Zur Prüfung des Cocainchlorhydrats auf Reinheit.

Von
Dr. O. Antrick.

Die vielfache Anwendung des Cocains in Form seines salzsauren Salzes und die dadurch bedingte fabrikatorische Gewinnung des letzteren hat mich veranlasst, nach einer Methode zu suchen, welche es ermöglicht, in kurzer Zeit mit genügender Genauigkeit die Reinheit eines fraglichen Präparates zu bestimmen; denn die Ermittlung des Schmelzpunktes allein, sowie die von der Pharmacopoe-Commission des deutschen Apothekervereins geforderten Reactionen — Verhalten gegen concentrirte Schwefelsäure von 1,84 sp. G. und beim Verbrennen auf Platin — sind immerhin keine Kriterien der absoluten Reinheit, welche man von einem Präparat, welches innerlich und subcutan gegeben wird, verlangen muss. Da auch die organische Elementaranalyse nicht immer zu ganz scharfen Resultaten führt, abgesehen davon, dass mit ihrer Ausführung verhältnissmässig grosse Zeitverluste verknüpft sind, so habe ich versucht, das optische Verhalten des Cocains analytischen Zwecken nutzbar zu machen.

Das Cocain theilt mit vielen organischen Pflanzenstoffen die Eigenschaft, in seinen Lösungen die Ebene des polarisirten Lichtes nach links (—) abzulenken. Da aber die Grösse dieses Winkels von der Temperatur, Dichte der Lösung und Art des Lösungsmittels, sowie von der Menge der sog. activen Substanz abhängig ist, so war es nöthig, die Rotationswinkel von Lösungen des Cocainchlorhydrates von verschiedener Concentration zu bestimmen, um aus den erhaltenen Zahlen die Constanten einer Formel, in diesem Falle:

$$[\alpha]_D = A - B \cdot c$$

zu berechnen, worin $[\alpha]_D$ die bei der Temperatur 20° und für gelbes Natriumlicht ermittelte spezifische Drehung des salzsauren Cocains in verdünnter alkoholischer Lösung, c die Concentration, d. h. die Anzahl Gramme Cocainchlorhydrat in 100 cc der Lösung bedeuten.

Zur Ermittlung der Constanten A und B

diente mir in erster Linie ein von der Firma B. Jaffé & Darmstaedter, Charlottenburg unter dem Namen: Cocain. mur. solub. cryst. in den Handel kommendes Präparat, welches allen von der oben gen. Commission gestellten Anforderungen entsprach. Die Lösung desselben in concentrirter Schwefelsäure (1,84 sp. G.) war vollkommen farblos und beim Erhitzen verbrannte es ohne jeden Rückstand. Der Schmelzpunkt, der sich auch durch Umkrystallisiren nicht änderte, lag bei 181,5° und zwei Analysen ergaben folgendes Resultat:

	Gefunden:		Berechnet für:
	I.	II.	C ₁₇ H ₂₁ NO ₄ · HCl
Kohlenstoff	59,87	59,89	60,09
Wasserstoff	6,70	6,77	6,48
Chlor	10,33	—	10,46

Von dieser so nach allen Richtungen hin geprüften Substanz wurden verschiedene Lösungen in geachteten Kölbchen, welche ein inniges Mischen und eventuell die Bestimmung des specifischen Gewichtes gestatteten, unter Anwendung von verdünntem Alkohol von 0,9353 sp. G. bei 20°, den man leicht durch Mischen von 60 Gew.-Theil. absol. Alkohols und 90 Gew.-Theil. Wasser erhält, hergestellt und in einem Landolt'schen¹⁾ Polaristrobometer bei 20° polarisirt; aus den hierbei erhaltenen Ablenkungswinkeln wurde das Mittel genommen und die spezifische Drehung $[\alpha]_D$ berechnet, wobei sich für A der Werth: 67,904, für B der Werth: 0,15654 ergab. Da auch andere Präparate, z. B. das Cocain. hydrochloric. E. Merck, Cocain. hydrochl. cryst. E. Schering²⁾ und das Cocain hydrochlor. puriss. anhydric, Jaffé & Darmstaedter für diese Constanten Zahlen ergaben, welche sich den angeführten eng anschliessen, so habe ich das Mittel aller Bestimmungen genommen und hiernach erhält der Ausdruck $[\alpha]_D = A - B \cdot c$ folgende Form:

$$[\alpha]_D = 67,982 - 0,15827 \cdot c,$$

wobei $[\alpha]_D$ wegen der Linksdrehung negativ zu nehmen ist.

¹⁾ Z. Instr. 1883, 121.

²⁾ Bemerkenswerth ist, dass die Lösungen des Jaffé & Darmstaedter'schen Präparates selbst in einer Schicht von 2 cc fast nicht gefärbt waren, während die anderen untersuchten Präparate mehr oder weniger gelbe Lösungen bei der nämlichen Dicke der Schicht gaben.

Bezeichnet man mit α_D den bei 20° gemessenen Ablenkungswinkel, mit l die Länge der beobachteten Schicht (Röhrenlänge) in Decimetern, so ist

$$[\alpha]_D = \frac{\alpha_D \cdot 100}{c \cdot l};$$

$$\alpha_D = \frac{[\alpha]_D \cdot l \cdot c}{100}$$

und da in dem Ausdruck

$$[\alpha]_D = A - B \cdot c$$

die Constanten ermittelt sind, so sind alle Factoren zur Berechnung des Ablenkungswinkels für Lösungen von beliebiger Concentration gegeben; die beobachtete Ablenkung muss mit der berechneten nahezu übereinstimmen, wenn das untersuchte Präparat rein war; eine Abweichung von $\pm 0,028^\circ$ ist hierbei zulässig.

Es ist also hiermit ein Mittel gegeben, andere Präparate auf Reinheit zu untersuchen und man braucht zu dem Ende nur den Winkel zu messen, um den die Ebenen des polarisirten Lichtes durch eine Lösung des fraglichen Cocainsalzes in verdünntem Alkohol von dem oben angegebenen sp. G. abgelenkt wird — eine Arbeit, die bei einiger Übung sich in 20—30 Minuten ausführen lässt. Zweckmässig wird man sich eine Lösung herstellen, welche in 100 cc 10 oder 20 g des bei 100° getrockneten Cocainsalzes enthält. Eine solche Lösung muss im 2 dc-Rohr³⁾ bei 20° und unter Anwendung von Natriumlicht beobachtet als Mittel mehrerer Ablesungen einen Werth ergeben, welcher bei einer Concentration:

$c = 10$ zwischen $13,25^\circ$ und $13,31^\circ$ und

$c = 20$ - $25,90^\circ$ - $25,96^\circ$ liegt.

Ist dies der Fall, so ist das untersuchte Präparat zweifellos rein; im anderen Falle weichen die erhaltenen Zahlen bedeutend hiervon ab.

³⁾ Sind die Röhren nicht genau 2 dc lang, so lässt sich der für jede andere Länge l gefundene Winkel mittels einfacher Proportion auf den für 2 dc reduzieren.

Ein principieller Fehler in der Construction der heute üblichen Gasdruck-Regulatoren.

Von

D. Coglievina,
Ingenieur in Wien.

Bei der Vornahme von vielen gastech-nischen Untersuchungen erscheint es geboten, das betreffende Versuchsstück zunächst von dem in der Leitung jeweilig herrschenden Gasdrucke dahin unabhängig zu machen, dass die Wirkung desselben durch die jederzeit zu gewärtigenden Druckänderungen nicht beeinflusst werde. Zu dem Ende pflegt denn auch jede zweckdienlich eingerichtete Versuchsstelle mit einem entsprechend grossen Gasbehälter, dem sog. Cubicirapparate, versehen zu sein, dessen Inhalt nach Absper-rung der Zuleitung unter einem bestimmten Drucke steht, welcher mit Hilfe einer mit der Bewegung der Glocke selbstthätig sich ändernden Belastung constant erhalten werden kann. Nicht selten ist man jedoch ge-nöthigt, eines solchen Apparates entbehren zu müssen; dann bleibt nichts übrig, als sich mit einem möglichst wirksamen Druck-regulator zu behelfen. Solcher Vorrichtungen gibt es zwar bekanntlich nicht wenige, auch haben manche unter denselben namentlich in jüngster Zeit eine Reihe wesentlicher Ver-besserungen erfahren; trotzdem lässt sich wohl kaum die Thatsache verkennen, dass alle bisher diesbezüglich erdachten Con-structionen durchwegs an zwei Hauptmängeln leiden, nämlich: 1. an der unsicheren Regelbarkeit des Gaseinlasses, und 2. an der gleichzeitigen Abhängigkeit von den sowohl vor, wie auch hinter dem Regulator sich etwa ändernden Druckverhältnissen. Weit entfernt, nach dieser Richtung hin mit einer neuen Construction hervortreten zu wollen, sollen die nachstehenden kurzen Darlegungen ledig-lich das Ziel anstreben, darauf hinzuweisen, wie diesen beiden Mängeln leicht abgeholfen werden könnte.

Was für's Erste die Regelbarkeit des Gaseinlasses betrifft, so beruht dieselbe be-kanntlich vor Allem auf der grösseren oder geringeren Empfindlichkeit jenes Bestand-theiles des Reglers, welcher die Bestimmung hat, die Grösse des Querschnittes der frag-lichen Einlassöffnung durch Beeinflussung des betreffenden Ventilkörpers genau im Ver-hältnisse zu dem Gasdrucke zu ändern, also insbesondere von der Beweglichkeit des Ab-sperrecylinders bei dem einen, von jener der Ledermembrane bei dem andern der am