Fügt man nämlich zu einer weingeistigen Solaninlösung braunes Jodwasser, so tritt anfangs Entfärbung des Jodwassers ein, bei grösserem Zusatz aber färbt sich die Flüssigkeit intensiv rothbraun, bleibt dabei aber vollkommen klar, es bildet sich kein Niederschlag. Anders verhält sich eine weingeistige Solanidinlösung. Fügt man zu letzterer braunes Jodwasser, so findet anfangs ebenfalls Entfärbung statt, bei grösserem Zusatz aber bildet sich ein gelbbrauner flockiger Niederschlag, während die Flüssigkeit nach Absetzenlassen des Niederschlags ganz farblos erscheint.

Die Verbindung des Solanins mit dem Jod ist so- nach leicht löslich, während die mit dem Solanidin schwer oder unlöslich in Wasser ist.

Geisa, den 10. März 1863.

Ueber die Prüfung des Opiums, der Königschina und der Jalapenknollen auf ihren Gehalt an wirksamen Bestandtheilen;

von

Dr. J. E. Schacht.

Die neue Preussische Pharmakopöe verlangt, dass das in den Apotheken vorrätliche gepulverte Opium mindestens 10 Proc. Morphin, dass die Königschinarinde $3\frac{1}{2}$ Proc. Chinabasen und die gepulverten Jalapenknollen mindestens 10 Proc. Harz enthalten sollen. Ihrem Grundsatz getreu, dass eine Pharmakopöe ein Gesetzbuch und kein Lehrbuch sein dürfe, hat sie nur die Forderung gestellt, aber nicht angegeben, wie der verlangte Gehalt nachgewiesen werden kann. Nachdem ich mich vielfach mit der Prüfung jener Drogen beschäftigt habe, erlaube ich mir die hierbei gemachten Erfahrungen meinen Collegen mitzutheilen.

1. Prüfung des Opiums.

Die Preussische Pharmacopöe gestattet nur die Anwendung des Smyrna-Opiums; meine Versuche konnten sich daher auf diese Handelssorte beschränken.

Das Opium soll nur in Pulverform zur Bereitung der officinellen Opiumpräparate verwendet werden, eine Verordnung, welche durch die so sehr verschiedene Consistenz des im Handel vorkommenden Opiums gerechtfertigt ist. Allerdings ist auch das in den Apotheken vorrätliche Opiumpulver nicht von gleichem Feuchtigkeitsgehalt; im Mittel von mehreren Versuchen verlor das Pulver durch Trocknen bei 100° C. $2\frac{1}{2}$ — $3\frac{1}{2}$ Proc. Aus diesem Grunde ist auch nur ein Gehalt von 10 Proc. an Morphinum gefordert worden, obgleich mehrere Proben bis 13 Proc. enthielten.

Nachdem ich sämtliche mir bekannt gewordenen Prüfungsmethoden des Opiums, zuletzt die von Guibourt (*Journ. de Pharm. et de Chim. Jan. 1862*) empfohlene und die ganz unbrauchbare von Righini (*L'union médicale de la Gironde*), versucht habe, muss ich folgende für die beste erklären.

Wer in dergleichen Untersuchungen geübt ist, mag 5 Grm. Opiumpulver in Arbeit nehmen; dem minder Geübten rathe ich bis zu 10 Grm. anzuwenden. Das Opiumpulver wird mit destillirtem Wasser zu einem sehr dünnen Brei angerührt; man lässt 24 Stunden stehen, filtrirt die klare Flüssigkeit durch ein bei 100° C. getrocknetes Filtrum ab, rührt den Rückstand noch einmal mit Wasser an, lässt wiederum 24 Stunden stehen und wäscht dann das Opium auf dem Filtrum so weit aus, bis die ablaufende Flüssigkeit fast farb- und geschmacklos ist. Der Rückstand auf dem Filtrum darf, bei 100° C. getrocknet, nicht mehr als 40 Proc. des Opiumpulvers betragen, widrigen Falles das Opium zu viel im Wasser Unlösliches enthielt. In 12 Versuchen

hinterblieben 32 — 39 $\frac{1}{2}$ Proc. Die Bayerische Pharmakopöe verlangt, dass das Opium nicht über 50 Proc. in Wasser unlösliche Bestandtheile enthalte und dabei von Pillenconsistenz sei. Da es eine sehr schwierige Aufgabe für den Apotheker ist, das Opium stets von gleicher Consistenz vorrätig zu halten, scheint es mir geeigneter, die Auflöslichkeit des Opiumpulvers in Wasser als einen Anhalt für die Güte des Opiums zu nehmen.

Den wässerigen Auszug lässt man auf dem Wasserbade so weit verdampfen, dass das Fünffache des angewendeten Opiumpulvers zurückbleibt; man lässt erkalten, filtrirt und behandelt das Filtrat mit durch Chlorwasserstoffsäure gereinigter noch feuchter Thierkohle, bis die klare, früher dunkelbraune Flüssigkeit nur noch eine bräunlichgelbe Farbe besitzt. Man filtrirt und präcipitirt durch Aetzammoniakflüssigkeit. Es ist rathsam, einen geringen, durch den Geruch zu erkennenden Ueberschuss von Ammoniak zuzusetzen. Man lässt das Gemisch stehen, bis der Ammoniakgeruch nicht mehr wahrnehmbar ist und rührt häufiger um, damit sich das Alkaloid in Pulverform und nicht in Krystallen absetze, die schwieriger auszuwaschen sind.

Der Niederschlag wird auf einem bei 100° C. getrockneten und gewogenen Filtrum gesammelt, gut ausgewaschen, im Wasserbade getrocknet und gewogen. Beträgt das Gewicht dieses unreinen Morphiums nicht unter 14 Proc. des angewendeten Opiumpulvers, so kann man sicher sein, ein Opium von vorschriftsmässigem Morphiumgehalt unter den Händen zu haben. Ich erhielt von 14 $\frac{1}{2}$ — 19 Proc. Dieses unreine Morphinum enthält noch Narcotin und mekonsauren Kalk. Man zerreibt davon, so viel man vom Filtrum herunternehmen kann, in einem kleinen Mörser zu einem sehr feinen Pulver unter Zusatz von Aether, so dass ein dünner Brei entsteht, bringt diesen in eine Kochflasche und setzt noch so viel Aether hinzu, dass die etwa 30 Grm. haltende Flasche zur

Hälfte angefüllt wird. Man schüttelt tüchtig durch, lässt absetzen, giesst den Aether ab und wiederholt diese Operation, so lange ein Tropfen des Aethers nach dem Verdampfen noch einen Rückstand lässt. Dann stellt man die Flasche an einen warmen Ort, damit der Aether vollständig verdampfe und kocht nun den Rückstand mit Alkohol von 0,810 spec. Gewicht so oft aus, als derselbe noch etwas auflöst. Das Filtrat wird in einer tarirten Porcellanschale aufgefangen und in derselben bei gelinder Wärme zur Trockniss verdunstet. Das Gewicht des Rückstandes, welcher reines Morphinum mit etwas Farbstoff ist, muss mindestens 11 Proc. des angewendeten Opiumpulvers betragen; ich erhielt von 11,8 bis 14 Proc. Will man das Morphinum so rein als möglich erhalten, so zerreibt man den Rückstand in der Schale unter Zusatz von Wasser, bringt die breiförmige Masse auf ein getrocknetes und gewogenes Filtrum, wäscht auf demselben zuerst mit Wasser und dann mit sehr verdünntem Weingeist aus und trocknet. In meinen verschiedenen Versuchen habe ich von 10,8—13 Proc. an reinem Alkaloid erhalten. Dieses Morphinum muss ein krystallinisches Pulver von graulich-weißer Farbe sein, sowohl in starkem Weingeist als auch in Aetznatronlösung vollständig löslich sein und auf dem Platinblech geglüht, keinen Rückstand hinterlassen.

Mein letzter Versuch ergab folgende Zahlen. 5 Grm. Opiumpulver verloren durch Trocknen bei 100° C. 0,165 Gramm, also 3,3 Proc. Wasser. Nach der Behandlung mit kaltem Wasser hinterblieben 1,9 Grm. also 38 Proc. in Wasser unlösliche Bestandtheile.

Die Fällung durch Aetzammoniak gab 0,720 Grm. Niederschlag oder 14,4 Proc. Von dem Filtrum konnten 0,690 Grm. herabgenommen werden, welche mit Aether behandelt und in Alkohol gelöst 0,566 Grm., also mit Rücksicht des auf dem Filtrum gebliebenen Rückstandes 11,8 Proc. Morphinum gaben. Nach dem Waschen mit

Wasser und verdünntem Weingeist hinterblieben 0,518 Grammen oder mit derselben Rücksichtnahme 0,540 Grm. oder 10,8 Procent.

Diese Untersuchungsmethode ist, ich gebe es zu, etwas umständlich, aber man erhält durch dieselbe ein ganz richtiges Resultat und sie ist in so fern zweckmässig, als sie an mehreren Stellen abgebrochen werden kann, wenn voraussichtlich kein günstiges Resultat der Untersuchung zu erwarten steht.

2. Prüfung der Königschinarinde.

Die Forderung der Pharmakopöe, dass die Königschinarinde $3\frac{1}{2}$ Proc. Chinabasen enthalten soll, gründet sich auf frühere von Wittstock und Kleist angestellte Versuche (*s. dieses Archiv 1860. Bd. 102. S. 197*). Auch Roubourdin giebt an, dass er 3,2 Proc. Alkaloid aus der Calisayarinde erhalten habe. Da die Pharmakopöe von Chinabasen und nicht von Chinin allein spricht, der freilich meistens nur geringe Gehalt an Cinchonin daher mitgerechnet ist, so muss man zur Prüfung der Rinde eine Methode anwenden, welche die Anwendung des Aethers oder Chloroforms ausschliesst.

Nach vielen Versuchen bin ich zu der Ueberzeugung gekommen, dass die von Roubourdin vorgeschlagene Prüfungsmethode, mit einigen Abänderungen angewendet, allen übrigen vorzuziehen ist. Sie gründet sich darauf, dass die Lösungen des Aetzkalis und des Aetznatrons den Gerbstoff und die färbenden Bestandtheile der Chinarinde auflösen, aber nicht die China-Alkaloide, und dass das Aetzammoniak den Farbstoff früher fällt als die Alkaloide und die letztern nicht aufzulösen vermöge.

Gegen die völlige Unlöslichkeit der Chinabasen in den ätzenden Alkalien sprechen jedoch meine Erfahrungen. Wenn man ein Chininsalz durch einen bedeu-

tenden Ueberschuss von Ammoniak fällt, die Flüssigkeit filtrirt und das freie Ammoniak durch Erwärmen entfernt, so scheidet sich Chinin aus, welches durch Schütteln des Gemisches mit Aether leicht weggenommen werden kann. Aus 1 Grm. schwefelsaurem Chinin hatten sich bei einem directen Versuche 0,025 Grm. Chinin in dem überschüssigen Ammoniak gelöst. Aetznatron löst das Chinin in weit geringerem Grade auf; bei einem ähnlichen Versuche konnte ich jedoch deutliche Mengen von Chinin nachweisen, die sich in dem überschüssigen Natron gelöst hatten. Unter Berücksichtigung dieser Thatsachen verfährt man bei der Prüfung der Calisayarinde am besten auf folgende Weise.

Man bereitet sich ein Gemisch aus Chlorwasserstoffsäure und Wasser, welches 1 Proc. wasserfreie (oder 4 Procent der officinellen) Säure enthält. Ich ziehe das Ausziehen der Rinde durch Maceration der reinen Deplacirungsmethode vor, weil sich bei letzterer leicht falsche Wege bilden. 10 Grm. fein gepulverter Rinde werden mit dem angesäuerten Wasser zu einem sehr dünnen Brei angerieben; man lässt 24 Stunden stehen, giesst die klare Flüssigkeit auf ein so grosses Filtrum, dass es späterhin die ganze Menge der Rinde aufnehmen kann, wiederholt die Maceration und wäscht dann das Pulver auf dem Filtrum mit dem angesäuerten Wasser so lange aus, bis die durchlaufende Flüssigkeit durch Zusatz von sehr verdünnter Aetzammoniakflüssigkeit keinen weissen Niederschlag mehr giebt. Man wird etwa das Funfzehnfache der Rinde an saurem Wasser gebrauchen. Das klare Filtrat wird mit 15 Grm. Aetznatronlauge vermischt und das Gemisch bei Seite gesetzt. Versucht man es, die Flüssigkeit sogleich zu filtriren, so zieht die überschüssige Natronlauge das Papier so zusammen, dass das Filtriren mehrere Tage erfordert. Nach einigen Tagen hat sich dagegen der Niederschlag so fest abgesetzt, dass man die klare rothbraune Flüssigkeit zum grössten Theil

abgiessen kann. Den Rest verdünnt man mit Wasser, filtrirt durch ein möglichst kleines Filtrum und wäscht den Niederschlag gut aus. Sobald das Filtrum mit dem Niederschlage sich aus dem Trichter herausnehmen lässt, breitet man es in einem Schälchen aus und übergiesst es mit einigen Grammen des angesäuerten Wassers. Nach möglichst erfolgter Auflösung des Niederschlags giesst man die trübe Lösung ab, benetzt das Filtrum noch einige Male mit der verdünnten Säure und drückt es gut aus. Die Lösung wird filtrirt und das Papier des frühern Filtrums so lange ausgewaschen, bis das Filtrat durch Aetzammoniak nicht mehr getrübt wird. Man erhält auf diese Weise 20—25 Grm. einer klaren, weingelben Flüssigkeit, zu welcher man tropfenweise sehr verdünnte Aetzammoniakflüssigkeit setzt, bis sie fast neutral ist. Da dieser Punct schwer zu treffen ist, ist es sicherer, zuerst ein wenig Ammoniak im Ueberschuss und dann von dem sauren Wasser so viel zuzusetzen, dass die Säure ein klein wenig vorherrscht. Hat man richtig operirt, so wird die über dem violetten wolkigen Niederschlage stehende Flüssigkeit farblos sein. Man filtrirt und versetzt das Filtrat mit verdünnter Aetzammoniakflüssigkeit in sehr geringem Ueberschuss, weil, wie ich oben gezeigt habe, das Chinin in Aetzammoniak keineswegs unlöslich ist. Der rein weisse Niederschlag wird auf einem tarirten Filtrum gesammelt, ein wenig ausgewaschen und an der Luft getrocknet. Da das Chinin auch in Wasser etwas löslich ist, darf man nur wenig auswaschen.

3. Prüfung der Jalapenknollen.

Man zieht 10 Grm. des feinen Pulvers in der bei der Prüfung des Opiums angegebenen Weise durch destillirtes Wasser vollständig aus, lässt den Rückstand im Filtrum gut abtropfen und giesst, nachdem man eine tarirte Porcellanschale unter den Trichter gestellt hat, etwas höchst rectificirten Weingeist darauf. Sobald der

Alkohol das Wasser verdrängt hat, verstopft man die Trichterröhre, giesst mehr Alkohol auf das Pulver, bedeckt den Trichter mit einer Glasplatte und lässt einige Zeit stehen. Dann lässt man die Tinctur in die Schale ablaufen und wiederholt die Extraction, so lange sich noch Harz aus dem Knollenpulver auflöst. Die Tinctur lässt man verdampfen, wäscht das zurückbleibende Harz mit heissem Wasser aus und trocknet es im Wasserbade. In 6 Versuchen mit verschiedenen Proben habe ich $10\frac{1}{2}$ bis $12\frac{1}{2}$ Proc. Ausbeute erhalten.