

auszuführen. Das Wasserbad muss so weit gefüllt sein, dass der Tiegel von dem Wasser umgeben ist, es findet dadurch eine langsame und gleichmässige Erwärmung des Quecksilberbades statt. Den Platindraht befestigt man derart, dass der umgebogene überzogene Theil 4—5^{mm} in das Quecksilber eintaucht, das kurze Ende aber noch aus dem Quecksilber hervorragt.

Quantitative Bestimmung des Caffeins. Nach A. Commaillé*) bildet man aus 5 Grm. feinem Kaffeepulver und 1 Grm. gebrannter Magnesia mit Wasser einen ziemlich festen Teig und überlässt denselben zunächst 24 Stunden sich selbst. Darauf zertheilt man denselben in einer auf dem Wasserbade erwärmten Schale und sobald die Masse vollständig trocken geworden, zerreibt man sie fein und treibt das Pulver durch ein Sieb. Das so erhaltene grünliche Pulver wird darauf in einem passenden, mit Rückflusskühler verbundenen Kolben dreimal hintereinander je eine halbe Stunde mit je 100 Grm. wasserfreiem Chloroform ausgekocht. Von den nach dem Erkalten filtrirten Chloroformauszügen destillirt man das Chloroform ab und vertreibt die letzten Spuren, indem man den Ballon in siedendes Wasser taucht, mittelst eines Blasebalgs. Der so erhaltene Rückstand ist fast farblos, ziemlich voluminös und enthält ausser Fett und wachsartigen Substanzen das Caffeïn, welches an den Wänden krystallisirt und unter der Lupe in der Form langer Nadeln erscheint. Man giesst hierauf Wasser in den Kolben und setzt, damit die fettige Masse sich leicht von den Wänden löst, 10 Grm. mit Salzsäure gewaschenes Glaspulver hinzu. Darauf erhitzt man unter Umschwenken zum Sieden, verschliesst den Ballon mit einem Stopfen und schüttelt tüchtig. Die Wände reinigen sich so vollständig und die fettige Masse setzt sich an die Glassplitter und ballt diese zu kleinen Kugeln zusammen. Man filtrirt darauf durch ein angefeuchtetes Filter und wiederholt das Auskochen mit Wasser noch dreimal. Nach dem Verdunsten der Lösung im Wasserbade bleibt das Caffeïn weiss und krystallinisch zurück, worauf schliesslich getrocknet und gewogen wird.

Commaillé hat ferner die Löslichkeit des Caffeins in verschiedenen Lösungsmitteln bestimmt und folgende Zahlen gefunden:

*) Compt. rend. 81, 817.

| | 100 Grm. Flüssigkeit lösen bei 15—17° | 100 Grm. Flüssigkeit lösen beim Siedepunkt |
|---------------------|--|---|
| Chloroform . . . | 12,97 Caffeïn (wasserfrei) | 19,02 Caffeïn (wasserfrei) |
| Alkohol (85 %) . . | 2,30 « | — « |
| Wasser | 1,35 « | 45,55 « (Wasser von |
| Alkohol (absoluter) | 0,61 « | 3,12 « 65° C.) |
| Aether (käuflcher) | 0,19 « | — « |
| Aether (absoluter) | 0,0437 « | 0,36 « |
| Schwefelkohlenstoff | 0,0583 « | 0,454 « |
| Petroleumäther . . | 0,025 « | — « |

Zur quantitativen Bestimmung des Gehaltes an ätherischem Oel in Pflanzen. Nach O. Osse*) übergießt man 5 Grm. der feingepulverten Substanz mit 25 CC. Petroleumäther, dessen Siedepunkt nicht über 40° C. liegen darf. Man schüttelt einige Stunden, lässt darauf klar absetzen und nimmt mit einer Pipette einige Cubikcentimeter der Flüssigkeit heraus, die man in einem trocknen Bechergläschen im Luftstrom, bis zum Verschwinden des Aethergeruchs verdunsten lässt. Man wägt darauf, verjagt das ätherische Oel bei 110° C. und bestimmt den Gewichtsverlust, welcher die Menge des ätherischen Oeles angibt. Da wo reichlichere Mengen von Fett das ätherische Oel begleiten, muss für ersteres, weil beim Erwärmen an der Luft eine geringe Gewichtszunahme erfolgt, eine Correction angebracht werden. Für nicht trocknende Fette wird man der Wahrheit nahe kommen, wenn man 0,09 % vom gefundenen Gewichte desselben abzieht und dem Gewichte des ätherischen Oeles hinzuaddirt.

Zur Bestimmung des Schwefelkohlenstoffs in den Sulfocarbonaten benutzen Delachanal und Mermet**) ein Verfahren, das sich auf die Zersetzung des Bleisulfocarbonats durch siedendes Wasser gründet. Zu diesem Zweck bringt man in einen Kolben von 500 CC. 10 Grm. Sulfocarbonat, etwa 150 CC. Wasser, 150 CC. $\frac{1}{10}$ Bleiacetatlösung, 10 CC. Essigsäure und erhitzt langsam zum Sieden. Die Dämpfe passiren zuerst eine mit Schwefelsäure gefüllte und erhitze Waschflasche und gelangen dann in einen mit Olivenöl beschickten Absorptionsapparat, wo sich der Schwefelkohlenstoff vollständig verdichtet. Sollen ganz genaue Resultate erzielt werden, so trägt man für eine vollkommenere Absorption des

*) Zeitschr. d. österreich. Apothekervereins **13**, 441. Ausführlich in Archiv d. Pharm. **207**, 104.

) Ber. d. deutsch. chem. Ges. z. Berlin **8, 1192.