

Flasche unter öfterem Umschütteln, filtriert 50,3 g (= 5 g Samen) ab, verdampft im Porzellanschälchen im Wasserbade, löst den Rückstand in 8 g Wasser, setzt 3 Tropfen Bleiessig zu, filtriert, Filter und Schälchen mit Wasser gut nachwaschend, und setzt 6 g frisches Schwefelwasserstoffwasser zu. Nach tüchtigem Umschütteln und einigem Stehen wird filtriert, Filter und Kölbchen nachgewaschen, in einem tarierten Schälchen im Wasserbade eingedampft, bei 95° getrocknet und gewogen. Die erhaltene Menge mit 20 multipliziert, giebt den Prozentgehalt der Samen an Strophanthin.

9. Bestimmung des Glycyrrhizins in Succus Liquiritiae depuratus. 5 g Extrakt löst man in 50 cc Wasser, filtriert die Lösung und versetzt das Filtrat mit 3 cc Acidum sulfuricum dilutum. Den entstandenen Niederschlag sammelt man auf einem kleinen Filter und wäscht ihn gut aus. Man löst ihn dann in Ammoniak, dampft die Lösung in gewogenem Schälchen ein und trocknet bei 100° bis zur Gewichtskonstanz.

(Kremel.) Grenzwerte nach Dieterich: 13,18—20,71%.

Bestimmung des Harzgehaltes der Tubera Jalapae.

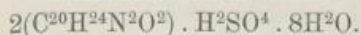
„100 T. Jalapenwurzel sollen, in der bei Resina Jalapae angegebenen Weise geprüft, mindestens 9 T. Jalapenharz enthalten“.

„1 T. grob gepulverte Jalapenwurzel wird mit 4 T. Weingeist 24 Stunden lang unter wiederholtem Umschütteln bei 35—40° ausgezogen und dann ausgepresst. Der Rückstand wird in gleicher Weise mit 2 T. Weingeist behandelt.

Von den gemischten und filtrierten Auszügen destilliert man den Weingeist ab und wäscht das zurückgebliebene Harz mit warmem Wasser, bis sich letzteres nicht mehr färbt. Das Harz wird dann im Wasserbade unter Umrühren ausgetrocknet, bis es nach dem Erkalten zerreiblich ist“.

Prüfung der Chininverbindungen auf Nebenalkaloide.

Chininum sulfuricum.



a. 2 g Chininsulfat, welches bei 40—50° völlig verwittert ist, übergiesse man in einem Probierrohre mit 20 cc destilliertem Wasser und stelle das Ganze eine halbe Stunde lang, unter häufigem Umschütteln, in ein auf 60—65° erwärmtes Wasserbad. Hierauf setze man das Probierrohr in Wasser von 15° und lasse es, unter häufigem Schütteln 2 Stunden lang darin stehen. Alsdann filtriere man durch ein aus bestem Filtrierpapier gefertigtes Filter von 7 cm Durchmesser, bringe 5 cc des 15° zeigenden Filtrates in ein trockenes Probierröhrchen und mische allmählich Ammoniakflüssigkeit von 15° zu, bis der entstandene Niederschlag wieder klar gelöst ist. Die hiezu

erforderliche Menge Ammoniakflüssigkeit darf nicht mehr als 4 cc betragen.

Arzneibuch. Da das Chininsulfat häufig Sulfate der Nebenalkaloide enthält, wird es in obiger Weise nach *Kerner* und *Weller* geprüft.

Die Begleiter des Chininsulfates sind, wenn auch nur in geringer Menge, die Sulfate von Cinchonin, Chinidin, Cinchonidin. Diese sind in Wasser leichter löslich als Chininsulfat und zwar ist die Löslichkeit bei 15° folgende: Chininsulfat 1:800, Chinidinsulfat 1:110, Cinchonidinsulfat 1:98, Cinchoninsulfat 1:54. — Diese das Chinin begleitenden Nebenalkaloide sind ferner in Ammoniak schwerer löslich als Chinin. — Auch muss daran erinnert werden, dass Chinin in Aether leichter löslich ist, als die genannten Nebenalkaloide.

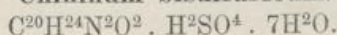
Im Anschlusse seien auch die *Schaefer'sche* Oxalatprobe und die *de Vry'sche* Chromatprobe angeführt, die auf der Schwerlöslichkeit des Chininoxalates, bezw. Chininchromates beruhen.

b. 1 g kryst. Chininsulfat wird in ein kleines tariertes Kölbchen gebracht und in 35 cc Wasser in der Siedhitze gelöst. Dann wird eine Lösung von 0,3 g neutralem Kaliumoxalat in 5 cc Wasser zugefügt und der Kolbeninhalt durch Wasserzugabe auf 41,3 g wieder ergänzt. Man stellt das Kölbchen unter bisweiligem Umschütteln in Wasser von 20° C. und filtriert nach 1/2 Stunde durch Glaswolle ab. Giebt man zu 10 cc des Filtrates einen Tropfen Natronlauge, so darf im Verlaufe einiger Minuten keine Trübung entstehen.

c. 1 g Chininsulfat wird in 45 cc kochenden Wassers gelöst. Hierzu giebt man 0,25 g reines neutrales Kaliumchromat und kühlt die Flüssigkeit auf 15° ab. Man lässt eine Stunde stehen, filtriert vom auskrystallisierten Chininchromat ab und wäscht mit etwas Wasser nach, bis das Filtrat 45 cc beträgt. Zu 10 cc der abfiltrierten Lösung giebt man 1 Tropfen Natronlauge oder soviel, dass die Mischung gegen Phenolphthaleinpapier alkalisch reagiert. Es soll eine klare Lösung entstehen, die sich auch beim Erwärmen auf 50° C. nicht trübt.

Im Anschluss sind dann auch die Vorschriften für die sonstigen Chininsalze gegeben, bei denen die *Kerner'sche* Methode der Säure des Salzes entsprechend abgeändert erscheint.

Chininum bisulfuricum.

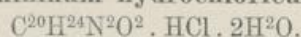


2 g Chininbisulfat löse man durch gelindes Erwärmen in einem Probierrohre in 20 cc Wasser auf, neutralisiere diese Lösung genau mit Normalkalilauge und stelle das Ganze eine halbe Stunde lang, unter häufigem Umschütteln, in ein auf 60—65° erwärmtes Wasserbad. Hierauf setze man das Probierrohr in Wasser von 15° und lasse es unter häufigem Um-

schütteln 2 Stunden lang darin stehen. Alsdann filtriere man durch ein aus bestem Filtrierpapier gefertigtes Filter von 7 cm Durchmesser, bringe 5 cc des 15° zeigenden Filtrates in ein trockenes Probierrohr und mische allmählich Ammoniakflüssigkeit von 15° zu, bis der entstandene Niederschlag wieder klar gelöst ist. Die hierzu erforderliche Flüssigkeit darf nicht mehr als 4 cc betragen.

(Arzneimittel. Das Bisulfat wird durch die Normalalkalilauge in das neutrale Sulfat übergeführt.)

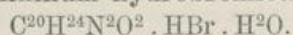
Chininum hydrochloricum.



2 g Chininhydrochlorid werden in einem erwärmten Mörser in 20 cc Wasser von 60° gelöst; die Lösung werde mit 1 g zerriebenem, unverwittertem Natriumsulfat versetzt, und die Masse gleichmässig durchgearbeitet. Nach dem Erkalten bleibe die Masse, unter zeitweiligem Umrühren, eine halbe Stunde bei 15° stehen; hierauf werde durch ein aus bestem Filtrierpapier gefertigtes Filter von 7 cm Durchmesser filtriert und von dem 15° zeigenden Filtrate 5 cc in einem trockenen Probierrohre mit Ammoniakflüssigkeit von 15° versetzt, bis der entstandene Niederschlag wieder klar gelöst ist. Die hierzu erforderliche Menge Ammoniakflüssigkeit darf nicht mehr als 4 cc betragen.

(Arzneibuch. Durch das Natriumsulfat wird das Hydrochlorid in das Sulfat übergeführt.)

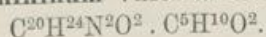
Chininum hydrobromicum.



2 g Chininhydrobromid werden in einem erwärmten Mörser in 20 cc heissem Wasser gelöst; die Lösung wird mit 1 g zerriebenem unverwittertem Natriumsulfat versetzt und die Masse gleichmässig durchgearbeitet. Nach dem Erkalten bleibe die Masse, unter zeitweiligem Umrühren, eine halbe Stunde bei 15° stehen; hierauf werde durch ein aus bestem Filtrierpapier gefertigtes Filter von 7 cm Durchmesser filtriert; von dem 15° zeigenden Filtrate werden 5 cc mit Ammoniakflüssigkeit von 15° versetzt, bis der entstandene Niederschlag wieder gelöst ist. Hierbei dürfen nicht mehr als 5 cc Ammoniakflüssigkeit verbraucht werden.

(Arzneimittel. — Durch das Natriumsulfat wird das Hydrobromid in das Sulfat verwandelt.)

Chininum valerianicum.

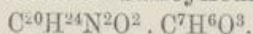


2 g Chininvalerianat werden mit 1 g Ammoniumsulfat innig gemischt, mit 20 g Wasser von höchstens 40° zerrieben

und 2 Stunden lang stehen gelassen. Nachdem die erkaltete Mischung noch eine Stunde lang bei 15° gestanden hat und mehrmals agitiert worden ist, wird durch ein Filter von 7 cm Durchmesser gegossen. 5 cc des Filtrats, in ein trockenes Probierröhr gebracht, sollen, mit 4 cc Ammoniakflüssigkeit gemischt und geschüttelt, eine klare Lösung liefern.

(Arzneimittel. — Das Valerianat wird durch Ammoniumsulfat in das Sulfat verwandelt.)

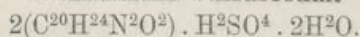
Chininum salicylicum.



2 g Chininsalicylat werden in 10 cc Wasser suspendiert; die Mischung werde mit Natronlauge stark alkalisch gemacht und wiederholt mit Aether ausgeschüttelt. Den Verdampfungsrückstand der abgehobenen Aetherschichten löse man in der 20fachen Menge Weingeist, neutralisiere diese Lösung genau mit verdünnter Schwefelsäure und verdampfe die Mischung im Wasserbade. Den zerriebenen Verdunstungsrückstand übergiesse man alsdann in einem Probierröhrchen mit 20 cc Wasser und stelle das Ganze eine halbe Stunde lang, unter häufigem Umschütteln, in ein auf 60—65° erwärmtes Wasserbad. Hierauf setze man das Probierröhr in Wasser von 15° und lasse es unter häufigem Schütteln 2 Stunden lang darin stehen. Alsdann filtriere man durch ein aus bestem Filtrierpapier gefertigtes Filter von 7 cm Durchmesser, bringe 5 cc des 15° zeigenden Filtrates in ein trockenes Probierröhrchen und mische allmählich Ammoniakflüssigkeit von 15° zu, bis der entstandene Niederschlag wieder klar gelöst ist. Die hierzu erforderliche Menge Ammoniakflüssigkeit darf nicht mehr als 4 cc betragen.

(Arzneimittel. — Das Chinin wird hier zunächst als Base isoliert, dann ins Sulfat übergeführt.)

Chinidinum sulfuricum.



0,5 g Chinidinsulfat werde mit 10 cc Wasser auf etwa 60° erhitzt, die Lösung mit 0,5 Kaliumjodid versetzt, die Mischung unter zeitweiligem Umrühren erkalten gelassen und hierauf nach einstündigem Stehen filtriert. Das Filtrat werde auf Zusatz eines Tropfens Ammoniakflüssigkeit nicht oder doch nur äusserst schwach getrübt. — Wird die wässerige, mit Hilfe von etwas verdünnter Schwefelsäure bereitete Chinidinsulfatlösung mit Ammoniak im Ueberschuss versetzt und hierauf die Mischung mit einem gleichen Volum Aether geschüttelt, so entstehe eine klare Lösung des ausgeschiedenen Alkaloids.

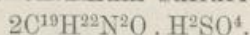
In der 20fachen Menge Chloroform löse sich das Chininsulfat vollständig auf.

Arzneimittel. Durch Kaliumjodid wird Chinidin als

Hydrojodid gefällt. Trübung durch Ammoniak weist dann hin auf Chinin, Cinchonin und Cinchonidin. — Beim Schütteln mit Aether würde Cinchonin, sowie (in grösseren Mengen) Cinchonidin sich an der Berührungsschicht als weisse, pulverige Abscheidung zu erkennen geben.

Beim Lösen in Chloroform werden Chinin- und Cinchonidinsulfat ungelöst bleiben.

Cinchonidinum sulfuricum.



1 g Cinchonidinsulfat sei in 8 cc eines Gemisches von 2 Raumteilen Chloroform und 1 Raumteil absoluten Alkohols vollständig löslich. — 0,5 g Cinchonidinsulfat werden mit 20 cc Wasser bis 60° digeriert, zu der Lösung werden 1,5 g Kaliumnatriumtartrat zugefügt, die Mischung hierauf, unter häufigem Umschütteln, erkalten gelassen und nach einstündigem Stehen bei 15° filtriert. Fügt man zu dem Filtrate alsdann einen Tropfen Ammoniakflüssigkeit, so trete keine oder doch nur eine äusserst schwache Trübung ein.

Arzneimittel. Durch das Seignettesalz wird das Cinchonidin als Tartrat gefällt. Durch Ammoniak würde im Filtrate Chinin, Cinchonin oder Chinidin gefällt werden.

Bestimmung des Gehaltes an ätherischem Oel in Früchten etc.

a. 10 g der fein zerstoßenen Früchte destilliert man solange mit Wasserdämpfen, bis das aus dem Destillierrohr kommende Wasser keinen Geruch mehr zeigt (circa 500 cc). Das Destillat übersättigt man mit Kochsalz und lässt 24 Stunden stehen. Das so ausgeschiedene Oel wird mit 50 cc Aether durch Ausschütteln im Scheidetrichter gelöst und der Aether vor der Verdunstung über ein wenig scharf getrocknetes Kochsalz filtriert. Man spült mit 20 cc Aether nach und überlässt der Selbstverdunstung, indem man das Becherglas mit einem mit kleinen Löchern versehenen Filterpapier überbindet. Nachdem der Aether verdunstet ist, trocknet man noch 12 Stunden im Exsiccator und wägt. (*Helpenberger Methode*; von *K. Dieterich* für *Fruct. Foeniculi* gegeben.)

b. 10 g werden in einen Kolben (von circa 250 cc Inhalt) gewogen, dessen Stopfen doppelt durchbohrt ist; durch die eine Oeffnung des Stopfens geht ein mit einem Wasserdestillationskolben in Verbindung stehendes, bis auf den Boden des die Substanz enthaltenden Kölbchens gehendes, gebogenes Glasrohr; die andere Oeffnung enthält ein im Winkel von etwa 130° gebogenes Glasrohr, das mit einem kleinen, fast senkrecht stehenden *Liebig'schen* Kühler verbunden ist. Zu der Substanz im Kölbchen giebt man etwa 10 cc Wasser, lässt (vielleicht über Nacht) aufquellen und leitet nun so lange Wasserdampf