Theile (250 cc) des Filtrates bestimmt man die Menge des durch das schwefelsaure Eisenoxydul zurückgebildeten Ferrocyan — dessen Begleiter im rohen Salze durch die Oxydation in nicht reducirbare Verbindungen übergeführt werden — durch Titriren mit der hierzu bestimmten Kaliumpermanganatlösung, nachdem man mit Schwefelsäure angesäuert hat.

Von Mutterlaugen, welche 15 % oder weniger Ferrocyankalium enthalten, lässt man 10 cc zu 70 cc 95 procentigem Alkohol fließen, welchem vorher ein wenig Essigsäure zugefügt ist. Das gefällte Ferrocyankalium wird mit 90 procentigem Alkohol bis zur neutralen Reaction ausgewaschen, auf dem Filter bei 100° C. getrocknet, in Wasser gelöst und mit Kaliumpermanganatlösung titirt.

Bestimmung der Chinaalkaloide. Prollius*) schüttelt zur Bestimmung der Gesamtalkaloide 5 g gepulverte Chinarinde mit einer Mischung von 38,0 Theilen Weingeist, 10,0 Theilen Chloroform und 2,0 Theilen Salmiakgeist in einer verschlossenen Flasche durch, giesst nach einigen Stunden die Flüssigkeit so weit als möglich klar ab und vermischt sie mit 5,0 Theilen fein verriebenem Kalkhydrat. Letzteres entfärbt die weinrothe Lösung sofort, während die Alkaloide in Lösung bleiben. Die Lösung filtrirt man, wägt und verdunstet sie, wonach das Chinin firnissartig, die übrigen Alkaloide krystallinisch zurückbleiben, wenn die Verdunstung allmählich erfolgte. Aus dem Gewichte der Lösung lässt sich berechnen dem wievielsten Theile der zur Extraction verwendeten Flüssigkeitsmenge, beziehungsweise der in Untersuchung genommenen 5,0 g Chinarinde, dieselbe entspricht und aus dem des Abdampfungsrückstandes der Procentgehalt der Rinde an Alkaloiden.

Zur Bestimmung des Chinins und der in Aether löslichen Nebenalkaloide empfiehlt Prollius eine Mischung aus 88,0 Theilen Aether, 4,0 Theilen Salmiakgeist und 8,0 Theilen Weingeist. 3 g gepulverte Chinarinde werden mit 30 g dieser Mischung unter öfterem Durchschütteln einige Stunden lang macerirt. Nach dem Absetzenlassen des Pulvers giesst man 20 g der Lösung ohne Filtration klar ab und schüttelt dieselben mit 5—6 Tropfen oder so viel verdünnter Schwefelsäure durch, dass diese etwas vorwaltet. Die Alkaloide lagern sich als saure, dickflüssige, wässrige Lösung in der Ruhe am Boden des Glases ab. Man giesst den Aether ab und entzieht ihm durch wiederholtes Ausschütteln,

*) Arch. d. Pharm. 219, 85.

zuerst mit 2 g dann mit 1 g Wasser, den letzten Rest der Alkaloide. Die vereinigten Lösungen der letzteren werden zur Verjagung des Weingeistes erwärmt und im tarirten Schälchen warm mit Ammoniak gefällt. Der Niederschlag lagert sich in diesem Falle harzig ab und kann leicht gewaschen und getrocknet werden.

Nach H. Kissel*) eignet sich das letztangegebene Verfahren (Aetherextraction) ausgezeichnet zur schnellen und genauen Bestimmung der Chinaalkaloide, doch erhält man mittelst desselben nicht allein Chinin (und Nebenalkaloide) sondern den Gesamtalkaloidgehalt der Rinden. H. Kissel macerirt die Rinde mit dem Lösungsgemisch 2 Stunden lang, verdunstet einen aliquoten, klaren Theil der Lösung, nimmt den Rückstand mit etwas überschüssiger verdünnter Schwefelsäure und heissem Wasser auf, filtrirt von ungelöstem Wachs und Chinasäure ab, fällt nach vollständigem Erkalten mit Natronlauge, sammelt die abgeschiedenen Gesamtalkaloide auf tarirtem Filter, trocknet bei 115° C. und wiegt. Auch J. E. De Vrij**) erkennt die Vorzüge des Prollius'schen Aetherextractionsverfahrens an, modificirt dasselbe jedoch so, dass er 10 g feinstes Chinarindenpulver mit 200 g vorgeschriebenen Lösungsgemisches***) unter öfterem Umschütteln macerirt, eine zu wiegende Menge der klaren Flüssigkeit abgiesst, im Wasserbade den Aether abdestillirt und den Rückstand unter Nachspülen mit etwas Alkohol in ein tarirtes Schälchen mit Glasstäbchen bringt. Durch Trocknen im Wasserbade erhält man die rohen Alkaloide. Diese werden behufs Reinigung in verdünnter Salzsäure gelöst, filtrirt und das Filter so lange ausgewaschen, bis das Filtrat durch Natronlauge nicht mehr getrübt wird. Das Filtrat wird mit Natronlauge und Chloroform in einem mit Stopfen und Hahn versehenen Scheidetrichter geschüttelt. Nach 12 Stunden sondert man die Chloroformschicht, welche alle Alkaloide enthält, ab, verdunstet (destillirt) das Chloroform, löst den Rückstand in Alkohol, verdunstet im tarirten Schälchen, trocknet, wiegt die reinen Alkaloide und berechnet deren Menge vom Theil auf's Ganze. Schliesslich würde man nach J. Biel's†) Ver-

*) Pharm. Centralhalle **22**, 556; Arch. d. Pharm. **220**, 120.

) Schweiz. Wochenschr. f. Pharm. **20, 77 durch Chemiker-Zeitung **6**, 268.

***) De Vrij verwendet 92—95 procentigen Alkohol; der officinelle Weingeist, welchen Prollius jedenfalls im Auge gehabt hat, besitzt 90—91 Volumprocent.

†) Pharm. Zeitschr. für Russland **21**, 250; vom Verfasser eingesandt.

suchen am besten 20 g Rindenpulver mit 200 g des Prollius'schen Aetherextractions-gemisches in einer gut verschlossenen Flasche vier Stunden lang maceriren, schnell durch ein mit einer Glasscheibe bedecktes Faltenfilter filtriren und die Lösung, wenn roth gefärbt, durch 20 g fein gepulvertes Kalkhydrat entfärben. 100 g der filtrirten Lösung werden im Becherglase im Wasserbade zur Trockne verdunstet, der Rückstand mit einigen Tropfen Schwefelsäure und heissem Wasser aufgelöst, erkalten gelassen, filtrirt und das Filter genügend ausgewaschen. Das gesammte Filtrat (circa 40 cc) wird in einem engen Stöpselglase mit Ammoniak übersättigt und viermal mit je 20 cc Chloroform gründlich durchgeschüttelt. Das Chloroform wird mittelst Scheidetrichters von der wässrigen Lösung getrennt, im Becherglase verdunstet, der Rückstand bei 110° C. getrocknet und gewogen. Für genaue Bestimmungen sollen die Alkaloide nochmals in verdünnter Essigsäure gelöst, durch eingewogenes Filter filtrirt und das ausgeschiedene, bei 110° C. getrocknete Harz in Abzug gebracht werden. Das von Prollius erst angegebene Verfahren (Chloroformextraction) liefert die Alkaloide nach Biel in sehr unreinem Zustande; extrahirt auch nicht den Gesamtgehalt derselben. Es wurden mittelst desselben nur 80 % Rohalkaloide, bezw. 73 und 70 % der nach dem Moens'schen von Hielbig verbesserten Verfahren *) bestimmten Alkaloidmenge an gereinigten Alkaloiden erhalten.

Bei einem Versuche mit Königschinarinde wurden in meinem Laboratorium erhalten:

a) nach Hager (Pikrinsäurefällung) . . 3,44 %

b) nach Prollius **) (Rohalkaloide) . . 4,65 %,

nach Reinigung der letzteren durch Auflösen in Essigsäure und Bestimmung des Ungelösten blieben für Reinalkaloide 2,99 %. Die Rinde war seitens der liefernden Firma mit einem Gehalt von 3,5 % declarirt.

W. L.

Die Bestimmung von Gummi im Succus Liquiritiae führt Madsen ***) aus, indem er 10 g Succus Liquiritiae mit 300 cc destillirtem Wasser extrahirt, filtrirt, auf 100 cc abdampft, mit Alkohol von 0,83 spec. Gew. vollständig ausfällt und mit Alkohol wäscht bis die letzten Spuren Zucker entfernt sind. Alsdann wird der Niederschlag auf dem Filter

*) Vergl. diese Zeitschrift 23, 144.

**) Chloroformextraction

***) Pharm. Centralhalle 22, 480.