

Es gehen bei Annahme dieser Werthe 10 und 11 über in:

$$7408,5c = 19800 + 198d + 1822,5a + 4860a' - 1782b \dots 12.$$

$$7408,5h = 44550 + 445,5d + 3399b - 445,5a - 1188a' \dots 13.$$

Sind hieraus c und h bestimmt, so gibt Gleichung 3 oder 4 den Sauerstoffgehalt O der Substanz, der jetzt im Allgemeinen gerade so genau sein wird wie c oder h.

Ladenburg ist damit beschäftigt diese Methode der Elementaranalyse auch auf solche Verbindungen anzuwenden, die neben Kohlenstoff, Wasserstoff und Sauerstoff noch andere Elemente enthalten.

Bestimmung des Jod's in organischen Verbindungen. Um das Jod in organischen Verbindungen genau zu bestimmen, empfiehlt Classen*) nach dem Glühen mit Kalk über die Masse mehrere Stunden Kohlensäure zu leiten, dann mit Wasser zu erwärmen, abzufiltriren und aus dem Filtrat nach vorsichtigem Neutralisiren mit Salpetersäure das Jod wie gewöhnlich als Jodsilber zu fällen. Auf diese Weise wird die zu starke Erwärmung der Masse und das Freiwerden von Jod vollständig vermieden.

b. Bestimmung näherer Bestandtheile.

Methode zur quantitativen Bestimmung der Chinaalkaloide in den Chinarinden. De Vry**) empfiehlt zur quantitativen Bestimmung der Chinaalkaloide in den Chinarinden die folgende Methode: Eine abgewogene Menge des bei 100° C. getrockneten Chinapulvers wird mit $\frac{1}{4}$ seines Gewichts Kalkhydrat gemischt und die Mischung fünf Minuten mit der 10fachen Menge Weingeist von 85° ausgekocht. Man bringt die Masse darauf auf ein Filter und wäscht mit kleinen Mengen kochenden Weigeistes so lange aus, bis das Filtrat das 20fache des in Arbeit genommenen Chinapulvers beträgt. Die alkoholische Lösung wird mit verdünnter Essigsäure bis zur schwach sauren Reaction versetzt, darauf im Wasserbade bis zur Trockne verdunstet, und der erhaltene Rückstand mit Wasser so lange gewaschen bis das klare Filtrat durch Alkalien nicht mehr getrübt wird. Die so erhaltene wässrige Lösung enthält sämmtliche Alkaloide, während die Chinasäure, fettige und harzige Stoffe auf dem Filter bleiben. Durch eine ent-

*) Zeitschrift f. Chemie Bd. 8, pag 354.

**) Pharm. Journ. Vol VII, p. 50.

sprechende Behandlung mit Kalkmilch lässt sich die Chinasäure dem Rückstande im Filter entziehen. Die wässrige, auf dem Wasserbade bis auf ein geringes Volum concentrirte Lösung versetzt man darauf mit einem Ueberschuss von Kalkhydrat, wodurch die Alkaloide gefällt werden. Man wirft das Ganze auf ein kleines Filter und wäscht mit möglichst geringen Mengen kalten Wassers. Hat man die Operationen gut ausgeführt, so ist die zur Entfernung der Farbstoffe nöthige Wassermenge so gering, dass man den durch die geringe Löslichkeit der Alkaloide in Kalkwasser bewirkten Verlust getrost ignoriren kann. Die Resultate verschiedener Analysen werden vollständig vergleichbar, wenn man immer mit möglichst gleichen Quantitäten arbeitet. Ist das Auswaschen mit kaltem Wasser beendigt, so wird das Filter sammt Inhalt getrocknet und darauf durch wiederholtes Auskochen mit Alkohol von 82° die Alkaloide in Lösung gebracht. Nach geschehener Filtration verdunstet man die alkoholische Lösung in einer kleinen tarirten Platinschale, trocknet den Rückstand im Wasserbade und wägt. Das erhaltene Gewicht gibt die Gesammtmenge der Alkaloide zu deren Trennung nun der folgende Weg einzuschlagen ist: Man löst den Rückstand in der möglichst geringen Menge verdünnter Essigsäure, bleibt hierbei ein harziger unlöslicher Stoff zurück, was ziemlich selten geschieht, so muss derselbe gewogen und sein Gewicht von der Gesammtmenge der Alkaloide abgezogen werden. Die essigsaurer Lösung giesst man in eine verschliessbare, mit einem Hahn versehene Röhre, versetzt mit einem geringen Ueberschuss von Natronlauge und schüttelt darauf mit der 15fachen Menge Aether. Nach 6 bis 8 Stunden decantirt man die ätherische Lösung, verdunstet zur Trockne und trocknet im Wasserbade bis zum constanten Gewicht. Der Rückstand ist das Chinin, gemischt mit Spuren von Cinchonidin, Chinidin oder Cinchonin und in gewissen Fällen mit nennenswerthen Mengen eines noch unbekannten, schmelzbaren Alkaloids. Die in Aether unlöslichen Alkaloide werden aufs Neue mit der geringsten Menge verdünnter Essigsäure gelöst und die erhaltene Flüssigkeit mit 5 Tropfen einer concentrirten Jodkaliumlösung versetzt. Ein nach dem Umrühren mit einem Glasstab sich bildender sandig-krystallinischer Niederschlag deutet auf die Anwesenheit von Chinidin. Man sammelt das jodwasserstoffsaurer Chinidin auf einem Filter, trocknet bei 100° C. und wägt; 100 Th. der Jodverbindung entsprechen 71,68 Th. Chinidin. Das Filtrat fällt man mit Natronlauge und wägt den entstandenen Niederschlag als Cinchonin oder unter Umständen als ein Gemenge von Cinchonin und Cinchonidin: Die Anwesenheit von Cinchonidin und Chinidin unter

den Alkaloïden einer Chinarinde verräth sich schon bei der Behandlung mit Aether, wobei sich genannte Alkaloïde in krystallinischer Form nach einigen Augenblicken abscheiden. Die quantitative Bestimmung des Chinidins durch Jodkalium ist sehr genau, während geringe Mengen von Cinchonin mit Sicherheit nur durch den Polarisationsapparat nachgewiesen werden können.

Prüfung des Morphingehaltes im Opium. Hager *) empfiehlt dazu das folgende Verfahren: 100 Th. des wohlgetrockneten Opiumpulvers werden in einem Mörser mit der genügenden Menge einer kalt gesättigten Lösung von oxalsaurem Ammon zu einem dünnen Brei gerieben und darauf mit so viel Ammon versetzt bis die Mischung schwach ammoniakalisch riecht. Nach einer Stunde verdünnt man den Brei unter Reiben mit höchst rectificirtem Alkohol (0,83 bis 0,835 spec. Gew.) bis auf etwa 1500 Thle. und filtrirt durch ein Filter, dessen oberer Rand während des Filtrirens mit Weingeist mittelst eines Tropfglases nass erhalten wird. Die Filtration geht rasch und durch Nachtröpfeln von Weingeist, wobei man die breiige Masse zuweilen im Filter mit einem abgerundeten Glasstabe umrührt, extrahirt man so lange bis das Filtrat kaum noch gelblich gefärbt abläuft. Letzteres säuert man mit Oxalsäure schwach an (circa 5 Thle. Oxalsäure), versetzt darauf mit etwa 100 Thln. Wasser und dampft in einer Porzellanschale bis zur dünnen Syrupeconsistenz ein oder soweit bis der warme Rückstand nicht mehr nach Alkohol riecht, worauf man das Extract nach dem Erkalten mit 1000 Thln. Wasser verdünnt. Harz und Kautschuk bleiben hierbei ungelöst. Nachdem die mehrmals durchgeführte Mischung 1—2 Stunden gestanden hat, giesst man sie durch ein mit Wasser angefeuchtetes Filter und hält auch während der Filtration den Filterrand mit destillirtem Wasser nass. Das Filtrat, circa 1250 bis 1350 Thle., versetzt man mit einer Lösung von 120 Thln. krystallisirter Soda in 360 Thln. Wasser, rührt rasch um und bringt die durch einen gelblichen voluminösen Niederschlag fast breiig gewordene Flüssigkeit sofort auf ein nasses Filter. Das nach gründlichem Auswaschen circa 2000 Thle. betragende Filtrat schüttelt man in einem Cylinderglase mit 30—40 Thln. reinem Aether kräftig durch und stellt die Mischung unter zeitweiligem Umrühren 15—20 Stunden bei Seite. Es hat sich dann ein Niederschlag gebildet, den man auf einem Filter

*) Pharm. Centralh. 1864. Nr. 33, pag. 223.