

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.¹⁾ 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.²⁾ 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

¹⁾ Chemiker-Zeitung **23**, R. 47.

²⁾ Pharm. Centralhalle **39**, 205