauerstoff.

2 M.-G. $NH_4O + ClO_5$ bilden:

1 M.-G. $NH_4 + Cl$, 4 M.-G. HO, 1 M.-G. Cl, 1 M.-G. NO und 7 M.-G. O.

Selbst beim Abrauchen bis zu dem bezeichnetem Punkte ist eine höhere Temperatur als die des Wasserbades sorgfältig zu vermeiden. Demungeachtet lässt sich die Zersetzung eines gewissen Theils chlorsauren Ammoniaks nicht ganz umgehen, die aber bei den angegebenen Vorsichtsmassregeln nur unbedeutend genannt werden kann. Die durch Behandeln der breiigen Masse mit Weingeist erhaltene Solution wird zur Wiedergewinnung des Weingeistes mit Wasser versetzt und destillirt, und die rückständige wässrige Lösung des chlorsauren Ammoniaks (die nun aus den oben angeführten Gründen ohne merkliche Zersetzung nicht weiter verdunstet werden kann) nach gehöriger Verdünnung durch kohlensaures Natron in der Wärme in chlorsaures Natron und flüchtiges kohlensaures Ammoniak umgewandelt.

1 M.-G. $NH_4O + ClO_5$ und 1 M.-G. $NaO + CO_2$ bilden:

1 M.-G. $NaO + ClO_5$ und 1 M.-G. $NH_4O + CO_2$.

Das aus 938 Theilen krystallisirtem schwefelsaurem Ammoniak und 1533 Theilen chlorsaurem Kali entstandene chlorsaure Ammoniak erfordert mithin 1790 Theile krystallisirte Soda. Wegen der in geringem Grade stattgefundenen, nicht zu verhindernden Zersetzung eines kleinen Theils vom chlorsauren Ammoniak muss aber die stöchiometrische Menge der Soda um etwas verringert (auf 3 Theile schwefelsaures Ammoniak nur 5 Theile Soda

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0577-3 DFG

genommen) werden, damit kein freies kohlensaures Natron zugegen bleibt. Die gegenseitige Austauschung der Bestandtheile des chlorsauren Ammoniaks und kohlensauren Natrons erfolgt nicht auf einmal, sondern nach und nach, und giebt sich durch den Geruch des entweichenden kohlensauren Ammoniaks zu erkennen. Um letzteres vollständig zu entfernen, wird zur Trockne verdunstet. Das Wiederauflösen und Krystallisiren des trocknen chlorsauren Natrons wäre eigentlich überflüssig, wenn man von der Form des Salzes absieht, denn das krystallisirte hat dieselbe Zusammensetzung, wie das eingetrocknete (ist gleichfalls wasserfrei). War aber, wegen nicht ganz genauer Befolgung der angegebenen Bereitungsmethode, ein grösserer Theil chlorsaures Ammoniak (durch Zersetzung) verloren gegangen, so wird die vorgeschriebene Menge Soda nicht vollständig in chlorsaures Natron verwandelt werden, mithin dem letztern etwas freies kohlensaures Natron beigemengt bleiben. In diesem Falle also erscheint die Krystallisation des Präparats nothwendig; das kohlensaure Natron bleibt dann, nebst ein wenig chlorsaurem Natron und Chlornatrium (entstanden aus dem durch freiwillige Zersetzung des chlorsauren Ammoniaks in der Hitze gebildeten und in die geistige Solution mit übergegangenen Salmiak) in der Mutterlauge.

Der wiedergewonnene Weingeist besitzt (wegen Zersetzung einer kleinen Menge chlorsauren Ammoniaks während der Destillation und Einwirkung des dabei auftretenden Chlors) gewöhnlich einen schwach chlorätherartigen Geruch und eine saure Reaction, lässt sich aber doch zu manchen Zwecken wieder benutzen, z. B. zur Darstellung des Spiritus salis dulcis.

Prüfung. Das chlorsaure Natron krystallisirt in farblosen, rhomboëdrischen und damit verwandten prismatischen Krystallen, welche geruchlos sind und einen milden salzigen, kühlenden Geschmack besitzen. An der Luft bleibt es unverändert; in der Hitze schmilzt es, entwickelt Sauerstoff und verwandelt sich endlich vollständig in Chlornatrium (s. Kali chloricum). Es löst sich in 4 Theilen kaltem und in gleichen Theilen kochendem Wasser; die Lösung reagirt neutral. Kalter Weingeist von 80% nimmt nur $^1/_{34}$ des Salzes, heisser mehr davon auf. Im Uebrigen verhält es sich wie das chlorsaure Kali. — Anhängendes Chlornatrium erkennt man an der durch salpetersaures Silber entstehenden weissen Trübung; Ammoniaksalz an dem auf Zusatz

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0578-9 DFG

von Kalilauge sich entwickelnden Geruche; kohlensaures Natron an der alkalischen Reaction und dem beim Uebergiessen mit einer verdünnten Säure eintretenden Brausen.

Natrium oxydatum formicicum.

(Ameisensaures Natron.)

Formel: $NaO + C_2HO_3 = NaO + \overline{F}$.

Bereitung. Eine beliebige Menge reiner Ameisensäure (s. Acidum formicicum) versetze man so lange mit zerriebenem krystallisirtem kohlensaurem Natron, bis kein Aufbrausen mehr entsteht, und die Flüssigkeit nach gelindem Erwärmen nur noch eine schwachsaure Reaktion zeigt. 5 Theile Säure von 1,074 spec. Gewicht bedürfen 4 Theile Soda. Hierauf verdunste man in einer porcellanenen Schaale unter Umrühren bei gelinder Wärme zur Trockne, und verwahre das Salz noch warm in ein gut zu verschliessendes Glas. Es wird beinahe 2 Theile betragen.

Vorgang. Die Ameisensäure treibt aus der Soda die Kohlensäure und verbindet sich mit dem Natron.

1 M.-G. $NaO + CO_2$ und 1 M.-G. $\overline{F}$ bilden:

1 M.-G. $NaO + \overline{F}$ und 1 M.-G. CO_2.

1790 Theile krystallisirte Soda bedürfen also 463 Theile wasserfreie Ameisensäure oder 2190 Theile von 1,074 spec. Gewicht (worin 79 Proc. Wasser).

Prüfung. Das auf die angegebene Weise dargestellte ameisensaure Natron bildet ein weisses krystallinisches (aus rectangulären Tafeln und Säulen bestehendes), geruchloses, kühlend-salzig schmeckendes Pulver. An der Luft zieht es leicht Feuchtigkeit an und zerfliesst. In der Hitze schmilzt es und in noch höherer Temperatur zersetzt es sich, stösst Ameisensäure und aus der Zersetzung derselben entstandene brenzliche Produkte aus und hinterlässt kohlensaures Natron, gemengt mit Kohle. In Wasser löst es sich sehr leicht, etwas schwerer in Weingeist; die Lösungen reagiren neutral. — Ausser den etwa von der Soda herrührenden Verunreinigungen hat man bei diesem Salze auf einen Gehalt von Essigsäure (aus der Ameisensäure) Rücksicht zu nehmen. Wird es mit seinem anderthalbfachen Gewichte

Quecksilbersublimat in wässriger Lösung erhitzt, so darf die nach dem Kochen abfiltrirte Flüssigkeit mit Schwefelammonium keine schwarze Trübung hervorbringen. Ameisensaures Natron und Quecksilbersublimat zersetzen sich nemlich gegenseitig in Chlornatrium und ameisensaures Quecksilberoxyd.

1 M.-G. $NaO + C_2HO_3$ und 1 M.-G. $HgCl$ bilden:

1 M.-G. $NaCl$ und 1 M.-G. $HgO + C_2HO_3$.

Das ameisensaure Quecksilberoxyd zerfällt aber in der Hitze sogleich wieder in metallisches Quecksilber, Kohlensäure, Kohlenoxydgas und Wasser.

1 M.-G. $HgO + C_2HO_3$ zerfällt in:

1 M.-G. Hg, 1 M.-G. CO_2, 1 M.-G. CO und 1 M.-G. HO.

Zur Sicherheit, dass alles Quecksilbersalz zerlegt werde, muss das ameisensaure Natron im Ueberschuss vorhanden seyn.

Natrium oxydatum margarinicum et oleinicum.

(Sapo medicatus. Margarinsaures und ölsaures Natron, medicinische Seife).

Formel der mit Baumöl bereiteten:

$$2\,(NaO + C_{36}H_{33}O_3) + (NaO + C_{34}H_{33}O_3).$$

Formel der mit Mandelöl bereiteten:

$$3\,(NaO + C_{36}H_{33}O_3) + (NaO + C_{34}H_{33}O_3).$$

Bereitung. 5 Theile reines Baumöl (Provençeröl) vermische man in einem porcellanenen oder steinzeugenen Geschirre mit 2 Theilen frisch bereiteter Aetznatronlauge von 1,333 spec. Gewicht und lasse das Ganze unter fleissigem Umrühren mit einem porcellanenen Spatel bei gewöhnlicher Temperatur (im Winter in einem geheitzten Zimmer) so lange stehen, bis es so steif geworden, dass es fast bröcklich erscheint. Eine Quantität von 7 Pfunden bedarf zu diesem Zwecke eines Zeitraums von ungefähr 8—10 Tagen. Soll die Seife schneller fertig werden, so muss man gelinde Digestionswärme anwenden. Hierauf erwärme man die Schaale im Sandbade, setze, wenn ihr Inhalt während der Digestion zu sehr ausgetrocknet seyn und in Folge dessen nicht vollständig zu einem homogenen Brei zergehen sollte, etwas Wasser hinzu, giesse die weich- und

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0580-8 DFG

dickflüssig gewordene Masse in einen hölzernen, mit Schreibpapier ausgelegten Kasten 1—1½ Zoll hoch aus, zerschneide sie nach zweitägigem Stehen in der Kälte in längliche Stücke, setze dieselben zur vollständigen Austrocknung einer ganz mässigen Wärme aus, und bewahre sie an einem trocknen Orte auf. Die Ausbeute beträgt etwa um $^1/_{10}$ weniger als die angewandten Materialien wogen.

Die Bereitung ist ganz dieselbe, wenn, statt des Baumöls, Mandelöl genommen wird.

Einige Pharmakopöen verlangen das Aussalzen der Seife. Zur Ausführung dieser Operation erhitze man die fertige Seifenmasse mit ihrem dreifachen Gewichte Wassers, setze zu der dicklichen Solution eine concentrirte Auflösung von Kochsalz (auf 4 Theile Seifenwasser reicht 1 Theil Kochsalz hin), lasse das Gefäss unter beständigem Umrühren noch ein paar Minuten auf dem Feuer und stelle es dann in die Kälte. Nach vollständigem Erkalten sammle man die auf der Oberfläche ausgeschiedene Seife auf einem dichten leinenen Seihetuche, wasche mit wenig kaltem Wasser nach, presse gut aus, bringe die bröckliche Masse in die zuvor gereinigte Schaale zurück, erwärme, bis sie in einen homogenen Brei verwandelt ist, giesse denselben in Papierkapseln aus, und verfahre mit dem Austrocknen wie oben.

Vorgang. Das Baumöl ist ein Gemenge von ungefähr 70 Theilen Olein und 30 Theilen Margarin. Olein und Margarin können in Folge der Zersetzung, welche sie durch mehrere Basen (Kali, Natron, Kalk, Bleioxyd etc.) erleiden, als neutrale salzartige Verbindungen von Oelsüss (Glycerin $= C_6 H_7 O_5$) und resp. Oelsäure ($C_{36} H_{33} O_3$) und Margarinsäure ($C_{34} H_{33} O_3$) betrachtet werden. Das Olein ist demnach ölsaures Oelsüss $= C_6 H_7 O_5 + C_{36} H_{33} O_3$, M.-G. $= 1038 + 3413 = 4451$, und das Margarin ist margarinsauren Oelsüss $= C_6 H_7 O_5 + C_{34} H_{33} O_3$, M.-G. $= 1038 + 3263 = 4301$. 70 Theile Olein und 30 Theile Margarin entsprechen daher ohngefähr 2 M.-G. des erstern und 1 M.-G. des letztern. — Kommt nun Aetznatronlauge mit dem Baumöle zusammen, so vereinigt sich schon bei gewöhnlicher Temperatur die stärkere Base (das Natron) mit den fetten Säuren, und die schwächere Base (das Oelsüss) wird ausgeschieden, verbindet sich aber in demselben Momente mit einem gleichen M.-G. Wasser zum Hydrat. Die neuen Natron-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0581-4

Verbindungen sind lösliche neutrale Salze, in welchen sich auf 1 M.-G. Säure 1 M.-G. Oxyd befindet.

2 M.-G. $C_6 H_7 O_5 + C_{36} H_{33} O_3$, 1 M.-G. $C_6 H_7 O_5 + C_{34} H_{33} O_3$, 3 M.-G. NaO und 3 M.-G. HO bilden:

2 M.-G. $NaO + C_{36} H_{33} O_3$, 1 M.-G. $NaO + C_{34} H_{33} O_3$ und 3 M.-G. $C_6 H_7 O_5 + HO$.

13203 Theile Baumöl bedürfen also 1170 Theile wasserfreies Natron oder 4875 Theile Aetznatronlauge von 1,333 spec. Gewicht (worin 24 Procent Natron), oder 5 Theile Baumöl: $1\frac{6}{7}$ Theile Lauge. Das im Eingange angegebene Verhältniss enthält etwas mehr Natronlauge, weil während der Einwirkung, die nach und nach erfolgt, eine kleine Portion der letztern durch die Kohlensäure der Luft in kohlensaures Natron verwandelt wird, mithin für den Seifenbildungsprocess verloren geht. Wird aber, wie die meisten Pharmakopöen vorschreiben, auf 5 Theile Baumöl $2\frac{1}{2}$ Theile reine Natronlauge von 1,333 genommen, so bleibt jedenfalls ein merklicher Ueberschuss von Natron in der Seife, welcher, nach und nach in kohlensaures Natron übergehend, auswittert, und die Seife mit einem weissen Salzpulver beschlägt. — Das in Freiheit gesetzte Oelsüss bleibt der Seife beigemengt; ausserdem enthält sie, auch wenn sie ganz trocken erscheint, stets noch eine gewisse Menge (etwa $\frac{1}{4}$ ihres Gewichts) Wasser gebunden, daher die Ausbeute den Gewichten der Ingredienzien, Oel und Natronlauge, beinahe gleichkommt. Die übrige Manipulation bedarf keiner Erklärung.

Das Mandelöl enthält ebenfalls Olein und Margarin, aber von letzterm nur etwa 24 %. 76 Theile Olein und 24 Theile Margarin entsprechen aber 3 M.-G. des erstern = 13353 und 1 M.-G. des letztern = 4301. Der Process ist hier derselbe wie beim Baumöle, nur bedarf man auf 1 M.-G. Mandelöl = 13353 + 4301 = 17654 Theile 4 M.-G. = 1560 Theile wasserfreies Natron oder 6500 Theile Aetznatronlauge von 1,333 spec. Gewicht, oder auf 5 Th. Mandelöl: $1\frac{6}{7}$ Theile Lauge. Im Uebrigen verweise ich auf das oben Gesagte.

Das Aussalzen der Seife beruhet auf der Eigenschaft der letztern, in einer Auflösung von Kochsalz unlöslich zu seyn und hat zum Zweck, das Oelsüss auf das etwa frei vorhandene Alkali zu entfernen; dafür kommt aber in die Seife eine kleine Menge Kochsalz, welche sich ohne Verlust ersterer nicht ganz wegwa-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0582-0 DFG

schen lässt, denn reines Wasser wirkt auf die von der Salzlauge durch Koliren befreiete Seife sogleich lösend ein.

Prüfung. Die mit reinem Baumöl oder Mandelöl bereitete medicinische Seife ist eine weisse oder gelblichweisse, feste, homogene Masse von schwachem eigenthümlichem Geruche und unangenehmem, etwas scharfem, laugenartigem, aber keineswegs ätzendem Geschmack. An der Luft verändert sie sich nicht, in der Hitze schmitzt sie, in stärkerer zersetzt sie sich, verkohlt und hinterlässt ein Gemenge von kohlensaurem Natron und Kohle. Von Wasser und Weingeist wird sie leicht aufgelöst, die Lösungen reagiren alkalisch. Aether nimmt von der Seife selbst nur wenig, dagegen aus der unausgesalzenen alles Oelsüss auf, und hinterlässt in diesem Falle beim Verdunsten einen Rückstand, der deutlich süss schmeckt. Scheiden sich aus der wässrigen Lösung nach einiger Ruhe Oelaugen ab, so enthält die Seife freies Oel. Erfolgt die Lösung in Weingeist nicht vollständig, so ist der Rückstand, wenn er, nach sorgfältigem Auswaschen mit Weingeist, weiss, pulverig erscheint, sich in Wasser auflöst, und auf Zusatz von Säuren aufbraust, kohlensaures Natron. Dieses giebt sich auch schon dadurch zu erkennen, dass die Seife mit der Zeit mit einem weissen Pulver beschlägt. War die Seife nicht gut ausgetrocknet, so nimmt sie in einem verschlossenen Gefässe nach längerm Liegen einen unangenehmen ranzigen Geruch und eine dunklere Farbe an. Besitzt sie einen sehr ätzenden Geschmack, so enthält sie freies Aetznatron.

Natrium oxydatum nitricum.

(Nitrum rhomboëdricum. Salpetersaures Natron, Rhomboëdrischer (fälschlich kubischer) Salpeter.)

Formel: $NaO + NO_5$.

Bereitung. a) Bei dem billigen Preise des rohen (chilesischen) Natronsalpeters wird man fast nie in den Fall kommen, dieses Salz aus seinen Bestandtheilen zusammensetzen zu müssen. Da jene Waare in der Regel schon einen ziemlichen Grad von Reinheit besitzt (wenn sie unverfälscht zu uns gelangt), so genügt schon ein einmaliges Umkrystallisiren derselben. Zu diesem Behufe löse man 1 Theil Salz in einer porcellanenen

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0583-6

Schaale, oder, bei grössern Mengen, in einem blanken kupfernen Kessel, in $1^1/_4$ Theilen reinen Wassers durch Kochen auf, filtrire noch heiss in ein porcellanenes oder steinzeugenes Geschirr und stelle in die Kälte. Die nach ein oder mehrern Tagen angeschossenen Krystalle befreie man von der überstehenden Lauge, verdunste letztere zur Hälfte, lasse abermals krystallisiren, trockne sämmtliches Salz, auf Druckpapier ausgebreitet, in gelinder Wärme, und bewahre es in einem verschlossenen Gefässe auf.

b) Wenn kein natürlicher Natronsalpeter zu Gebote steht, so sättige man reine Salpetersäure von 1,20 spec. Gew. mit reinem kohlensauren Natron (auf 10 Th. jener Säure gebraucht man 7 Th. krystallisirte Soda), und befördere die Lauge wie oben zur Krystallisation. Die Ausbeute beträgt von 7 Theilen Soda 4 Theile.

Vorgang. a) Das rohe salpetersaure Natron enthält ausser etwas färbender (organischer) Materie, nur geringe Antheile Chlornatrium, Chlorcalcium, Chlormagnesium und zuweilen Spuren von Jodverbindungen. Alle diese Verunreinigungen bleiben in der Mutterlauge.

Die nach zweimaliger Krystallisation restirende Mutterlauge wird zur Trockne verdunstet, und wenn sie nicht zu viel Chlorverbindungen enthält, zur Darstellung der Salpetersäure, oder zu Verpuffungen verwendet.

b) Die Salpetersäure treibt aus der Soda die Kohlensäure und verbindet sich mit dem Natron.

1 M.-G. NO_5 und 1 M.-G. $NaO + CO_2$ bilden:
1 M.-G. $NaO + NO_5$ und 1 M.-G. CO_2.

675 Theile wasserfreie Salpetersäure oder 2500 Theile von 1,20 spec. Gew. (worin 27 pCt. wasserfreie) bedürfen mithin 1790 Theile krystallisirtes (10 M.-G. Wasser enthaltendes) kohlensaures Natron.

Prüfung. Das salpetersaure Natron krystallisirt in farblosen stumpfen Rhomboëdern, welche geruchlos sind und einen scharfen kühlenden Geschmack besitzen. An der Luft ziehen sie Feuchtigkeit an, ohne jedoch (bei grössern Mengen) ganz zu zerfliessen, was nur bei kleinen Quantitäten und in sehr feuchter Atmosphäre geschieht. In der Hitze schmilzt das Salz und verhält sich dann wie das salpetersaure Kali. Es löst sich in 2 Theilen kalten und in weniger als gleichen Theilen kochenden

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0584-1 DFG

Wassers, nicht in Weingeist, auf; die Lösung reagirt neutral. Eine Verwechselung mit salpetersaurem Kali (eine Verfälschung ist nicht anzunehmen, weil das Kalisalz theurer zu stehen kommt als das Natronsalz) giebt sich in der concentrirten Lösung leicht durch Weinsteinsäure kund, welche mit dem Kali schwerlöslichen Weinstein bildet. Kalk wird durch oxalsaures Ammoniak, Magnesia, nach Abscheidung des Kalks, durch phosphorsaures Ammoniak, Eisen durch Gerbesäure, Kupfer durch Kaliumeisencyanür oder Ammoniak, Salzsäure durch salpetersaures Silber, Jod durch Ansäuern mit Salpetersäure und Zusatz von Stärkekleister (s. Acid. nitricum) erkannt.

Natrium oxydatum phosphoricum.

(Natrum phosphoricum crystallisatum, Soda phosphorata. Basisch phosphorsaures Natron.)

Formel: $2\,NaO + HO + PO_5 + 24\,Aq$.

Bereitung. a) Aus den Knochen. In ein Gemisch von 5 Theilen concentrirter Schwefelsäure und 25 Theilen Wasser, welches sich in einem bleiernen Kessel befindet, werden nach und nach unter beständigem Umrühren mit einem porcellanenen Spatel 6 Theile weissgebrannte und gepulverte Knochen eingetragen; hierauf setze man den Kessel über Feuer und unterhalte dasselbe unter fleissigem Durcharbeiten des Breies und Ersetzen des verdunsteten Wassers einen Tag lang. Die Masse wird nun mit noch ebensoviel Wasser, als man zum Verdünnen der Schwefelsäure genommen, verdünnt, auf einen Spitzbeutel gegeben, und das Durchgelaufene so lange zurückgegossen, bis es klar läuft; nachdem die Masse möglichst vollständig abgetropft ist, wird der Rückstand gepresst, noch zweimal mit 40 Theilen Wasser vermengt, kolirt, und sämmtliche Flüssigkeiten in dem bleiernen Kessel bis auf ungefähr 12 Theile abgeraucht. Nach 24 stündiger Ruhe findet man die im Kessel befindliche Lauge von seidenglänzenden feinkrystallinischen Massen durchwebt; diese trennt man durch Leinwand von der Flüssigkeit, verdünnt letztere wieder mit 24 Theilen Wasser, erwärmt sie und setzt so lange eine Auflösung von kohlensaurem Natron

hinzu, als noch dadurch ein Niederschlag entsteht. 6—7 Theile krystallisirte Soda werden dazu ausreichen. Wenn das Ganze noch $^1/_2$ Stunde lang warm gehalten ist, und eine abfiltrirte Probe durch abermaliges Zutröpfeln von Sodalösung keine Trübung mehr erleidet, lasse man erkalten, filtrire nach dem Absetzen des Niederschlags und befördere die klare Lauge zur Krystallisation. Nach dem zweiten oder dritten Anschusse untersuche man die nun folgenden mit verdünnter Salzsäure auf kohlensaures Natron, und im Falle sie letzteres enthalten, hebe man dieselben zur nächsten Bereitung auf, wo man sie als kohlensaures Natron zur Präcipitation verwendet, oder krystallisire sie um. Die von kohlensaurem Natron freien Krystalle lasse man auf Druckpapier ausgebreitet an der Luft trocknen, und bewahre sie an einem kühlen Orte. Die Ausbeute beträgt etwas mehr, als Soda angewandt wurde.

b) Mittelst reiner Phosphorsäure. Das vorige Salz lässt sich nur mit bedeutendem Verluste durch Krystallisation so rein erhalten, dass es von jeder Spur Schwefelsäure und Kalk frei ist. Zu analytischen Zwecken stellt man dasselbe daher am besten folgendermassen dar: Eine beliebige Menge reine flüssige Phosphorsäure erwärme man in einer porcellanenen Schaale, und versetze sie unter Umrühren mit einem Glasstabe so lange mit zerriebenem reinem krystallisirtem kohlensaurem Natron, bis kein Aufbrausen mehr erfolgt und die saure Reaction sich in eine alkalische verwandelt hat. Auf 7 Theile Säure von 1,160 spec. Gew. bedarf man 6 Theile Soda. Die gesättigte Lauge stelle man zum Krystallisiren in die Kälte, befreie die nach 1 oder mehreren Tagen entstandenen Krystalle von der überstehenden Flüssigkeit, dunste diese weiter ein, lasse das Salz auf Druckpapier ausgebreitet an der Luft trocknen, und bewahre es an einem kühlen Orte auf. Es wird dem Gewichte der angewandten Phosphorsäure gleichkommen.

Vorgang. a) Die Theorie der Einwirkung der Schwefelsäure auf die Knochenerde findet sich bereits bei der Phosphorsäure (S. 95) beschrieben. Das kohlensaure Natron fällt, gleich dem Ammoniak, aus der sauren Flüssigkeit (dem sauren phosphorsauren Kalke) unlöslichen basisch-phosphorsauren Kalk, und die Kohlensäure entweicht. Es findet also auch hier ein Verlust an Phosphorsäure statt, mithin beträgt die Ausbeute an phosphorsaurem Natron weniger, als der ganze Gehalt an Phosphorsäure in den

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0586-3 DFG

Knochen erwarten liesse. Die geringe Menge des in der sauren Flüssigkeit stets noch befindlichen schwefelsauren Kalks wird gleichfalls zersetzt und veranlasst die Bildung von kohlensaurem Kalk, während andererseits schwefelsaures Natron entsteht. Endlich fällt auch die Magnesia der Knochenerde, und zwar als basisch kohlensaure Magnesia nieder. Damit die Kohlensäure vollständiger entweicht, muss die Flüssigkeit erwärmt werden; ein zweiter Nutzen des Erwärmens ist die vollständigere Präcipitation des Kalks. Zur Fällung des Kalks wird aber auch ein nicht unbedeutender Ueberschuss von Soda erfordert, wesshalb die letzten Anschüsse des phosphorsauren Natrons, nebst dem schwefelsauren Natron, kohlensaures Natron enthalten, und daher nicht mit den ersten vermengt werden dürfen.

b) Die Phosphorsäure treibt aus dem kohlensauren Natron die Kohlensäure und verbindet sich bei Ueberschuss von Soda mit dem Natron zu einem basischen Salze, in welchem das dritte M.-G. Base durch Wasser vertreten ist.

1 M.-G. P_2O_5, 2 M.-G. $NaO + CO_2$ und 25 M.-G. HO bilden: 1 M.-G. $2\,NaO + HO + P_2O_5 + 24\,Aq$ und 2 M.-G. CO_2.

900 Theile wasserfreie Phosphorsäure oder 3912 Theile von 1,160 spec. Gew. (worin 23 pCt. wasserfreie Säure) erfordern also 3580 Theile krystallisirtes (10 M.-G. Wasser enthaltendes) kohlensaures Natron. Auch hier kann der allerletzte Anschuss möglicherweise kohlensaures Natron enthalten, muss daher in diesem Falle besonders aufgehoben werden.

Prüfung. Das basisch phosphorsaure Natron krystallisirt in wasserhellen schief rhombischen Säulen und Tafeln (Blättchen), die geruchlos sind und einen angenehm kühlend salzigen Geschmack besitzen. An der Luft verwittern sie bei gewöhnlicher Temperatur nur wenig, stärker in warmer Luft; noch mehr erwärmt schmelzen sie in ihrem Krystallwasser und hinterlassen $2\,NaO + HO + P_2O_9$. Wird das nach dem Entweichen des Krystallwassers wieder trocken gewordene Salz zum Glühen erhitzt, so verliert es auch das basische Wasser und schmilzt zu einer klaren Masse, die beim Erkalten milchweiss wird. Das geglühete Salz ist nun stöchiometrisch-neutrales Salz $= 2\,NaO + P_2O_5$, das sogenannte pyrophosphorsaure Natron, welches sich von dem gewöhnlichen (basischen) phosphorsauren Natron dadurch wesentlich unterscheidet, dass es mit salpetersaurem Silber einen weissen Niederschlag ($2\,AgO + P_2O_5$) bildet, während

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0587-9

das basische Salz einen eigelben ($3\ AgO + P_2O_5$) giebt. — Das Präparat löst sich in 4 Theilen kalten und in 2 Theilen heissen Wassers, nicht in Weingeist, auf; die Lösung reagirt deutlich alkalisch. Entsteht beim Uebersättigen mit Salzsäure ein Brausen, so ist kohlensaures Natron zugegen. Giebt die angesäuerte Lösung beim Hineinleiten von Schwefelwasserstoffgas einen gelben Niederschlag, der sich in kohlensaurem Ammoniak leicht wieder auflöst, so deutet diess auf arsenige Säure, die von der Anwendung arsenhaltiger Schwefelsäure zur Aufschliessung der Knochenerde oder arsenhaltiger Phosphorsäure herrührt. Es muss hier übrigens bemerkt werden, dass eine derartige Verunreinigung mit Arsenik bei *richtiger Bereitung des Salzes aus dem sauren phosphorsauren Kalk* nicht vorkommen kann, weil sich mit dem basisch-phosphorsauren Kalke auch die arsenige Säure als Kalksalz niederschlägt. Schwefelsaures Natron wird in der mit Salpetersäure angesäuerten Lösung des phosphorsauren Natrons durch salpetersauren Baryt, Chlornatrium unter denselben Umständen durch salpetersaures Silber erkannt. Geringe Antheile salz- und schwefelsauren Natrons machen aber das Präparat zum medicinischen Gebrauche nicht verwerflich. Einen Rückhalt von Kalk entdeckt man durch neutrales oxalsaures Kali, und Magnesia, nach der Abscheidung des Kalks, durch Ammoniak. Zur Ausmittelung des Kalks darf man sich, wenn auch auf Magnesia geprüft werden soll, hier des oxalsauren Ammoniaks nicht bedienen, denn es würde dann die Magnesia (als phosphorsaure Ammoniak-Magnesia) zugleich mitniederfallen. Schwefelammonium darf keine Veränderung hervorbringen; eine schwarze Trübung würde Eisen oder Kupfer verrathen, und im erstern Falle Gerbesäure einen blauen Niederschlag erzeugen.

Natrium oxydatum phosphoricum ammoniatum.

(Sal fusibilis urinae. Phosphorsaures Ammoniak-Natron.)

Formel: $NaO + NH_4O + HO + P_2O_5 + 9\ Aq.$

Bereitung. Zu 13 Theilen reiner Phosphorsäure von 1,160 spec. Gew. setze man in einer porcellanenen Schaale

nach und nach 6 Theile krystallisirtes kohlensaures Natron, hierauf so viel ätzenden Ammoniakliquor von 0,960 spec. Gew., dass die Flüssigkeit deutlich alkalisch wird (wozu 8 Theile hinreichen werden) und stelle die Schaale ohne weiteres Verdunsten ihres Inhalts an einen kühlen Ort. Die nach ein bis mehreren Tagen angeschossenen Krystalle trenne man von der überstehenden Lauge, mache letztere, wenn sie sauer reagiren sollte, mit Aetzammoniak wieder alkalisch, überdunste zur Hälfte, lasse krystallisiren, und fahre so fort, bis alle Lauge in Salz verwandelt worden ist. Man trockne dasselbe, auf Druckpapier ausgebreitet, an der Luft und hebe es an einem kühlen Orte auf. Es wird gegen 8 Theile betragen.

Ist man im Besitz von reinem phosphorsaurem Natron und phosphorsaurem Ammoniak, so kann man auch das in Rede stehende Präparat durch Auflösen dieser beiden Salze in dem stöchiometrischen Verhältnisse und Krystallisiren darstellen. Zu diesem Behufe übergiesse man in einer porcellanenen Schaale 11 Theile krystallisirtes phosphorsaures Natron und 4 Th. krystallisirtes phosphorsaures Ammoniak mit 16 Th. reinen Wassers, erhitze zum Kochen und stelle, wenn die Salze aufgelöst sind, die Schaale sogleich in die Kälte. Mit der Mutterlauge verfährt man, wie vorhin angegeben, d. h. sie wird, wenn sie saure Reaction zeigt, vor dem Eindampfen mit Ammoniak übersättigt. Die Ausbeute beträgt 11—12 Theile.

Das Verfahren, 6 Theile krystallisirtes phosphorsaures Natron mit 1 Theil Salmiak bis zum Auflösen zu erhitzen, und die nach dem Erkalten gebildeten Krystalle von der Mutterlauge (welche weggegossen wird) zu befreien, liefert ein unreines, chlorhaltiges Präparat.

Vorgang. Phosphorsäure von 1,160 spec. Gewicht enthält 23 Proc. wasserfreie Phosphorsäure. Kommt dieselbe in dem oben angegebenen Verhältniss mit kohlensaurem Natron zusammen, so bildet sich, unter Entwicklung der Kohlensäure, saures phosphorsaures Natron.

1 M.-G. P_2O_5 und 1 M.-G. $NaO + CO_2$ bilden:

1 M.-G. $NaO + P_2O_5$ und 1 M.-G. CO_2.

900 Theile wasserfreie Säure oder 3912 Th. von 1,160 spec. Gew. bedürfen also 1790 Theile krystallisirte Soda. Kommt nun noch Ammoniak im Ueberschuss hinzu, so entsteht ein basisches alz, ind em das zweite M.-G. Base vom Ammoniak (Ammonium-

oxyd) und das dritte M.-G. vom Wasser repräsentirt wird. Die übrigen 9 M.-G. Wasser sind Krystallwasser.

1 M.-G. $NaO + P_2O_5$, 1 M.-G. NH_3 und 11 M.-G. HO bilden:

$$1 \text{ M.-G. } NaO + NH_4O + HO + P_2O_5 + 9 \text{ Aq.}$$

Auf 3912 Th. Säure von 1,160 und 1790 Theile Soda sind also 213 Theile reines Ammoniak oder 2130 Theile Liquor von 0,960 spec. Gew. (worin gegen 90 pCt. Wasser) erforderlich. Die nach Gewinnung des ersten Krystallanschusses restirende Mutterlauge enthält noch viel Salz aufgelöst; dampft man sie aber ohne Weiteres ein, so bekommt man einen dicken sauren Sirup, aus dem in der Regel nichts mehr heraus krystallisirt. Diese Erscheinung beruht darauf, dass die Auflösung des Doppelsalzes in der Hitze fortwährend Ammoniak ausstösst, und sich zum Theil wieder in saures phosphorsaures Natron verwandelt. Diesem zuvorzukommen, muss die Lauge durch neuen Zusatz von Ammoniak stets alkalisch gehalten werden, widrigenfalls man einen nicht unbedeutenden Theil des Doppelsalzes verlieren würde.

Phosphorsaures Ammoniak und phosphorsaures Natron vereinigen sich geradezu, unter Abscheidung einer gewissen Menge Wassers, zum Doppelsalze.

1 M.-G. $2\,NH_4O + HO + P_2O_5$ und 1 M.-G. $2\,NaO + HO + P_2O_5 + 24$ Aq. bilden:

$$2 \text{ M.-G. } NaO + NH_4O + HO + P_2O_5 + 9 \text{ Aq.}$$

und 6 M.-G. HO.

1662 Theile krystallisirtes phosphorsaures Ammoniak erfordern also 4492 Theile krystallisirtes phosphorsaures Natron. —

Phosphorsaures Natron und Salmiak zersetzen sich gegenseitig in der Art, dass 1 M.-G. Natron seinen Sauerstoff an das Ammonium des Salmiaks abgiebt, das dadurch gebildete Ammoniumoxyd die Stelle des Natrons einnimmt, und das aus der Vereinigung des Natriums mit dem Chlor entstandene Kochsalz sich nebst einer Portion Wasser ausscheidet.

$$1 \text{ M.-G. } 2\,NaO + HO + P_2O_5 + 24 \text{ Aq.}$$

und 1 M.-G. $NH_4 + Cl$ bilden:

$$1 \text{ M.-G. } NaO + NH_4O + HO + P_2O_5 + 9 \text{ Aq.},$$

1 M.-G. NaCl und 15 M.-G. HO.

4492 Theile phosphorsaures Natron erfordern also 668 Th. (oder beinahe $^1/_6$) Salmiak. Es ist leicht einzusehen, dass die letzten Antheile Kochsalz nur durch Umkrystallisiren, also mit

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0590-7 DFG

Verlust des Präparats, entfernt werden können, daher die beiden ersten Methoden den Vorzug verdienen.

Prüfung. Das phosphorsaure Ammoniak-Natron krystallisirt in ansehnlichen, wasserhellen, schief rhombischen Tafeln, welche geruchlos sind und einen stechenden, kühlend salzigen, hintennach ammoniakalischen Geschmack besitzen. In warmer Luft verwittern sie etwas; in der Hitze schmelzen sie, verlieren ihr Wasser und Ammoniak und hinterlassen ein klares farbloses Glas von saurem phosphorsaurem Natron $= NaO + P_2O_5$, welches beim Erkalten klar bleibt, aber, der Luft ausgesetzt, nicht trocken bleibt wie das neutrale phosphorsaure Natron $= 2\,NaO + P_2O_5$ (der Glührückstand von krystallisirtem phosphorsaurem Natron), sondern nach und nach Feuchtigkeit anzieht und zerfliesst. Wasser löst von dem Salze bei gewöhnlicher Temperatur $^1/_6$, im Kochen aber sein gleiches Gewicht auf; die Auflösung reagirt alkalisch. Vom Weingeist wird es nicht aufgenommen. In der mit Salpetersäure übersättigten Lösung giebt sich eine Verunreinigung mit Schwefelsäure durch salpetersauren Baryt und Salzsäure durch salpetersaures Silber zu erkennen.

Natrium oxydatum subsulphurosum.

(Unterschwefligsaures Natron.)

Formel: $NaO + S_2O_2 + 5\,HO$.

Bereitung. 6 Theile zerfallenes und in der Wärme vollständig ausgetrocknetes schwefelsaures Natron vermenge man innig mit $2^1/_2$ Th. feingepulverter Holzkohle, drücke das Gemenge in einen Graphit- oder hessischen Tiegel ein, decke einen Ziegelstein darauf, befestige denselben mit Draht, und verstreiche die Fugen bis auf eine kleine Oeffnung mit Lehm. Nachdem der Kitt getrocknet ist, stelle man den Tiegel auf einen Ziegelstein in einem gut ziehenden Windofen, erhitze ihn durch umgelegte Kohlen anfangs gelinde, verstärke aber nach Verlauf einer halben Stunde das Feuer bis zum starken Rothglühen, und unterhalte diess wenigstens 1 Stunde lang ununterbrochen. Damit die Zersetzung des schwefelsauren Natrons vollständig erfolge, betrage die Menge desselben in einem Tiegel nicht über 1 Pfund. Nach vollständigem Erkalten des Tiegels zerreibe man den zusammengesinterten Inhalt desselben, löse ihn in 24 Theilen

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0591-3 DFG

Wasser auf, trenne die ausgeschiedene Kohle durch Filtriren, wiege von der Solution $^1/_{24}$ ab, und leite in die übrigen $^{23}/_{24}$ so lange gewaschenes schwefligsaures Gas — welches man auf die in dem Artikel „Acidum sulphurosum" angegebene Weise aus 1 Theil frischgeglühter, gröblich gestossener Holzkohle und 8 Theilen conc. Schwefelsäure entwickelt —, bis eine mit einem Glasstabe herausgenommene Probe durch salpetersaure Silberlösung nicht mehr schwarz, sondern rein weiss getrübt wird. 1 Theil Kohle und 8 Theile Schwefelsäure werden diesen Zweck erfüllen. Während dem Einstreichen der schwefligen Säure muss die Solution durch Wasser, Schnee oder Eis abgekühlt werden. Nun entferne man sogleich das Entwicklungsgefäss, filtrire die Flüssigkeit, setze ihr das bei Seite gestellte $^1/_{24}$ hinzu, verdunste in einer porcellanenen Schaale bei gelinder Wärme zum Sirup, und stelle in die Kälte. Sollte nach mehrtägiger Ruhe noch kein Salz heraus krystallisirt seyn, so müsste die Lauge abermals kurze Zeit gelinde erwärmt werden. Mitunter ereignet es sich dann, dass der grösste Theil des Salzes in der Kälte zu einer Masse erstarrt. Das in einzelnen Krystallen oder als compakte krystallinische Masse ausgeschiedene Salz trenne man von der Mutterlauge und verdunste letztere weiter. Sämmtliches Salz trockne man, auf Druckpapier ausgebreitet, an der Luft oder in ganz gelinder Wärme, und bewahre es in einem verschlossenen Glase auf. Es wird 9 Theile wiegen.

Unterschwefligsaures Natron lässt sich auch bereiten, wenn man das durch Glühen des schwefelsauren Natrons mit Kohle gebildete Schwefelnatrium im feinzerriebenen Zustande der Luft aussetzt; allein es ist dann mit kohlensaurem Natron verunreinigt (s. Kalium sulphuratum).

Vorgang. Die Kohle entzieht dem schwefelsauren Natron in der Glühhitze allen Sauerstoff und verbindet sich damit, wenn sie im Ueberschuss vorhanden ist, zu Kohlenoxydgas, während Schwefelnatrium als eine dunkelgelbe Masse zurückbleibt.

1 M.-G. $NaO + SO_3$ und 4 M.-G. C bilden:

1 M.-G. NaS und 4 M.-G. CO.

890 Theile getrocknetes schwefelsaures Natron erfordern also 300 Theile reinen Kohlenstoff, wegen der Unreinheit der Holzkohle muss aber etwas mehr genommen werden; der Ueberschuss schadet nicht und wird hernach beim Auflösen durch Filtration getrennt. Das an der Luft nach und nach zerfallene und dann

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0592-9 DFG

erst in der Wärme vollständig ausgetrocknete Glaubersalz verdient, wegen seiner Lockerheit, den Vorzug vor dem durch unmittelbares Erhitzen der Krystalle bereiteten. Wird in die Auflösung des durch das Glühen erhaltenen Schwefelnatriums schweflige Säure geleitet, so bildet sich zuerst, unter Mitwirkung der Elemente des Wassers, schwefligsaures Natron und Schwefelwasserstoffgas;

2 M.-G. NaS, 2 M.-G. SO_2 und 2 M.-G. HO bilden:

2 M.-G. NaO + SO_2 und 2 M.-G. HS;

das weiter hinzuströmende schwefligsaure Gas setzt sich aber mit dem Schwefelwasserstoff in Schwefel und Wasser um,

1 M.-G. SO_2 und 2 M.-G. HS bilden:

3 M.-G. S und 2 M.-G. HO,

und von diesen in Freiheit gesetzten 3 M.-G. Schwefel nimmt das schwefligsaure Natron 2 M.-G. auf, während 1 M.-G. Schwefel niederfällt.

2 M.-G. NaO + SO_2 und 3 M.-G. S bilden:

2 M.-G. NaO + S_2O_2 und 1 M.-G. S.

Das aus 1780 (2 M.-G.) wasserfreiem schwefelsaurem Natron entstandene Schwefelnatrium bedarf also 1200 Theile wasserfreie schweflige Säure, welche von 1500 Theilen wasserfreier Schwefelsäure oder 1838 Theilen des einfachen Hydrats durch die Behandlung mit Kohle (s. Acid. sulphurosum) geliefert werden. Dass der Process wirklich in der angeführten Weise, und nicht nach dem einfachern Schema

2 M.-G. NaS und 3 M.-G. SO_2 bilden:

2 M.-G. NaO + S_2O_2 und 1 M.-G. S

vor sich geht, erhellet deutlich aus der namhaften Menge entweichenden Schwefelwasserstoffs, und der durch diesen Verlust bedingten geringen Menge niederfallenden Schwefels. Wenn nun auch, wie man sieht, ein nicht unbeträchtlicher Theil Schwefelwasserstoff der zersetzenden Einwirkung der schwefligen Säure entgeht, so hat diess doch auf die Güte des Präparats, d. h. auf die vollständige Umwandlung des Schwefelnatriums in unterschwefligsaures Natron keinen nachtheiligen Einfluss, denn der (freilich in geringerer Menge als die Theorie angiebt) sich abscheidende Schwefel beweist, dass mehr Schwefel vorhanden war, als das schwefligsaure Natron aufnehmen konnte.

Die vorgeschriebene Prüfung mit salpetersaurem Silber lässt genau den Zeitpunkt erkennen, wann mit dem Einleiten der schwefligen Säure aufgehört werden muss; so lange nemlich noch

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0593-5 DFG

eine Spur Schwefelnatrium zugegen ist, färbt sich die Silbersolution (durch Bildung von Schwefelsilber) schwarz, und erst, wenn alles Schwefelnatrium in unterschwefligsaures Salz verwandelt worden, tritt eine weisse Trübung von unterschwefligsaurem Silber ein, die durch ein Uebermaass des Natronsalzes wieder verschwindet. Nach dem Abfiltriren des Schwefels wird der Solution, vor dem Abdampfen zur Krystallisation, das einstweilen bei Seite gesetzte $^1/_{24}$ der Schwefelnatriumlösung zugesetzt, um das unterschwefligsaure Natron vor der leicht eintretenden Zersetzung in der Hitze und der oxydirenden Einwirkung der Luft zu schützen. Würde man nemlich die Solution ohne diese Vorsicht verdunsten, so zerfiele ein Theil des unterschwefligsauren Natrons zunächst in schwefligsaures Natron und Schwefel:

1 M.-G. $NaO + S_2O_2 = 1$ M.-G. $NaO + SO_2$ u. 1 M.-G. S,

und das gebildete schwefligsaure Natron verwandelte sich durch Anziehen von Sauerstoff aus der Luft nach und nach in schwefelsaures Natron. So aber wirkt der Sauerstoff der Luft vorerst auf die leichter oxydirbare Verbindung, das Schwefelnatrium, und verwandelt dieses selbst in unterschwefligsaures Natron. Mehr als $^1/_{24}$ freies Schwefelnatrium darf aber die einzudampfende Solution nicht enthalten, denn sonst bleibt ein Theil des erstern als solches vorhanden, und verunreinigt das Salz. Die Auflösung muss, wegen der Leichtlöslichkeit des unterschwefligsauren Natrons, ziemlich weit eingeengt werden.

Prüfung. Das unterschwefligsaure Natron krystallisirt in wasserhellen, geraden, rectangulären, platten Säulen, wird aber häufig als eine compakte krystallinische Masse erhalten. Es ist geruchlos und schmeckt milde salzig, etwas hepatisch. An der Luft bleibt es trocken, in warmer verwittert es ein wenig. In der Hitze schmilzt es, stösst Wasserdämpfe und Schwefelwasserstoff aus, wird hierauf wieder trocken, geräth in der Glühhitze abermals in Fluss, Schwefel sublimirt sich, und im Rückstande bleibt eine beim Erkalten dunkelgelbe, hepatisch riechende und schmeckende Masse. Der Schwefelwasserstoff verdankt seine Entstehung der Zersetzung eines Theils Wasser durch einen Theil des unterschwefligsauren Natrons, wodurch letzteres zugleich in schwefelsaures Natron verwandelt wird.

1 M.-G. $NaO + S_2O_2$ und 1 M.-G. HO bilden:

1 M.-G. $NaO + SO_3$ und 1 M.-G. HS.

Weiterhin zerfällt aber der grössere Theil des unterschwef-

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0594-1 DFG

ligsauren Natrons in schwefelsaures Natron, Schwefelnatrium und freien Schwefel.

$$4\ \text{M.-G.}\ NaO + S_2O_2 \text{ bilden:}$$
$$3\ \text{M.-G.}\ NaO + SO_3,\ 1\ \text{M.-G.}\ NaS \text{ und } 4\ \text{M.-G.}\ S.$$

In weniger als seinem gleichen Gewichte kalten Wassers löst es sich auf, nicht aber in Weingeist; die Lösung reagirt alkalisch. Salpetersaures Silber erzeugt darin einen weissen flockigen Niederschlag von unterschwefligsaurem Silber, der von einem Ueberschuss des unterschwefligsauren Natrons mit der grössten Leichtigkeit aufgelöst wird. Sieht der Niederschlag nicht ganz weiss, sondern grau oder gar schwarz aus, so enthält er auch Schwefelsilber, und zeigt an, dass dem unterschwefligsauren Natron Schwefelnatrium anhängt. Die Beobachtung der Farbe des Niederschlags muss aber *sogleich* nach dem Zusatz des Silbersalzes geschehen, denn der anfangs auch schneeweisse Niederschlag nimmt allmählig eine gelbe, braune und endlich schwarze Farbe an, indem er in Schwefelsilber und freie Schwefelsäure zerfällt.

$$1\ \text{M.-G.}\ AgO + S_2O_2 \text{ bildet:}$$
$$1\ \text{M.-G.}\ AgS \text{ und } 1\ \text{M.-G.}\ SO_3.$$

Entsteht in der Auflösung des unterschwefligsauren Natrons durch Essigsäure ein Brausen, so enthält sie kohlensaures Natron, und bringt Chlorbaryum in der angesäuerten Flüssigkeit einen weissen Niederschlag hervor, so ist schwefelsaures Natron zugegen, von welchem indessen das Präparat nicht leicht ganz frei seyn dürfte.

Natrium oxydatum sulphuricum.

(Sal mirabilis Glauberi. Schwefelsaures Natron, Glaubersalz.)

Formel: $NaO + SO_3 + 10\ HO$.

Bereitung. Das schwefelsaure Natron wird bei chemischen Arbeiten so häufig als Nebenprodukt gewonnen, z. B. bei der Bereitung der Salzsäure, Salpetersäure, bei Präcipitationen schwefelsaurer Metallsalze durch kohlensaures Natron u. s. w., dass man niemals in den Fall kommen wird, es aus seinen Bestandtheilen direct darzustellen, erfordert aber häufig noch eine besondere Behandlung, um als reines, neutrales Salz verwendet werden zu können. So sind die Rückstände von der Destillation

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0595-7

der Salzsäure, Salpetersäure, kein neutrales, sondern saures schwefelsaures Natron. Um diese überschüssige Säure zu entfernen, würde ein ähnliches Verfahren wie beim schwefelsauren Kali, nemlich Abstumpfen durch kohlensaures Natron, viel zu theuer kommen. Das Einfachste wäre die Calcination des sauren Salzes; in Apotheken aber, wo man zu einer solchen Arbeit nicht eingerichtet ist, muss man anders und zwar folgendermassen verfahren:

In einem irdenen Hafen, oder, bei grössern Mengen, in einem hölzernen Fasse löse man das saure schwefelsaure Natron in der zehnfachen Menge Wassers auf, setze in kleinen Portionen so lange mit Wasser zum Brei angeriebenen Aetzkalk hinzu, bis eine nach jedesmaligem anhaltendem Umrühren herausgenommene Probe das Lakmuspapier nicht mehr röthet. Das Eintragen des Kalks darf nicht zu schnell geschehen, denn er verbindet sich nicht auf einmal, sondern nach und nach mit der Säure, und was man zuviel, d. h. mehr als zur Abstumpfung der sauren Reaction nöthig ist, davon hinzugesetzt hat, verliert man am Glaubersalz. Nach geschehener Sättigung lasse man absetzen, dekantire die überstehende Flüssigkeit, bringe den weissen Satz auf einen Spitzbeutel, und wasche ihn, wenn die anhängende Lauge möglichst vollständig abgetropft ist, so lange mit heissem Wasser aus, bis das Ablaufende nicht mehr merklich salzig schmeckt. Sämmtliche Flüssigkeiten koche man in einem bleiernen oder auch blanken kupfernen Kessel so weit ein, bis eine Probe beim Erkalten Spuren von Krystallisation zeigt, filtrire hierauf noch heiss und überlasse das Filtrat einen oder mehrere Tage lang an einem kühlen Orte der Ruhe. Die nach dieser Zeit gebildeten Krystalle befreie man von der Mutterlauge, und verdunste diese abermals. Der erste, auch wohl der zweite Anschuss ist gewöhnlich ganz rein, die folgenden aber sind in der Regel gelblich gefärbt und müssen umkrystallisirt werden. Sämmtliches Salz setze man in mit Löschpapier ausgelegten Sieben der Luft aus, bis es trocken ist und bewahre es an einem kühlen Orte, am besten im Keller, auf.

Die braune Mutterlauge wird zur Trockne verdunstet, und der Rückstand als wasserfreies schwefelsaures Natron zu solchen Zwecken verwendet, wo eine geringe Färbung und Verunreinigung mit schwefelsaurem Kalk keinen Nachtheil bringt.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0596-3 DFG

Vorgang. Wenn saures schwefelsaures Natron mit Kalk gesättigt wird, so entsteht schwer löslicher schwefelsaurer Kalk, welcher als wasserhaltiges Salz $= CaO + SO_3 + 2HO$ grösstentheils niederfällt, während das neutrale schwefelsaure Natron nebst einer geringen Menge Gyps aufgelöst bleibt. Beim Verdampfen scheidet sich der letztere immer mehr aus und wird durch Filtriren getrennt. Man hat nicht zu befürchten, dass beim Herauskrystallisiren des Glaubersalzes auch Gyps mit niederfällt, denn derselbe löst sich im heissen Wasser in nicht grösserer Menge auf als im kalten.

Prüfung. Das neutrale schwefelsaure Natron krystallisirt in ansehnlichen, wasserhellen, schief rhombischen gestreiften Säulen, welche geruchlos sind und einen fade salzigen, kühlend bitterlichen Geschmack besitzen. An der Luft beschlagen sie, durch Verlust von Wasser, ziemlich schnell mit einem weissen lockern Pulver von wasserfreiem schwefelsaurem Natron, und zerfallen endlich ganz. In der Hitze schmelzen sie in ihrem Krystallwasser und hinterlassen nach Verlust des letztern eine trockne Masse, die im Glühen wiederum vollständig flüssig wird, ohne sich zu zersetzen. Bei gewöhnlicher Temperatur löst sich das Salz in 3 Theilen Wasser, bei einer Wärme von + 33° C. aber schon in weniger als seinem halben Gewichte; die Auflösung reagirt neutral. Weingeist greift es nicht an. Entsteht in der Lösung durch Ammoniak ein weisser Niederschlag, der in Salmiak löslich ist, so besteht er aus Magnesia; löst er sich nicht in Salmiak, wohl aber in Aetzkalilauge, so ist er Thonerde, und erfolgt in beiden Fällen keine vollständige Lösung, so sind beide Basen vorhanden. Bringt oxalsaures Ammoniak eine Trübung hervor, so rührt dieselbe von Kalk her. Entwickelt Kalilauge einen ammoniakalischen Geruch, so ist ein Ammoniaksalz (Ammoniakalaun) vorhanden. Salzsaure Salze werden durch salpetersaures Silber, Eisen durch Gerbesäure, Kupfer durch Kaliumeisencyanür oder einen blanken Eisenstab, auf welchen sich das Kupfer niederschlägt, nachgewiesen.

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0597-8 DFG

Natrium oxydatum sulphuricum acidum.

(Natrum bisulphuricum. Saures oder doppeltschwefelsaures Natron.)

Formel: $(NaO + SO_3) + (HO + SO_3) + 3\,HO$.

Bereitung. Wenn der Rückstand von der Destillation der Salzsäure aus Kochsalz oder der Salpetersäure aus Natronsalpeter als doppeltschwefelsaures Natron benutzt werden soll, so müssen jene Salze mit 2 M.-G. Schwefelsäure zersetzt worden seyn. Auch ist es, wie beim sauren schwefelsauren Kali, nothwendig, dass diese Rückstände, nach beendigter Destillation, in der Retorte bis zum Schmelzen erhitzt werden, um die letzten Spuren Salzsäure oder Salpetersäure auszutreiben. Das Salz muss in einem verschlossenen Glase aufbewahrt werden.

Durch directe Synthese erhält man das Salz, wenn man in einem bleiernen oder porcellanenen Geschirr 10 Theile krystallisirtes (oder $4^1/_2$ Theile wasserfreies) schwefelsaures Natron in 12 Theilen heissen Wassers auflöst, 3 Theile concentrirte Schwefelsäure hinzusetzt, und das Ganze unter beständigem Umrühren mit einem porcellanenen Spatel (zuletzt jedenfalls in Porcellan) zur Trockne bringt.

Bei der Darstellung dieses Salzes in Krystallen (welche, ausser dem Hydratwasser des zweiten M.-G. Schwefelsäure, noch 3 M.-G. Krystallwasser enthalten) tritt derselbe Umstand ein, wie bei der Krystallisation des doppeltschwefelsauren Kalis. Zuerst nemlich schiesst neutrales schwefelsaures Natron, und erst, wenn die Lauge bedeutend mehr als 2 M.-G. Säure enthält, zweifach schwefelsaures Natron an. Auch die Krystalle sind vor dem Zutritt der Luft sorgfältig zu verwahren.

Vorgang. Ueber die Bildung des doppeltschwefelsauren Natrons aus dem Kochsalz und salpetersaurem Natron enthalten die Artikel „Acidum muriaticum" und „Acidum nitricum" die nöthigen Aufschlüsse. — Kommt zu 1 M.-G. neutralem schwefelsaurem Natron noch 1 M.-G. Schwefelsäure, so entsteht zweifach schwefelsaures Natron; 2015 Theile des erstern im krystallisirten oder 890 Theile im wasserfreien Zustande nehmen also 613 Theile Schwefelsäurehydrat auf.

Prüfung. Das doppeltschwefelsaure Natron erscheint als weisses krystallinisches Pulver oder in vierseitigen langzugespitzten

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0598-4 DFG

Säulen, ist geruchlos und schmeckt sehr sauer. An der Luft zieht es Feuchtigkeit an und zerfliesst allmählig; hiebei zersetzt sich aber zu gleicher Zeit das Salz in neutrales und in freie Schwefelsäure, denn setzt man es, auf Druckpapier ausgebreitet, der Luft aus, so zieht sich eine sehr saure Flüssigkeit — freie Schwefelsäure und darin aufgelöstes neutrales Salz — in das Papier, und zuletzt bleibt auf demselben neutrales Salz liegen. Zu seiner Auflösung bedarf das Salz kaum 2 Theile kaltes und $^1/_2$ Th. heisses Wasser. Weingeist entzieht ihm das zweite M.-G. Säure und hinterlässt neutrales Salz. Etwaige Verunreinigungen werden, wie beim vorigen Präparate, ausgemittelt.

Oxyacanthinum.

(Oxyacanthin.)

Formel: ?

Bereitung. Die bei der Darstellung des Berberins (S. 243) erhaltene Mutterlauge verdünne man mit ihrer zwanzigfachen Menge Wassers, und setze so lange eine Auflösung von kohlensaurem Natron hinzu, bis keine Trübung mehr erfolgt. Den bräunlichen flockigen Niederschlag befreie man von der anhängenden braunen Lauge durch Absetzenlassen, Dekantiren, Wiederanrühren mit frischem Wasser u. s. w., bis dasselbe beinahe farblos abläuft, bringe ihn dann auf ein Seihetuch und trockne ihn in gelinder Wärme. Die erdfarbige Masse reibe man fein, schütte das Pulver in eine Flasche mit weiter Oeffnung, giesse so viel Schwefeläther darauf, dass derselbe einige Finger breit über dem Pulver steht, verschliesse die Flasche mit einem Kork oder einer Blase, digerire unter öfterm Umschütteln bei gewöhnlicher Temperatur einige Tage lang, colire, presse aus und behandle den Rückstand noch 1 — 2 mal mit neuen Mengen Aether. Sämmtliche Auszüge gebe man, nachdem sie nöthigenfalls durch ruhiges Stehen und Filtriren von eingemengten Pulvertheilchen gereinigt worden, in eine Retorte, ziehe bei gelindester Wärme den Aether so weit ab, dass etwa $^1/_7$—$^1/_5$ des Ganzen noch im Rückstande bleibt, nehme diesen mit Wasser, welches durch Salzsäure schwach angesäuert ist, auf, und verdunste die dadurch erhaltene gelbliche Solution in einer porcellanenen Schaale zur Krystallisation. So lange noch weisse

Universitäts- und Landesbibliothek Düsseldorf urn:nbn:de:hbz:061:2-10769-p0599-2 DFG