runge zu verfolgen. Er misst die Geschwindigkeit, mit welcher sich beim Sedimentieren die Teile einer wässrigen Bodenaufschwemmung zu Boden setzen, dadurch, dass er in bestimmten Zeiträumen die Gewichtszunahme des Bodensatzes feststellt. Einzelheiten will Odén erst veröffentlichen, wenn seine Methode genauer ausgearbeitet ist und eine geeignete Apparatur für sein Verfahren wird angegeben werden können.

3. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Von

H. Mühe.

Über die Reaktionen des Kombé- und Gratus-Strophantins und die Unterscheidung dieser Glykoside berichtet C. Reichard¹⁾. Bei den vom Verfasser untersuchten Glykosiden handelt es sich um zwei durchaus von einander verschiedene Arten des Strophantins. Das eine stammt von Strophantus Kombé Oliver, ist amorph und gelblich gefärbt; die Stammpflanze des anderen bezeichnet man als Strophantus Gratus (Hook und Wall); es ist kristallinisch und farblos. Das letztere führt auch die Bezeichnung Quabaïn. Bei der grossen Giftigkeit der Strophantine hat man streng zwischen dem amorphen und kristallisierten Glykosid zu unterscheiden. Von den Reaktionen, die der Verfasser zur Unterscheidung der beiden Glykoside ermittelt hat, teile ich die folgenden mit.

Bringt man an die beiden Enden eines Objektträgers je eine kleine Menge von Kombé- und Gratus-Strophantin und befeuchtet die Präparate mit einigen Tropfen Schwefelsäure von 90%, so löst sich das Kombé-Strophantin fast sofort zu einer farblosen Flüssigkeit. Das Gratus-Strophantin braucht längere Zeit zur Lösung, und man sieht seine Kristalle oft stundenlang ungelöst in der Flüssigkeit. Durch dieses Verhalten der beiden Strophantine kann man sie leicht erkennen, wenn es sich um Gemische beider Glykoside handelt. Erwärmt man die erhaltenen Lösungen in Schwefelsäure, so färben beide Strophantine sich intensiv grün; diese Reaktion beruht auf der Wirkung der konzentrierten Schwefelsäure, die ganz verschieden ist von der Einwirkung der verdünnten Säure. Befeuchtet man die trockenen Glykoside mit je einem Tropfen konzentrierter Schwefelsäure, so färbt sich das Kombé-Strophantin nach wenigen Augenblicken bei gewöhnlicher Temperatur intensiv chromgrün mit bräunlicher Nebenfärbung. Das Gratus-Strophantin bleibt im Gegensatz hierzu in der Kälte vollständig unverändert. Beim Erhitzen geht auch die schwefelsaure Mischung des Gratus-Strophantins in eine chromgrüne Masse über. Sind die Grünfärbungen bei beiden Strophantinen eingetreten, und erhitzt man nun vorsichtig weiter, so nehmen die Flüssigkeiten einen violetten, dann einen schwärzlichen Ton an; diese letztere Färbung geht bei Zusatz von Wasser oder längerem Stehenlassen

¹⁾ Pharm. Zentralhalle 56, 159 u. 174 (1915).

wieder in die ursprüngliche grüne über. Erhitzt man nach dem erstmaligen Erscheinen der Grünfärbung nicht weiter, so geht das Kombé-Strophantin nach einiger Zeit in eine taubengraublaue, auch bei Vergrößerung amorph erscheinende, Ausscheidung über. Durch diese Reaktion unterscheidet sich das Kombé-Strophantin nicht nur von dem Gratus-Strophantin, sondern es ist auch eine gute Identitäts-Reaktion für das erstgenannte Präparat. Die Reaktionsmasse des Gratus-Strophantins bleibt bei der erwähnten Behandlung unverändert. Erhitzt man die taubengraue Masse des Kombé-Strophantins, so verschwindet diese Farbe und die ursprüngliche grüne erscheint wieder; nach dem Erkalten tritt das Graublau wieder auf. Gratus-Strophantin, in der gleichen Weise behandelt, erleidet keine Veränderung, die ursprüngliche grüne Färbung bleibt bestehen. — Das Gratus-Strophantin liefert mit Diphenylamin eine auffallende Reaktion, zu deren Ausführung man das Glykosid auf einem Objektträger mit Diphenylamin mischt, Wasser zufügt und unter Umrühren erwärmt, bis ölige Kugeln auftreten; alsdann unterbricht man das Erhitzen und lässt die Masse erstarren. Zu dem erkalteten Rückstande fügt man etwas konzentrierte Schwefelsäure. Nach wenigen Augenblicken entsteht eine tiefblaue Färbung, die nicht beständig ist; nach kurzer Zeit verblasst sie und verschwindet schliesslich ganz, während zugleich die bis dahin klare Lösung sich infolge Ausscheidung einer amorphen grünlichen Masse trübt. Erwärmt man nun gelinde, so verschwindet die Trübung und die Blaufärbung tritt wieder ein. Zugleich wirkt aber auch die konzentrierte Schwefelsäure auf das Gratus-Strophantin, wodurch die oben erwähnte Grünfärbung auftritt, die das Blau verdeckt. Nach dem Erkalten resultiert eine chromgrüne schmutzige Lösung, da auch die Trübung wieder auftritt; aus dieser schwefelsauren Lösung scheiden sich nadelförmige, gut ausgebildete Kristalle aus, die farblos und beständig sind. — Eine eigentümliche Farbenreaktion bildet das Gratus-Strophantin mit Chloralhydrat; nach der Ansicht des Verfassers soll diese Reaktion gut geeignet sein sowohl zum Nachweis als auch zur Unterscheidung beider Strophantine. Zur Ausführung des Versuches bringt man einen Kristall Chloralhydrat mit einigen Kriställchen des Glykosides auf einen Objektträger, fügt wenig Wasser hinzu und erhitzt so lange, bis sich ein weisser Trockenrückstand bildet; versetzt man diesen Rückstand mit konzentrierter Schwefelsäure, so entsteht häufig schon bei gewöhnlicher Temperatur in der Regel aber bei vorsichtigem Erwärmen ein schönes Braunrot, das nicht lange beständig ist und bald wieder verblasst; durch erneutes Erwärmen lässt sich die Färbung nicht wieder hervorrufen. Beim Erblassen der braunroten Farbe tritt ein schwaches Grün auf, wobei leichte Trübung durch die Ausscheidung einer amorphen Masse erfolgt. Das Kombé-Strophantin bildet bei der gleichen Behandlung einen farblosen Firniss, der fast unsichtbar die Platte überzieht; fügt man zu diesem konzentrierte Schwefelsäure, so entsteht sofort eine intensive Grünfärbung, die beim Erwärmen in

schwaches Rotbraun übergeht; schliesslich verwandelt sich aber diese Farbe in Violettblau, welches ziemlich beständig ist, wenn man es gegen die Feuchtigkeit der Luft schützt. — Zur Unterscheidung beider Glykoside eignet sich auch das α -Naphthol. Mischt man die Glykoside mit diesem Körper und reibt mit Wasser an, so zeigen die Trockenrückstände selbst nach 24 Stunden keine Veränderung; versetzt man diese Rückstände mit Salpetersäure von 25%, so liefert die Kombémischung nach kurzer Einwirkung eine dunkelgrauschwarze Farbe, während die Mischung des Gratus-Strophantins unverändert bleibt; erwärmt man diesen Trockenrückstand mit konzentrierter Schwefelsäure, so tritt Grünfärbung auf.

Über eine kolorimetrische Methode zur Bestimmung des Zitral in Zitronenextrakten und im Zitronenöl berichtet L. D. Little¹⁾. Als Reagens empfiehlt der Verfasser Amidol, welches sich dadurch auszeichnet, dass es mit Azetaldehyd nicht reagiert, so dass der zur Lösung angewandte Äthylalkohol nicht aldehydfrei zu sein braucht. Als Kolorimeter benutzt der Verfasser eine durch Abbildung erläuterte Modifikation des Schreiner'schen Instrumentes. Zur Ausführung des Versuches bringt man 2 *ccm* einer Lösung von Zitral in Weingeist von 50%, die im Kubikzentimeter 0,001 *g* Zitral enthält, in das Kolorimeter, fügt 20 *ccm* Alkohol von 65% und 15 *ccm* Amidollösung (0,2 *g* Amidol in 100 *ccm* Weingeist von 65%) hinzu und füllt mit Weingeist von 65% auf 50 *ccm* auf. In der gleichen Weise setzt man eine Probe des zu prüfenden Öles oder Extraktes an und schüttelt durch. Nach 5 bis 10 Minuten hat die Färbung das Maximum erreicht; man vergleicht die Farbentöne miteinander und ermittelt daraus den Gehalt an Zitral. Von Ölen löst man 1 *g* in so viel Alkohol, dass das Volumen 40 *ccm* beträgt, von Extrakten stellt man mittels Alkohols von 50% eine Lösung von 50% her.

Über die Identifizierung von Kreosot- und Guajakolkarbonat berichtet Albert Fernau²⁾. Die achte Ausgabe der österreichischen Pharmakopöe gibt zur Isolierung des Kreosots aus dem Kreosotkarbonat folgende Vorschrift: «Durch einige Minuten dauerndes Kochen mit frisch bereiteter, weingeistiger Kalilauge wird Kreosotkarbonat unter Abscheidung eines kristallinischen Niederschlages verseift. Wird dieser Niederschlag mit absolutem Alkohol gewaschen und getrocknet, dann mit Salzsäure übergossen, so scheidet sich unter Aufbrausen Kreosot ab, welches sich gegen Reagenzien verhalten soll, wie vorgeschrieben ist.» Zu dieser Vorschrift bemerkt der Verfasser, dass beim Kochen von Kreosotkarbonat mit alkoholischer Kalilauge, Filtrieren und Auswaschen des erhaltenen Niederschlages mit absolutem Alkohol bis zum Verschwinden der alkalischen Reaktion auf dem Filter fast nur Kaliumkarbonat zurückbleibt. Nach den Beobachtungen des Verfassers disoziiert

¹⁾ Americ. Perfumer 9, 74 (1914); durch Ztschrft. f. angew. Chem. 27, II, 624 (1914). — ²⁾ Ztschrft. allgem. Österr. Apoth.-Vereins 65, 165 (1911).