Trübende beim Stehen als grauweiße Masse absetzt; diese backt aber nicht am Glase an, sondern lässt sich selbst nach tage- oder wochenlangem Stehen noch völlig wieder aufschütteln. Enthält der Balsam Kolophonium beigemengt, so backt je nach dem Procentgehalte das in Petroleumäther Unlösliche erst nach längerem Stehen oder gar nicht am Glase an. Bei einem 10 % oder mehr betragenden Gehalte von Kolophonium sollen die Resultate dieser Methode stets durchaus sicher und unzweifelhaft sein; selbst nach tagelangem Stehen lässt der Absatz sich aufschütteln. Zur Prüfung der Methode hat Grote sich entsprechende Gemische aus reinem Angostura-, Carthagena-, Demerara- und Para-Balsam mit verschiedenen Mengen Kolophonium selbst dargestellt. Bei allen 4 Sorten waren die Resultate gleich sicher. Mit Kolophonium verfälschter Balsam ist in der Regel durch Zusatz von Gurjun-Oel*) wieder auf seine ursprüngliche Consistenz gebracht.

Nachweis von Mineralsäuren neben organischen Säuren. Mischt man nach A. Jorissen**) im trocknen Reagircylinder einen Tropfen des ätherischen Gurjun-Balsamöles (Dipterocarpus-Oeles) mit 25 Tropfen Eisessig, so erhält man eine farblose Mischung, die auch bei Zusatz von einem Tropfen reinen Essigs***) oder organischer Säure ungefärbt bleibt. Enthielt der zugefügte Essig jedoch nur 5 Tausendstel Schwefelsäure (oder andere Mineralsäure), so entsteht eine anfangs rosa, später violett werdende Färbung, welche durch Zusatz von 30 Tropfen Alkohol nicht verschwindet. Die Reaction kann einerseits zum Nachweis anorganischer Säuren neben organischen, andererseits zur Unterscheidung des ätherischen Gurjun-Balsam- und des Copaiva-Balsam-Oeles dienen, welches letztere dieselbe nicht gibt.

Zur Bestimmung des Gesamt-Alkaloidgehaltes der Chinarinden und Chinapräparate haben zwei Mitglieder der zur Bearbeitung einer neuen Deutschen Pharmakopöe zusammenberufenen Commission Methoden angegeben, welche hier ausführlich mitgeteilt werden, um bei der Wichtigkeit des Gegenstandes eine vielseitige kritische Behandlung zu ermöglichen.

*) Ueber Erkennung des ätherischen Gurjun-Balsam- resp. Dipterocarpus-Oeles vergleiche die Angaben des nächstfolgenden Artikels. W. L.

**) Note sur l'Essence de Diptérocarpe; Extrait du Journal de Pharmacie d'Anvers; vom Verfasser eingesandt.

***) und weiteren 4—6 Tropfen Eisessig zur Klärung des Gemisches.

Nach Flückiger*) kocht man 20 g fein gepulverte Chinarinde in einer Schale mit 80 g Wasser auf, lässt den Brei erkalten, rührt dazu eine aus 5 g Kalk und 50 g Wasser bereitete Milch und dampft im Wasserbade ein, bis das Gemenge in bröcklige, noch etwas feuchte, kleine Klümpchen verwandelt ist. Diese werden nun in dem Fig. 32 abgebildeten Extractionsapparate**) mit Aether ausgezogen, bis einige Tropfen des bei C abfließenden Aethers mit ungefähr gleich viel Kalium-

Fig. 32. quecksilberjodidlösung***) geschüttelt keine Trübung von gefälltem Alkaloid mehr zeigen. Jedenfalls muss der Aether nahezu einen Tag lang durch das Pulver getrieben werden. Zur erhaltenen ätherischen Lösung gebe man 36 cc Zehntel-Normal-Salzsäure, destillire den Aether ab und füge noch so viel Salzsäure bei, als nöthigenfalls erforderlich ist, um die Flüssigkeit anzusäuern. Nachdem dieselbe von den grünlichen, schmierigen Flocken abfiltrirt und abgekühlt ist, mischt man 40 cc Zehntel-Normal-Natron bei und wartet die Klärung der über dem Niederschlage stehenden Flüssigkeit ab. Dieselbe muss nun noch nach und nach so lange mit Aetznatronlauge von 1,3 specifischem Gewicht versetzt werden, als dadurch Alkaloid gefällt wird. Der Niederschlag wird mit möglichst wenig kaltem Wasser so lange ausgewaschen, bis die ablaufenden Tropfen, an die Oberfläche einer kalt gesättigten, neutralen, wässrigen Chininsulfatlösung gleitend, keine Trübung mehr hervorrufen. Das Filter wird gelinde zwischen Löschpapier gepresst, an der Luft getrocknet, und der Inhalt, welcher sich dann leicht vom Papier abnehmen lässt, auf einem Uhrglase zuerst über Schwefelsäure und

schliesslich im Wasserbade völlig ausgetrocknet. Hierbei sintert er nicht zusammen. Das Gewicht desselben entspricht der Gesamtmenge der vorhandenen Alkaloide. Zur qualitativen Probe, ob Chinin darin enthalten ist, kocht man ein wenig des Gemenges mit dem dreihundert-

*) Pharm. Ztg. 26, 245.

**) Das Rohr ist bei A 2,5 cm weit und von A bis B 16 cm lang. Bei B wird ein Messingsiebchen eingelegt, auf welchem ein Scheibchen Filtrirpapier durch einen Baumwollpfropf festgehalten wird. Das Rindenpulver klopft man ziemlich dicht auf den letzteren und bedeckt es bei A wieder in gleicher Weise wie bei B mit Baumwolle. Die Handhabung dürfte ohne Weiteres verständlich sein.

***) 332 mg Jodkalium 454 mg rothes Quecksilberjodid in 100 g Wasser.

fachen Gewichte Wasser eine Stunde lang und filtrirt. Beim Erkalten krystallisirt aus der Flüssigkeit etwas Chininhydrat. 5 Theile der davon abgegossenen Lösung mit einem Theile Chlorwasser versetzt nehmen eine schön grüne Farbe an, wenn man sofort Ammoniak zutröpfelt.

Statt des Aethers, welcher am besten befähigt ist, ziemlich dicht eingestopft Rindenpulver noch zu durchdringen, kann man auch Chloroform, Weingeist oder niedrig siedendes Petroleum verwenden.

Will man die Methode zur Prüfung der China-Extracte verwerthen, so empfiehlt es sich, die Menge des Kalkes je nach der Consistenz des Extractes beträchtlich zu erhöhen, so dass eine genügende Zertheilung desselben bewirkt wird. *)

C. Schacht **) mischt 5 g fein gepulverte Chinarinde mit 2,5 g frisch gelöschtem Kalk in einer Porzellanschale innig durch, rührt mit 30 g destillirten Wassers zum dünnen Brei an und dampft auf dem Wasserbade zur Trockne ein. Die erhaltene Masse wird in der Porzellanschale zerrieben und in einem Extractionsapparate ***) mit Weingeist erschöpft. Der spirituöse Auszug wird mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert und durch Erwärmen auf dem Wasserbade von Spiritus befreit. Den Rückstand reibt man mit etwas Wasser gut an und wäscht auf dem Filter mit Wasser so lange aus, bis ein ablaufender Tropfen mit Natronlauge sich nicht mehr trübt. Das Filtrat wird mit Natronlauge im deutlichen Ueberschuss versetzt, der Niederschlag auf einem bei 115° C. getrockneten gewogenen Filter gesammelt und mit wenig Wasser zur Entfernung der anhängenden Natronlauge ausgewaschen. Das zunächst zwischen Fliesspapier lufttrocken gemachte Filter wird mit Inhalt im Trockenschränkchen, anfangs bei 105° dann bei 115° C., bis zum constanten Gewicht getrocknet. Die so erhaltenen Gesamtalkaloide sollen sich in Säuren klar lösen.

Von Extractum chinae aquos. fällt Schacht die aus 5 g Extract bereitete, trübe, wässrige Lösung kalt mit verdünnter Natronlauge aus,

*) Flückiger empfiehlt diese Methode auch zur Prüfung der Ipecacuanha; bei einer Probe erhielt er auf die angegebene Weise 1,03 % sehr schönes Emetin.

**) Pharm. Ztg. 26, 260.

***) Hierzu benutzt Schacht den oberen Theil des Gerber'schen Extractionsapparates (diese Zeitschrift 16, 252), welcher nach unten mit einem circa 200 cc fassenden Kolben, nach oben mit einem Rückflusskühler verbunden ist. In den Kolben bringt man 100 g Spiritus von 0,830 spec. Gew. und extrahirt auf dem Wasserbade circa 4 Stunden lang. Diesen Apparat zieht Schacht dem von Flückiger benutzten Darmstädter Extractionsapparate vor.

löst den auf einem Filter gesammelten Niederschlag in Spiritus von 0,830 spec. Gew., versetzt diese Lösung in einer Porzellanschale mit etwas frisch gelöschtem Kalk bis zur alkalischen Reaction, dampft zur Trockne, extrahirt mit Spiritus u. s. w. wie oben. Das Extractum chinæ spirituosa wird direct mit Kalk behandelt. Bei Tinctura Chinæ*) werden 50 g in einer Porzellanschale mit 3 g frisch gelöschtem Kalk versetzt, zur Trockne gedunstet, extrahirt etc. wie oben vorgeschrieben ist.

Zum Beweise, wie verschieden die Resultate ausfallen, je nachdem man den Chinakalk mit Aether oder Spiritus extrahirt führt Schacht an, dass Flückiger aus einem von Schacht dargestellten Extracte mit Aether nur 0,4 % Alkaloide erhielt, während Schacht selbst mit Spiritus aus demselben durchschnittlich 11,4 % Alkaloide gewann. Die letzteren lösten sich fast vollständig in verdünnten Säuren auf.

Auf einen Bericht von Albert B. Prescott**) über die von der amerikanischen Pharmakopöe zu recipirende Untersuchungsmethode für Chinarinden und über Prüfungen der Chinaalkaloide kann hier nur aufmerksam gemacht werden, da derselbe eine wesentliche Kürzung nicht wohl erfahren darf.

Dasselbe gilt bezüglich der Veröffentlichung von A. Wynter Blyth***) über Bestimmung des Chinins in Chininwein, Tincturen etc.

2. Auf Physiologie und Pathologie bezügliche Methoden.

Von

F. Hofmeister.

Bestimmung der Magnesia im Harn durch Titriren. Die von Neubauer†) gegebene Vorschrift, die Magnesia des Harns als phosphorsaure Ammonmagnesia in essigsaurer Lösung mit Uranoxyd zu titriren, setzt die vorherige Entfernung des Kalkes durch oxalsaures Ammon voraus. Bei dem von Stolba††) empfohlenen Verfahren, die phosphorsaure Ammonmagnesia mit Hülfe von Cochenilletinctur†††) acidimetrisch

*) 1 Theil Chinarinde, 6 Theile Spiritus dilutus.

**) New. Remedies 9, 72 u. f.

***) The Analyst 6, 162.

†) Anleitung z. Analyse d. Harns 7. Aufl. p. 239.

††) Diese Zeitschrift 16, 100.

†††) Bezüglich der Bereitung derselben vergl. Luckow, diese Zeitschrift 1, 386.