ferte keine Krystalle; mit absolutem Alkohol behandelt, blieb 0,248 Grm. Rückstand, Dextrin und palicursaurer Kalk. Die alkoholische Flüssigkeit wiederholt mit Aether behandelt, ergab 0,703 Grm. Rückstand, welcher nur aus Gerbsäure und Spuren von Weinsteinsäure bestand. Die ätherische Flüssigkeit verdunstet, ergab keine Krystallisation, sondern 1,200 Grm. eines bräunlichen, sehr unangenehm schmeckenden Extracts, woraus aber durch Sublimation 0,891 Grm. Palicursäure erhalten wurden. Das durch dreibasisches Bleiacetat hervorgebrachte Präcipitat ergab 3,800 Grm. Chlorkalium und noch 0,010 Grammen durch Sublimation erhaltene Palicursäure.

Ich halte die Analyse noch für sehr unvollständig; es müssten wenigstens 100 Kilogrm. des frischen Krautes in Arbeit genommen werden, um etwas befriedigende Resultate in Betreff der flüchtigen Producte zu erhalten. Doch ist die Erlangung dieser Quantität sehr schwierig und kann auch nicht aus der Ferne transportirt werden, da es mir Versuche gezeigt haben, dass die Resultate ganz verschieden sind, ich muss daher auf einen günstigen Zeitpunkt warten, ob der Wunsch realisirt werden kann. Besser wird es mir noch gelingen, die Säure in grösseren Quantitäten darzustellen, um ihr durch die Elementaranalyse den richtigen Platz anzuweisen.

Ueber die Darstellung des Hyoscyamins;

von

Prof. Dr. H. Ludwig

in Jena.

Nach der umständlichen Methode von P. L. Geiger (*siehe dessen Handbuch der Pharmacie, I. Bd. 5. Aufl. neu bearb. v. D. J. Liebig 1843, S. 1203*) erhält man, wie Geiger selbst gesteht, öfter nur höchst unbedeutende Ausbeute an Hyoscyamin. Da bei diesem Verfahren das Alkaloid wiederholt und längere Zeit mit Schwefelsäure, Aetzkalk, kohlen saurem Kali, Blutlaugenkohle etc. behan-

delt wird, so leidet es keinen Zweifel, dass dabei ein grosser Theil desselben in Folge dieser Behandlung umgewandelt wird und zum wenigsten seine Krystallisirbarkeit verliert. Ich habe nun durch einen meiner Herren Institutsmitglieder, Stud. pharmac. Friedrich Kemper aus Osnabrück, Versuche anstellen lassen, um nach einer weniger umständlichen Methode Hyoscyamin zu gewinnen. Zunächst aus dem Bilsenkraute, dann aus dem Bilsensamen.

2 Pfd. trocknes Bilsenkraut wurden mit Weingeist von 85 Vol.-Proc. ausgezogen, von dem klaren sauer reagirenden Auszuge der Weingeist zu $\frac{2}{3}$ abdestillirt, der Rückstand mit Wasser vermischte im Wasserbade bis zur Entfernung des Weingeistes erhitzt, darauf erkalten gelassen und durch ein mit Wasser benetztes Filter filtrirt. In dem klaren Filtrate (welches wenige Unzen betrug) wurden 10 Grm. Aetzkali, vorher in wenig Wasser gemischt, gegeben, wonach sich alsbald ein starker methyaminähnlicher Geruch an dem Gemisch bemerklich machte. Dasselbe wurde mit 60 Grm. Chloroform tüchtig durchgeschüttelt, dieses mittelst des Scheidetrichters entfernt und das Gemisch noch einmal mit 60 Grm. Chloroform ebenso behandelt. Das Chloroform von beiden Auszügen wurde bis auf eine Kleinigkeit im Wasserbade abdestillirt und der Rückstand aus der Retorte in eine Porcellanschale gegeben. Da derselbe keine Krystalle lieferte, wurde er mit etwas Salzsäure aufgenommen und der ungelöst bleibende ölig-harzige Rückstand nochmals mit etwas Salzsäure ausgezogen. Das Filtrat wurde mit überschüssigem Aetzkali und Chloroform behandelt, um das reine Alkaloid in letzterem aufzunehmen. Das getrennte alkaloidhaltige Chloroform wurde mit verdünnter Salzsäure geschüttelt, um demselben das Alkaloid zu entziehen und die vom Chloroform geschiedene salzsaure Lösung im Wasserbade concentrirt. Der erhaltene syrupartige Rückstand schied keine Krystalle aus. Mit Wasser aufgenommen gab derselbe Fällungen mit Platin-

chlorid (flockigen Niederschlag), Goldchlorid (starken zähen Niederschlag) und Jodwasser (nach längerem Stehen dunkle Fällung).

Dieser Syrup wurde abermals mit Kalilauge und Chloroform geschüttelt; das getrennte alkaloidhaltige Chloroform hinterliess beim Verdunsten einen zähen Rückstand, der ungemein brennend und hintennach bitter schmeckte. Dieser wurde mit Aether extrahirt, worin er sich nur theilweise löste; das darin Unlösliche wurde in Chloroform aufgenommen. Beide Lösungen wurden getrennt von einander bei Handwärme verdunstet.

Der Rückstand der Aetherlösung bildete hellbraune Tröpfchen von stechendem und bitterem Geschmack und nicotinartigem Geruch. Die wässrige Lösung bläute geröthetes Lackmuspapier und gab mit CluCl_3 , HyCl , Gerbsäure, Pikrinsalpetersäure und Jodwasser starke Niederschläge.

Der Rückstand der Chloroformlösung hatte keinen Geruch, schmeckte viel bitterer als das vorige Alkaloid, gab aber ähnliche Fällungen wie diese.

Weitere Versuche anzustellen verhinderte die geringe Menge des erhaltenen Alkaloids.

Die von der Gewinnung der genannten Alkaloide herrührende alkalische Flüssigkeit, welche mit Chloroform ausgeschüttelt worden war, wurde abdestillirt, das Destillat mit Salzsäure angesäuert und im Wasserbade eingedampft. Es hinterblieb ein nach Methylamin riechender Salzzückstand. Dieser wurde mit absolutem Alkohol ausgezogen und aus der durch das Eindampfen des Auszuges erhaltenen rückständigen Flüssigkeit durch Platinchlorid die darin enthaltenen flüchtigen Basen gefällt. Der gut getrocknete gelbe Niederschlag wog 0,257 Grammen und hinterliess 0,109 Grm. metallisches Platin beim Glühen = 42,41 Proc. Platin. Das salzsaure Methylaminplatinchlorid $\text{C}^2\text{H}_3, \text{H}^2\text{N}, \text{HCl} + \text{PtCl}_2$ verlangt 41,7 Proc. Platin, (während Platinsalmiak $\text{H}^4\text{NCl}, \text{PtCl}_2$ 44,3 Proc. Pt liefert).

Da das Bilsenkraut kein krystallisirendes Hyoscyamin gegeben hatte, so wurde ein Versuch mit Bilsensamen angestellt.

2 Pfund *Sem. Hyoscyami* wurden mit 85proc. Weingeist ausgezogen und von dem Auszuge etwa $\frac{3}{4}$ des Weingeistes abdestillirt. Der sauer reagirende Retorteninhalt, welcher sich in zwei Schichten getheilt hatte, wurde dann in einem Glase 4mal nach einander mit destillirtem Wasser längere Zeit geschüttelt und jedesmal die in der Ruhe sich trennende wässerige Schicht von der ölig-harzigen Schicht getrennt. Die wässerigen Auszüge wurden auf etwa 4 Unzen eingedampft, durch ein mit Wasser benetztes Filter filtrirt, das Filtrat mit concentrirter Kalilauge (aus 10 Grm. Aetzkali bereitet) vermischt und 3mal nach einander mit Chloroform tüchtig ausgeschüttelt. Nach dem Trennen wurde das alkaloidhaltige Chloroform im Wasserbade bis auf einen kleinen Rückstand abdestillirt, welcher dann in ein Porcellanschälchen gegossen und bei der Wärme der Hand völlig verdunstet wurde. Es blieb ein nur schwach gelbgefärbtes, stark nach Taback riechendes Alkaloid zurück, an Gewicht 0,7 Grm. betragend. Eine wässerige Lösung desselben gab mit Gerbsäure einen starken, flockigen Niederschlag, mit Goldchlorid eine gelblich-weiße Fällung, mit Jodwasser eine kermesrothe und mit Quecksilbersublimat einen weissen Niederschlag. Durch Platinchlorid trat keine Veränderung ein. Das Alkaloid hatte einen sehr scharfen und bitteren Geschmack. Es wurde in salzsäurehaltigem Wasser gelöst und nach dem Verdampfen zur Consistenz eines Syrups dieser der Ruhe überlassen; dabei konnte keine Krystallisation bemerkt werden. Eine Probe des salzsauren Salzes zu molybdänsaurem Ammoniak, welches zwar mit etwas HCl angesäuert war, gegeben, erzeugte einen dicken weissen Niederschlag. Auch durch Aetzkalilauge wurde die concentrirte salzsaure Lösung des Alkaloids gefällt.

Die noch übrige Lösung wurde mit concentrirter

Aetzkalilauge versetzt und dann mehrere Male nach einander mit neuem Chloroform ausgeschüttelt. Das Chloroform hinterliess beim Verdunsten das Alkaloid, welches jedoch immer noch keine Krystalle geben wollte, sondern als zähe, wachsartige (beinahe farblose Masse) hinterblieb.

Eine Probe derselben zeigte sich unzersetzt destillirbar und das Destillat zeigte dieselben Reactionen wie vorher. Das Alkaloid wurde jetzt in Benzol gelöst und die Lösung unter einer Glasglocke der langsamen Verdunstung überlassen. Schon nach 12 Stunden hatten sich schöne weisse Krystallnadeln von Hyoscyamin gebildet, deren Lösung alle von Geiger angegebenen chemischen Reactionen dieser Basis zeigte. Auch die stark pupillenerweiternden Eigenschaften konnten an diesem Hyoscyamin beobachtet werden und hatte Herr Professor Czermack hier die Güte, dieselben zu constatiren.

Aus dem Bilsensamen wurde neben dem Hyoscyamin auch eine beträchtliche Menge fetten Oeles und eines guttigelben stickstoffhaltigen Farbharzes gewonnen. Letzteres wurde mechanisch vom fetten Oele getrennt und mit wässriger Salzsäure ausgezogen, welche keine Basis daraus aufnahm. Nach gutem Auswaschen mit Wasser bis zur Entfernung aller HCl wurde das Harz in Weingeist gelöst. Nach eintägigem Stehen an einem warmen Orte hatte sich ein Theil dieses Harzes wieder abgeschieden. Der Rest wurde durch Abdunsten der Mutterlauge erhalten. Dieses Harz bildet zerrieben ein chromgelbes Pulver, das sich in Alkalien zu feurig gelbrother Flüssigkeit löst. Seine alkoholische Lösung reagirt sauer und giebt mit weingeistigen Lösungen von Bleizucker, essigsauerm Kupferoxyd, Silbersalpeter und Sublimat Fällungen. Keine Niederschläge mit PtCl_2 und Gerbsäure. Mit HO , SO^3 angerieben, änderte das Harz seine Farbe nicht; auf Zusatz von NO^5 zum schwefelsauren Gemisch trat starkes Schäumen und rothbraune Färbung ein. In Aether löst sich dieses Farbharz völlig auf. Eine Stickstoffbestimmung durch Glühen von 0,5 Grm.

gelbem Hyoscyamusharz mit Natronkalk gab 0,273 Grm. Platinsalmiak (= 3,42 Proc. Stickstoff) und daraus 0,123 Grammen Platin (= 3,48 Proc. Stickstoff).

Das basische gelbe Berberin hat 4,18 Proc. Stickstoff. Ausser der Farbe hat letzteres nichts als diesen geringen Stickstoffgehalt mit unserem gelben Hyoscyamusharz gemein. Diese Versuche wurden im Wintersemester 18⁶⁵/₆₆ angestellt.

Director Fr. Lampe's Kräuter-Elixir.

Dieses angeblich erprobte und anerkannt sichere Mittel gegen Krampfstände jeder Art, insbesondere Magenbeschwerden, Indigestion, Magenkrampf, Cholera-Anfälle, Diarrhöe, Koliken, Brechruhr, Schwindel, Blähungen, Vapeurs, Kopfschmerzen, Asthma, Rheumatismus, Epilepsie u. s. w. dürfte eine Art von *Boonecamp of Maag-bitter* und nach folgender Vorschrift anzufertigen sein. (Inhalt der Flasche circa 15 Unzen, Preis 20 Sgr.)

Rec. Fruct. Aurant. immaturi conc. $\mathfrak{z}\beta$
Rad. Calami conc. $\mathfrak{z}j$ gr. xv
Rad. Gentianae rubr. conc.
Cort. Cascarillae conc. ana $\mathfrak{z}j$
Rad. Curcumae conc. $\mathfrak{z}\beta$
Rad. Rhei conc. gr. xv
Sacch. tost. $\mathfrak{z}\beta$ vel q. s.
Spir. Vini rectificatissimi $\mathfrak{z}jj\beta$
Aquae fontis $\mathfrak{z}v\beta$.

Digere per tres dies in vase clauso, saepe agitando, tum exprime et filtra. Sit coloris subflavo fusc, pond. specif. 0,750—0,800.

H. Ihlo.