

ten Säulen, ist geruchlos, und schmeckt sehr sauer. An der Luft zieht es Feuchtigkeit an und zerfließt allmählig; hiebei zersetzt sich aber zu gleicher Zeit das Salz in neutrales und in freie Schwefelsäure, denn setzt man es, auf Druckpapier ausgebreitet, der Luft aus, so zieht sich eine sehr saure Flüssigkeit — freie Schwefelsäure und darin aufgelöstes neutrales Salz — in das Papier, und zuletzt bleibt auf demselben neutrales Salz liegen. Zu seiner Auflösung bedarf das Salz kaum 2 Theile kaltes und  $\frac{1}{2}$  Th. heisses Wasser. Weingeist entzieht ihm das zweite M.-G. Säure und hinterläßt neutrales Salz. Etwaige Verunreinigungen werden, wie beim vorigen Präparate, ausgemittelt.

### **Oxyacanthinum.**

(Oxyacanthin).

Formel: ?

*Bereitung.* Die bei der Darstellung des Berberins (S. 206) erhaltene Mutterlauge verdünne man mit ihrer zwanzigfachen Menge Wassers, und setze so lange eine Auflösung von kohlen-saurem Natron hinzu, bis keine Trübung mehr erfolgt. Den bräunlichen flockigen Niederschlag befreie man von der anhängenden braunen Lauge durch Absetzenlassen, Dekantiren, Wiederanrühren mit frischem Wasser u. s. w., bis dasselbe beinahe farblos abläuft, bringe ihn dann auf ein Seihetuch und trockne ihn in gelinder Wärme. Die erdfarbige Masse reibe man fein, schütte das Pulver in eine Flasche mit weiter Oeffnung, giesse so viel Schwefeläther darauf, dass derselbe einige Finger breit über dem Pulver steht, verschliesse die Flasche mit einem Kork oder einer Blase, digerire unter öfterm Umschütteln bei gewöhnlicher Temperatur einige Tage lang, colire, presse aus und behandle den Rückstand noch 1 — 2 mal mit neuen Mengen Aether. Sämmtliche Auszüge gebe man, nachdem sie nöthigenfalls durch ruhiges Stehen und Filtriren von eingemengten Pulvertheilchen gereinigt worden, in eine Retorte, ziehe bei gelindeste Wärme den Aether so weit ab, dass etwa  $\frac{1}{7}$  —  $\frac{1}{8}$  des Ganzen noch im Rückstande bleibt, nehme diesen mit Wasser, welches durch Salzsäure schwach angesäuert ist, auf, und verdunste die dadurch erhaltene gelbliche Solution in einer porcellanen Schaal zur Krystallisation. So lange noch weisse

Krystallgruppen anschliessen, verdunste man die Mutterlauge weiter; wenn diese aber anfängt, ein gelbliches Salz abzusetzen, so löse man dasselbe wieder auf, füge die noch übrige Mutterlauge hinzu, und behandle die Lösung mit frisch geglühter Holzkohle, bis sie entfärbt ist. Nun löse man die zuerst erhaltenen Krystalle wieder auf, setze die entfärbte Lösung hinzu, verdünne mit reinem Wasser und präcipitire mit ätzendem Ammoniak. Den dadurch bewirkten weissen flockigen Niederschlag wasche man aus, sammle ihn auf einem Filter und trockne ihn in gelinder Wärme. Die Ausbeute ist sehr gering; ich bekam aus der Mutterlauge von der Bereitung des Berberins aus 350 Pfund frischer Berberiswurzelrinde nicht mehr als 13 Drachmen reines Oxyacanthin.

*Vorgang.* Das Oxyacanthin ist in der Berberis an eine Säure gebunden, vermöge deren es sich im Wasser auflöst. Es bleibt, nach der Abscheidung des Berberins, in der Mutterlauge, wird aber aus dieser durch kohlenensaures Natron, welches ihm die Säure entzieht, als unlösliches kohlensaures Oxyacanthin niedergeschlagen. Gleichzeitig werden aber auch durch das kohlen saure Natron die vorhandenen (theils von der Berberis selbst, theils von dem zum Auskochen der Wurzel angewandten Brunnenwasser herrührenden) Kalk- und Magnesiasalze nebst einer bedeutenden Menge extractiver Materie gefällt, so dass man zur vollständigen Präcipitation der Mutterlauge wohl zehnmal mehr Soda bedarf, als zur Fällung des Oxyacanthins allein erforderlich wäre. Durch Auswaschen des Niederschlags wird das anhängende extractive Berberin entfernt. Aether löst aus dem getrockneten Niederschlage fast nur das Oxyacanthin, nebst einer ganz geringen Menge färbender Materie auf, bietet daher das geeignetste Mittel zur Behandlung des erstern dar. Um das Alkaloid vollkommen rein zu erhalten, wird der Rückstand von der Destillation des ätherischen Auszugs in salzsaures Oxyacanthin verwandelt, das reine Salz herauskrystallisirt, die gefärbte Mutterlauge mit Kohle digerirt, die gereinigte Verbindung durch Ammoniak präcipitirt, und der entstandene Salmiak weggewaschen.

*Prüfung.* Das reine Oxyacanthin ist ein weisses, amorphes, geruchloses Pulver, von bitterm, etwas beissendem Geschmack. Es krystallisirt schwierig; wenn man es aber, nach den Erfahrungen von Buchner jun., mit so viel Aether übergiesst, dass es sich nur zum Theil darin lösen kann, und die Masse längere Zeit stehen lässt, so bilden sich darin nach und nach eine Menge feiner Nadeln. Beim Erhitzen entwickelt es Wasserdämpfe,

schmilzt dann, bräunt sich, stösst brenzliche ammoniakalische Produkte aus, entzündet sich und verbrennt endlich, ohne einen Rückstand zu hinterlassen. Kaltes Wasser löst nur Spuren davon auf, kochendes etwas mehr; in Weingeist und Aether löst es sich leicht, die Lösungen reagiren alkalisch. Auch von Säuren wird es leicht aufgenommen, und bildet damit meistens warzenförmige Krystallgruppen; Gerbesäure schlägt aus denselben das Alkaloid in weissen Flocken nieder. Die geistige Lösung des Oxyacanthins bildet mit einer geistigen Lösung der Indigbittersäure einen reichlichen gelben Niederschlag, welche sich nicht in Schwefelsäure, Salzsäure und Essigsäure, wohl aber in Salpetersäure, und zwar mit brauner Farbe, auflöst.

### ***Palladium chloratum.***

(*Palladium muriaticum oxydulatum.* Palladiumchlorür,  
salzsaures Palladiumoxydul).

Formel: Pd + Cl.

*Bereitung.* Feinzerschnittenes metallisches Palladium löse man in einem Glaskolben in einer Mischung von 3 Theilen Salzsäure von 1,130 spec. Gewicht und 2 Th. Salpetersäure von 1,20 spec. Gewicht durch warme Digestion auf (auf 1 Theil Metall bedarf man ohngefähr das Fünf- bis Sechsfache der Säuremischung), giesse die Solution in eine porcellanene Schale, verdunste sie unter beständigem Umrühren mit einem Glasstabe, zuletzt bei ganz gelinder Wärme, zur Trockne und bringe das Salz noch warm in ein gut zu verschliessendes Glas. 1 Theil Palladium liefert beinahe 2 Theile Salz.

*Vorgang.* Das Palladium wird von der Salzsäure allein nicht angegriffen, von einem Gemisch derselben mit Salpetersäure, dem sogenannten Königswasser (s. Acid. molybdaen.) aber leicht aufgelöst.

2 M.-G. Pd, 2 M.-G. HCl und 1 M.-G. NO<sub>5</sub> bilden:

2 M.-G. PdCl, 2 M.-G. HO und 1 M.-G. NO<sub>5</sub>.

1332 Theile Palladium erfordern also 3500 Theile Salzsäure von 1,130 spec. Gewicht (worin 74 Proc. Wasser) und 2500 Th. Salpetersäure von 1,20 spec. Gewicht (worin 73 Proc. Wasser). Ein Ueberschuss beider Säuren zeigt sich aber nothwendig, weil während der Digestion eine Portion davon entweicht. — War das

Palladium mit Silber legirt, wie es häufig im Handel vorkommt, so verwandelt sich das Silber in unlösliches Chlorsilber und muss vor dem Abdampfen durch Verdünnen der Solution und Filtriren beseitigt werden.

*Prüfung.* Das trockne Palladiumchlorür erscheint als eine dunkel rothbraune krystallinische Masse, die keinen Geruch, aber einen stark adstringirenden, scharf salzigen Geschmack besitzt. An der Luft zieht es Feuchtigkeit an und zerfliesst zu einem rothbraunen Liquidum. In der Hitze entbindet es Chlor, geräth dann in Fluss und erstarrt beim Erkalten zu einer rothbraunen krystallinischen Masse, die ein Subchlorür =  $\text{Pd}_2 \text{Cl}$  ist. Glüheth man diess anhaltend, so entweicht alles Chlor und im Rückstande bleibt metallisches Palladium. Charakteristisch für das Palladium ist der schwarzbraune Niederschlag von Jodpalladium, den die Auflösungen seiner Salze mit Jodkalium geben. Bei grosser Verdünnung erfolgt nur eine dunkelbraune Färbung, aus der sich erst nach längerem Stehen der Niederschlag absondert.

## **Picrotoxinum.**

(Picrotoxin).

Formel:  $\text{C}_{12} \text{H}_7 \text{O}_5$ .

*Bereitung.* Eine beliebige Menge Kokkelskörner wird durch Stossen und Absieben enthülst, nach Entfernung der Schaa-len gröblich gepulvert, in einem eisernen oder kupfernen Kessel erwärmt, und in einer zuvor erwärmten Presse so stark als möglich ausgepresst. Den rückständigen Kuchen zerkleinere man wieder durch Stossen, digerire das Pulver in einem Kolben, oder bei grössern Mengen in einer Destillirblase, mit seinem dreifachen Gewichte Weingeist von 80° 1 Tag lang, presse aus, behandle den Rückstand noch zweimal auf dieselbe Weise mit Weingeist, versetze die geistigen Tincturen mit  $\frac{1}{6}$  ihres Volumens Wasser, ziehe den Weingeist ab, bringe den eingeeugten Auszug in eine porcellanene Schaa-le oder einen kupfernen Kessel und dampfe ihn, nach Zusatz einer angemessenen Menge gepulverter Holzkohle, zuletzt in sehr gelinder Wärme zur Trockne ein. Die trockne Masse pulvere man fein, ziehe sie in einer verschlossenen Flasche bei gewöhnlicher Temperatur mit Aether dreimal aus, destillire von den ätherischen Tincturen,