

## 2. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Von

**H. Mühe.**

**Über den Nachweis, die Trennung und Identifizierung von Kumin und Vanillin in Handelsextrakten** berichten William H. Hess und Albert B. Prescott.<sup>1)</sup> Die Verfasser gründen die Trennung der beiden Körper auf den Aldehydcharakter des Vanillins. Man befreit zunächst etwa 25—100 g der zu untersuchenden Flüssigkeit durch Abdampfen vom Weingeist, fällt die Extraktivstoffe mit Bleiazetat und schüttelt mit Äther aus. Die Ätherlösung, welche Kumin und Vanillin neben wenig anderen ätherlöslichen Körpern enthält, schüttelt man mit verdünntem Ammoniak aus, wobei das Vanillin als Aldehydammoniak in die wässrige Ammoniaklösung geht. Diese Ammoniaklösung übersättigt man mit Salzsäure, schüttelt mit Äther aus, verdunstet den Äther und nimmt den verbleibenden Rückstand mit Ligroin auf. Man verdampft diese Lösung nach dem Filtrieren, wobei reines, kristallisiertes Vanillin zurückbleibt, dessen Schmelzpunkt bei 80—81° liegen muss, und welches mit Eisensalzen keine Färbung geben darf, was auf Anwesenheit phenolartiger Körper deuten würde. Die vom Vanillin befreite, ätherische Kuminlösung verdampft man, nimmt den Rückstand mit Ligroin auf, filtriert und verdunstet wiederum; das hinterbleibende Kumin ist leicht an seinem Geruch erkennbar, sein Schmelzpunkt muss bei 167° liegen.

**Über die Bestimmung des Jods im Jodvasogen** berichtet Elsbach.<sup>2)</sup> Das vom Verfasser angegebene Verfahren führt man in folgender Weise aus: 1 g des Präparates verrührt man in einem Schälchen mit 10 cc alkoholischer Kalilauge (1 Teil Ätzkali, 7 Teile absoluter Alkohol), erhitzt auf einer Asbestplatte zuerst schwach, nach dem Verjagen des Alkohols stark, bis eine fast weisse, seifenartige Masse resultiert, die man mit wenig heissem Wasser aufnimmt und in einen Scheidetrichter bringt. Die erkaltete Lösung versetzt man nun mit Petroläther, dann mit verdünnter Schwefel- oder Salpetersäure im Überschuss und schüttelt gut durch; während die abgeschiedene, fettige Substanz vom Petroläther aufgenommen wird, ist das Jodkalium in der wässrigen Lösung enthalten, welche man in ein Becherglas bringt und heiss mit Silbernitrat

<sup>1)</sup> Chemiker-Zeitung **23**, R. 47.

<sup>2)</sup> Pharm. Centralhalle **39**, 205

fällt. Das Jodsilber wäscht man auf dem Filter mit Alkohol und Äther aus und wägt nach dem Trocknen. Vergleichende Versuche mit der Carius'schen Methode ergaben gut übereinstimmende Zahlen; Jodoformbildung soll ausgeschlossen sein.

O. Wentzky<sup>1)</sup> bemerkt hierzu, dass bei Jodwasogen gleiche Verhältnisse wie bei jodhaltigen Ölen bestehen, so dass sich bei der Zersetzung der Seife mit überschüssiger Schwefel- oder Salpetersäure Jod ausscheidet, welches mit den freien Fettsäuren in den Petroläther übergeht. Jodhaltige Öle geben nach der Ansicht von Wentzky mit alkoholischer Kalilauge neben Seife Jodkalium und unterjodigsaures Kalium, welches beim Erwärmen in jodsaures Salz übergeht.

**Über die Bestimmung des Wismuts im Wismutsubgallat** berichtet C. Gäbler.<sup>2)</sup> Der Verfasser hat die vom D. A. B. IV angegebene Methode zur Bestimmung des Wismuts im Dermatol bei der Untersuchung einer Reihe von Handelspräparaten angewandt und als zuverlässig befunden.

**Zur Bestimmung des Sublimatgehaltes in Verbandstoffen** empfiehlt M. Lehmann<sup>3)</sup> eine maßanalytische Methode, welche darauf beruht, dass Merkurverbindungen durch überschüssige Alkalilauge bei gelinder Wärme quantitativ gefällt werden. Zur Ausführung des Versuches übergießt man 20 g des Untersuchungsobjektes in einer Glasstöpselflasche von 500 cc Inhalt mit 200 g einer  $\frac{1}{2}$ -prozentigen Kochsalzlösung von 70—80° und lässt nach wiederholtem Umschütteln 24 Stunden bei 25—30° stehen. Darauf dampft man 100 g der Lösung vorsichtig in einem Erlenmeyer'schen Kölbchen auf 10—15 cc ein und bringt sie unter Nachspülen mit etwas Wasser in ein Becherglas, welches 20 cc  $\frac{1}{100}$  Normalkalilauge enthält. Nach gelindem Erwärmen ist alles Quecksilber in Form von Oxyd abgeschieden; man titriert nun mit  $\frac{1}{100}$  Normalsalzsäure unter Anwendung von Phenolphthalein als Indikator, bis die Flüssigkeit eben noch schwach rosa gefärbt erscheint. 1 cc der Kalilauge entspricht 0,00135 g Quecksilberchlorid. Diese Methode lässt sich auch bei der Wertbestimmung der Sublimatpastillen anwenden. Nach den Erfahrungen des Verfassers soll dieses einfache Verfahren zuverlässige Resultate ergeben.

1) Pharm. Centralhalle **39**, 205.

2) Chemiker-Zeitung **24**, R. 85.

3) Chemiker Zeitung **24**, R. 85.