Helfenberger Annalen
1893.

Unter Leitung

von

Dr. Friedrich Schmidt

herausgegeben

von der

Chemischen Fabrik

EUGEN DIETERICH

in

Helfenberg bei Dresden.

BERLIN.
Verlag von Julius Springer.
1894.

Inhalts-Verzeichnis.

A. Untersuchungsmethoden.

B. Untersuchungsresultate.

Vorwort.

Verschiedene Ursachen, teils geschäftlicher, teils privater Natur, haben die Fertigstellung der diesjährigen Annalen ganz bedeutend verzögert. Wir bitten, dieselben trotzdem mit demselben Wohlwollen und derselben Nachsicht wie die früheren Jahrgänge zu beurteilen.

Der vorliegende Jahrgang enthält in ähnlicher Weise wie die Annalen 1888 eine Zusammenstellung der Untersuchungsmethoden, welche wir bei den laufenden Arbeiten im analytischen Laboratorium benützen. Da dieselbe ursprünglich nur dazu bestimmt war, bei den hiesigen Untersuchungen als Richtschnur zu dienen, so sind die einzelnen Präparate und Rohstoffe bezw. Gruppen, welche in Betracht kommen, ohne Rücksicht auf ihre Zusammengehörigkeit nach den lateinischen Benennungen alphabetisch geordnet. Bei jedem Stoffe bezw. jeder Gruppe ist zunächst angegeben, was bestimmt bezw. worauf untersucht werden soll. Darauf folgen die eingehaltenen Verfahren. Naturgemäss haben die meisten derselben keinen Anspruch auf die Bezeichnung „neu“. Wenn wir aber trotzdem mit denselben an die Öffentlichkeit treten, so geschieht es in der Absicht, den Fachgenossen von der analytischen Kontrolle des hiesigen Betriebes, wie sie sich während des 25jährigen Bestehens der Fabrik bis heute entwickelt hat, ein getreues Bild zu geben.

Von denjenigen Präparaten und Rohstoffen, welche im Deutschen Arzneibuch enthalten sind, verlangen wir selbstverständlich in erster Linie, dass sie den gesetzlichen Anforderungen

entsprechen. Besonders erwähnt sind die Methoden des Arzneibuchs aber nur dann, wenn wir sie — zumeist verschärfend — abgeändert haben. In solchen Fällen sind auch die Gründe, die uns hierzu bestimmten, aufgeführt.

Bei der von uns gewählten Anordnung ist es nicht zu vermeiden, dass sich verschiedene Methoden wiederholen. Dieselben sind dann aber nicht nochmals ausführlich angegeben, sondern es ist einfach auf das Vorhergehende verwiesen.

Manche der eingehaltenen Verfahren befinden sich noch nicht auf der wünschenswerten Höhe; nichtsdestoweniger bringen wir sie zur Anwendung, teils weil bessere Methoden nicht vorhanden sind, teils weil sich Verbesserungen erst infolge und während der Arbeit herausbilden lassen. Die Methoden zur Bestimmung des Extraktgehaltes in Vegetabilien ergeben nur relative Zahlen, welche den thatsächlichen Verhältnissen aber sehr nahe kommen.

Der zweite Abschnitt enthält neben den Resultaten, die wir bei den laufenden Untersuchungen erzielten, verschiedene grössere und kleinere Arbeiten z. B. „Über Eisenpeptonat und Eisenpeptonatflüssigkeiten", „Mikrometrische Bestimmung des Feinheitsgrades der Pflanzenpulver und der Salbenverreibungen" usw.

Auch von anderer Seite sind wieder eine Anzahl Arbeiten erschienen, welche sich mit der Untersuchung galenischer Präparate beschäftigen. Es ist dies ein erfreulicher Beweis dafür, dass die Prüfung und Wertschätzung der genannten Präparate in immer weiteren Kreisen Beachtung findet.

Wir hoffen, dass das Deutsche Arzneibuch bei einer Neubearbeitung sich diesem Einfluss nicht wird entziehen können und weiter, dass auch die Helfenberger Annalen 1893 einen bescheidenen Teil hierzu beitragen werden.

Chemische Fabrik in Helfenberg bei Dresden.

Eugen Dieterich.

A.

Untersuchungsmethoden.

Es möge uns gestattet sein, den Untersuchungsmethoden einige allgemeine Bemerkungen vorauszuschicken.

Man bezeichnet als:

Säurezahl die mg KOH, welche zur Sättigung der freien Säure von **1** g Fett, Öl usw. notwendig sind;

Esterzahl die mg KOH, welche **1** g Öl, Fett usw. zum Verseifen erfordert;

Verseifungszahl die Summe von Säure- und Esterzahl;

Jodzahl die Prozente Jod, welche ein Fett, Öl usw. zu addieren vermag.

Bei Kakaoöl und Honig machen wir bezüglich der Säurezahl insofern eine Ausnahme, als wir die mg KOH, welche **10** g zur Sättigung verbrauchen, darunter verstehen.

Alle Proben führen wir zur Kontrolle zweimal aus.

Acetum aromaticum.

D. A. III.
1. Spezifisches Gewicht,
2. Essigsäuregehalt.

Zu 1. Das spezifische Gewicht ist mit der Mohrschen Wage bei 15° C zu bestimmen.

Zu 2. Man wägt 10 g in einen 100 ccm Kolben, füllt mit destilliertem Wasser bis zur Marke auf und titriert 20 ccm unter Zusatz von Phenolphtaleïn als Indikator mit $^1/_2$ Normal-Kalilauge.

Acetum Digitalis.

Untersuchungsgang und Methoden wie bei Acetum aromaticum.

Acetum Scillae.

D. A. III.
1. Spezifisches Gewicht,
2. Essigsäuregehalt.

Zu 1. Siehe Acetum aromaticum.

Zu 2. Das deutsche Arzneibuch lässt mit Normal-Kalilauge titrieren. Wir benutzen $^1/_2$ Normallauge, da die Fehlergrenzen dadurch kleiner werden.

Acidum oleïnicum crudum.

1. Säurezahl,
2. Esterzahl,
3. Verseifungszahl,
4. Jodzahl.

Zu 1. 3 g Ölsäure wägt man in ein etwa 100 ccm fassendes Kölbchen, löst in 30 g Alkohol von 96 pCt, setzt einige Tropfen Phenolphtaleïnlösung hinzu und titriert mit alkoholischer $^1/_2$ Normal-Kalilauge bis zur Rotfärbung. Die Lauge ist vor dem Gebrauche jedesmal zu kontrollieren. Ausserdem ist darauf zu achten, dass ihre Temperatur während des Arbeitens möglichst konstant bleibt, da Schwankungen das Volumen und infolge dessen auch den Titer nicht unerheblich beeinflussen.

Zu 2. Man lässt in die mit Kalilauge bis zur Rotfärbung titrierte Lösung noch 20 ccm $^1/_2$ Normal-Kalilauge hineinfliessen, bringt die Mischung, nachdem man ein Steinchen, um etwaiges Stossen zu verhindern, in das Kölbchen gebracht hat, auf dem Sandbade zu lebhaftem Sieden und erhält sie eine Stunde lang darin. Den verdunsteten Alkohol ersetzt man jedesmal erst dann, wenn sich der Inhalt des

Kölbchens bis auf etwa 10 ccm verringert hat. Schliesslich bringt man ihn noch einmal mit Alkohol auf das ursprüngliche Volumen und titriert den Überschuss an Alkali mit $^1/_2$ Normal-Salzsäure oder Schwefelsäure zurück.

Zu 3. Die Verseifungszahl erhält man durch Addition der Säure- und Esterzahl.

Zu 4. 0,2—0,3 g bringt man in eine 500—700 ccm fassende, mit gut eingeschliffenem Stopfen versehene Flasche, löst in 20 ccm Chloroform und setzt 20 ccm Hüblsche Jodlösung, die 30—36 ccm $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung entsprechen müssen, hinzu. Man verschliesst die Flasche gut, lässt 2 Stunden unter öfterem Umschwenken stehen und titriert dann, nachdem man noch 20 ccm Jodkaliumlösung (1 : 10) und 200 ccm Wasser hinzugesetzt hat, den Jodüberschuss mit $^1/_{10}$ Normal-Natriumthiosulfatlösung zurück.

Die Jodlösung ist unmittelbar vor dem Gebrauche, unter Zusatz von Chloroform, Jodkaliumlösung und Wasser in den oben angegebenen Mengenverhältnissen, zu kontrollieren. Ist die Lösung schwächer, als oben vorgeschrieben, so hat man entsprechend mehr zu nehmen.

Adeps lanae.

1. Verlust bei 100° C,
2. Asche,
3. Säurezahl,
4. Esterzahl,
5. Verseifungszahl,
6. Jodzahl.

Zu 1. Man trocknet 5 g in einem ausgeglühten und gewogenen Platinschälchen bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht.

Zu 2. Die getrocknete Substanz verascht man durch ganz vorsichtiges Erhitzen mit einer gewöhnlichen kleinen Spiritusflamme.

Zu 3. Siehe Acidum oleïnicum crudum; man hat aber, da sich Adeps lanae in Alkohol nur teilweise löst, das Kölbchen mit Inhalt im Sandbade zu erhitzen und heiss zu titrieren.

Zu 4. und 5. Siehe Acidum oleïnicum crudum; man setzt aber nicht 20, sondern 30 ccm $^1/_2$ Normal-Kalilauge hinzu und hält die Mischung nicht eine, sondern vier Stunden im Sieden.

Zu 6. Man wägt 0,3—0,4 g ab, wie unter Acidum oleïnicum crudum angegeben ist, und verfährt auch zunächst weiter nach den dortigen Angaben. Statt 20 ccm Hüblsche Jodlösung setzt man aber 30 ccm von der vorgeschriebenen Stärke hinzu. Ist die Jodlösung zu schwach, so hat man auch in diesem Falle mehr zu nehmen. Man stellt 24 Stunden beiseite und schwenkt während dieser Zeit öfter um. Darauf titriert man, wie unter Acidum oleïnicum crudum angegeben ist, den Jodüberschuss zurück.

Gleichzeitig mit den 30 ccm Jodlösung, die man der Lösung des Wollfettes im Chloroform zusetzt, misst man noch zweimal je 30 ccm ab, titriert in dem einen Falle sofort unter Zusatz von 20 ccm Chloroform, 20 ccm Jodkaliumlösung (1 : 10) und 200 ccm Wasser. Die anderen 30 ccm versetzt man mit 20 ccm Chloroform und setzt sie in einer gut verschlossenen Glasstöpselflasche von 500—700 ccm Inhalt unter öfterem Umschwenken 24 Stunden beiseite. Man titriert dann unter Zusatz der oben angegebenen Mengen Jodkaliumlösung und Wasser.

Bei der Berechnung der Jodzahl nimmt man an, dass der Titer der überschüssigen Jodlösung innerhalb 24 Stunden in demselben Verhältnis abgenommen hat, wie der Titer der ursprünglichen Lösung. Man hat also zu der zum Zurücktitrieren verbrauchten Natriumthiosulfatlösung eine entsprechende Menge ccm hinzuzurechnen und unter Zugrundelegung dieses Produktes die Jodzahl zu berechnen.

Asche, Säure-, Ester-, Verseifungs- und Jodzahl rechnet man auf bei 100 ° C getrocknete Substanz um.

Adeps suillus.

D. A. III.
1. Schmelzpunkt,
2. Säurezahl,
3. Jodzahl,
4. Probe nach Welmans,
5. Wassergehalt,
6. Tierische Membran.

Zu 1. Man bringt die geschmolzene Substanz in eine beiderseits offene Kapillare von etwa $^1/_2$ mm lichter Weite und lässt 24 Stunden bei Zimmertemperatur liegen. Darauf befestigt man das Röhrchen an einem Thermometer, erwärmt ganz allmählich im Wasserbade und nimmt den Grad als Schmelzpunkt an, bei welchem das Fett in die Höhe steigt. Das Wasser hält man während der Bestimmung in fortwährender Bewegung.

Das deutsche Arzneibuch schreibt leider keine Methode zur Bestimmung des Schmelzpunktes vor, trotzdem gerade beim Schmelzpunkt die Ergebnisse mehr als in anderen Fällen von der Art der Bestimmung abhängig sind.

Zu 2. Wir benützen, um die Fehlergrenzen zu verringern, statt Normal- eine $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge. Im übrigen richten wir uns nach dem deutschen Arzneibuch.

Zu 3. Man nimmt 0,3 – 0,4 g in Arbeit. Das Weitere siehe unter Acidum oleïnicum crudum.

Zu 4. 1 g Adeps löst man in einem Reagensglase in 5 ccm Chloroform, setzt 5 ccm einer Lösung von Phosphormolybdänsäure oder phosphormolybdänsaurem Natron*) hinzu, schüttelt kräftig um und lässt einige Minuten stehen. Ist das Schweinefett rein, so verändert sich die Farbe des Reagens nicht. Ist aber Baumwollensamenöl oder irgend ein anderes pflanzliches Öl zugegen, so färbt sich das Reagens grün und nach dem Übersättigen mit Ammoniak blau oder bläulich.

Zu 5. 2 g trocknet man in einem flachen Schälchen bis zum gleichbleibenden Gewicht.

Zu 6. 10 g geschmolzenes Fett filtriert man durch ein trocknes Filter und wäscht einen etwaigen Rückstand mit Petroläther gut aus.

*) E. Schmidt, Anorganische Chemie, II. Aufl., S. 847 u. III. Aufl., S. 884.

Eine geringe Menge des ausgewaschenen Rückstandes bringt man mit einem Tropfen Paraffinöl auf einen Objektträger und sucht sie unter dem Mikroskop zu charakterisieren.

Enthält das Schweineschmalz Wasser, so sind alle Zahlen auf wasserfreies Fett umzurechnen.

Albumen Ovi siccum.

D. A. III.
Asche.

Man wägt 2 g in einer ausgeglühten, tarierten flachen Platinschale ab und verascht, indem man vom Rande aus allmählich mit einer gewöhnlichen Spirituslampe bis zur dunklen Rotglut erhitzt. Tritt keine vollständige Veraschung ein, so weicht man den Rückstand mit etwas Wasser auf, dampft im Wasserbade ein und glüht noch einmal. Sollte die Asche auch jetzt noch Kohle enthalten, so wiederholt man das Verfahren noch ein oder einige Male oder man zieht die Asche mit Wasser aus und filtriert die Salzlösung ab. Der unlösliche Rückstand verascht jetzt leicht und vollständig. Sobald er verascht ist, bringt man die Salzlösung in das Schälchen zurück, dampft im Wasserbade ein und erhitzt bis zur dunklen Rotglut. Man lässt im Exsiccator erkalten und wägt.

Aloë.

D. A. III.
1. Verlust bei 100° C,
2. Extraktgehalt.

Zu 1. 2 g trocknet man bei 100° C bis zum konstanten Gewicht.

Zu 2. Man löst 20 g in 100 g siedendem Wasser, lässt 24 Stunden absitzen und giesst klar ab. 10 ccm dieser Lösung, = 2 g Substanz,

dampft man in einem tarierten Platinschälchen ein und trocknet bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht.

Der Extraktgehalt ist auf bei 100° C getrocknete Aloë umzurechnen.

Ammoniacum crudum.

D. A. III.
1. Verlust bei 100° C,
2. Asche,
3. In Alkohol von 96 pCt Lösliches bei 100° C getrocknet,
4. In Alkohol von 96 pCt Unlösliches bei 100° C getrocknet,
5. Jodzahl des Alkohollöslichen.

Zu 1 und 2. Siehe Adeps lanae.

Zu 3. 10 g grob gepulverte Substanz bringt man in ein gewogenes Becherglas von etwa 200 ccm Inhalt, kocht zunächst 5 Minuten mit 100 und dann noch dreimal mit je 50 ccm Alkohol von 96 pCt aus. Die Lösungen filtriert man durch ein gewogenes Filter in eine gewogene Porzellanschale und dampft sie sofort im Wasserbade ein. Schliesslich bringt man den unlöslichen Rückstand möglichst vollständig auf das Filter und wäscht Becherglas, Filter und Rückstand noch mit 50 ccm heissem Alkohol nach. Den Rückstand der vereinigten Filtrate trocknet man bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht und wägt.

Den Alkohol kann man durch Abdestillieren wieder gewinnen. Man kann das Gummiharz auch in einem Extraktionsapparate mit Alkohol ausziehen. Nach unseren bisherigen Erfahrungen kommt man aber auf die oben angegebene Weise am sichersten und schnellsten zum Ziel.

Zu 4. Das Becherglas und das gewogene Filter trocknet man bei 100° C und wägt. Die Summe der Gewichtszunahmen bildet den unlöslichen Rückstand.

Zu 5. Man nimmt 0,15—0,2 g des bei 100° C getrockneten Alkohollöslichen in Arbeit und verfährt im übrigen wie oben unter Adeps lanae angegeben ist.

Die Asche, das Alkohollösliche und Alkoholunlösliche sind auf bei 100° C getrocknete Substanz umzurechnen.

Balsamum Copaïvae.

D. A. III.
1. Säurezahl,
2. Esterzahl,
3. Verseifungszahl,
4. Jodzahl.

Zu 1, 2 und 3. Siehe Acidum oleïnicum crudum.

Das Deutsche Arzneibuch schreibt bei Copaivabalsam zur Bestimmung der Säure- und Esterzahl mit 3 Raumteilen absolutem Alkohol verdünnte Normal-Kalilauge vor. Ferner lässt es beim Verseifen nur $^1/_4$ Stunde auf dem Wasserbade erwärmen und dann mit Normal-Salzsäure zurücktitrieren. Abgesehen davon, dass die zum Verseifen vorgeschriebene Zeit zu kurz ist, genügt auch das „Erwärmen" auf dem Wasserbade nicht, um eine vollständige Verseifung zu erzielen. Man muss die Mischung zu diesem Zwecke auf dem Sandbad eine Stunde lang in lebhaftem Sieden erhalten. Ausserdem halten wir die Verwendung einer $^1/_2$ Normalsäure und einer alkoholischen $^1/_2$ Normallauge für zweckentsprechender.

Zu 4. Siehe Ammoniacum crudum; man behandelt den Balsam aber vorher nicht mit Alkohol, sondern nimmt ihn direkt in Arbeit.

Balsamum canadense.

Untersuchungsgang und Methoden wie bei Balsamum Copaïvae.

Balsamum peruvianum.

D. A. III.

Der Untersuchungsgang ist derselbe wie bei Balsamum Copaïvae und Canadense. Zur Bestimmung der Säure-, Ester- und Verseifungszahl nimmt man an Stelle von 3 g aber nur 1 g, da die Endreaktionen sonst zu undeutlich werden. Bei der Feststellung der Jodzahl wägt man statt 0,15—0,2 g etwa 0,3 g ab.

Cera alba et flava.

D. A. III.
1. Spezifisches Gewicht,
2. Säurezahl,
3. Esterzahl,
4. Verseifungszahl,
5. Schmelzpunkt,
6. Kochen mit kaltgesättigter Boraxlösung.

Da nur von mechanischen Verunreinigungen freies Wachs zuverlässige Zahlen zu liefern vermag, so ist es notwendig, in zweifelhaften Fällen das zu untersuchende Wachs vor allem zu filtrieren.

Zu 1. Man schmilzt etwas Wachs in einem Porzellanschälchen oder Becherglas mit Ausguss und lässt dann Tropfen für Tropfen (etwa 12) in Alkohol von 96 pCt oder auf eine Glasplatte fallen. Bei dieser Operation hat man das Schälchen der Oberfläche des Alkohols bezw. der Glasplatte möglichst nahe zu bringen. Darauf stellt man sich 12 Alkohol-Wassermischungen her, welche bei 15 ° C die spezifischen Gewichte 0,959, 0,960, 0,961 u. s. w. bis 0,970 zeigen. Nachdem die Wachsperlen 24 Stunden bei 15 — 20 ° C gelegen haben, bringt man die verdünnten Alkohole genau auf eine Temperatur von 15 ° C und wirft der Reihe nach einige Perlen hinein. Dieselben haben das spezifische Gewicht desjenigen Alkohols, in welchem sie in der Schwebe bleiben. Bei der Auswahl der Perlen hat man darauf zu achten, dass sie keine Luftblasen einschliessen und dass ihnen auch keine anhängen.

Das Deutsche Arzneibuch spricht bei der Bestimmung des spezifischen Gewichts unter Cera flava von einem „Stückchen Wachs" und unter Cera alba nur von „Wachs". Dies kann nur so verstanden werden, dass man sich einfach ein Stückchen abbrechen oder abschlagen soll. Derartige Stückchen haben aber meist rauhe Flächen und halten daher leicht Luftblasen fest. Ferner lässt das Arzneibuch das Wachs in eine Mischung aus 2 Teilen Weingeist und 7 Teilen Wasser bezw. 1 Teil Weingeist und 3 Teilen Wasser bringen und dann so lange Wasser zutröpfeln bis das Wachs in der Mitte der Flüssigkeit schwebt. Hierdurch entsteht leicht ein Fehler, da sich durch das Zutröpfeln von Wasser immer wieder Luftblasen bilden und an das Wachs ansetzen.

Zu 2, 3 und 4. Siehe Acidum oleïnicum crudum; da sich das Wachs aber nicht in Alkohol löst, so erhitzt man das Kölbchen mit dem Wachs und Alkohol zur Bestimmung der Säurezahl auf dem Sandbade und titriert heiss.

Zu 5. Siehe Adeps suillus.

Zu 6. Man kocht 1 g Wachs mit 20 ccm kalt gesättigter Boraxlösung im Reagensglase einmal auf und lässt erkalten. Das Wachs muss sich vollständig wieder abscheiden und die untenstehende Flüssigkeit muss klar erscheinen.

Wir führen die beiden letzten Proben nur dann aus, wenn die anderen Bestimmungen irgendwelche Verdachtsmomente ergeben haben.

Cera japonica.

1. Schmelzpunkt,
2. Säurezahl,
3. Esterzahl,
4. Verseifungszahl.

Zu 1. Siehe Adeps suillus.

Zu 2, 3 und 4. Siehe Cera alba et flava; zur Bestimmung der Esterzahl setzt man statt 20 aber 40 ccm $^1/_2$ Normal-Kalilauge hinzu.

Ceresinum.

1. Schmelzpunkt,
2. Geruch.

Zu 1. Siehe Adeps suillus.

Zu 2. In einem 500 ccm fassenden Becherglase erhitzt man 300 ccm Wasser zum Sieden. In das siedende Wasser wirft man ein 5 g schweres Stück Ceresin und beobachtet nun den sich etwa entwickelnden Geruch.

Charta exploratoria.

Empfindlichkeit.

Man stellt sich 8 Schwefelsäureverdünnungen her, welche 1 Teil SO^3 in 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60 bezw. 80 tausend Teilen Wasser und 8 Ammoniakverdünnungen, welche in demselben Verhältnis NH^3 enthalten.

Von den mit Filtrierpapier hergestellten Reagenspapieren taucht man je einen Streifen einmal der Reihe nach in die SO^3 bezw. NH^3 Lösungen ein und beobachtet, mit welcher Lösung noch ein Farbenumschlag eintritt.

Die mit Postpapier hergestellten Papiere prüft man durch Betupfen mit den genannten Lösungen.

Charta sinapisata.

D. A. III.
1. Senfmehlmenge,
2. Menge des ätherischen Senföls, welche sich beim Behandeln mit Wasser entwickelt.

Zu 1. Man löst durch vorsichtiges Schaben mit einem Messer das Senfmehl von 100 qcm ab und wägt.

Zu 2. Nachdem man das Senfmehl gewogen hat, bringt man es in ein Kölbchen von etwa 100 ccm Inhalt, übergiesst es mit 50 ccm Wasser von 20—25° C und lässt das gut verschlossene Kölbchen unter öfterem Umschwenken 10 Minuten bei derselben Temperatur stehen. Darauf setzt man 5 ccm Alkohol und 2 ccm Olivenöl hinzu, verbindet mit einem Liebigschen Kühler und legt ein Kölbchen von etwa 100 ccm Inhalt, welches 10 ccm Ammoniakflüssigkeit enthält, vor. Man lässt den Kühler in die vorgelegte Ammoniakflüssigkeit eintauchen und destilliert 25—30 ccm über. Ist die vorgeschriebene Menge Flüssigkeit

übergegangen, so setzt man Silbernitratlösung im geringen Überschuss zu, beschleunigt das Zusammenballen des Schwefelsilbers durch Umschwenken und füllt mit Wasser auf etwa 100 ccm auf. Sollte sich die Flüssigkeit nicht sehr bald klären, so setzt man noch einige ccm Ammoniakflüssigkeit hinzu. Man sammelt dann das Schwefelsilber auf einem gewogenen Filter, wäscht solange aus, bis sich im Filtrat kein Silber mehr nachweisen lässt, trocknet bei 100° C und wägt. Man multipliziert das Gewicht des Schwefelsilbers mit 0,4301. Die gewonnene Zahl giebt die Menge des Senföls an.

Colla piscium.

1. Verlust bei 100° C,
2. In Wasser unlöslicher Rückstand.

Zu 1. 5 g in kleine Streifen zerschnittene Hausenblase trocknet man bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht.

Zu 2. 10 g in kleine Streifen zerschnittene Hausenblase kocht man 4 mal jedesmal $^1/_4$ Stunde lang mit 300 ccm Wasser aus. Den Rückstand trocknet man bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht und wägt.

Colophonium.

D. A. III.
1. Spezifisches Gewicht,
2. Säurezahl.

Zu 1. Man stellt sich 6 Kochsalzlösungen von 1,075, 1,076 bis 1,080 spezifischem Gewicht bei 15° C her. In die Lösungen bringt man bei derselben Temperatur der Reihe nach einige Stückchen Kolophon.

Dieselben haben das spezifische Gewicht derjenigen Lösung, in welcher sie in der Schwebe bleiben. Bei der Auswahl der Stückchen hat man sorgfältig darauf zu achten, dass sie keine Risse und Luftblasen oder Verunreinigungen enthalten.

Zu 2. Siehe Acidum oleïnicum crudum.

Cortex Cascarae Sagradae.

Alkoholisches Extrakt.

20 g fein gepulverte Rinde übergiesst man in einem gewogenen Becherglase mit 200 ccm eines Gemisches aus 1 Teil Alkohol und 2 Teilen Wasser und stellt das Gesamtgewicht fest. Man lässt unter öfterem Umrühren 24 Stunden stehen, ergänzt den etwa verdunsteten Alkohol, lässt absitzen und filtriert durch ein trockenes Filter. 20 ccm des Filtrates, = 2 g Rinde, dampft man in einem gewogenen Schälchen ein und trocknet bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht.

Cortex Cascarillae.

D. A. III.
Wässeriges Extrakt.

20 g fein gepulverte Rinde übergiesst man in einem gewogenen Becherglase mit 200 g siedendem Wasser, stellt unter öfterem Umrühren 12 Stunden beiseite, ergänzt das etwa verdunstete Wasser und verfährt weiter, wie unter Cortex Cascarae Sagradae angegeben ist.

Cortex Chinae.

D. A. III.
1. Wässeriges Extrakt,
2. Alkoholisches Extrakt.

Zu 1. 20 g fein gepulverte Rinde übergiesst man in einem Becherglase mit 200 g kaltem Wasser und lässt unter öfterem Umrühren 24 Stunden stehen. Man lässt absitzen und verfährt weiter, wie bei Cortex Cascarae Sagradae angegeben ist.

Zu 2. Siehe Cortex Cascarae Sagradae. Statt des Gemisches aus 1 Teil Alkohol und 2 Teilen Wasser nimmt man verdünnten Alkohol.

Cortex Condurango.

D. A. III.
Alkoholisches Extrakt.

Siehe Cortex Cascarae Sagradae.

Alle anderen Rinden, welche zur Bereitung von Extrakten benutzt werden sollen, untersucht man unter möglichster Anlehnung an die entsprechenden Extraktvorschriften in ähnlicher Weise.

Emplastra.

Verlust bei 100° C.

2 g trocknet man in einem gewogenen Schälchen bis zum gleichbleibenden Gewicht.

Extracta fluida.

1. Identität,
2. Spezifisches Gewicht,
3. Trockenrückstand,
4. Asche.

Zu 1. Die Angabe der Identitätsreaktionen für die verschiedenen Fluidextrakte würde zu viel Raum beanspruchen. Wir verweisen auf die Helfenberger Annalen 1891, Seite 50—80.

Zu 2. Siehe Acetum aromaticum.

Zu 3. 5 g dampft man in einem ausgeglühten und gewogenen Platinschälchen ein und trocknet bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht.

Zu 4. Den Trockenrückstand verascht man. Siehe Albumen Ovi siccum.

Von den im Deutschen Arzneibuch enthaltenen Fluidextrakten verlangen wir selbstverständlich auch, dass sie den gesetzlichen Anforderungen entsprechen.

Extracta spissa et sicca.

1. Identität,
2. Verlust bei 100° C,
3. Asche,
4. Kaliumcarbonat in 100 Asche.

Diese vier Bestimmungen führen wir mit allen dicken und trocknen Extrakten aus. Eine Ausnahme machen die narkotischen, bei welchen wir nur

Identität und
Alkaloidgehalt

bestimmen.

Von den Extrakten, welche im Deutschen Arzneibuch enthalten sind, verlangen wir selbstverständlich auch, dass sie den gesetzlichen Anforderungen entsprechen.

Zu 1. Auf die Wiedergaben der betreffenden Reaktionen müssen wir aus Raummangel verzichten. Wir verweisen auf die Helfenberger Annalen 1891, Seite 50—80.

Zu 2. 2 g trocknet man in einem ausgeglühten und gewogenen Platinschälchen bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht.

Zu 3. Das getrocknete Extrakt verascht man. Siehe Albumen Ovi siccum.

Zu 4. Man erwärmt die Asche mit 20 ccm Wasser, lässt erkalten, filtriert durch ein kleines Filter und wäscht Schälchen und Filter mit je 10 ccm Wasser nach. Das Filtrat versetzt man mit einigen Tropfen Tropäolinlösung (1 : 100) und titriert mit $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure.

Ausserdem bestimmen wir bei

Extractum Ferri pomatum
Eisen,
Extractum Malti
Maltose und **Dextrin,**
Extractum Tamarindorum
freie Säure.

Extractum Ferri pomatum.

Man löst die ausgelaugte Asche in 10—20 ccm Salzsäure, kocht mit einigen Tropfen Salpetersäure und verdünnt auf 100 ccm. Die Lösung filtriert man durch ein trockenes Filter. 50 ccm des Filtrats versetzt man mit Ammoniak in geringem Überschuss und erhitzt die Mischung so lange, bis sich alles Eisen abgeschieden hat. Den Niederschlag sammelt man auf einem Filter von bekanntem Aschengehalt, wäscht mit heissem Wasser aus, trocknet, glüht und wägt nach dem Erkalten.

Extractum Malti.

Man löst 5 g Malzextrakt in 25 ccm Wasser, versetzt die Lösung im langsamen Strahl unter Umrühren mit 400 g absolutem Alkohol und stellt 12 Stunden zum Absetzen beiseite. Man filtriert darauf die klar gewordene Flüssigkeit, bringt den Niederschlag auf ein Filter und wäscht ihn durch zweimaliges Aufgiessen von absolutem Alkohol nach. Man löst ihn sodann in etwa 60 ccm Wasser, kocht die Lösung auf, filtriert sie und bringt sie nach dem Abkühlen auf 100 ccm. Diese Dextrin-Maltoselösung benutzt man zu folgenden Bestimmungen:

Man erhitzt 50 ccm davon mit 4 ccm Salzsäure von 25 pCt HCl-Gehalt in einem Becherglase von etwa 100 ccm Inhalt mit aufgelegtem Uhrglase 3 Stunden lang im Wasserbade unter lebhaftem Kochen des Wassers und zwar so, dass das Becherglas bis zum Rande in das Wasser eingesenkt ist. Darauf setzt man das Erhitzen nach Entfernung des Uhrglases noch $^1/_2$ Stunde fort, kühlt die Flüssigkeit ab, neutralisiert sie mit Natronlauge und füllt sie wieder auf 50 ccm auf. 25 ccm dieser Flüssigkeit (findet man über 10 pCt Dextrin, so empfiehlt es sich, den Versuch mit 20 ccm zu wiederholen) verwendet man sodann zur gewichtsanalytischen Bestimmung des Traubenzuckers nach Allihn*). Aus dem erhaltenen Kupferwerte findet man die Menge des Traubenzuckers nach der Allihnschen Tabelle.

Man verwendet 25 ccm der Dextrin-Maltoselösung zur gewichtsanalytischen Bestimmung der mitgefällten Maltose nach Soxhlet**), findet aus der erhaltnen Kupfermenge nach der Weinschen Tabelle die Maltose und berechnet letztere durch Division mit 0,95 auf Traubenzucker. Aus der Differenz beider Traubenzuckermengen findet man durch Multiplikation mit 0,9 das Dextrin.

Extractum Tamarindorum.

2 g löst man in 400 ccm destilliertem Wasser, setzt einige Tropfen Phenolphtaleïnlösung hinzu und titriert mit $^1/_2$ Normal-Kalilauge.

Man berechnet die Säure auf Weinsäure.

Extractum Aconiti, Belladonnae, Hyoscyami, Strychni.

Von der dicken Form des Akonit-, Belladonna- und Bilsenkrautextraktes löst man 2 g in 3 ccm destilliertem Wasser, von der trocknen reibt man 2 g mit 4 ccm Wasser an. Bei Brechnussextrakt löst man 1 g in 3 ccm Wasser. Die Lösung mischt man, ohne stark zu drücken, mit 10 g grobgepulvertem reinem Calciumoxyd (CaO aus Marmor), füllt die krümliche Mischung sofort in den Barthelschen Extraktionsapparat und extrahiert sofort $^3/_4$—1 Stunde mit Äther. Will man den Soxhletschen oder einen ähnlichen Apparat benutzen, so hat man das Gemisch sofort in eine entsprechende Hülse zu füllen

*) Schmidt, Organische Chemie, II. Aufl., S. 755.
**) Schmidt, Organische Chemie, II. Aufl., S. 780.

und sofort zu extrahieren. Vorher bringt man aber unter die Patrone einen dichten, mindestens 2 cm hohen Wattepfropfen. Nachdem die Extraktion beendet ist, bringt man den Auszug in eine tiefe Porzellanschale von 10—12 cm Durchmesser, spült das Extraktionskölbchen mit einigen Tropfen Alkohol und etwas Äther nach und lässt den Äther, nachdem man noch 3—5 Tropfen Wasser hinzugesetzt hat, auf dem Wasserbade verdunsten. Den Rückstand löst man in möglichst wenig (etwa 0,5—1 ccm) Alkohol und setzt der Lösung 1—2 ccm Wasser hinzu. Nachdem man die Mischung dann noch mit 1—2 Tropfen Hämatoxylinlösung (1 : 100 Alkohol) versetzt hat, titriert man mit $^1/_{100}$ bezw. bei Extractum Strychni mit $^1/_{20}$ Normal-Schwefelsäure.

Wegen der Alkalität des Glases*) ist eine Titration in Glasgefässen zu vermeiden.

Extractum Opii.

Man bestimmt das Morphin so, wie im Deutschen Arzneibuch angegeben ist. An Stelle des dort vorgeschriebenen Äthers nimmt man aber Essigäther und statt die Mischung 6 Stunden stehen zu lassen, schüttelt man sie 10 Minuten recht kräftig und fügt sofort nach dem Schütteln noch 10 g Essigäther hinzu. Man giesst dann die Essigätherschicht vorsichtig soweit wie möglich ab, fügt nochmals 10 g Essigäther hinzu und verfährt weiter nach dem Deutschen Arzneibuch, benutzt zum Nachwaschen aber nicht äther- sondern essigäthergesättigtes Wasser.

Durch das Schütteln wird die Zeitdauer der Bestimmung ganz bedeutend abgekürzt.

Durch den Gebrauch von Essigäther an Stelle des Äthers erhält man weniger gefärbtes und reineres Morphin.

---

*) Helfenberger Annalen 1892, S. 44.

Ferro-Manganum peptonatum.

1. Löslichkeit,
2. Glührückstand (Asche),
3. Eisen und Mangan.

Zu 1. 4 g löst man durch Kochen in 100 g Wasser.

Zu 2. Man verascht 1 g. Näheres siehe Albumen Ovi siccum.

Zu 3. Nachdem man den Glührückstand gewogen hat, löst man ihn in möglichst wenig starker Salzsäure, verdünnt die Lösung auf etwa 100 ccm, kocht einige Minuten mit einigen Tropfen Salpetersäure, um etwa reduziertes Eisen wieder zu oxydieren, neutralisiert annähernd mit kohlensaurem Natron und übersättigt dann mit essigsaurem Natron. Die Lösung kocht man so lange, bis sich das Eisen vollständig abgeschieden hat. Man filtriert den Niederschlag ab, löst ihn nochmals in möglichst wenig Salzsäure und fällt wieder, wie oben angegeben ist. Man sammelt den Niederschlag jetzt auf einem Filter von bekanntem Aschengehalt, wäscht ihn mit heissem Wasser gut aus, trocknet, glüht, lässt erkalten und wägt.

$$\underset{160}{Fe^2O^3} : \underset{112}{2\,Fe} = \text{gefundene Menge } Fe^2O^3 : x.$$

Die vereinigten Filtrate dampft man auf etwa 100 ccm ein, setzt der heissen Flüssigkeit soviel Bromwasser hinzu, dass sie stark danach riecht und kocht die Mischung so lange, bis sich alles Brom wieder verflüchtigt hat. Nachdem das gebildete Permanganat durch einige Tropfen Alkohol reduziert worden ist, filtriert man den Niederschlag ab, wäscht ihn mit heissem Wasser sorgfältig aus, trocknet, glüht, lässt erkalten und wägt.

$$\underset{229}{Mn^3O^4} : \underset{165}{3\,Mn} = \text{gefundene Menge } Mn^3O^4 : x.$$

Ferro Manganum saccharatum.

1. Löslichkeit,
2. Glührückstand (Asche),
3. Eisen und Mangan.

Zu 1. 6 g löst man in 100 g warmem Wasser.
Zu 2. Man verascht 2 g. Näheres siehe Albumen Ovi siccum.
Zu 3. Siehe Ferro-Manganum peptonatum.

Ferrum albuminatum cum Natrio citrico.

1. Löslichkeit,
2. Eisengehalt.

Zu 1. Man löst 2,8 g durch öfteres Umschütteln in 100 g kaltem Wasser.

Zu 2. 2 g verascht man in einer ausgeglühten und gewogenen kleinen Platinschale (siehe Albumen Ovi siccum), laugt die Asche mit heissem Wasser gut aus, bringt den Rückstand in die Schale zurück, trocknet, glüht, lässt erkalten und wägt. Der Rückstand ist Eisenoxyd.

Ferrum albuminatum solubile.

1. Löslichkeit,
2. Eisengehalt.

Zu 1. 2 g löst man durch Anreiben und öfteres Umschütteln in einer Mischung aus 0,8 g Natronlauge (1,17 spez. Gew.) und 100 g Wasser.

Zu 2. Siehe Ferrum albuminatum cum Natrio citrico.

Ferrum peptonatum.

1. Löslichkeit,
2. Eisengehalt.

Zu 1. Man löst 1,6 g durch Kochen in 100 g Wasser.
Zu 2. Siehe Ferrum albuminatum cum Natrio citrico.

Ferrum saccharatum 10 pCt.

1. Löslichkeit,
2. Eisengehalt.

Zu 1. 2,2 g löst man in 100 g warmem Wasser.
Zu 2. Siehe Ferrum albuminatum cum Natrio citrico.

Ferrum saccharatum 3 pCt.

D. A. III.

Die unter Ferrum albuminatum cum Natrio citrico angegebene gewichtsanalytische Methode zur Bestimmung des Eisens ist einfacher und ebenso genau, wie die massanalytische des deutschen Arzneibuches.

Folia Trifolii fibrini.

D. A. III.
Wässeriges Extrakt.

20 g fein zerschnittene Blätter übergiesst man in einem gewogenen Becherglase mit 200 g siedendem Wasser, lässt unter öfterem Umrühren 6 Stunden bei 35 — 40 ° C stehen und ergänzt das etwa verdunstete Wasser. Man verfährt dann weiter wie unter Cortex Cascarae Sagradae angegeben ist.

Folia Sennae.

D. A. III.
Wässeriges Extrakt.

20 g fein zerschnittene Blätter übergiesst man in einer gewogenen Infundierbüchse mit 200 g siedendem Wasser, erhitzt 5 Minuten im Dampfbade, lässt erkalten, ergänzt das verdampfte Wasser, filtriert und verfährt weiter wie unter Cortex Cascarae Sagradae angegeben ist.

Fructus Colocynthidis.

D. A. III.
Alkoholisches Extrakt.

Man nimmt fein geschnittene Koloquinthen und ein Gemisch aus 2 Teilen Weingeist und 1 Teil Wasser. Im übrigen verfährt man wie unter Cortex Cascarae Sagradae angegeben ist.

Fructus Juniperi.

D. A. III.
Wässeriges Extrakt.

10 g gut zerquetschte Beeren übergiesst man in einem gewogenen Becherglase mit 40 g kochendem Wasser, bedeckt das Glas gut und stellt 12 Stunden unter wiederholtem Umrühren beiseite. Man bringt das Ganze dann auf ein Gesamtgewicht von 110 g, lässt absitzen und seiht durch. 20 ccm Seihflüssigkeit behandelt man weiter wie unter Cortex Cascarae Sagradae angegeben ist.

Fructus Sambuci.

Wässeriges Extrakt.

Siehe Fructus Juniperi.

Alle anderen Blätter und Früchte, welche zur Extraktbereitung benutzt werden sollen, untersucht man in ähnlicher Weise unter möglichster Anlehnung an die betreffende Extraktvorschrift.

Galbanum crudum.

D. A. III.
1. Verlust bei 100° C,
2. Asche,
3. In Alkohol von 96 pCt Lösliches bei 100° C getrocknet,
4. In Alkohol von 96 pCt Unlösliches bei 100° C getrocknet,
5. Säurezahl des Alkohollöslichen,
6. Jodzahl des Alkohollöslichen.

Zu 1, 2, 3, 4 und 6. Siehe Ammoniacum crudum.

Zu 5. Siehe Acidum oleïnicum crudum.

Asche, Alkohollösliches und -Unlösliches berechnet man auf bei 100° C getrocknete Substanz.

Herba Absinthii.

D. A. III.
Alkoholisches Extrakt.

Man nimmt fein geschnittenes Kraut und ein Gemisch aus 1 Teil Weingeist und 4 Teilen Wasser. Im übrigen verfährt man genau, wie unter Cortex Cascarae Sagradae angegeben ist.

Herba Cardui benedicti.

Siehe Folia Trifolii fibrini.

Alle anderen Kräuter untersucht man, soweit sie zur Extraktbereitung benutzt werden sollen, unter möglichster Anlehnung an die entsprechenden Extraktvorschriften in ähnlicher Weise.

Lanolinum et Lanolinum anhydricum.

Untersuchungsgang und Methoden siehe Adeps lanae.

Lackmus.

Färbekraft.

5 g zerreibt man, spült mit 80 ccm Wasser in einen 100 ccm Kolben, digeriert 2 Stunden bei 50° C, lässt erkalten, füllt zu 100 ccm auf und filtriert nach dem Absitzen. 100 ccm Wasser müssen mit 0,05 ccm Filtrat, = 0,0025 Lackmus, versetzt, in einer Schicht von 20 cm Höhe von oben gesehen noch deutlich gefärbt erscheinen.

Liquor Ferri acetici.

D. A. III.

Den Eisengehalt bestimmt man so, wie im Deutschen Arzneibuch vorgeschrieben ist. Statt aber die mit 1 ccm Salzsäure versetzten 2 ccm sofort mit 20 ccm Wasser zu verdünnen, erhitzt man das Gemisch zunächst einmal zum Sieden und verfährt dann weiter wie im Arzneibuch angegeben ist.

Versäumt man das Erhitzen, so findet man leicht zu wenig Eisen.

Liquor Ferri albuminati D. A. III.

D. A. III.
1 Spezifisches Gewicht,
2. Reaktion,
3. Eisengehalt.

Zu 1. Siehe Acetum aromaticum.

Zu 2. Man nimmt mit Postpapier hergestelltes Reagenspapier, bringt mit einem Glasstabe einen Tropfen des Liquors auf das Papier und lässt einige Sekunden einwirken.

Zu 3. 40 g verdampft man in einem Platinschälchen zur Trockne. Den Rückstand behandelt man zum Zwecke der Eisenbestimmung, wie Ferrum albuminatum cum Natrio citrico.

Den Eisengehalt bestimmen wir nur dann, wenn das spezifische Gewicht abnorm ist.

Liquor Ferri albuminati

klar versüsst, trübe unversüsst oder versüsst.

1. Spezifisches Gewicht,
2. Reaktion,
3. Eisengehalt.

Siehe Liquor Ferri albuminati D. A. III.

Liquor Ferri oxychlorati.

D. A. III.
1. Spezifisches Gewicht,
2. Salzsäuregehalt,
3. Eisengehalt.

Zu 1. Siehe Acetum aromaticum.

Zu 2. 10 g Liquor verdünnt man in einem 200 ccm fassenden Kolben mit 150 ccm Wasser, versetzt die Mischung mit 20 ccm $^1/_2$ Normal-Ammoniak, füllt mit Wasser bis zur Marke auf und filtriert. 100 ccm des Filtrats versetzt man mit einigen Tropfen alkoholischer Rosolsäurelösung (1 : 100) und titriert mit $^1/_2$ Normal-Schwefelsäure zurück. Die verbrauchten ccm $^1/_2$ Normal-Ammoniak rechnet man auf Salzsäure um.

Zu 3. 20 g bringt man in ein ausgeglühtes und gewogenes Platinschälchen, setzt einige Tropfen Ammoniakflüssigkeit hinzu, dampft im Wasserbade zur Trockne und glüht auf einer gewöhnlichen Spiritusflamme. Man lässt erkalten, laugt mit heissem Wasser aus, trocknet, glüht nochmals, lässt erkalten und wägt.

Liquor Ferri peptonati

unversüsst oder versüsst.

1. Spezifisches Gewicht,
2. Reaktion,
3. Eisengehalt.

Siehe Liquor Ferri albuminati D. A. III.

Liquor Ferro-Mangani peptonati

unversüsst oder versüsst.

1. Spezifisches Gewicht,
2. Reaktion,
3. Eisen und Mangan.

Zu 1 u. 2. Siehe Liquor Ferri albuminati D. A. III.

Zu 3. Man verdampft 20 g in einem Platinschälchen zur Trockne und behandelt den Rückstand, wie unter Ferro-Manganum peptonatum angegeben ist.

Eisen und Mangan bestimmen wir nur dann, wenn das spezifische Gewicht abnorm ist.

Liquor Ferro-Mangani saccharati.

Siehe Liquor Ferro-Mangani peptonati.

Lithargyrum.

D. A. III.
1. Glühverlust,
2. Essigsäureunlösliches.

Zu 1. 2 g bringt man in einen ausgeglühten und gewogenen Porzellantiegel, erhitzt eine halbe Stunde lang bis zur dunklen Rotglut, lässt erkalten und wägt.

Zu 2. Man sammelt den in Essigsäure unlöslichen Rückstand auf einem gewogenen Filter. Im übrigen richtet man sich nach dem deutschen Arzneibuch.

Manna.

D. A. III.
1. Verlust bei 100° C,
2. Asche,
3. Alkoholunlösliches.

Zu 1 u. 2. Siehe Extracta spissa et sicca.

Zu 3. 10 g löst man in 10 g heissem Wasser, setzt 100 g Alkohol von 96 pCt hinzu, erhitzt bis zum Sieden und filtriert heiss durch ein gewogenes Filter. Das Filter und den Rückstand wäscht man mit heissem Alkohol gut aus, trocknet bei 100° C und wägt.

Asche und Alkoholunlösliches sind auf bei 100° C getrocknete Manna zu berechnen.

Mel crudum.

1. Spezifisches Gewicht,
2. Optisches Verhalten,
3. Säurezahl.

Zu 1. Man löst 50 g in 100 g Wasser, filtriert die Lösung durch ein trocknes Filter und bestimmt das spezifische Gewicht der Lösung. Siehe Acetum aromaticum.

Zu 2. 50 ccm der Lösung erwärmt man eine Stunde mit frisch ausgeglühter, fein gepulverter Knochenkohle und lässt unter öfterem Umschütteln erkalten. Die entfärbte und filtrierte Lösung benützt man zur Bestimmung der Polarisation. Sollte die Lösung nicht sofort klar durchlaufen, so schüttelt man sie vor der Filtration mit etwas Talkpulver. Wir benützen einen Halbschattenapparat mit 198,4 mm langem Beobachtungsrohr.

Zu 3. 30 g der filtrierten ursprünglichen Honiglösung titriert man unter Verwendung von Phenolphtaleïn als Indikator mit $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge. Die mg KOH, welche 10 g Honig zur Neutralisation erfordern, bezeichnen wir als Säurezahl.

Mel depuratum.

D. A. III.

Der Untersuchungsgang ist derselbe wie beim Rohhonig. Das spezifische Gewicht bestimmt man aber direkt. Das Deutsche Arzneibuch lässt mit Normal-Kalilauge titrieren. Wir benützen $^1/_{10}$ Normal-Lauge, da die Fehlergrenzen dadurch viel kleiner werden.

Myrrha.

D. A. III.
1. Wässeriges Extrakt,
2. Alkoholisches Extrakt.

Zu 1 und 2. Siehe Cortex Chinae; statt des dort vorgeschriebenen verdünnten Alkohols verwendet man aber solchen von 90 pCt.

Oleum Cacao.

D. A. III.
1. Schmelzpunkt,
2. Säurezahl,
3. Jodzahl.

Zu 1, 2 und 3. Siehe Adeps suillus.

Wir berechnen die Säurezahl bei der Kakaobutter nicht, wie bei allen anderen Fetten, Ölen etc., auf 1 g, sondern auf 10 g Substanz.

Oleum Nucistae.

D. A. III.
1. Schmelzpunkt,
2. Säurezahl,
3. Esterzahl,
4. Verseifungszahl,
5. Jodzahl.

Zu 1. Siehe Adeps suillus.

Zu 2, 3 und 4. Siehe Cera alba et flava; zur Bestimmung der Esterzahl setzt man statt 20 aber 40 ccm $^1/_2$ Normal-Kalilauge hinzu.

Zu 5. Siehe Acidum oleïnicum crudum; man nimmt aber 0,3—0,4 g in Arbeit.

Oleum Olivarum.

D. A. III.
1. Jodzahl,
2. Elaïdinprobe,
3. Sesamölreaktion,
4. Ricinusöl.

Zu 1. Siehe Acidum oleïnicum crudum.

Zu 2. Man bringt 3 ccm Öl, 2 ccm Salpetersäure von 1,185 spez. Gew. und 0,5 g Kupferspäne in ein Reagensglas von 2 cm Durchmesser und stellt 24 Stunden beiseite.

Zu 3. Man löst 0,1—0,2 g weissen Zucker in 20 ccm Salzsäure mit dem spez. Gew. 1,18, fügt 10 ccm Öl hinzu und schüttelt kräftig durch. Sesamöl giebt sich durch eine intensive Rotfärbung der sich abscheidenden Zucker-Salzsäurelösung zu erkennen.

Zu 4. Man schüttelt 50 ccm mit dem gleichen Volumen Alkohol von 96 pCt tüchtig durch und beobachtet, nachdem sich die Flüssigkeiten getrennt haben, die event. Volumzunahme des Alkohols. Zum Vergleich führt man dieselbe Probe mit notorisch reinem Olivenöl aus.

Opium.

D. A. III.
1. Verlust bei 100° C,
2. Morphingehalt.

Zu 1. Siehe Extracta spissa et sicca.

Zu 2. Man bestimmt das Morphin, unter Einhaltung der bei Extractum Opii angegebenen Abänderungen, wie es das deutsche Arzneibuch vorschreibt.

Oxymel Scillae decemplex.

Essigsäure.

10 g verdünnt man auf 100 ccm, setzt einige Tropfen Phenolphtaleïnlösung als Indikator hinzu und titriert mit $^1/_2$ Normal-Kalilauge.

Pulpa Tamarindorum cruda.

D. A. III.
1. Kerne,
2. Extrakt,
3. Säure,
4. Zucker.

Zu 1. 200 g bringt man in eine gewogene Porzellanschale, befreit sie von den Kernen und stellt den Gewichtsverlust fest.

Zu 2. 100 g kernfreie Masse arbeitet man mit 400 g Wasser in einer Schale unter Erhitzen im Dampfbade gehörig durch, lässt absitzen und giesst die Lösung vom Bodensatz in einen Literkolben. Man wiederholt dies Verfahren noch einige Mal und füllt den Kolben schliesslich bis zur Marke auf.

20 ccm der filtrierten Lösung, = 2 g Pulpa, dampft man in einer gewogenen Schale ein und trocknet bis zum gleichbleibenden Gewicht.

Zu 3. 20 ccm der filtrierten Lösung verdünnt man auf 100 ccm und titriert unter Benützung von Phenolphtaleïn als Indikator mit $^1/_2$ Normal-Kalilauge. Die Säure berechnet man auf Weinsäure.

Zu 4. 20 ccm der filtrierten Lösung neutralisiert man mit Natronlauge und verdünnt auf 100 ccm. 25 ccm der Verdünnung benützt man zur Bestimmung des Invertzuckers nach Allihn.*)

Pulpa Tamarindorum depurata.

D. A. III.
1. Verlust bei 100° C,
2. Asche,
3. Cellulose,
4. Säure,
5. Zucker.

Zu 1 u. 2. Siehe Extracta spissa et sicca.

Zu 3. Man löst 2 g in 50 g heissem Wasser, lässt erkalten, spült

*) E. Schmidt, Organische Chemie, II. Aufl., S. 761.

in ein 200 ccm Kölbchen und füllt zur Marke auf. Man filtriert die Lösung durch ein trocknes, gewogenes Filter in ein trocknes Gefäss und stellt das Filtrat zurück. Den Rückstand wäscht man mit heissem Wasser gut aus, trocknet bei 100 ° C und wägt.

Zu 4. 100 ccm Filtrat versetzt man mit einigen Tropfen Phenolphtaleïnlösung und titriert mit $^1/_2$ Normal-Kalilauge. Die Säure berechnet man auf Weinsäure.

Das deutsche Arzneibuch lässt 2 g Mus mit 50 ccm heissem Wasser schütteln und von dem Filtrate 25 ccm mit Normal-Kalilauge titrieren. Verfährt man nach unseren Angaben, so ist die Endreaktion viel deutlicher. Hierdurch und durch die Verwendung von $^1/_2$ Normal-Lauge werden die Fehlergrenzen kleiner.

Zu 5. 25 ccm Filtrat neutralisiert man mit Natronlauge und benützt sie dann zur Bestimmung des Invertzuckers nach Allihn*).

Asche, Cellulose, Säure und Zucker sind auf bei 100 ° C getrocknete Substanz zu berechnen.

Pulpa Tamarindorum depurata concentrata.

Siehe Pulpa Tamarindorum depurata D. A. III.

Pulveres.

1. **Verlust bei 100 ° C,**
2. **Asche,**
3. **Kaliumcarbonat in 100 Asche,**
4. **Mikroskopische Bestimmung des Feinheitsgrades.**

Zu 1, 2 u. 3. Siehe Extracta spissa et sicca.

Zu 4. Man bringt eine Probe auf den Objektträger, feuchtet mit Paraffinum liquidum an, verreibt vorsichtig mit dem Deckgläschen.

*) Schmidt, Organische Chemie, II. Aufl., S. 761.

bringt unter das Mikroskop und stellt die Maximalzahlen fest. Bei splitterigen Pulvern ist die Länge der Splitter massgebend. Zum Messen benützt man ein Okularmikrometer 5 mm : 100 T. 1 Teilstrich bei 590 × Vergrösserung = 0,000084 mm = 0,084 μ.

Die Asche ist auf bei 100 ° C getrocknete Substanz zu berechnen.

Radix Gentianae.

D. A. III.
Wässeriges Extrakt.

Siehe Cortex Chinae.

Radix Liquiritiae.

D. A. III.
Wässeriges Extrakt.

10 g möglichst fein zerschnittene oder zerstossene Wurzel übergiesst man in einem gewogenen Gefässe mit 300 g kaltem Wasser und lässt unter öfterem Umrühren eine Stunde bei gewöhnlicher Temperatur stehen. Darauf erhitzt man allmählich bis zum Sieden und lässt nach Beginn des Siedens noch $^1/_2$ Stunde kochen. Man ergänzt das verdampfte Wasser so weit, dass das Gesamtgewicht 210 g beträgt, lässt erkalten und kontrolliert das Gewicht nach dem Erkalten nochmals. Während des Kochens und Erkaltens rührt man öfter um. Man lässt dann absetzen und bringt das Ganze auf ein trocknes Filter. 20 ccm Filtrat, = 1 g Wurzel, dampft man in einem gewogenen Schälchen ein und trocknet bei 100 ° C bis zum gleichbleibenden Gewicht.

Radix Rheï.

D. A. III.
Alkoholisches Extrakt.

Man benützt ein Gemisch aus 2 Teilen Alkohol und 3 Teilen Wasser. Im übrigen siehe Cortex Cascarae Sagradae.

Radix Senegae.

D. A. III.
Alkoholisches Extrakt.

Man benützt ein Gemisch aus gleichen Teilen Wasser und Alkohol und verfährt im übrigen wie bei Cortex Cascarae Sagradae.

Radix Taraxaci.

D. A. III.
Wässeriges Extrakt.

Siehe Cortex Chinae

Rhizoma Calami.

D. A. III.
Alkoholisches Extrakt.

Man benützt ein Gemisch aus 2 Teilen Alkohol und 3 Teilen Wasser und verfährt im übrigen wie bei Cortex Cascarae Sagradae.

Alle anderen Wurzeln und Wurzelstöcke, die zur Extraktbereitung benützt werden sollen, sind in ähnlicher Weise unter möglichster Anlehnung an die betreffenden Extraktvorschriften zu untersuchen.

Sapo kalinus ad spir. saponat.

Gesamtalkali.

Man löst 1 g Seife in 30 ccm Alkohol von 96 pCt, setzt 5 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure hinzu und erwärmt so lange, bis sich keine Kohlensäure mehr entwickelt. Ist die Lösung wieder erkaltet, so titriert man den Überschuss an Schwefelsäure mit $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge unter Zusatz von 2 Tropfen Phenolphtaleïnlösung als Indikator zurück.

Sapo kalinus D. A. III.

D. A. III.
Gesamtalkali.

Siehe Sapo kalinus ad spiritum saponatum.

Sapo medicatus.

D. A. III.
Gesamtalkali.

Siehe Sapo kalinus ad spiritum saponatum.

Die vom Deutschen Arzneibuch vorgeschriebene Alkaliprobe (1 g Seife durch gelindes Erwärmen in 5 ccm Weingeist gelöst, soll durch 1 Tropfen Phenolphtaleïnlösung nicht gerötet werden) ist zu scharf und ausserdem auch ungenau.

Eine Seife, welche die Probe aushält, enthält immer freie Fettsäure und wird daher leicht ranzig. Das Lösen von 1 g Seife in 5 ccm Weingeist ist bei gelinder Wärme kaum möglich oder mindestens eine sehr starke Geduldsprobe. Die Lösung reagiert um so alkalischer, je heisser sie ist. Ob die Seife die Probe des Arzneibuchs aushält, hängt also unter Umständen ganz von der Temperatur der Lösung ab.

Sapo oleïnicus.

Siehe Sapo kalinus ad spiritum saponatum.

Sapo stearinicus dialysatus.

Siehe Sapo kalinus ad spiritum saponatum.

Sebum bovinum.

1. Schmelzpunkt,
2. Säurezahl,
3. Jodzahl.

Methoden siehe Adeps suillus; zur Bestimmung der Jodzahl nimmt man aber 0,4—0,5 g.

Sebum ovile.

D. A. III.

Im übrigen siehe Sebum bovinum.

Semen Sinapis.

D. A. III.

Menge des ätherischen Senföles, die sich beim Behandeln mit Wasser entwickelt.

5 g zerquetscht man sorgfältig in einem Mörser, spült mit 100 ccm Wasser in einen etwa 200 ccm fassenden Rundkolben, verschliesst den Kolben gut und stellt 2 Stunden bei 20—25° C zurück. Man setzt dann 10 g Spiritus hinzu, verbindet mit einem Liebigschen Kühler, legt einen etwa 200 ccm fassenden Kolben mit 30 ccm Ammoniakflüssigkeit vor und destilliert 50—60 ccm in der Weise über, dass das Kühlerrohr in die vorgelegte Flüssigkeit eintaucht. Den Kühler spült man mit

etwas Wasser nach und versetzt das Destillat mit überschüssigem Silbernitrat. Das Zusammenballen des Schwefelsilbers beschleunigt man durch Umschwenken und setzt dann so viel Wasser hinzu, dass der Kolben ganz voll wird. Nachdem sich der Niederschlag gut abgesetzt hat, sammelt man ihn auf einem gewogenen Filter, wäscht ihn gut aus und trocknet ihn bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht. Das Schwefelsilber ergiebt, wenn man es mit 0,4301 multipliziert, die Menge des ätherischen Senföls.

Styrax liquidus crudus.

D. A. III.

1. Verlust bei 100° C,
2. Asche,
3. Alkohollösliches bei 100° C getrocknet,
4. Petrolätherunlösliches
5. Säurezahl
6. Esterzahl
7. Verseifungszahl
8. Jodzahl
} **des Alkohol-löslichen.**

Zu 1 und 2. Siehe Adeps lanae.

Zu 3. 10 g wiegt man in ein Becherglas von etwa 200 ccm Inhalt, löst durch Erwärmen in 100 ccm Alkohol von 96 pCt, filtriert durch ein trocknes Filter in eine gewogene Porzellanschale und wäscht Becherglas und Filter mit 50 ccm heissem Alkohol nach. Die Filtrate dampft man ein und trocknet den Rückstand bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht. (Mit der Schale wiegt man zweckmässig einen kleinen Glasstab, welchen man zum Umrühren des Rückstandes beim Trocknen benützt.)

Zu 4. 5 g des bei 100° C getrockneten Alkohollöslichen bringt man in ein gewogenes Becherglas von etwa 100 ccm Inhalt, setzt 50 ccm Petroläther hinzu, erwärmt im Dampfbade, lässt dann absetzen und filtriert die Lösung durch ein gewogenes Filter. Man wiederholt diese Operation noch dreimal und trocknet Filter und Becherglas bei

100 ° C. Die Summe der Gewichtszunahme beider bildet das Petrolätherunlösliche. Die Lösungen berücksichtigt man nicht weiter.

Zu 5, 6 und 7. Siehe Acidum oleïnicum crudum; man nimmt aber nur 1 g des Alkohollöslichen in Arbeit, da die Endreaktionen sonst zu undeutlich werden.

Zu 8. Siehe Adeps lanae; man nimmt aber nur 0,2—0,3 g des Alkohollöslichen in Arbeit.

Asche und Alkohollösliches berechnet man auf bei 100° C getrocknete Substanz.

Succus Juniperi.

D. A. III.
1. Verlust bei 100 ° C,
2. Asche,
3. Kaliumcarbonat in 100 Asche,
4. Zucker.

Zu 1, 2 und 3. Siehe Extracta spissa et sicca.

Zu 4. 2 g löst man zu 200 ccm und benützt 25 ccm zur Bestimmung des Zuckers nach der Allihnschen*) Methode.

Succus Liquiritiae depuratus.

D. A. III.
1. Verhalten einer mit Chlorammonium versetzten Lösung,
2. Glycyrrhizin.

Zu 1. 2 g löst man in 10 g Wasser und versetzt die Lösung mit 1 g Chlorammonium. Nach 2 Stunden darf sich nur ein sehr geringer Bodensatz gebildet haben.

*) E. Schmidt, Organische Chemie, II. Aufl., S. 761.

Zu 2. 5 g löst man in 50 g Wasser, filtriert die Lösung, wäscht das Filter mit wenig Wasser nach und versetzt das Filtrat mit 3 ccm verdünnter Schwefelsäure. Den Niederschlag sammelt man auf einem kleinen Filter, wäscht ihn gut aus, löst ihn in Ammoniak, filtriert die Lösung, dampft das Filtrat in einer gewogenen Schale ein und trocknet den Rückstand bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht.

Succus Sambuci.

1. Verlust bei 100° C,
2. Asche,
3. Kaliumcarbonat in 100 Asche,
4. Zucker.

Zu 1, 2 und 3. Siehe Extracta spissa et sicca.
Zu 4. Siehe Succus Juniperi.

Terebinthina communis et veneta.

1. Säurezahl,
2. Esterzahl,
3. Verseifungszahl.

Zu 1, 2 und 3. Siehe Acidum oleïnicum crudum.

Tincturae.

1. Spezifisches Gewicht,
2. Trockenrückstand,
3. Asche

bestimmen wir bei allen Tinkturen. Ausgenommen ist Tinctura Ferri composita, welche wir ebenso untersuchen wie Liquor Ferri albuminati.

Bei Tinctura Opii simplex und crocata bestimmen wir ausserdem noch den Morphin- und bei Tinctura Strychni den gesamten Alkaloidgehalt.

Zu 1. Siehe Acetum aromaticum.

Zu 2. 10 g dampft man in einem ausgeglühten und gewogenen Platinschälchen ein und trocknet bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht.

Zu 3. Den gewogenen Rückstand verascht man. Siehe Albumen Ovi siccum.

Morphinbestimmung in Tinctura Opii simplex und crocata.

Man verfährt so wie im Deutschen Arzneibuch angegeben ist. An Stelle des dort vorgeschriebenen Äthers nimmt man aber Essigäther und statt die Mischung 6 Stunden bei Seite zu stellen, schüttelt man sie 10 Minuten. Siehe Extractum Opii.

Alkaloidbestimmung in der Tinctura Strychni.

50 g dampft man in einer Porzellanschale zur Trockne. Den Rückstand behandelt man wie Extractum Strychni.

Unguenta.

Mikroskopische Bestimmung des Feinheitsgrades der Verreibung.

Man befreit eine möglichst geringe Menge der zu untersuchenden Salbe mit Petroläther auf dem Objektträger vom Fett. Die zurückbleibende Substanz bettet man in flüssiges Paraffin und verteilt durch gelindes Reiben mit dem Deckgläschen möglichst fein. Man bringt das Präparat unter ein Mikroskop und stellt die Maximalgrösse der einzelnen Teilchen fest. Zum Messen bedient man sich eines Ocularmikrometers 5 mm : 100 T. bei 590 facher Vergrösserung. 1 Teilstrich = 0,000084 mm = 0,084 μ.

Bei

Unguentum Hydrargyri cinereum

bestimmen wir ausserdem noch den

Quecksilbergehalt.

1 g übergiesst man in einem kleinen gewogenen Becherglas mit einer Mischung aus 60 g Äther, 5 g Spiritus und 6 — 8 Tropfen Salzsäure. Man erwärmt gelinde bis zur Lösung der Salbe, bedeckt das Becherglas mit einem Uhrglase und lässt absitzen. Die Flüssigkeit giesst man vorsichtig von dem metallischen Schlamm ab, wäscht diesen mit derselben Mischung und schliesslich mit Äther aus. Man trocknet das Becherglas bei 30 — 40 ^{0} C und wägt.

B.

Untersuchungsresultate.

Acetum Digitalis.

Fingerhutessig kam im Jahre 1893 dreimal zur Untersuchung. Wir geben die erhaltenen Zahlen hier wieder:

No.	Spez. Gewicht	pCt Essigsäure
1	1,010	5,19
2	1,009	5,01
3	1,008	5,37

Die Werte halten sich in normalen Grenzen.

Acetum Scillae.

Meerzwiebelessig haben wir im letzten Jahre auch dreimal zum Zwecke der Betriebskontrolle untersucht. Die gefundenen Zahlen sind normal:

No.	Spez. Gewicht	pCt Essigsäure
1	1,022	4,95
2	1,019	5,05
3	1,021	5,05

Ausserdem haben wir einige Male Meerzwiebelessig untersucht, welcher durch Perkolation dargestellt worden war. Die entsprechenden Versuche machten wir bei der Neubearbeitung des Dieterichschen Manuals, um ein klares Urteil über die Zweckmässigkeit der Vorschrift der Pharmacopöa Austriaca VII zu gewinnen. Die genannte Pharmacopöe lässt

50 Teile getrocknete und feingeschnittene Meerzwiebeln mit einer Mischung aus 50 Teilen verdünntem Weingeist von 68 pCt, 50 Teilen destilliertem Wasser und 30 Teilen verdünnter Essigsäure von 20,4 pCt übergiessen und 3 Tage mazerieren. Nachdem die Flüssigkeit dann abgelaufen ist, soll man den Rückstand mit soviel eines Gemisches aus 3 Teilen destilliertem Wasser und 1 Teil verdünnter Essigsäure von 20,4 pCt perkolieren, dass das Gesamtgewicht der abgelaufenen Flüssigkeit 500,0 beträgt.

Einen Versuch führten wir genau nach der Vorschrift der Österreichischen Pharmacopöe aus. Bei einem zweiten nahmen wir statt der geschnittenen Meerzwiebeln grobes mit Sand gemischtes Pulver. Den dritten Versuch führten wir gleichfalls mit grobem Pulver, aber ohne Sand aus. Beim vierten Versuche nahmen wir feines Pulver mit Sand gemischt und beim fünften feines Pulver ohne jeden Zusatz. Die Untersuchungsresultate waren folgende:

No.	Spez. Gewicht	pCt Essigsäure	pCt Trockenrückstand	pCt Asche
1	1,028	5,29	5,34	0,14
2	1,025	5,34	4,85	0,12
3	1,021	5,35	3,98	0,09
4	1,033	5,53	5,51	0,14
5	1,023	5,38	4,07	0,11

Vergleicht man die vorstehenden Zahlen unter einander, so findet man, dass der aus feingeschnittenen und der aus feingepulverten mit Sand gemischten Meerzwiebeln bereitete Essig fast denselben, die drei anderen dagegen einen nicht unbedeutend niedrigeren Trockenrückstand haben. Der Essigsäuregehalt ist bei allen fünf fast gleich.

Hiernach kann die Vorschrift der Pharmacopöa Austriaca VII als durchaus zweckentsprechend bezeichnet werden.

Acidum oleïnicum crudum.

In den vorigen Annalen bemerkten wir, dass wir die Jodzahl in Verbindung mit der Säurezahl zur annähernden Bestimmung des Gehalts der technischen Ölsäure an chemisch-reiner Ölsäure für geeignet hielten. Von der Richtigkeit dieser Annahme haben wir uns im letzten Jahre wieder vielfach überzeugen können. Besonders im Anfange des Jahres war auffallend viel Ölsäure mit hohem Stearinsäuregehalt im Handel. Die No. 2—9 und 24—29 sind solche Ölsäuren. Äusserlich waren sie schon dadurch zu erkennen, dass sie bei bedeutend höherer Temperatur als normale Säure erstarrten.

Da die rohen Ölsäuren fast ausnahmslos schwankende Mengen Glyceride enthalten, haben wir diesmal ausser der Säure- und Jodzahl auch die Ester- und Verseifungszahl bestimmt.

In der nachstehenden Tabelle sind die erhaltenen Werte angegeben:

No.	pCt Ölsäure	Säurezahl	Esterzahl	Verseifungszahl	Jodzahl
1	91,22	181,15	7,66	188,81	87,43
2	87,35	173,46	5,10	178,56	64,47
3	89,02	177,31	2,52	179,83	65,25
4	87,42	173,60	4,65	178,25	64,13
5	90,68	180,00	5,72	185,72	65,79
6	90,77	180,25	5,25	185,50	65,25
7	91,33	180,10	4,88	184,98	64,39
8	90,90	180,52	5,35	185,87	65,09
9	90,50	179,79	4,85	184,64	63,28
10	60,04	119,22	5,08	124,30	48,66
11	92,02	182,73	7,34	190,07	79,71
12	84,03	166,93	33,75	200,68	68,91
13	93,48	185,64	7,14	192,78	79,72
14	90,69	184,07	5,30	189,37	83,93
15	88,83	176,41	2,21	178,62	71,37
16	92,56	183,81	7,37	191,18	83,18
17	92,13	183,31	5,69	189,27	85,41
18	92,01	182,71	5,94	188,56	83,37
19	93,10	184,87	5,48	190,35	81,98
20	92,87	184,43	5,91	190,34	82,60

No.	pCt Ölsäure	Säurezahl	Esterzahl	Verseifungszahl	Jodzahl
21	92,73	188,44	5,84	194,28	82,56
22	93,01	184,74	6,43	191,15	82,63
23	98,08	194,80	4,87	199,67	86,67
24	90,58	179,88	2,87	182,75	65,37
25	93,56	186,12	5,88	192,00	64,88
26	94,08	186,82	3,71	190,53	62,36
27	93,78	186,23	2,45	188,68	62,65
28	93,02	184,73	3,64	188,37	62,68
29	93,52	185,71	3,30	189,01	65,70
30	94,39	187,42	3,57	190,99	82,82
31	99,46	197,52	2,48	200,00	74,19
32	94,64	187,93	1,47	189,40	79,10
33	95,87	190,38	1,86	192,24	77,37
34	96,11	190,85	1,84	192,69	81,64
35	97,07	192,97	3,16	196,13	78,46
36	97,52	193,65	4,54	198,19	76,24
37	95,10	188,84	2,51	191,35	81,88
38	97,21	192,27	0,00	192,27	86,90
39	92,65	184,00	0,40	184,40	82,70
40	90,98	180,67	0,68	181,35	80,18

Die No. 1—22 waren als Acidum oleïnicum flavum und die übrigen als album bezeichnet. Ausser den Ölsäuren mit zu niedriger Jodzahl, welche wir oben schon hervorgehoben haben, fallen in der Tabelle noch zwei Säuren ganz besonders auf. Die eine (No. 10) hat eine sehr niedrige Säure- und Jodzahl, während sich die Esterzahl in normalen Grenzen hält. Die betreffende Ölsäure scheint einen ziemlich hohen Prozentsatz Paraffinöl enthalten zu haben. Eine auffallend hohe Ester- und eine zu niedrige Jodzahl hat die andere Ölsäure (No. 12). Dieselbe scheint hiernach nicht unbedeutende Mengen Triglyceride und zu viel Stearinsäure enthalten zu haben. Die Esterzahl kann also unter Umständen auch ganz wertvolle Anhaltspunkte zur Beurteilung der technischen Ölsäure geben.

Wir verlangen beim Einkauf von der rohen Ölsäure nach wie vor die Jodzahl 75,0—85,0 und mindestens die Säurezahl 178,73 = 90 pCt Ölsäure.

Adeps suillus.

Im letzten Jahre kamen wieder zahlreiche Schweinefettproben zur Untersuchung.

Wir geben die Ergebnisse hier wieder:

	No.	Schmelzpunkt °C	Säurezahl	Jodzahl
Selbst ausgelassen.	1	43,0	1,49	49,85
	2	39,0	0,37	64,10
	3	40,5—41,0	0,75	61,09
	4	41,5—42,0	0,47	51,00
	5	40,0—40,5	0,56	58,07
	6	37,5	1,03	55,32
	7	39,0	0,37	59,49
	8	39,0	0,56	61,27
	9	40,5	0,93	57,05
	10	42,0	0,47	56,97
	11	42,0	0,93	61,20
Eingekauft.	12	42,5	1,59	63,09
	13	43,0	1,59	64,07
	14	43,0	1,59	63,87
	15	43,5	1,49	63,49
	16	41,0	0,56	61,36
	17	40,0	0,84	62,47
	18	40,0	0,75	61,84
	19	41,0	0,56	63,07
	20	41,0	1,40	59,46
	21	38,0	1,49	64,62
	22	39,5	1,49	61,73
	23	40,0	1,49	65,71
	24	40,0	1,40	63,08
		37,5—43,5	0,37—1,59	49,85—65,71

Die vorstehenden Zahlen halten sich in normalen Grenzen. Die Phosphormolybdänsäure-Probe nach Welmans gab auch keine Veran-

lassung zu Ausstellungen. Zweimal beanstandeten wir Schmalz, weil es Wasser enthielt.

Von einem befreundeten Apotheker wurde uns eine Probe Schweineschmalz mit der Bitte übersandt, unser Gutachten über dieselbe abzugeben. Die Untersuchung ergab nachstehende Werte:

45,0 ° C Schmelzpunkt,
10,06! Säurezahl,
88,80!! Jodzahl.

Die Zahlen bedürfen keiner weiteren Erklärung.

Nach P. Soltsien*) zeigt reines Schweineschmalz, wenn man es bei gelinder Wärme schmilzt und schnell erkalten lässt, auf der Oberfläche starke Kontraktion, die sich durch eine plötzliche, ziemlich starke Vertiefung in der Mitte mit ziemlich scharfen Rändern zu erkennen giebt. Speckschmalze haben hierbei radiale Struktur, während bei Schmerschmalz die Radien durch einen wulstigen, konzentrischen Ring unterbrochen sind. Je mehr Baumwollsamenöl und Talg ein Schmalz enthält, umso mehr verliert sich die Kontraktion und die radiale Struktur; die Oberfläche wird glatter, teilweise glänzend, auch wohl marmoriert.

Wir haben die vorstehenden Angaben mit reinem Schweinefett und mit solchem, welches wir selbst mit Talg und Baumwollensamenöl versetzt hatten, nachgeprüft und im allgemeinen bestätigt gefunden. Die Probe kann immerhin, als ein in manchen Fällen ergänzendes Hilfsmittel empfohlen werden. Wir erlauben uns aber hinzuzufügen, dass nach unseren Erfahrungen — wir schenkten dieser Erscheinung schon vor Jahren unsere Aufmerksamkeit — die Bildungen auf der Oberfläche durch verschiedene Umstände beeinflusst werden können. So fanden wir Unterschiede zwischen Winter- und Sommerschmalz, zwischen Schmer von Tieren, welche Eichel- oder Körnerfutter erhalten hatten, zwischen Schmalz, welches aus frischem oder einem in der Sommerhitze 3 Stunden transportierten Schmer ausgelassen war.

Im Anschluss an die Mitteilung Soltsiens wird von einem Dr. Sch.**) der Vorschlag gemacht, die Kontraktion, welche eine bestimmte Gewichtsmenge Schmalz beim Erkalten erleidet, zu messen. Er brachte das geschmolzene Schmalz in einen Kolben, welcher 100—150 ccm fasste und einen 20 cm langen Hals mit 5 mm innerem Durchmesser hatte, stellte in Wasser von 90 ° C und füllte bis zu einer am oberen Teile des

*) Pharmaceutische Zeitung 1894, S. 351.
**) „ „ 1894, S. 414.

Halses angebrachten Marke mit dem Schmalz. Nachdem das geschmolzene Fett gleichmässig 90° C warm geworden war, liess er bei 15° C erkalten. Es war hierbei notwendig, den Hals des Kolbens durch Erwärmen mit dem Brenner von dem anhaftenden erstarrten Fett zu befreien, um eine gleichmässige Oberfläche zu erhalten. Nachdem das Schmalz gleichmässig erstarrt war, bezeichnete er die Stelle des Halses, bis zu welcher es jetzt noch reichte, wieder mit einer Marke und mass dann den Zwischenraum zwischen beiden Marken. Die Entfernung beider betrug bei reinen Fetten mit geringen Differenzen annähernd 9 cm. Reiner Talg zeigte dagegen eine weit geringere Kontraktion. Leider waren die Schmalz- und Talgmengen nicht gewogen. Wir leisteten daher der Anregung des Verfassers, entsprechende Versuche mit bestimmten Gewichtsmengen auszuführen, sehr gern Folge.

Einen tarierten 200 ccm Kolben füllten wir auf die oben beschriebene Weise mit reinem Schmalz bezw. mit Gemischen aus Schweineschmalz, Talg und Baumwollensamenöl, bestimmten die in dem Kolben enthaltene Menge Fett durch Wägen, erwärmten auf 90° C und liessen dann auf 15° C erkalten. In beiden Fällen brachten wir eine Marke an. Den Rauminhalt zwischen den beiden Marken stellten wir in der Weise fest, dass wir aus einer Bürette so lange Wasser hineintropfen liessen, bis derselbe ausgefüllt war. Die verbrauchten ccm rechneten wir auf 100 g Fett um.

Wir erhielten die folgenden Zahlen:

	Kontraktion	
	I	II
1. Schweinefett, selbst ausgelassen	8,85 ccm	8,80 ccm
2. „ „ „	8,15 „	7,95 „
3. „ , gekauft	7,93 „	8,18 „
4. Mischung aus 9 Teilen Schweineschmalz, selbst ausgelassen, und 1 Teil Baumwollsamenöl	8,11 „	8,14 „
5. Mischung aus 8 Teilen Schweinefett, selbst ausgelassen, und 2 Teilen Baumwollsamenöl	8,01 „	8,05 „
6. Mischung aus 5 Teilen Schweinefett, selbst ausgelassen, 3,75 Teilen Hammeltalg und 1,25 Teilen Baumwollsamenöl	7,61 „	7,47 „

Wenn die Zahlen der Mischungen auch im allgemeinen etwas niedriger sind, als die der beiden selbst ausgelassenen Schweinefette, so zeigen die ersteren unter einander doch zu geringe und die letzteren zu grosse Unterschiede, als dass wir der Methode besonderen Wert beimessen könnten.

Balsame, Harze, Gummiharze.

Seit dem Erscheinen unserer letzten Annalen haben die Methoden zur Untersuchung von Balsamen, Harzen und Gummiharzen kaum wesentliche Bereicherung und Ausbildung erfahren. Grössere Fortschritte dürften in dieser Richtung überhaupt erst dann zu erwarten sein, wenn die Zusammensetzung der genannten Körper und die Eigenschaften ihrer einzelnen Bestandteile näher festgestellt sind. Die schönen Arbeiten von Tschirch und seinen Schülern haben in dieser Richtung schon recht hübsche Resultate zu verzeichnen.

Wir beschränkten uns bei den hier untersuchten Balsamen, Harzen und Gummiharzen auf die in den letzten Annalen angegebenen Untersuchungs-Methoden. Bei allen offizinellen derartigen Körpern führten wir ausserdem auch die von dem D. A. III vorgeschriebenen Reaktionen aus.

Ammoniacum crudum.

Im letzten Jahre kamen 4 Proben Ammoniakgummi zur Untersuchung. Wir geben die erhaltenen Zahlen hier wieder:

No.	Verlust bei 100° C	pCt Asche	pCt in Alkohol v. 96 pCt löslich	Jodzahl des Alkohollöslichen
1	6,95	2,96	65,66	156,12
2	6,68	3,45	63,15	163,31
3	5,88	2,83	60,08	150,47
4	12,20	3,57	63,93	159,30

Die Werte halten sich in normalen Grenzen.

Balsamum Copaïvae.

Die Copaïvabalsamproben lieferten nachstehende Ergebnisse:

No.	Säurezahl	Esterzahl	Verseifungszahl
1	92,17	7,75	99,92
2	87,37	3,80	91,17
3	94,83	5,62	100,44
4	89,54	6,62	96,16
5	76,52	5,07	81,59
6	89,17	8,75	97,92
7	89,29	5,09	94,38
8	92,41	8,21	100,62
9	92,51	7,89	100,40

Die Zahlen können als normal bezeichnet werden.

Colophonium.

Das Kolophon ergab folgende Werte:

No.	Spez. Gewicht	Säurezahl
1	1,078	155,70
2	1,078	157,45
3	1,078	160,60
4	1,078	168,00
5	1,078	158,67
6	1,077	162,40
7	1,077	168,00
8	1,078	167,69
9	1,076	170,80

Die Zahlen entsprechen den in früheren Jahren erhaltenen.

Galbanum crudum.

Im letzten Jahre gelangten nur drei Galbanumproben zur Untersuchung. Die Untersuchungsresultate waren folgende:

No.	pCt in Alkohol von 96 pCt löslich	pCt Verlust bei 100° C	pCt Asche	Säurezahl	Jodzahl
				des Alkohollöslichen	
1	44,30	30,98	4,12	17,40	80,05
2	46,80	19,34	8,23	17,28	75,87
3	59,12	8,40	8,05	48,86	102,23

Die Zahlen der beiden ersten Muster können als normal bezeichnet werden. Das dritte Muster hat eine zu hohe Jod- und eine viel zu hohe Säurezahl. Wir haben es infolgedessen seiner Zeit beanstandet.

Styrax liquidus crudus.

Die untersuchten Storaxmuster ergaben nachstehende Ziffern:

No.	pCt Verlust bei 100° C	pCt Asche	pCt in Alkohol von 96 pCt löslich	Säurezahl	Esterzahl	Verseifungszahl	Jodzahl
				des Alkohollöslichen			
1	18,62	0,81	74,88	43,33	—	—	75,79
2	19,13	0,69	77,31	51,27	—	—	85,00
3	27,82	0,97	69,20	80,49	—	—	86,88
4	24,58	0,85	72,73	50,96	—	—	83,35
5	23,30	1,00	73,50	69,00	—	—	83,01
6	31,88	0,41	65,05	60,91	122,70	183,61	77,67
7	31,78	1,04	60,66	59,83	131,63	191,46	81,62
8	27,10	0,52	72,16	60,32	128,19	188,51	85,68

Die in der Tabelle enthaltenen Zahlen entsprechen den in den vorigen Annalen mitgeteilten. Wir werden die Prüfung in dieser Weise vorläufig fortsetzen.

Terebinthina communis et veneta.

Auch im letzten Jahre hat sich die Bestimmung der Säure-, Ester- und Verseifungszahl zur Unterscheidung von Terebinthina communis und veneta bewährt. Wir geben die betreffenden Zahlen hier wieder:

	No.	Säurezahl	Esterzahl	Verseifungszahl
Terebinthina communis	1	105,36	3,63	108,99
	2	108,52	6,03	114,55
Terebinthina veneta	3	65,85	40,11	105,96
	4	65,56	39,91	105,47
	5	67,06	45,90	112,96
	6	71,19	47,66	118,85

Nach unseren vorjährigen Untersuchungen*), welche sich auch auf einen selbst gesammelten Lärchenterpentin erstreckten, ist der Venetianische Terpentin, welcher annähernd die Esterzahl 50,0 und die Säurezahl 70,0 hat, als der bessere zu bezeichnen. Diesen Anforderungen entsprechen die beiden Muster 5 und 6.

Gemische von Harzen und Harzölen scheinen sich noch immer unter der Bezeichnung Terebinthina veneta im Handel zu finden. So wurde uns ein sogenannter Venetianischer Terpentin angeboten, welcher

98,79 Säurezahl,
0,88 Esterzahl,
99,67 Verseifungszahl

zeigte. Das Angebot erfolgte durch dasselbe ausländische Haus, durch welches uns im vorigen Jahre ähnliche Offerten gemacht wurden.

*) Helfenberger Annalen 1892, S. 24.

Cera alba et flava.

Zur Untersuchung kamen 51 Proben gelbes und 7 Proben weisses Wachs. Die nachstehende Tabelle enthält die Ergebnisse:

Cera	No.	Spez. Gewicht bei 15° C	Säurezahl	Esterzahl	Verseifungszahl
alba	1	0,961	21,93	70,23	92,16
	2	0,961	18,90	68,60	87,50
	3	0,961	18,90	73,20	92,10
	4	0,961	18,67	73,73	92,40
	5	0,961	19,13	72,67	91,80
	6	0,963	16,80	55,77!	72,57!
	7	0,963	16,33	52,50!	68,83!
flava	1	0,964	19,36	76,53	95,89
	2	0,965	19,60	73,96	93,56
	3	0,964	20,53	71,87	92,40
	4	0,964	18,67	70,93	89,60
	5	0,963	21,47	72,80	94,27
	6	0,964	20,53	72,80	93,33
	7	0,940	16,33	35,70	52,03!!
	8	0,964	20,53	75,60	96,13
	9	0,964	20,07	75,13	95,20
	10	0,964	21,93	73,27	95,20
	11	0,964	18,67	72,80	91,47
	12	0,964	18,20	74,20	92,40
	13	0,963	18,67	72,80	91,47
	14	0,964	18,20	74,20	92,40
	15	0,964	20,07	72,80	92,87
	16	0,964	20,53	73,73	94,26
	17	0,964	19,60	72,80	92,40
	18	0,963	20,53	72,80	93,33
	19	0,964	19,60	72,80	92,40
	20	0,964	20,07	73,73	94,80

Cera	No.	Spez. Gewicht bei 15° C	Säurezahl	Esterzahl	Verseifungszahl
flava	21	0,963	18,67	74,67	93,34
	22	0,963	19,13	73,73	92,86
	23	0,964	20,07	73,73	93,80
	24	0,965	19,36	69,77	89,13
	25	0,963	20,06	68,13	88,19
	26	0,961	19,60	70,00	89,60
	27	0,964	18,20	74,67	92,87
	28	0,966	18,20	72,80	91,00
	29	0,963	17,26	70,93	88,19
	30	0,963	19,13	70,93	90,06
	31	0,964	21,47	72,97	94,37
	32	0,963	18,67	71,40	90,07
	33	0,965	17,73	79,33	97,06
	34	0,962	19,60	78,33	97,93
	35	0,962	19,13	81,20	100,33
	36	0,964	19,60	75,13	94,73
	37	0,962	20,07	73,73	93,80
	38	0,963	18,67	78,33	97,00
	39	0,962	19,13	70,93	90,06
	40	0,962	18,67	76,53	95,29
	41	0,963	22,40	73,27	95,67
	42	0,964	23,80	72,67	96,47
	43	0,964	19,13	74,20	93,33
	44	0,960	16,66	92,23	108,89!
	45	0,963	19,15	72,33	91,48
	46	0,967	17,73	71,40	89,13
	47	0,968	18,67	71,40	90,07
	48	0,966	18,20	70,47	88,67
	49	0,966	19,13	70,93	90,06
	50	0,967	19,18	69,53	88,71
	51	0,967	17,73	69,53	87,26

Von dem weissen Wachs ist No. 2 verdächtig, während 6 und 7 bestimmt als gefälscht bezeichnet werden können.

No. 4, 24, 25, 26, 29, 35, 46, 48, 50 und 51 der gelben Wachsmuster sind verdächtig, No. 7 und 44 sind unzweifelhaft gefälscht.

Im grossen und ganzen scheint die Wachsverfälschung noch in ziemlich weitem Umfange betrieben zu werden.

Cera japonica.

Das im Jahre 1893 untersuchte japanische Wachs ergab folgende Resultate

No.	Schmelzpunkt °C	Säurezahl	Esterzahl	Verseifungszahl
1	52,0—52,5	17,49	180,83	198,32
2	52,5	13,80	182,93	196,73
3	52,5	10,96	198,33	209,29
4	53,0	19,13	195,76	214,89
5	52,5	13,54	197,16	210,70
6	52,5	17,96	196,23	214,19
7	54,0	14,34	194,88	209,22
8	53,0	15,20	198,03	213,23
9	52,5	16,15	181,60	197,75
	52,0—54,0	10,96—19,13	180,83—198,33	196,73—214,89

Die Zahlen halten sich in normalen Grenzen.

Charta sinapisata.

Die Ergebnisse der im letzten Jahre ausgeführten Senfpapieruntersuchungen sind folgende:

No.	x g Senfmehl auf 100 qcm	x g äth. Senföl von 100 qcm	pCt äth. Senföl auf Mehl berechnet
1	2,75	0,0275	1,00
2	2,66	0,0268	1,01
3	2,44	0,0298	1,23
4	2,82	0,0348	1,23
5	2,34	0,0240	1,03
6	2,06	0,0236	1,15
7	2,61	0,0339	1,30
8	2,36	0,0301	1,28
9	2,40	0,0266	1,11
10	2,48	0,0288	1,11
11	1,77	0,0176	1,10
12	1,56	0,0180	1,15
13	1,60	0,0197	1,23
14	2,73	0,0309	1,11
15	2,44	0,0270	1,10
16	1,73	0,0189	1,09
17	1,72	0,0184	1,07
18	2,20	0,0236	1,07
19	2,17	0,0227	1,04
20	2,33	0,0249	1,06
21	1,99	0,0232	1,16
22	2,25	0,0279	1,24
23	2,33	0,0288	1,23
24	2,20	0,0247	1,12
25	2,31	0,0258	1,11
	1,56—2,82	0,0176—0,0348	1,00—1,30

Die Zahlen sind normal.

Cortices.

Für die Extraktfabrikation ist es von grosser Wichtigkeit, dass die betreffenden Vegetabilien auch eine entsprechende Ausbeute liefern. Wir untersuchen daher seit einiger Zeit alle Pflanzenteile, aus denen Extrakte hergestellt werden sollen, in dieser Richtung. Soweit wir schon im Besitze von Zahlen sind, geben wir dieselben hier wieder.

	pCt bei 100° C getrocknetes Extrakt							
	a) wässeriges:				b) alkoholisches:			
Cortex Cascarae Sagradae	—	—	—	—	23,10,	22,75,	24,30,	23,95
Cortex Cascarillae	9,80,	9,90,	10,85,	9,05	—	—	—	—
„ Chinae . . .	19,55,	17,65,	26,00,	19,40	28,90,	24,65,	39,50,	30,00
„ Condurango	—	—	—	—	13,60,	9,05	—	—
Folia Trifolii . . .	32,60	—	—	—	—	—	—	—
Fructus Juniperi .	31,62,	30,05,	32,65	—	—	—	—	—
Herba Absinthii .	—	—	—	—	20,10,	25,70	—	—
„ Cardui benedicti	18,00,	21,40	—	—	—	—	—	—
Radix Gentianae .	38,80,	39,00	—	—	—	—	—	—
„ Liquiritiae russica	31,35,	27,80,	33,90,	31,00	—	—	—	—
	30,70,	36,45,	36,70,	38,50				
	31,95	—	—	—				
Radix Liquiritae hispanica	22,30,	24,85,	27,15,	22,20	—	—	—	—
Radix Rhei	—	—	—	—	30,00	—	—	—
Radix Senegae . .	—	—	—	—	22,90,	26,55,	25,10	—
„ Taraxaci . .	19,90	—	—	—	—	—	—	—

Von den 4 Chinarinden entsprachen die beiden letzten bez. des Alkaloidgehaltes den Anforderungen des Deutschen Arzneibuches. Die beiden anderen zeigten nur einen Alkaloidgehalt von 0,96 bezw. 2,09 pCt. Selbstverständlich beanstandeten wir diese Rinden.

Emplastra.

Wir haben wieder von einer Anzahl frisch bereiteter Pflaster den Verlust bei 100° C bestimmt und nachfolgende Zahlen erhalten:

	No.	Empl. adhaesiv. mite Dieterich	Empl. Lithargyri	Empl. Litharg. comp.	Empl. saponat.
pCt Verlust bei 100° C	1	3,60	3,67	4,90	4,90
	2	5,45	2,32	3,50	4,87
	3	2,57	3,20	3,05	—
	4	3,80	—	2,72	—
	5	3,82	—	2,40	—
	6	—	—	2,50	—

Der Gewichtsverlust kann bei allen Pflastern als normal bezeichnet werden. Der höhere Verlust bei einigen harzhaltigen rührt von dem schwankenden Wassergehalt der Harze her.

Die Kommission des Deutschen Apothekervereins zur Bearbeitung des Arzneibuchs*) lässt das Bleipflaster durch Kneten mit Wasser vom Glycerin befreien. Auf eine Entwässerung verzichtet sie aber, da sich das Bleipflaster nach ihrer Ansicht im Dampfbade nicht so weit entwässern lässt, als zur Herstellung eines guten Heftpflasters nötig ist. Diese Behauptung veranlasste Geissler**), 5 kg eines nach den Angaben der Kommission hergestellten Bleipflasters, welches 9,33 pCt Wasser enthielt, in einer Schale von 40 cm Durchmesser und 12 cm Tiefe unter fortwährendem Umrühren zu erhitzen und das Verdampfen des Wassers nach einem Vorschlage des Herausgebers***) dieser Annalen durch fünfmaligen Zusatz von je 100 g Spiritus in vierstündigen Pausen zu unterstützen. Er erhielt auf diese Weise ein Pflaster, welches nach 12 Stunden noch 3,50 und nach 20 Stunden nur noch 1,28 pCt Wasser enthielt. Dieselbe Menge Pflaster mit demselben Wassergehalt auf die gleiche Weise aber ohne Spirituszusatz erhitzt, enthielt nach den gleichen Zeiträumen 4,47 bezw. 3,30 pCt Wasser. Geissler knüpft hieran die Fol-

*) Apotheker-Zeitung 1894, S. 170.
**) Pharmaceutische Centralhalle 1894, S. 250.
***) „ „ 1888, S. 32.

gerung, dass es sehr wohl möglich ist, mit den Mitteln des Apothekenlaboratoriums ein genügend entwässertes Bleipflaster herzustellen.

Wir können dem nur beistimmen und möchten empfehlen, in einem späteren Nachtrage zum Deutschen Arzneibuch III für Pflaster einen Maximalverlust bei 100° C festzusetzen.

Extracta.

Seit der Herausgabe unserer letzten Annalen sind wieder eine grössere Anzahl Veröffentlichungen über Extrakte erschienen. Die bei weitem grösste Zahl dieser Arbeiten beschäftigt sich mit der Prüfung und Wertschätzung der narkotischen Extrakte. So erwähnen wir eine umfangreiche derartige Arbeit von C. C. Keller, welche in der Festschrift zur fünfzigjährigen Stiftungsfeier des Schweizer Apothekervereins veröffentlicht worden ist. Keller empfiehlt die von Schweissinger und Sarnow zuerst angegebene Ausschüttelung mit Chloroform-Äther (30 g Chloroform, 60 g Äther). Die Arbeit erstreckt sich nicht allein auf die Extrakte, sondern auch auf Strychnossamen, Rinden usw.

Weiter hat Liljenström*) in einer mit dem Scheelepreis gekrönten Arbeit die seit 1883 vorgeschlagenen hauptsächlichsten Methoden zur Bestimmung der Alkaloide in narkotischen Extrakten geprüft. Er**) hat unter anderem mit der Perforiermethode sehr gute Resultate erzielt. Unsere weniger günstigen Ergebnisse mit derselben glaubt er auf einige kleine Abweichungen von der ursprünglichen Vorschrift zurückführen zu dürfen. Wir***) haben unsere Ansicht über diesen Punkt seinerzeit schon mitgetheilt. Leider ist es uns nicht möglich, mit der in Aussicht gestellten grösseren Arbeit in den vorliegenden Annalen an die Öffent-

*) Pharmaceutische Zeitung 1894, S. 493.
**) „ „ 1893, S. 777.
***) „ „ 1894, S. 18.

lichkeit zu treten, da infolge des grösseren Umfanges der Arbeit die entsprechenden Versuche noch nicht abgeschlossen sind; wir gedenken das Versäumte aber sobald als möglich nachzuholen und dabei die Perforiermethode von van Ledden-Hulsebosch besonders zu berücksichtigen. Im übrigen betont Liljenström, dass keine der veröffentlichten Methoden für alle Extrakte ausreiche; er hält aber das Verfahren von van Itallie für das pharmaceutische Laboratorium für sehr geeignet. Ferner empfiehlt er ein eigenes Verfahren, die sogenannte Kieselmethode. Man soll das Extrakt mit Bleiessig aufschliessen und die Lösung dann mit Kieselguhr mischen. Die vollständige Extraktion soll dann sogar durch Deplazierung möglich sein.

Auf die Nachteile der Ausschüttelungsmethoden haben wir schon öfter hingewiesen. Auf die Kieselmethode werden wir in der schon erwähnten Arbeit zurückkommen.

Schwickerath*) empfiehlt die Perforiermethode. Statt Äther benutzt er aber eine Mischung von Petroläther und Chloroform (2 + 1). Er hat zahlreiche Drogen und einige Fluidextrakte untersucht. Nach anderen Methoden erhaltene Vergleichszahlen giebt er nicht an.

Schliesslich möchten wir noch die vereinfachten Perforierapparate von Gunning und Baas**) einer- und Bremer***) andererseits erwähnen.

Wir benützen nach wie vor die Äther-Kalkmethode für unsere Alkaloidbestimmungen. Die alkoholische mit Wasser verdünnte Lösung des Rückstandes des ätherischen Auszuges titrieren wir†) schon seit dem Jahre 1886 direkt und zwar, um den durch die Alkalität des Glases entstehenden Fehler zu vermeiden, in einer Porzellanschale. Die nicht narkotischen Extrakte haben wir auch wieder in bekannter Weise untersucht. Zunächst werden wir die Untersuchungsresultate der trocknen und dicken Extrakte und dann die der Fluidextrakte angeben.

---

*) Pharmaceutische Rundschau, New-York, 1894, S. 57 u. S. 136.
**) „ Zeitung 1893, S. 426.
***) „ Wochenschrift 1893, S. 391.
†) Helfenberger Annalen 1886, S. 24.

Extracta spissa et sicca.

Die Untersuchung der trocknen und dicken Extrakte ergab nachstehende Werte:

Extractum	pCt Feuchtigkeit	pCt Asche	K^2CO^3 in 100 Asche	pCt Alkaloide
Absinthii	18,00	16,00	38,81	—
Aconiti	—	—	—	1,33
„ siccum .	—	—	—	0,36
Aloës	7,35	1,25	27,60	—
Aurantii corticis	26,22	3,77	47,94	—
„ „	22,40	3,90	50,87	—
Belladonnae . . .	—	—	—	1,45
„ siccum	—	—	—	0,67
„ „	—	—	—	0,62
Cannabis indicae	13,60	9,42	86,94	—
Cascarae Sagrad. spir. siccum .	8,07	3,47	39,71	—
Centaurii	19,70	10,30	20,10	—
Chelidonii	22,57	22,72	70,21	—
Chinae aquosum	29,27	6,40	33,70	—
Cinae aethereum	46,12	1,67	41,19	—
Colocynthidis . .	4,70	15,75	52,02	—
„ . . .	4,37	16,92	51,47	—
„ . . .	4,43	16,85	58,86	—
Condurango spir. siccum	6,20	7,12	56,90	—
Conii	19,90	28,30	53,34	—
Cubebarum . . .	31,02	0,52	32,86	—
Digitalis	25,85	10,87	61,86	—
Dulcamarae . . .	29,70	12,05	31,49	—
Ferri pomatum .	—	21,40	42,26	— 10,42 pCt Fe
„ „ .	—	24,40	—	— 12,35 pCt Fe
„ „ .	26,67	23,65	24,06	— 11,56 pCt Fe
Filicis	3,65	0,55	—	—
„	2,32	0,42	—	—

Extractum	pCt Feuchtigkeit	pCt Asche	K^2CO^3 in 100 Asche	pCt Alkaloide
Filicis	1,90	0,50	—	—
Gentianae	24,72	4,42	62,37	—
„	27,97	4,38	63,16	—
Graminis	22,80	11,32	50,38	—
Hydrastis canad. spir. siccum .	10,85	9,20	12,19	—
Hyoscyami	—	—	—	0,82
„	—	—	—	0,86
„	—	—	—	0,89
„	—	—	—	0,86
„ siccum	—	—	—	0,44
„ „	—	—	—	0,39
Liquiritiae radicis	28,07	5,62	50,60	—
„ „	28,07	6,57	55,09	—
„ „	23,00	7,72	58,06	—
Malti	25,90	1,35	44,72	— 63,68 pCt Maltose
„	29,47	1,32	39,06	— 70,08 pCt Maltose
„	26,45	1,30	39,81	— 68,30 pCt Maltose
Millefolii	16,47	23,20	40,89	—
Myrrhae	8,00	8,60	13,40	—
Opii	—	—	—	21,10
Pulsatillae	20,97	3,97	43,23	—
Quassiae	4,67	21,12	13,87	—
„	9,70	23,60	16,82	—
„	8,22	24,40	18,33	—
Rhei siccum . . .	8,90	6,65	49,29	—
„ „ . . .	8,15	10,47	57,64	—
Sabinae	21,80	3,97	52,08	—
Secalis cornuti .	25,58	9,45	54,76	—
„ „ .	17,15	11,22	36,88	—
„ „ .	15,92	11,30	35,11	—
Senegae	8,97	4,17	45,45	—
Strychni aquosum	—	—	—	5,60
„ spirituos.	—	—	—	15,47
„ „	—	—	—	14,92

Extractum	pCt Feuchtigkeit	pCt Asche	K^2CO^3 in 100 Asche	pCt Alkaloide	
Tamarindorum . . .	29,57	2,05	41,40	— 18,11	pCt Weinsäure
„ . . .	28,70	1,90	45,40	— 18,94	
„ . . .	36,62	2,02	38,44	— 18,37	
„ . . .	32,25	1,97	43,70	— 16,59	
„ partim saturat.	28,15	6,25	82,66	— 10,12	
„ „ „	33,60	5,80	90,24	— 9,84	
„ „ „	27,92	6,17	80,46	— 11,75	
Taraxaci	18,50	13,50	45,36	—	
Trifolii fibrini . . .	19,00	18,75	74,98	—	
Valerianae	29,95	4,50	46,00	—	

Ausserdem haben wir in der Regel die früher*) von uns ausgearbeiteten Identitätsreaktionen mit den Extrakten ausgeführt und durchaus befriedigende Resultate erhalten.

Extracta fluida.

Trotzdem die Haltbarkeit der Fluidextrakte noch immer zu wünschen übrig lässt, finden sie doch von Jahr zu Jahr weitere Aufnahme. P. Fels**) empfiehlt eine möglichst zweckmässige Auswahl der zu verwendenden Lösungsmittel und ferner die Aufbewahrung in ganz gefüllten, gut verschlossenen und vor Licht geschützten Flaschen.

Er glaubt die in den Fluidextrakten entstehenden Ausscheidungen nicht allein auf äussere Einflüsse (Temperatur, Verdunsten des Lösungsmittels), sondern auch auf chemische Vorgänge zurückführen zu müssen.

Wir lassen es dahin gestellt, welche Vorgänge im allgemeinen die grössten Veränderungen bewirken, möchten aber nach unseren Erfahrungen als wesentlich hervorheben, dass der Aufbewahrungsort keinem zu schroffen Temperaturwechsel ausgesetzt sein darf.

*) Helfenberger Annalen 1891, 50—80.

**) Journal der Pharmacie von Elsass-Lothringen, durch Pharmac. Ztg. 1894, S. 431.

Bei den im letzten Jahre hier dargestellten Fluidextrakten haben wir wieder das spezifische Gewicht, den Trockenrückstand und die Asche bestimmt und die nachfolgenden Werte erhalten:

Extractum fluidum	Spez. Gewicht bei 15° C	pCt Trockenrückst.	pCt Asche
Cascarae Sagradae . . .	1,088	27,18	0,86
„ „ . . .	1,081	26,11	0,88
„ „ examar.	1,090	22,22	1,71
„ „ „	1,058	19,32	1,60
Colae	0,930	7,50	0,74
Condurango	0,960	11,94	0,78
„	0,927	10,44	0,52
Frangulae	1,045	20,48	0,62
„	1,047	18,88	1,12
Gossypii	0,961	3,92	0,24
Hamamelidis	1,028	14,80	1,38
„	1,076	24,08	2,18
Hydrastis canadensis . .	0,978	15,78	0,72
„ „ . .	0,966	16,58	0,74
„ „ . .	0,943	15,04	0,34
Piscidiae Erythrinae . .	0,907	5,34	0,10
Rhei	1,080	31,68	2,08
Secalis cornuti	1,070	17,94	2,28
„ „	1,078	19,22	2,57
Stigmatis Mais	1,006	10,54	3,12
Viburni prunifolii	0,945	9,56	0,60

Auch mit den Fluidextrakten haben wir in der Regel die von uns ausgearbeiteten Identitätsreaktionen ausgeführt und durchweg befriedigende Resultate erhalten.

Ferrum.

Indifferente Eisen- und Eisenmangan-Verbindungen.

Die Untersuchungsmethoden, welche wir*) seiner Zeit für unsere indifferenten Eisenliquores angegeben haben, insbesondere die Bestimmung des spezifischen Gewichts, wandten wir auch im letzten Jahre regelmässig an. Diese Massregel scheint auch den gewünschten Erfolg gehabt zu haben; wenigstens sind uns im letzten Jahre keine durch Zwischenhändler bewirkte „Verbesserungen" unserer Liquores Ferri und Ferro-Mangani zu Ohren gekommen. Dagegen machten wir infolge der Reklamation eines Arztes die unangenehme Entdeckung, dass von einer grösseren Apotheke ein Liquor Ferro-Mangani saccharati als „Helfenberger" verkauft wurde, welcher sich schon durch die hellere Farbe und den laugenartigen Geschmack sehr unvorteilhaft von unserem Liquor unterschied. Da wir anfangs die Absicht hegten, gegen die fragliche Apotheke gerichtlich einzuschreiten, so unterzogen wir den Liquor einer eingehenden Untersuchung. Zum Vergleich führten wir dieselben Bestimmungen mit dem Inhalt einer unserem Lager entnommenen Originalflasche aus.

Die Untersuchungsresultate waren folgende:

	Helfenberger	sogenannter Helfenberger
Spez. Gew. bei 15° C	1,062	1,054
Trockenrückstand	19,49 pCt	17,56 pCt
Eisen	0,686 „	0,266! „
Mangan	0,099 „	0,057 „
Alkohol, Vol, ...	18,85 „	14,97 „
Zucker als Invertzucker bestimmt und als Rohrzucker berechnet	15,71 „	14,89 „

Der betreffende Liquor enthielt also über die Hälfte weniger Eisen und fast die Hälfte weniger Mangan, als er enthalten soll. Spezifisches Gewicht, Trockenrückstand, Alkohol- und Zuckergehalt sind auch niedriger als bei dem Helfenberger Liquor. Da die in Frage kommende Apotheke bald darauf durch Kauf in andere Hände überging und der Käufer

*) Helfenberger Annalen 1892, S. 50.

versicherte, er würde mit den Geschäftsprinzipien seines Vorgängers brechen, so sahen wir von einer weiteren Verfolgung der Angelegenheit ab.

Eingehend beschäftigten wir uns mit dem Peptongehalt des Eisenpeptonats und mit den Umsetzungen, welche in alkalischen zuckerhaltigen Eisenpeptonatlösungen stattfinden. Die Resultate dieser Untersuchungen sind in der folgenden Arbeit niedergelegt.

Über Eisenpeptonat und Eisenpeptonatflüssigkeiten.

Schon in den Helfenberger Annalen 1888, S. 84, haben wir darauf aufmerksam gemacht, dass sich das Eisenpeptonat in Säuren löst, durch Alkalien aber ausgefällt wird. Der Herausgeber hatte in seinen Auseinandersetzungen über „Eisenalbuminat und dessen Präparate" mit Dr. A. Tscheppe*) und in den Ausführungen**) über Eisenpeptonat- und Eisen-Manganpeptonat-Liquor, zu welchen er durch die Arbeit von Grüning über dasselbe Thema veranlasst worden war, wieder Gelegenheit, auf diese Thatsachen zurückzukommen.

Grüning glaubte eine alkalische Eisenpeptonatlösung dadurch ermöglichen zu können, dass er den Eisenpeptonatniederschlag, welchen man erhält, wenn man eine Peptonlösung mit Liquor Ferri oxychlorati mischt und mit Natronlauge genau neutralisiert, frisch in Wasser verteilt und mit Traubenzucker und Natronlauge digeriert. Der Herausgeber hat dagegen in der oben erwähnten Arbeit darauf hingewiesen, dass sich unter diesen Bedingungen Saccharat bilden muss, da eine Lösung von Eisenpeptonat in Wasser und wenig Salzsäure mit Natronlauge einen Niederschlag giebt, welcher sich im Überschuss des Fällungsmittels nicht wieder auflöst, während sofortige Lösung eintritt, wenn man die Eisenpeptonatlösung vorher mit Zucker versetzt hat. Ein positiver Beweis für die eine oder andere Ansicht ist aber bisher nicht erbracht worden. Wir sahen uns daher infolge des allgemeinen Interesses, welches die Sache verdient, veranlasst, dieser noch offenen Frage unsere Aufmerksamkeit zuzuwenden. Der geeignetste Weg zur Beantwortung derselben schien uns der zu sein, dass wir unter den verschiedensten Bedingungen Eisenpeptonatlösungen herstellten und dann den Stickstoffgehalt der in diesen Lösungen erzeugten Nieder-

*) Pharmaceutische Rundschau, New-York, 1891, S. 89.
**) „ Zeitung 1891, S. 371.

schläge quantitativ bestimmten. Aus dem Stickstoffgehalt konnten wir dann den Peptongehalt berechnen und aus dem letzteren einen Schluss auf die chemische Beschaffenheit der Verbindung ziehen. Zur Bestimmung des Stickstoffs bedienten wir uns der Kjeldahlschen Methode.

Es möge uns gestattet sein, die von uns gewählte Art der Ausführung dieser Methode im nachstehenden genau anzugeben. Dieselbe entspricht im allgemeinen den Angaben, welche E. Schmidt*) in seinem Lehrbuche macht.

Wir brachten etwa 1,2 g des gut ausgewaschenen bei 100° C getrockneten Niederschlages in einen ungefähr 100 ccm fassenden Rundkolben, übergossen die Substanz mit 20 g eines Gemisches aus gleichen Teilen konzentrierter und rauchender Schwefelsäure und erhitzten das Kölbchen in schräger Stellung auf einem Drahtnetz mit einer gewöhnlichen Spirituslampe so lange, bis der Inhalt fast farblos geworden war. Darauf setzten wir der heissen Masse allmählich soviel gepulvertes Kaliumpermanganat hinzu, dass sie eine grüne Farbe annahm und erhitzten etwa noch eine halbe Stunde, wie oben angegeben worden ist. Nach dem Erkalten brachten wir den Inhalt in einen etwa 500 ccm fassenden Rundkolben, welcher 100 ccm Wasser enthielt und spülten das Kölbchen dann mit soviel Wasser nach, dass der Kolben etwa zur Hälfte gefüllt war. Nach dem abermaligen Erkalten unterschichteten wir die saure Flüssigkeit mit 100 ccm ganz konzentrierter Natronlauge, setzten einige Stückchen Zink hinzu und verbanden den Kolben mit einem Liebigschen Kühler. Nachdem wir 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure vorgelegt hatten, mischten wir die Natronlauge mit der sauren Flüssigkeit durch Umschwenken des Kolbens und destillierten etwa 150 ccm des Kolbeninhaltes ab. Als Destillationsrohr benutzten wir ein Kugelrohr. Um ein Überspritzen von Flüssigkeitsteilchen vollständig unmöglich zu machen, brachten wir unmittelbar unter die Kugel einen ganz losen Bausch Glaswolle. Nach Beendigung der Destillation spülten wir den Kühler mit etwa 20 ccm destilliertem Wasser nach, versetzten das Destillat mit 6 Tropfen Rosolsäurelösung (1 : 100) als Indikator und titrierten den Säureüberschuss mit $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge zurück.

Vor der Ausführung der eigentlichen Versuche stellten wir zunächst fest, einen wie grossen Einfluss ein eventueller Ammoniakgehalt der Schwefelsäuremischung auf die vorgelegte $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure ausübte. Wir führten zu diesem Zwecke mit den oben angegebenen

*) E. Schmidt, Organische Chemie, II. Aufl., S. 13.

Schwefelsäure und Alkalimengen einige blinde Versuche aus. Auch im übrigen hielten wir uns an die angegebenen Mengenverhältnisse.

Die vorgelegten 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure erforderten nach beendigter Destillation zur Sättigung:

1. 47,95 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge,
2. 48,10 „ „ „ ,
3. 48,00 „ „ „ ,
4. 48,00 „ „ „ .

Im Mittel waren also

48,01 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge

erforderlich. Bei einer anderen Reihe von Versuchen haben wir ein Schwefelsäuregemisch benutzt, welches unter den vorstehenden Bedingungen mit Natronlauge destilliert von den vorgelegten 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure

1. 2,40 ccm,
2. 2,35 „

verbrauchte. Wir sahen uns infolgedessen veranlasst, bei allen nachfolgenden Bestimmungen den Wirkungswert der 50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 48,00 bezw. 47,60 ccm $^1/_{10}$ Normal-Kalilauge zu setzen. Diese Resultate zeigen zugleich, dass es durchaus notwendig ist, vor der Ausführung der Kjeldahlschen Stickstoffbestimmungsmethode mit der zu benutzenden Schwefelsäure und Natronlauge einige blinde Versuche zu machen.

Nach Erledigung der Vorversuche konnten wir der Ausführung unserer eigentlichen Aufgabe näher treten. Zunächst waren die nachstehenden beiden Fragen zu beantworten:

1. Welchen Stickstoffgehalt hat das käufliche bezw. das von uns zur Darstellung des Eisenpeptonats benutzte Pepton?

2. Wie gross ist der Stickstoff- bezw. Peptongehalt des durch Mischen von Liquor Ferri oxychlorati mit Peptonlösung und Ausfällen mit Natronlauge erhaltenen Eisenpeptonats?

Stickstoffgehalt des zur Eisenpeptonat-Darstellung benutzten Peptons.

Die Beantwortung der ersten Frage war notwendig, um aus dem Stickstoffgehalt des Eisenpeptonats mit einiger Genauigkeit den Peptongehalt berechnen zu können, da die Litteraturangaben über den Stickstoffgehalt des Peptons nicht unbedeutend schwanken. Nach E. Schmidt

soll er 15,6 pCt betragen. Nach Beilsteins „Handbuch der organischen Chemie“ schwankt der Stickstoffgehalt der verschiedenen Peptone zwischen 16,1 und 17,6 pCt. In dem Werke „Die menschlichen Nahrungs- und Genussmittel“ von König werden wieder etwas andere Zahlen angegeben. Das von uns benutzte Pepton war ein „Peptonum siccum, kochsalzfrei“, des Handels. Die Bestimmung des Stickstoffs führten wir so aus, wie wir weiter oben angegeben haben. Wir nahmen nur eine dem höheren Stickstoffgehalt entsprechende geringere Menge Substanz in Arbeit.

1. 0,343 g bei 100° C getrocknetes Pepton verbrauchten 38,70 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 15,79 pCt N.

2. 0,4035 g bei 100° C getrocknetes Pepton verbrauchten 45,25 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 15,70 pCt N.

Mittel:

15,745 pCt N.

2 g bei 100° C getrocknetes Pepton hinterliessen beim Glühen im Platintiegel:

1. 0,035 g = 1,75 pCt Asche,
2. 0,032 „ = 1,60 „ „ „ .

Mittel:

1,675 pCt Asche.

Das Pepton enthielt demnach auf aschefreie Substanz berechnet

16,013 pCt N.

Um also aus dem Stickstoffgehalt des Eisenpeptonats den Peptongehalt zu berechnen, mussten die gefundenen pCt N mit

6,245

multipliziert werden.

Stickstoff- bezw. Peptongehalt des Eisenpeptonats.

Über den Stickstoff bezw. den Peptongehalt des Eisenpeptonats finden sich, soviel uns bekannt ist, in der Litteratur überhaupt keine Angaben. Wir stellten uns das Eisenpeptonat in der Weise dar, dass wir 15,5 g Pepton in 80 g Wasser lösten, die filtrierte Lösung mit 185 g Liquor Ferri oxychlorati D. A. III mischten und die Mischung mit Natronlauge genau neutralisierten. Den Niederschlag sammelten wir, wuschen ihn chlorfrei und pressten ihn aus. Auf diese Weise stellten wir uns dreimal Eisenpeptonat her und zwar nahmen wir das erste Mal die sechsfache und das zweite und dritte Mal die achtfache

Menge in Arbeit. Dem entsprechend teilten wir das Peptonat das erste Mal in 6 und das zweite und dritte Mal in 8 gleiche Teile, sodass also jeder Teil 185 g Liquor Ferri oxychlorati entsprach. Den ersten Eisenpeptonatniederschlag werden wir bei den nachfolgenden Versuchen mit **A**, den zweiten mit **B** und den dritten mit **C** bezeichnen. Von jedem trockneten wir einen Teil bei 100 ° C bis zum gleichbleibenden Gewicht und benutzten ihn zur Bestimmung des Stickstoffs. Die anderen Teile behandelten wir in feuchtem Zustande so, wie weiter unten angegeben ist.

Die Stickstoffbestimmung des Eisenpeptonats **A** ergab nachstehende Werte:

1. 1,121 g verbrauchten 36,35 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,54 pCt N = 28,35 pCt Pepton.

2. 1,0585 g verbrauchten 34,25 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,54 pCt N = 28,35 pCt Pepton.

Mittel:
28,35 pCt Pepton.

Das Eisenpeptonat **B** lieferte die folgenden Untersuchungsresultate:

1. 1,221 g verbrauchten 43,30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,96 pCt N = 30,97 pCt Pepton.

2. 1,239 g verbrauchten 43,50 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,91 pCt N = 30,66 pCt Pepton.

Mittel:
30,81 pCt Pepton.

Das Peptonat **C** lieferte bei der Untersuchung nachstehende Zahlen:

1. 1,241 g verbrauchten 40,6 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,58 pCt N = 28,62 pCt Pepton.

2. 1,222 g erforderten 39,65 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,54 pCt N = 28,35 pCt Pepton.

Mittel:
28,48 pCt Pepton.

Der Peptongehalt der Peptonate **A** und **C** unterschied sich also nur um 0,13 pCt, **B** enthielt dagegen 2,46 bezw. 2,59 pCt Pepton mehr als die beiden anderen. Da wir bei der Darstellung gleiche Bedingungen eingehalten hatten, so vermuteten wir, dass der geringere Peptongehalt des einen vielleicht auf etwas stärkeres Auswaschen zurückzuführen sei. Dies veranlasste uns, einen Teil des feuchten Eisenpeptonat-Niederschlages **A** mit heissem Wasser anzurühren, dann noch kurze Zeit im Dampfbade zu erhitzen und schliesslich einige Male mit heissem

Wasser auszuwaschen. Den abgepressten Niederschlag trockneten wir bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht. Die Untersuchung ergab nachstehende Werte:

1. 1,104 g verbrauchten 33,2 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,21 pCt N = 26,29 pCt Pepton.

2. 1,1225 g verbrauchten 34,70 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,32 pCt N = 26,98 pCt Pepton.

Mittel:
26,64 pCt Pepton.

Der Peptongehalt hatte sich also infolge der Behandlung mit heissem Wasser um 1,70 pCt verringert. Dieser, wenn auch verhältnismässig nur geringe Peptonverlust machte es wahrscheinlich, dass der Peptongehalt eines Eisenpeptonats durch wiederholtes Auflösen und Wiederausfällen noch mehr abnehmen würde. Wir lösten daher zwei Teile des Eisenpeptonats C mit Hilfe von wenig Salzsäure, füllten die die Lösung zu zwei Liter auf, fällten mit verdünnter Natronlauge wieder aus und wuschen chlorfrei. Mit der Hälfte dieses Niederschlages führten wir dieselbe Operation nochmals aus, füllten aber nur zu einem Liter auf.

Die Stickstoffbestimmungen der bei 100° C getrockneten Niederschläge ergaben nachstehende Zahlen:

Eisenpeptonat C einmal gelöst und wieder ausgefällt.

1. 1,2735 g verbrauchten 37,7 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,14 pCt N = 25,85 pCt Pepton.

2. 1,2735 g erforderten 38,5 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,23 pCt N = 26,41 pCt Pepton.

Mittel:
26,10 pCt Pepton.

Eisenpeptonat C zweimal gelöst und wieder ausgefällt.

1. 1,2175 g verbrauchten 33,0 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,77 pCt N = 23,54 pCt Pepton.

2. 1,219 verbrauchten 33,3 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,82 pCt N = 23,85 pCt Pepton.

Mittel:
23,69 pCt Pepton.

Der Gehalt des Eisenpeptonats an Pepton hatte also nach dem ersten Auflösen und Ausfällen um 2,38 pCt und nach dem zweiten um 2,41 pCt abgenommen. Unsere Voraussetzung hatte sich demnach bestätigt.

Wir legten uns jetzt die folgenden Fragen vor:

1. Bildet sich beim Lösen von Eisenpeptonat in Zucker und Alkali Eisensaccharat oder ist das Eisenpeptonat als solches in der Lösung enthalten?

2. Wie verhält sich das Eisenpeptonat in mit Zucker versetzter saurer Lösung?

3. Bildet sich in einer mit Pepton versetzten Eisensaccharatlösung Peptonat bezw. enthält der in einer solchen Lösung erzeugte Niederschlag Pepton und wie viel?

Verhalten des Eisenpeptonats in zuckerhaltiger alkalischer Lösung.

Wir lösten zwei Teile des Eisenpeptonat-Niederschlages **A** bei gewöhnlicher Temperatur mit wenig Natronlauge in 400 g weissem Sirup und brachten die Lösung mit einer Mischung aus 1400 g Wasser und 200 g Spiritus auf 2 kg. Den Alkohol setzten wir nur zu, um den Liquor haltbar zu machen.

Aus der einen Hälfte dieser Flüssigkeit fällten wir durch vorsichtigen Zusatz von verdünnter Salzsäure das Eisen sofort, aus der anderen erst nach 5 Monaten wieder aus. In beiden Fällen wuschen wir die Niederschläge chlorfrei, pressten aus und trockneten bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht.

Der sofort ausgefällte Niederschlag ergab folgende Werte:

1. 1,123 g verbrauchten 30,30 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,77 pCt N = 23,54 pCt Pepton.

2. 1,132 g verbrauchten 30,40 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,76 pCt N = 23,48 pCt Pepton.

Mittel:
23,51 pCt Pepton.

Mit dem Niederschlage aus der 5 Monate alten Flüssigkeit erhielten wir die nachstehenden Zahlen:

1. 1,217 g verbrauchten 24,4 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 2,81 pCt N = 17,54 pCt Pepton (!).

2. 1,2235 g verbrauchten 24,75 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 2,83 pCt N = 17,67 pCt Pepton (!).

Mittel:
17,60 pCt Pepton.

Dieselben Versuche führten wir mit dem Eisenpeptonat **B** aus. Wir liessen den einen Teil des Liquors aber nur 40 Tage alt werden. Die Untersuchung ergab nachstehende Resultate:

Sofort gefällt.

1. 1,2405 g verbrauchten 37,3 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,20 pCt N = 26,22 pCt Pepton.

2. 1,195 g verbrauchten 35,55 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,16 pCt N = 25,98 pCt Pepton.

Mittel:
26,10 pCt Pepton.

Nach 40 Tagen gefällt.

1. 1,220 g verbrauchten 30,75 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,53 pCt N = 22,04 pCt Pepton.

2. 1,2485 g verbrauchten 31,45 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,53 pCt N = 22,04 pCt Pepton.

Mittel:
22,04 pCt Pepton.

Der aus Peptonat **A** bereitete Liquor lieferte also, wenn die Fällung sofort vollzogen wurde, einen Niederschlag, welcher 4,85 pCt und wenn sie erst nach 5 Monaten erfolgte 10,76 pCt Pepton weniger enthielt, als das ursprüngliche Peptonat. Das Peptonat **B** lieferte einen Liquor, welcher Niederschläge mit 4,71 bezw. 8,77 pCt Pepton weniger ergab, als das ursprüngliche Peptonat enthielt.

Durch diese Thatsachen dürfte der Beweis geliefert sein, dass das Eisenpeptonat als solches in einer mit Hilfe von Zucker und Alkali bereiteten Lösung nicht beständig ist. Es tritt sofort eine teilweise Umsetzung in Saccharat ein, welche beim Aufbewahren immer weiter fortschreitet. Ob diese Umsetzung bei längerer Aufbewahrung eine vollständige ist, müssen wir dahingestellt sein lassen. Jedenfalls erscheint es nicht unmöglich, dass ein in derartigen Lösungen erzeugter Niederschlag, selbst wenn eine vollständige Umsetzung des Peptonats in Saccharat stattgefunden hat, immer etwas Pepton enthält, welches mechanisch mit niedergerissen worden ist und durch das Saccharat so festgehalten wird, dass es auch durch Auswaschen nicht entfernt werden kann. Wir wurden in dieser Vermutung dadurch bestärkt, dass sich der nach 5 Monaten in der zuckerhaltigen alkalischen Peptonatlösung erzeugte Niederschlag trotz seiner 17,6 pCt Pepton mit Hilfe von etwas Alkali in Wasser löste. Die Lösung blieb auch beim Erhitzen unver-

ändert. Der Niederschlag verhielt sich also wie Eisensaccharat. Das ursprüngliche Peptonat und der aus der zuckerhaltigen alkalischen Eisenpeptonatlösung sofort mit Säure ausgefällte Niederschlag lösten sich allerdings auch, wenn sie ganz frisch mit Wasser und Natronlauge in der Kälte behandelt wurden, beide schieden sich aber beim Erhitzen sofort und bei gewöhnlicher Temperatur nach ganz kurzer Zeit wieder aus. In ihrem Äusseren unterschied sich die 5 Monate aufbewahrte zuckerhaltige alkalische Eisenpeptonatlösung von einer normalen Peptonatlösung dadurch, dass sie in auffallendem Licht nicht mehr trübe, sondern fast klar erschien.

Da sich, wie wir oben gezeigt haben, das Eisenpeptonat in zuckerhaltiger alkalischer Lösung schon bei gewöhnlicher Temperatur in Saccharat umsetzt, so war anzunehmen, dass sich dieser Prozess beim Erhitzen bedeutend rascher vollziehen würde. Wir stellten uns deshalb aus dem Peptonat **A** auf die oben beschriebene Weise eine zuckerhaltige alkalische Lösung her, lösten aber nicht kalt, sondern heiss in einer Infundierbüchse und erhitzten dann noch etwa eine Stunde im Dampfbade. Der in dem fertigen Liquor mit Salzsäure erzeugte, gut ausgewaschene Niederschlag ergab die nachstehenden analytischen Resultate:

1. 1,145 g verbrauchten 21,35 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 2,60 pCt N = 16,23 pCt Pepton.

2. 1,1165 g verbrauchten 20,35 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 2,55 pCt N = 15,92 pCt Pepton.

Mittel:

16,07 pCt Pepton.

Zwei ganz gleiche Lösungen stellten wir uns aus dem Eisenpeptonat **B** her. Die eine erhitzten wir eine und die andere drei Stunden. Die entsprechenden Niederschläge ergaben nachstehenden Peptongehalt:

Eine Stunde erhitzt.

1. 1,2505 g verbrauchten 28,85 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,23 pCt N = 20,17 pCt Pepton.

2. 1,2055 g verbrauchten 27,60 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,21 pCt N = 20,05 pCt Pepton.

Mittel:

20,11 pCt Pepton.

Drei Stunden erhitzt.

1. 1,2355 g verbrauchten 29,5 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,34 pCt N = 20,85 pCt Pepton.

2. 1,277 g verbrauchten 30,80 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,38 pCt N = 21,10 pCt Pepton.

Mittel:

20,97 pCt Pepton.

Der Eisenpeptonat-Niederschlag mit 28,36 pCt Pepton enthielt also infolge der im vorstehenden angegebenen Behandlung

12,29 pCt

und der Niederschlag mit 30,81 pCt Pepton

9,84 bezw. 10,70 pCt Pepton

weniger als ursprünglich.

Die Umsetzung des Peptonats in Saccharat erfolgt demnach beim Erhitzen ungleich rascher als bei gewöhnlicher Temperatur. Auffallend ist aber, dass die betreffenden Niederschläge annähernd denselben Gehalt an Pepton zeigen, wie die aus den nicht erhitzten, aber längere Zeit aufbewahrten Liquores erhaltenen. Es scheint hiernach die Umsetzung des Peptonats in Saccharat auch in der Hitze bestimmte Grenzen nicht zu überschreiten oder aber es wird, wie wir schon oben bemerkt haben, von dem Saccharat immer eine bestimmte Menge Pepton festgehalten.

Verhalten des Eisenpeptonats in mit Zucker versetzter saurer Lösung.

Wenn auch von vornherein angenommen werden durfte, dass eine mit Hilfe von Salzsäure hergestellte und mit Zucker versetzte Eisenpeptonatlösung kaum Neigung zeigen würde, das Peptonat in Saccharat umzusetzen, da nur alkalische und neutrale Saccharate bekannt sind, so glaubten wir doch den Beweis hierfür erbringen zu sollen.

Wir stellten uns aus zwei Teilen Eisenpeptonat **B** mit Wasser und möglichst wenig Salzsäure eine Lösung her, setzten 400 g Sirup und 200 g Spiritus hinzu und brachten dann mit destilliertem Wasser auf ein Gesamtgewicht von 2 kg. Aus einem kg dieses Liquors fällten wir das Peptonat durch vorsichtige Neutralisation mit verdünnter Natronlauge sofort wieder aus. Mit dem Rest wurde diese Operation erst nach 40 Tagen vorgenommen.

Die gut ausgewaschenen und bei 100° C getrockneten Niederschläge lieferten folgende Untersuchungsresultate:

Sofort gefällt.

1. 1,2105 g verbrauchten 39,25 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,55 pCt N = 28,41 pCt Pepton.

2. 1,223 g verbrauchten 39,20 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,49 pCt N = 28,04 pCt Pepton.

Mittel:

28,22 pCt Pepton.

Nach 40 Tagen gefällt.

1. 1,2205 g verbrauchten 38,15 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,46 pCt N = 27,85 pCt Pepton.

2. 1,1945 g verbrauchten 37,65 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 4,41 pCt N = 27,54 pCt Pepton.

Mittel:

27,69 pCt Pepton.

Der erste Niederschlag enthielt also nur 2,59 pCt und der zweite nur 3,12 pCt Pepton weniger, als das ursprüngliche Eisenpeptonat. Dieser geringe Mindergehalt entspricht annähernd dem Verluste an Pepton, welchen das Eisenpeptonat C, wie wir oben gezeigt haben, beim einmaligen Auflösen in ganz verdünnter Salzsäure, Ausfällen und Auswaschen erlitten hatte. Wir glauben daher, in diesem Falle eine Saccharatbildung ohne weiteres ausschliessen zu dürfen.

Zusammensetzung des in einer mit Pepton versetzten Eisensaccharatlösung erzeugten Niederschlages.

Wie wir oben ausgeführt haben, glaubten wir aus dem ganzen Verhalten des in einer erhitzten oder längere Zeit aufbewahrten mit Zucker und Alkali bereiteten Eisenpeptonatlösung erzeugten Niederschlages schliessen zu dürfen, dass alles in demselben enthaltene Pepton oder doch wenigstens ein Teil nur mechanisch mit niedergerissen worden sei. Es musste für uns daher von ganz besonderem Interesse sein zu konstatieren, ob bezw. wieviel der in einer mit Pepton versetzten Eisensaccharatlösung erzeugte Niederschlag Pepton enthalte.

Wir lösten zweimal je 200 g Eisensaccharat in 200 g Wasser und 15,5 g Pepton in 100 g Wasser, mischten beide Lösungen zusammen, setzten noch einige Tropfen Natronlauge und 100 g Spiritus hinzu. Das Ganze brachten wir mit destilliertem Wasser auf 1000 g. In dem einen Falle vermieden wir jede Erwärmung, im anderen erhitzten wir die Saccharatlösung mit dem Pepton und der Natronlauge eine Stunde im Dampfbade und setzten dann erst nach dem Erkalten den Alkohol und das noch fehlende Wasser hinzu. Aus den fertigen Flüssigkeiten fällten wir durch vorsichtigen Zusatz von verdünnter Salzsäure das Saccharat aus, wuschen chlorfrei, pressten aus und trockneten bei 100° C.

Die Niederschläge lieferten bei der Untersuchung nachstehende Zahlen:

Niederschlag aus der kalt bereiteten Lösung.

1. 1,299 g erforderten 21,9 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 2,36 pCt N = 14,73 pCt Pepton.

2. 1,203 g verbrauchten 19,7 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 2,29 pCt N = 14,30 pCt Pepton.

Mittel:

14,51 pCt Pepton.

Nach Erhitzen der Lösung gefällter Niederschlag.

1. 1,207 g verbrauchten 26,6 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,08 pCt N = 19,23 pCt Pepton.

2. 1,219 g erforderten 27,3 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,14 pCt N = 19,60 pCt Pepton.

Mittel:

19,41 pCt Pepton.

Für die auffallende Thatsache, dass der in der erhitzten Lösung erzeugte Niederschlag mehr Pepton enthält, als der aus der nicht erhitzten erhaltene, haben wir vorläufig keine stichhaltige Erklärung. Es scheint fast, als wenn in einer alkalischen Lösung, welche Eisensaccharat und Pepton oder Eisenpeptonat und Zucker enthält, immer eine teilweise Umsetzung eintritt und zwar so, dass in dem ersteren Falle Peptonat und im anderen Falle Saccharat gebildet wird. Ein Gleichgewichtszustand scheint erst nach längerem Stehen oder nach dem Erhitzen einzutreten. Unserer oben ausgesprochnen Vermutung, dass eine zuckerhaltige alkalische Peptonatlösung allmählich vollständig in Saccharat übergeht, würde dies allerdings widersprechen.

Die beiden letzten Versuche veranlassten uns noch zu einem weiteren.

Wir mischten 185 g Liquor Ferri oxychlorati, 200 g Sirupus simplex und eine Lösung von 15,5 g Pepton in 80 g Wasser, setzten etwas Natronlauge hinzu und erwärmten so lange, bis das Gemisch klar geworden war. Nach dem Erkalten neutralisierten wir mit Salzsäure, sammelten und wuschen den Niederschlag in bekannter Weise aus. Die Stickstoff- bezw. Peptonbestimmung ergab nachstehende Werte:

1. 1,198 g erforderten 25,8 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,01 pCt N = 18,79 pCt Pepton.

2. 1,233 g verbrauchten 27,25 ccm $^1/_{10}$ Normal-Schwefelsäure = 3,09 pCt N = 19,30 pCt Pepton.

Mittel:

19,04 pCt Pepton.

Der Peptongehalt entspricht ungefähr demjenigen des aus der erwärmten Eisensaccharat-Pepton-Lösung erhaltenen Niederschlages. Da die Mischung ursprünglich weder Saccharat noch Peptonat enthielt, so scheint diese Thatsache für die zuletzt angedeutete Vermutung zu sprechen.

Die Hauptresultate der vorstehenden Untersuchungen mögen hier ganz kurz wiederholt werden:

1. Löst man Eisenpeptonat mit Zucker und Natronlauge, so bildt sich Eisensaccharat. Diese Umsetzung tritt bei gewöhnlicher Temperatur allmählich, beim Erhitzen ziemlich rasch ein; ob sie eine quantitative ist, muss aber vorläufig dahingestellt bleiben.

2. Löst man Eisenpeptonat mit Hilfe von möglichst wenig Salzsäure in Wasser und versetzt man die fertige Lösung mit Zucker, so tritt gar keine oder doch nur eine ganz geringe Umsetzung in Saccharat ein.

3. Löst man Eisensaccharat in Wasser und setzt man zu dieser Lösung Pepton, so scheint eine teilweise Umsetzung des Saccharats in Peptonat zu erfolgen. Wenigstens müssen wir es vorläufig dahingestellt sein lassen, ob der in einer solchen Lösung erzeugte Niederschlag das Pepton nur mechanisch mit niedergerissen hat oder ob er es chemisch gebunden enthält.

Folia, Fructus et Herbae.

Siehe Cortices.

Lanolinum et Lanolinum anhydricum.

Mit der Untersuchung des Wollfetts haben wir uns im letzten Jahre nur so weit beschäftigt, als sie für die hiesige Fabrikation von Wert war.

Die folgende Tabelle enthält unsere Untersuchungsresultate:

Lanolinum	Säurezahl	pCt Asche	pCt Verlust bei 100° C
purum	0,28	0,00	24,02
	0,37	0,05	23,65
	0,56	0,00	24,20
anhydricum	0,47	0,05	0,62
	0,56	0,00	0,42
	0,37	0,00	0,85
	0,37	0,00	1,17
	0,47	0,00	1,32
	0,37	0,00	1,17
	0,47	0,05	0,82
	0,56	0,00	0,67
	0,56	0,00	0,60
	0,56	0,00	0,57

Der Wollfettkrieg zwischen der Firma Benno Jaffé und Darmstädter und der norddeutschen Wollkämmerei und Kammgarnspinnerei in Bremen bezw. zwischen deren wissenschaftlichen Gewährsmännern scheint noch immer keinen endgiltigen Abschluss gefunden zu haben. Wir werden uns auch weiter vollständig neutral verhalten, wenn wir auch nicht in Zweifel darüber sind, welche Vor- und Nachteile jede der beiden Marken hat.

Lithargyrum.

Die nachstehenden Zahlen wurden im letzten Jahre bei der Untersuchung der Bleiglätte erhalten:

pCt Glühverlust	pCt in Essigsäure unlöslich
0,32	0,58
0,22	0,52
0,35	0,54
0,42	0,78
0,45	0,78
0,45	0,66
0,57	0,82
0,32	0,78
0,45	0,58
0,25	0,84
0,60	0,60
0,67	0,56
0,57	0,68
0,45	1,00
0,42	0,80
0,62	0,66
0,60	0,68
0,62	0,68
0,75	0,66
0,45	0,58
0,22—0,75	0,52—1,00

Alle Proben entsprachen dem D. A. III.

Mel.

Neue zuverlässige Untersuchungsmethoden für Honig sind im letzten Jahre nicht veröffentlicht worden. Mit der Hänleschen Methode hat A. Partheil*) Versuche angestellt. Er verwirft dieselbe nicht ganz und empfiehlt weitere Versuche. Wir halten die Hänlesche Methode auf Grund der zahlreichen Bestimmungen, die wir**) seinerzeit mit derselben ausgeführt haben, nach wie vor***) für unbrauchbar und die Hänleschen Behauptungen für falsch.

Trotzdem uns, wie wir†) schon im vorigen Jahre bemerkten, die Mängel des von uns eingehaltenen Untersuchungsverfahrens bekannt sind, haben wir uns, in Ermanglung von etwas Besserem, wieder auf dasselbe beschränkt.

Die folgende Tabelle enthält unsere Resultate:

Mel crudum	No.	Spez. Gew. Lös. 1 + 2	Optisches Verhalten Lös. 1 + 2	Säurezahl
americanum	1	1,104	+ 4,8°	38,36
„	2	1,123	— 9,7°	18,20
„	3	1,120	— 10,0°	21,28
„	4	1,129	— 9,6°	15,96
„	5	1,119	— 9,6°	13,16
„	6	1,125	— 13,8°	18,48
„	7	1,119	— 13,3°	11,20
„	8	1,124	— 11,9°	14,56
„	9	1,118	— 11,9°	13,72
„	10	1,125	— 12,4°	12,60
„	11	1,120	— 13,7°	17,36
„	12	1,118	— 9,5°	18,48
„	13	1,122	— 12,8°	14,84
„	14	1,122	— 13,2°	10,36

*) Apotheker Zeitung 1894, S. 662.
**) Helfenberger Annalen 1890, S. 54 und 1892, S. 65.
***) „ „ 1890, S. 55 und 1892, S. 66.
†) „ „ 1892, S. 60.

Mel crudum	No.	Spez. Gew. Lös. 1 + 2	Optisches Verhalten Lös. 1 + 2	Säurezahl
americanum	15	1,119	— 11,7°	10,08
„	16	1,116	— 10,6°	9,08
„	17	1,113	— 10,6°	12,04
„	18	1,119	— 13,8°	12,04
„	19	1,112	— 9,8°	11,4
„	20	1,114	— 11,8°	10,36
„	21	1,113	— 8,0°	16,80
„	22	1,112	— 12,8°	10,08
„	23	1,118	— 7,0°	23,24
„	24	1,112	— 11,6°	8,68
„	25	1,119	— 12,4°	12,88
„	26	1,111	— 6,4°	20,72
„	27	1,097	— 9,3°	7,80
„	28	1,126	— 12,8°	17,36
„	29	1,122	— 11,6°	14,56
„	30	1,122	— 13,2°	15,68
„	31	1,117	— 14,8°	21,84
„	32	1,120	— 12,0°	17,08
dalmatinum	33	1,104	— 11,2°	14,84
„	34	1,107	— 12,4°	18,76
„	35	1,107	— 12,8°	23,24
germanicum	36	1,120	— 6,9°	6,44
„	37	1,122	— 7,8°	10,64
„	38	1,116	— 8,6°	18,48
„	39	1,117	— 10,8°	44,80
„	40	1,106	— 10,9°	34,16
„	41	1,113	— 6,9°	14,84
„	42	1,111	— 9,6°	22,96
„	43	1,105	— 7,2°	46,48
„	44	1,116	— 10,8°	15,12
„	45	1,117	— 9,8°	15,40
„	46	1,113	— 10,8°	16,98
„	47	1,115	— 9,8°	17,64
„	48	1,114	— 10,1°	15,40
„	49	1,115	— 10,0°	15,40

Mel crudum	No.	Spez. Gew. Lös. 1 + 2	Optisches Verhalten Lös. 1 + 2	Säurezahl
germanicum	50	1,112	— 9,1°	14,85
„	51	1,111	— 9,2°	15,40
„	52	1,116	— 9,1°	13,44
„	53	1,097	— 10,0°	9,24
„	54	1,120	+ 4,2°	12,32
„	55	1,118	— 8,5°	18,20

Als minderwertig sind die Honige zu bezeichnen, deren spezifisches Gewicht (Lösung 1 + 2) unter 1,111 liegt und ferner diejenigen, deren Säurezahl über 20,0 beträgt. Gefälscht war der amerikanische Honig (Nr. 1) mit + 4,8° Polarisation. Der deutsche Honig mit + 4,2° Polarisation (Nr. 54) zeigte äusserlich keine Merkmale einer Verfälschung.

Morphinum.

Wie in den letzten beiden Annalen, so können wir auch in diesen mit Befriedigung feststellen, dass sich die Helfenberger Morphinbestimmungsmethode einer immer weiteren Verbreitung zu erfreuen hat. Unter anderem hat sie auch in die Pharmacopöa Helvetica III in ihrer abgekürzten Form Aufnahme gefunden. Während wir aber früher ausdrücklich feststellen konnten, dass von keiner Seite eine andere Methode zur Bestimmung des Morphins empfohlen worden sei, sehen wir uns dieses Mal genötigt, auf eine Arbeit von Cannepin und van Eijk etwas näher einzugehen. Die Originalarbeit stand uns leider nicht zur Verfügung. Wir waren daher auf die Angaben von de Wijs*), welcher die von den

*) Nederl. tijdschr. voor Pharm. Sept. 1893.

beiden genannten Autoren empfohlene Methode nachgeprüft hat, und auf ein Referat in der Apotheker-Zeitung*) angewiesen.

De Wijs giebt an, dass die in Frage stehende Methode die höchsten Ziffern und die Helfenberger die grösseren Krystalle gebe.

Nach Cannepin und van Eijk sollen die üblichen (?) Morphinbestimmungs-Methoden in der Hand verschiedener Analytiker verschiedene Resultate geben. Wir glauben, dass wir die hiesige Methode auch zu den „üblichen" rechnen dürfen. Wir bestreiten aber, dass dieselbe, wenn sie richtig ausgeführt wird, in der Hand verschiedener Analytiker verschiedene Resultate giebt. Dass die hiesige Methode selbst in der Hand weniger geübter Analytiker übereinstimmende Resultate liefert, dürfte die Mitteilung des Herrn Geheimrat Prof. Dr. E. Schmidt in Marburg**), dass die Methode bei der Ausführung durch eine grosse Anzahl Praktikanten übereinstimmende Resultate ergeben habe, zur Genüge beweisen.

Die genannten Autoren behaupten dann weiter, dass man dem in der Präcipitierflüssigkeit und in dem Waschwasser gelösten Morphin nicht genügend Rechnung trage und dass man das Opium häufig nicht genügend extrahiere. In der Präcipitierflüssigkeit sollen 0,75—1,70 und im Waschwasser 0,25—0,65 pCt Morphin gelöst sein. Durch unvollkommenes Ausziehen des Opiums soll ein Fehler von 0,30—0,40 pCt entstehen. Auch diese Vorwürfe treffen die Helfenberger Methode nicht. Wir haben seinerzeit durch Ausschütteln der Fällungsflüssigkeit mit Chloroform nachgewiesen***), dass bei der hiesigen Methode durchschnittlich 0,5 pCt Morphin in Lösung bleiben und darauf hingewiesen, dass man durch Addition dieser 0,5 pCt zu der gefundenen Menge Morphin eine Korrektur anbringen kann. Zum Auswaschen schreibt die Methode zweimal 5 ccm mit Essigäther gesättigtes Wasser vor. Nach unseren Versuchen löst sich das Morphin in Wasser 1:1250.†) Durch das Sättigen mit Essigäther wird das Lösungsvermögen noch herabgedrückt. Nimmt man aber ein Lösungsverhältnis von 1:1250 an, so würden die 10 ccm Waschwasser 0,008 g Morphin lösen. Auf 4 g Opium berechnet würden dies 0,2 pCt sein. In Wirklichkeit geht aber bedeutend weniger in Lösung über. Ein unvollkommenes Aus-

*) Apotheker-Zeitung 1893, S. 518.
**) Helfenberger Annalen 1887, S. 37.
***) „ „ 1887, S. 70.
†) „ „ 1887, S. 67.

ziehen des Opiums findet bei genauer Befolgung der hiesigen Methode auch nicht statt. Es wäre sonst nicht möglich, dass die auf Seite 74 und 75 der Annalen 1890 angegebenen Untersuchungsresultate eine derartige Übereinstimmung zeigten. Dadurch, dass etwas Morphin als freies Morphin im Opium enthalten ist, entsteht ein kleiner Fehler von 0,02—0,05 pCt. Die entsprechenden Versuche haben wir*) schon vor Jahren veröffentlicht. Der Fehler ist aber so gering, dass man ihn wohl unberücksichtigt lassen darf.

Es möge uns nun gestattet sein, auf die durch Cannepin und van Eijk abgeänderte Methode von Portes und Langlois, welche nach den genannten Autoren übereinstimmende Resultate und die höchsten Zahlen liefern soll, etwas näher einzugehen.

Die fragliche Methode lautet:

„10 g Opium und 4 g gelöschten Kalk mischt man mit 100 ccm destilliertem Wasser, in welchem 0,805 g Morphinum muriaticum aufgelöst sind, und mazeriert eine halbe Stunde lang. 50 g des Filtrats versetzt man mit 10 ccm Äther und schüttelt bis zur Sättigung mit dem Äther. Darauf setzt man 0,5 Chlorammonium hinzu, setzt zwei Stunden beiseite, giesst den Äther ab und sammelt den Niederschlag auf einem Filter. Man wäscht mit morphingesättigtem Wasser (0,420 p. Liter) so lange aus, bis Filter und Krystalle farblos sind, trocknet bei 100° C und wägt."

Die Autoren beabsichtigen offenbar durch den Zusatz des Morphins zum Opium den Fehler, welcher durch das in der Ausfällungsflüssigkeit bleibende Morphin entsteht, auszugleichen. Zu diesem Zwecke ist aber, wie wir unten zeigen werden, viel weniger Morphinum muriaticum erforderlich, als sie vorschreiben. Wir glauben daher einen Druckfehler annehmen zu dürfen, und zwar umso eher, als uns, wie wir schon oben betont haben, die Originalarbeit nicht zur Verfügung stand. Nichtsdestoweniger haben wir uns bei unseren Versuchen genau an die obige Vorschrift gehalten.

Bevor wir auf die von uns erzielten Resultate näher eingehen, wollen wir noch auf eine Ungenauigkeit in der Fassung der fraglichen Methode aufmerksam machen. Es heisst in derselben „50 g des Filtrats usw." und zum Schluss „Man trocknet endlich bei 100°C und wägt".

---

*) Helfenberger Annalen 1887, S. 63.

Hiernach scheinen die Autoren anzunehmen, dass die 50 g Filtrat die löslichen Bestandteile von 5 g Opium enthalten. Dies ist aber nicht richtig. Nimmt man z. B. an, dass, wie es bei guten Sorten auch meist der Fall ist, das zu untersuchende Opium 60 pCt lösliche Bestandteile enthält, so enthalten nicht 50, sondern 53 g die löslichen Teile von 5 g Opium.

Unter „umgerechnet" haben wir im nachstehenden diejenigen Werte angegeben, welche erhalten worden wären, wenn wir nicht 50, sondern 53 g Filtrat in Arbeit genommen hätten.

No.	Methode:		
	Helfenberg	Cannepin und van Eijk	
	pCt Morphin	direkt gefunden pCt Morphin	umgerechnet pCt Morphin
1	11,52	15,66	16,59
2	11,37	16,14	17,08
3	11,32	16,10	17,06
4	11,50	15,92	16,87
5	11,57	16,04	16,99
6	11,52	16,44	17,42
7	11,42	16,30	17,27
8	11,50	16,54	17,53
	11,32—11,57	15,66—16,54	16,59—17,53
	0,25 pCt Differenz	0,88 pCt Differenz	0,94 pCt Differenz.

Die mit dem Verfahren von Cannepin und van Eijk erhaltenen auffallend hohen Zahlen bestätigen, dass dasselbe zum Ausgleich des in Lösung bleibenden Morphins zuviel Morphinum muriaticum zusetzen lässt.

Um zu konstatieren wie viel Morphin im vorliegenden Falle in Lösung geblieben war, mischten wir die Filtrate von 5 Bestimmungen zusammen, machten mit Ammoniak stark alkalisch und schüttelten mit Chloroform aus.*) Die Ausschüttelungen dampften wir zur Trockne ein, lösten den Rückstand in 5 ccm Normal-Schwefelsäure, verdünnten die Lösung mit 10 ccm Wasser, setzten 5 ccm Normal-Ammoniak hinzu, filtrierten den entstandenen Niederschlag sofort ab und wuschen ihn

*) Helfenberger Annalen 1887. S. 69.

mit wenig Wasser nach. Das Filtrat vermischten wir mit 5 ccm Essigäther, setzten 2,5 ccm Normal-Ammoniak hinzu, schüttelten 10 Minuten, sammelten, trockneten und wogen das ausgeschiedene Morphin auf die bekannte Art und Weise. Die Ausbeute betrug 0,332. In einer Ausfällungsflüssigkeit waren also im Durchschnitt 0,0664 Morphin in Lösung geblieben. Auf 10 g Opium kommen also 0,1328 g = 1,328 pCt Morphin. Wir hätten demnach, um das in Lösung bleibende Morphin zu ersetzen, nur 0,1328 oder 1,328 pCt wasserfreies Morphin zusetzen dürfen. Wir haben aber 0,805 Morphinum muriaticum = 0,611 wasserfreiem Morphin oder 6,11 pCt zugesetzt. Die mit der modifizierten Methode von Portes und Langlois erhaltenen Zahlen sind also um 6,11 — 1,328 = 4,782 pCt zu hoch. Rechnet man zu den oben angegebenen Zahlen, welche wir nach der Helfenberger Methode erhalten haben, das in Lösung bleibende Morphin = 0,5 pCt hinzu und von den andern 4,78 pCt ab, so erhält man folgende Werte:

No.	Methode:		
	Helfenberg	Cannepin und van Eijk direkt gefunden	Cannepin und van Eijk umgerechnet
1	12,02	10,88	11,81
2	11,87	11,31	12,30
3	11,82	11,32	12,28
4	12,00	11,14	12,09
5	12,07	11,26	12,21
6	12,02	11,66	12,64
7	11,92	11,55	12,49
8	12,00	11,76	12,75
	11,82—12,07 0,25 pCt Differenz	10,88—11,76 0,88 pCt Differenz	11,81—12,75 0,94 pCt Differenz

Die nach der durch Cannepin und van Eijk abgeänderten Methode von Portes und Langlois direkt gefundenen Zahlen sind also durchweg niedriger, die umgerechneten meist etwas höher, als die nach der Helfenberger Methode erhaltenen. Während aber die höchste und die niedrigste der nach der letzteren erhaltenen Zahlen sich nur um 0,25 pCt unterscheiden, beträgt diese Differenz bei der zuerst genannten 0,88 bezw. 0,94 pCt!

Die neue Methode scheint uns hiernach, abgesehen von allem anderen, einen sehr zweifelhaften Wert zu besitzen; wenigstens entspricht sie nicht den Anforderungen, welche man heute an eine solche stellen darf.

Oleum Cacao.

Die Untersuchung des Kakaoöls erstreckte sich auf die Bestimmung des Schmelzpunktes, der Säure- und der Jodzahl.

Wir erhielten nachstehende Werte:

No.	Schmelzpunkt °C	Säurezahl	Jodzahl
1	26,0—26,5	13,44	34,01
2	27,0	11,76	33,22
3	28,5	10,64	34,16
4	28,5	17,73	33,65
5	33,5	14,90	33,52
6	33,0	15,90	31,75
7	33,0	13,10	32,29
8	33,0	18,70	31,31
9	32,5	15,90	32,35
10	33,5	14,00	33,21
11	33,5	13,10	32,06
12	33,0—33,5	10,64	34,13
13	33,0	18,48	34,92
14	32,0—32,5	25,76	36,23
15	32,5—33,0	12,88	37,40
16	33,0	16,24	34,36
17	33,0	10,64	33,77
18	32,5	20,16	35,66
19	31,5	11,76	35,67

No.	Schmelzpunkt °C	Säurezahl	Jodzahl
20	28,0	20,72	38,77
21	29,5	12,32	35,13
22	31,0	12,32	37,41
23	33,5	31,36	38,89
24	33,0	34,74	37,58
25	32,5	39,20	38,20
26	35,0	42,56	37,78

Die vorstehenden Zahlen halten sich mit Ausnahme von 5 zu hohen (25,76—42,56) Säurezahlen in normalen Grenzen.

Im letzten Jahre wurde uns auch ein sogenanntes Kakaoöl-Substitut angeboten. Dasselbe zeigte:

32,0 °C Schmelzpunkt,
7,28 Säurezahl,
4,52 Jodzahl.

Durch die sehr niedrige Jodzahl unterscheidet sich das Ersatzmittel wesentlich von Kakaoöl.

Oleum Nucistae.

Im Jahre 1893 kamen 4 Proben Muskatbutter zur Untersuchung. Die Resultate waren folgende:

Schmelzpunkt °C	Säurezahl	Esterzahl	Verseifungszahl	Jodzahl
52,0	25,89	137,41	163,30	50,21
52,5	24,48	143,18	167,66	53,24
42,0	30,52	128,28	158,20	50,05
42,5	27,70	130,78	158,48	49,88

Die Zahlen sind normal.

Oleum Olivarum.

Die Untersuchung des Olivenöles erstreckte sich im letzten Jahre auf die Bestimmung der Jodzahl, der Elaïdinprobe, der Sesamölreaktion nach Ambühl und auf das Ausschütteln mit Alkohol (Ricinusöl).

Die zuletzt genannte Probe ergab in allen Fällen ein negatives Resultat.

Die Jodzahlen und die übrigen Untersuchungsergebnisse sind in der nachstehenden Tabelle zusammen gestellt:

Oleum Olivarum	Nr.	Jodzahl	Elaïdinprobe	Sesamölreaktion
	1	82,24	gut	negativ
	2	81,27	„	„
	3	83,89	genügend	„
	4	82,41	kaum genügend	„
	5	82,21	genügend	tritt sofort ein
provinciale . . .	6	79,58	„	„ „ „
	7	81,32	gut	negativ
	8	82,24	sehr gut	„
	9	80,53	„ „	„
	10	85,39	genügend	„
	11	81,07	„	„
	12	81,47	„	„
	13	82,25	„	„
	14	84,42	„	„
	15	83,15	„	„
	16	80,82	„	„
	17	83,77	„	„
viride	18	82,98	„	„
	19	83,86	ungenügend	„
	20	82,26	kaum genügend	„
	21	82,75	genügend	„
	22	84,13	kaum genügend	„
	23	83,87	genügend	„
	24	85,34	kaum genügend	„

Oleum Olivarum	Nr.	Jodzahl	Elaïdinprobe	Sesamölreaktion
viride	25	83,28	genügend	negativ
	26	82,80	„	„
	27	83,72	„	„
	28	83,09	„	„
	29	82,71	„	„
	30	83,78	„	„
	31	85,23	kaum genügend	„
	32	83,29	gut	„
	33	85,04	„	„
	34	82,77	„	„
	35	82,49	„	„
	36	85,46	„	„
	37	82,34	„	„

Die Jodzahlen erreichen allerdings einige Male die höchste zulässige Grenze, sie können aber noch alle als normal bezeichnet werden. Alle Öle, deren Elaïdinprobe kaum genügend oder ungenügend war, und die beiden, mit welchen die Ambühlsche Reaktion sofort eintrat, wurden als verdächtig zurückgewiesen.

Von Herrn P. Soltsien in Erfurt wurden uns im vorigen Jahre zwei Olivenölproben mit der Bitte übersandt, dieselben besonders bezüglich der Ambühlschen Probe einer Prüfung zu unterziehen. Die Jodzahlen dieser Öle waren:

I. 82,35 II. 81,86.

Die Elaïdinprobe war bei beiden genügend. Sofort nach dem Schütteln mit Zucker und Salzsäure war weder bei dem einen noch bei dem andern eine Veränderung zu bemerken. Bei I trat nach drei Minuten eine schwach rosa und nach 10 Minuten eine rote Färbung ein. Bei II trat dieselbe Reaktion in etwas schwächerem Masse ein. Da nach unseren Versuchen*) ein Olivenöl, welchem nur 10 pCt Sesamöl zugesetzt worden sind, sofort nach dem Schütteln die Salzsäure schwach rot gefärbt abscheidet und da die Jodzahlen und die Elaïdinprobe bei den fraglichen Ölen normal waren, so erklärten wir beide für nicht gefälscht.

Nach Soltsien**) soll die offizinelle Zinnchlorürlösung ein zuverlässiges Reagens auf Sesamöl sein. Man schüttelt gleiche Teile Öl

*) Helfenberger Annalen 1892, S. 78.

**) Pharmaceutische Zeitung 1893, S. 654 u. 748.

und Zinnchlorürlösung zusammen und erwärmt kurze Zeit im Wasserbade. Ein mit 2 pCt Sesamöl gefälschtes Olivenöl soll die Zinnchlorürlösung noch violett färben. Olivenöle, welche die Salzsäure-Zuckerlösung färbten, sollen Zinnchlorürlösung nicht färben.

Wir erhielten bei Olivenöl, dem wir 5 pCt Sesamöl zugesetzt hatten, mit Zinnchlorürlösung eine sehr schöne Reaktion. Bei 2 pCt Gehalt an Sesamöl war die Färbung etwas zweifelhafter Natur. Es empfiehlt sich daher, in solchen Fällen mit einem notorisch echten Olivenöl eine Vergleichsprobe anzustellen. Im übrigen können wir die Angaben Soltsiens voll und ganz bestätigen.

Pulpa Tamarindorum.

Das gereinigte offizinelle Tamarindenmus kam sehr häufig zur Untersuchung. In jedem einzelnen Falle bestimmten wir den Säure- und Wassergehalt. Der erstere schwankte zwischen 9,0 und 11,62 pCt und der letztere zwischen 32,25 und 39,27 pCt. Bei einem Teile der offizinellen und bei den drei zur Untersuchung gelangten Proben konzentrierte Pulpa bestimmten wir ausserdem noch Zucker, Cellulose und Asche. Wir geben die betreffenden Zahlen hier wieder:

Pulpa	No.	pCt Wasser	pCt Säure	pCt Zucker	pCt Cellulose	pCt Asche
depurata D. A. III.	1	38,90	10,12	40,25	3,30	2,10
	2	32,25	10,50	48,81	3,50	1,67
	3	36,00	10,50	46,34	3,10	1,95
	4	36,00	10,69	47,24	3,45	1,92
	5	39,20	9,94	41,17	2,62	1,85
	6	33,10	9,94	47,01	2,50	2,02
depurata conc. . . .	7	19,72	12,94	53,40	3,20	2,32
	8	20,80	13,50	55,91	4,05	2,60
	9	20,50	12,75	58,65	4,00	2,75

Die Werte bewegen sich im allgemeinen in den Grenzen früherer Jahre.

Pulveres.

Die hier dargestellten Pulver haben wir in der bisherigen Weise untersucht und die nachstehenden Zahlen erhalten:

Pulvis.	pCt Wasser	pCt Asche	K^2CO^3 in 100 Asche
Cantharidum	7,72	7,55	—
flor. Chrysanthemi . . .	6,90	7,80	35,40
„ „ . . .	9,95	7,85	31,86
folior. Sennae alexandr..	6,95	13,80	34,37
„ „ „	12,92	16,50	9,41
„ „ Tinnevelly	8,32	10,00	10,35
herb. Belladonnae	8,65	13,10	29,70
„ Digitalis	5,55	10,90	44,31
„ Hyoscyami	6,16	21,45	37,00
„ „	6,92	22,32	34,77
radicis Iridis	5,15	4,70	25,69
„ Liquiritiae . . .	5,60	5,10	23,68
„ „ . . .	13,32	5,00	22,57
„ Rhei	7,00	10,25	21,88
seminis Foeniculi	12,50	9,05	23,83

Die Zahlen zeigen keine bemerkenswerten Unterschiede gegen die in früheren Jahren erhaltenen.

* * *

Der unverhältnismässig niedrige Preis, mit welchem gewisse Drogenhandlungen ihre groben Pulver, die sogenannten Viehpulver, in den Listen aufführen und die naive Erklärung eines Drogenhauses in der Pharmaceutischen Zeitung, dass die Grossisten, neben anderen Ursachen, durch die Verwendung der Pressrückstände zu Viehpulvern in den Stand gesetzt würden, die Tinkturen billig zu liefern, veranlasste uns, den groben Pulvern unsere Aufmerksamkeit zu schenken. Wir liessen uns durch einen befreundeten Apotheker verschiedene derartige Pulver von zwei Drogenhäusern besorgen und stellten uns ausserdem aus den ent-

sprechenden Drogen selber grobe Pulver her. Die ganze Reihe unterzogen wir einer eingehenden Prüfung und zwar bestimmten wir ausser dem Wasser, der Asche und dem Kaliumkarbonat in 100 Teilen Asche noch das Wasserlösliche, das in verdünntem Alkohol und das in Alkohol von 90 pCt Lösliche. Asche und lösliche Teile rechneten wir auf wasserfreies Pulver um. Die löslichen Teile bestimmten wir in der Weise, dass wir 20 g Pulver mit 200 ccm Lösungsmittel 5 Stunden unter öfterem Umschütteln stehen liessen und nach dem Absetzen etwa 100 ccm Flüssigkeit abfiltrierten. Nachdem wir das spezifische Gewicht des Filtrates bestimmt hatten, dampften wir je 20 ccm in einer Platinschale ein, trockneten bei 100° C bis zum gleichbleibenden Gewicht und wogen.

Bei der Berechnung setzten wir die 20 ccm Filtrat gleich 1 g Substanz. Die als „lösliche Teile" angegebenen pCt-Zahlen sind demnach nur als relative zu betrachten. Ausserdem bestimmten wir das spezifische Gewicht der Auszüge, um dadurch vielleicht Anhaltspunkte zu einer einfachen indirekten Extraktbestimmung zu erlangen. Die geringsten Unterschiede bedingten aber eine so grosse Differenz im Extraktgehalte, dass wir die Bestimmung des spezifischen Gewichtes zur indirekten Extraktbestimmung nicht empfehlen können. Aus diesem Grunde und ausserdem, um die Tabellen nicht unübersichtlich zu machen, haben wir die entsprechenden Zahlen nicht mit aufgeführt.

Im Anschluss an die groben Pulver untersuchten wir auch eine grössere Anzahl feine Pulver in derselben Weise.

Alle mit H bezeichneten Pulver sind hier hergestellt, die anderen stammen von verschiedenen Firmen.

In den umstehenden Tabellen sind die Untersuchungsresultate zusammengestellt.

Pulvis grossus		pCt Verlust bei 100° C	pCt Asche	Kalium-carbonat in 100 Asche	pCt in Wasser lösliche Teile	pCt in verdünntem Alkohol lösliche Teile	pCt in Alkohol von 90 pCt lösliche Teile
Aloës	*H.*	*8.97*	*0.77*	*47.58*	*40.70*	*81.84*	*97.80*
	A.	7.31	1.25	44.04	55.67	95.94	95.92
	B.	9.43	1.09	33.66	55.49	97.72	96.68
corticis Cascarillae	*H.*	*7.85*	*20.37*	*6.37*	*6.72*	*10.31*	*6.97*
	A.	6.87	42.19	4.54	4.72	6.38	3.81
	B.	8.18	24.95	4.38	6.64	8.87	6.58
„ Chinae	*H.*	*11.25*	*4.54*	*20.26*	*19.10*	*28.93*	*17.92*
	A.	9.52	24.20	1.80!	7.51!	11.71!	7.02!
	B.	9.65	4.02	16.83	8.66!	15.11!	10.73!
„ Frangulae	*H.*	*13.05*	*5.57*	*8.55*	*24.09*	*30.79*	*19.29*
	A.	11.07	12.06	4.22	18.66	23.58	13.94
	B.	10.00	10.27	3.45	18.89	22.84	15.61
foliorum Belladonnae	*H.*	*4.99*	*16.61*	*45.51*	*30.47*	*21.26*	*11.38*
	A.	11.54	15.19	37.46	27.32	21.14	11.89
	B.	12.03	15.04	29.53	27.74	20.94	11.86
„ Digitalis	*H.*	*4.41*	*11.21*	*39.72*	*36.72*	*37.03*	*19.30*
	A.	12.77	13.25	35.23	33.87	31.95	18.15
	B.	11.93	9.49	35.82	35.71	33.78	19.81
„ Trifolii	*H.*	*3.48*	*10.19*	*58.76*	*38.80*	*35.35*	*16.31*
	B.	9.73	11.38	35.80	33.24	28.66	18.11
	C.	10.58	12.26	35.85	31.56	25.94	14.48
fructuum Juniperi	*H.*	*17.22*	*3.47*	*48.07*	*42.22*	*45.74*	*37.25*
	B.	11.11	4.81	39.80	30.15	35.15	27.45
	C.	9.95	4.09	42.28	38.03	40.86	36.01
herbae Absinthii	*H.*	*5.82*	*24.31*	*8.27*	*21.79*	*16.72*	*8.33*
	B.	10.94	22.28	8.65	23.74	16.28	8.70
	C.	11.03	14.05	20.41	18.32	11.15	6.01
radicis Angelicae	*H.*	*9.75*	*11.07*	*19.05*	*38.39*	*33.32*	*20.94*
	A.	12.17	18.49	2.92	31.60	24.56	17.08
	B.	13.34	9.43	20.19	38.39	31.95	20.26
„ Belladonnae	*H.*	*7.29*	*9.04*	*37.89*	*25.62*	*17.17*	*8.14*
	A.	10.28	11.67	24.86	25.80	21.59	11.68
	B.	12.32	9.55	34.40	30.14	19.36	9.26
„ Gentianae	*H.*	*6.26*	*4.30*	*22.21*	*42.72*	*39.87*	*28.32*
	A.	12.08	4.59	18.06	45.04	42.11	31.64
	B.	11.22	5.00	13.73	40.49	37.22	27.28
„ Helenii	*H.*	*16.29*	*7.59*	*31.03*	*47.09*	*26.49*	*14.44*
	A.	14.79	9.95	12.63	57.50	34.38	14.25
	B.	15.33	13.30	8.47	47.77	30.73	12.87

Pulvis grossus		pCt Verlust bei 100 o C	pCt Asche	Kalium-carbonat in 100 Asche	pCt in Wasser lösliche Teile	pCt in verdünntem Alkohol lösliche Teile	pCt in Alkohol von 90 pCt lösliche Teile
radicis Hydrastis canadensis	*H.*	*12.80*	*7.36*	*9.58*	*25.20*	*24.14*	*11.87*
	A.	10.75	14.26	3.29	21.06	20.72	11.15
	B.	8.57	14.14	2.86	20.67	20.04	10.47
„ Levistici	*H.*	*6.63*	*7.26*	*15.53*	*50.29*	*44.83*	*30.26*
	A.	13.12	9.61	11.64	40.95	35.22	24.14
	B.	13.43	17.08	6 00	40.66	35.49	22 93
„ Liquiritiae hispanicae	*H.*	*5.10*	*7.11*	*21.87*	*28.30*	*26.46*	*11.48*
	A.	10.29	9.62	15.21	29.48	24.55	14 15
	B.	9.99	7.47	17.02	25.85	24.77	14.99
„ Liquiritiae russicae	*H.*	*12.38*	*11.71*	*13.83*	*36.12*	*32.18*	*16.89*
	A.	11.99	8 27	20.47	36.74	32.90	19.06
	B.	10.92	5.52	14 19	28.09	25.59	15.26
„ Pimpinellae	*H.*	*12.15*	*22.39*	*1.54*	*19.38*	*15.59*	*9.44*
	A.	11.84	15.81	4.31	22.68	17.13	12.19
	B.	11.00	15.65	3.48	17 53	12.69	7.92
„ Ratanhiae	*H.*	*12.77*	*3.58*	*19.90*	*17.65*	*38.37*	*35.25*
	A.	11.36	11.98	6.46	11.43	29.60	26.48
	B.	11 97	12.30	6.05	12.04	30.22	26.92
„ Rhei	*H.*	*12.21*	*8.00*	*29.94*	*41.86*	*46.81*	*28.70*
	A.	9.42	14.13	12.88	39.91	47.83	34.47
	B.	11.19	5.94	20.44	24.43	36.48	27.44
„ Sarsaparillae	*H.*	*10.13*	*14.63*	*2.20*	*12.32*	*9.29*	*4.50*
	A.	9.10	16.42	2.93	17.16	9.40	3.68
	B.	8.97	17.90	2.70	12.52	9.50	5.60
„ Senegae	*H.*	*9.55*	*7.04*	*13.64*	*27.86*	*31.29*	*22.52*
	A.	10.06	8.60	6 66	32.88	35.08	29.38
	B.	11.30	6.03	13 23	29.76	33.71	24 88
„ Taraxaci	*H.*	*6.45*	*6.85*	*15.46*	*44.55*	*22.74*	*9.62*
	A.	12.87	9.82	5.93	46.34	25.70	12.27
	B.	13.03	11.45	4.31	46.56	23.22	11.15
„ Valerianae	*H.*	*7.56*	*14.53*	*5.81*	*26.99*	*21.42*	*8.00*
	A.	9.22	28.59	1.21	19.99	16.69	10 13
	B.	9.09	23 76	1.50	11.66	10.12	5.28
rhizomatis Calami	*H.*	*12.67*	*6.53*	*11.54*	*22.87*	*19.86*	*12.65*
	A.	14.48	4.88	14 57	20.17	19.00	11.25
	B.	12.85	5.22	19 23	25.24	19.62	13.48
tuberum Jalapae	*H.*	*4.81*	*4.36*	*47.85*	*27.39*	*24.21*	*9.71*
	A.	11 80	4.74	49.18	25.34	24.32	14.48
	B.	10.06	8.13	29.57	29.85	33.74	24.57

Pulvis subtilis		pCt Verlust bei 100° C	pCt Asche	Kalium-carbonat in 100 Asche	pCt in Wasser lösliche Teile	pCt in verdünntem Alkohol lösliche Teile	pCt in Alkohol von 90 pCt lösliche Teile
foliorum Digitalis	*H.*	*9.48*	*11.72*	*33.38*	*37.17*	*38.55*	*25.74*
	C.	11.57	9.05	44.95	36.64	38.02	25.55
	D.	11.07	10 48	21.79	31.23	34.15	24.17
	E.	11.61	8.45	54.59	35.94	39.00	29.58
	F.	11.71	10.97	32.07	31.09	33.13	20.89
	G.	13.25	10.58	43.12	38.30	38.04	25.99
„ Sennae alexandr.	*H.*	*9.05*	*12.86*	*13.21*	*36.67*	*24.77*	*14.79*
	C.	10.59	14.53	15.18	32.77	24.41	13.92
	D.	11.26	13.39	16.60	41.13	24.28	15.91
	E.	10.71	13.41	19.95	38.92	23.82	14.00
	F.	10.93	17.27	11.64	32.67	23.29	13.30
	G.	12.52	13.37	18.78	36.58	25.72	15.37
„ Sennae Tinnev.	*H.*	*7.58*	*16.77*	*14.89*	*34.41*	*23.58*	*13.87*
	C.	11.20	11.71	25.58	35.42	25.95	14.58
	E.	10 91	12.82	19.50	36 28	24.08	14.42
	F.	11.48	14.16	18.26	35.64	23.66	13.44
	G.	12.36	15.01	15.39	36 20	23.10	14.32
herbae Conii	*H.*	*8.81*	*14.63*	*35.91*	*42.19*	*26.70*	*17.98*
	C.	12.68	17.28	35.02	40.80	25.88	13.97
	E.	10.95	14.50	29.30	40.76	24.14	15.0
	F.	12.58	16.83	27.92	39.92	22.36	12.52
	G.	13.19	19.59	26.34	32.57	16.47	9.10
„ Hyoscyami	*H.*	*7.94*	*32.47*	*10.71*	*31.50*	*21.23*	*12.98*
	C.	11.25	25.62	27.03	34.98	22.28	12.28
	D.	11.29	14 80	14.21	35.73	28.15	19.22
	E.	9.12	20.13	17.81	32.04	22.15	13.48
	F.	8.97	36.01	9.36	22.65	12.52	7.19
	G.	11.74	26.74	8.32	22 83	14.24	8.66
„ Meliloti	*H.*	*10.80*	*10.29*	*28.82*	*33.96*	*23.82*	*14.13*
	C.	11.86	19.23	11.41	37.72	23.17	13.44
	D.	12.83	17.08	6.13	41.15	29.88	18.90
	E.	12.95	17.07	5.15	39.00	27.34	16.14
	F.	11.68	11.78	18.64	29.32	19.33	10.44
	G.	14.24	9.59	28 22	32.59	24.02	14.57

Pulvis subtilis		pCt Verlust bei 100° C	pCt Asche	Kalium-carbonat in 100 Asche	pCt in Wasser lösliche Teile	pCt in verdünntem Alkohol lösliche Teile	pCt in Alkohol von 90 pCt lösliche Teile
	H.	*9.13*	*6.32*	*28 13*	*36.09*	*21.48*	*11.39*
radicis Altheae gallic.	C.	11.08	5.51	14.01	35.48	22.26	11.78
radicis Altheae german.	D.	11.89	5.23	20.51	33.14	22.01	11.74
radicis Altheae gallic.	D.	10.61	7.35	12.87	33.89	23.26	12.33
radicis Altheae gallic.	E.	12.76	6.15	19.16	38.51	25.87	13.75
	F.	12.30	6.64	26.53	28.28	17.41	7.06
	G.	12.31	5.84	18.16	37.57	26.00	15.29
	H.	*7.75*	*7.88*	*23.09*	*32.84*	*31.44*	
radicis Liquiritiae hispanicae	C.	9.55	9.93	17.06	20.95	20.15	
	D.	9.98	5.13	22.25	32.99	29.88	
	F.	10.46	8.21	18.65	22.44	25.21	
	H.	*9.21*	*6.36*	*29.61*	*41.41*	*35.49*	*20.87*
„ Liquiritiae mundatae	C.	11.54	6.12	27.84	37.70	31.08	18.96
	D.	10.94	6.81	28.16	43.70	34.97	16.90
	E.	10.67	6.79	25.14	39.07	32.94	19.81
	F.	11.30	5.18	28.27	27.93	27.05	16.06
	G.	12.04	7.34	23.97	42.26	36.06	20.29
	D.	9.80	6.09	25.09	29 46	39.30	33.15
„ Rhapontici	E.	8.84	6.87	24.07	28.30	45.30	37.08
	F.	9.55	10.46	10.89	35.22	48.81	41.87
	G.	9.06	18.04	15.73	29 20	29.64	21.72
	C.	8.52	8.33	20.16	27.54	38.69	32.44
	H.	*7.25*	*10.18*	*22.64*	*45.01*	*46.71*	*33.34*
„ Rhei I.	C.	9.08	13.84	12.78	40.11	44.08	35.99
	D.	8.92	17.15	11.02	40.18	42.02	35.02
	E.	8.97	13.44	12.67	40.97	48.22	40.42
	F.	10.59	9.99	21.20	43.32	44.34	35.51
	G.	9.95	15.64	11.34	37.28	41.92	34.59
	H.	*7.37*	*11.57*	*21.09*	*38.00*	*40.59*	*29.95*
„ Rhei II.	C	10.11	13.20	15.22	35.71	39.80	32.26
	D.	10.12	10.47	15.93	37.88	42.41	35.85
	E.	10.01	12.61	13.67	41.48	43.95	36.61
	F.	9.85	15.87	13.61	37.27	42.90	35.27
	G.	11.77	12.44	16 28	42 45	44.85	37.37

Vergleicht man die in der Tabelle enthaltenen Zahlen miteinander, so scheint es, als wenn die Geschäftspraxis, die Tinkturen- und Extraktrückstände zu groben Pulvern zu verarbeiten, doch nicht so allgemein ist. Verschiedene der gekauften Pulver zeigen allerdings erheblich geringeren Gehalt an Extrakt, als die von uns selbst dargestellten, andere aber auch einen etwas höheren. Nur Cortex Chinae A u. B zeigt einen so geringen Extraktgehalt und A ausserdem noch einen so hohen Aschengehalt, dass man zu dem Schlusse berechtigt ist, es habe eine vorherige Extraktion der Rinde stattgefunden. Bei A scheint auch eine Vermischung mit Sand usw. vorgenommen zu sein.

Im übrigen gestatten die Zahlen aber manche interessante Beobachtung. So bedingt ein höherer Aschengehalt im allgemeinen einen niedrigeren Extraktgehalt. Ferner ist bei gleichem Aschengehalt die Extraktausbeute im allgemeinen umso höher, je mehr Kaliumcarbonat die Asche enthält. Interessant ist auch das Verhältnis des Wasserlöslichen zu dem in verdünntem und 90procentigem Alkohol Löslichen. Bezüglich der Einzelheiten müssen wir auf die Tabellen verweisen.

Mikrometrische Bestimmung des Feinheitsgrades der Pflanzenpulver.*)

Bei der Beurteilung feiner Pflanzenpulver nimmt unstreitig die Qualität der verwendeten Pflanzenteile die erste und der Feinheitsgrad nur die zweite Stelle ein. Immerhin hat doch letzterer einen beachtenswerten Anteil, da anerkanntermassen gröbere, besonders holzige Pulverteile nicht selten einen mechanischen Reiz auf die Schleimhäute des Magens und des Darmtraktes ausüben und dann unliebsame Nebenerscheinungen hervorrufen. Man muss deshalb von einem Pflanzenpulver, die beste Qualität der verwendeten Pflanzenteile vorausgesetzt, den höchsten Feinheitsgrad verlangen. Um diesen einigermassen zu kontrollieren, haben verschiedene Pharmakopöen Siebe mit bestimmter Maschenzahl vorgeschrieben und damit einen bedeutsamen Schritt vorwärts gethan. So enthielt die Norwegische Pharmakopöe bereits im Jahre 1870 derartige Vorschriften, dann folgten die Vereinigten Staaten Nord-Amerikas, England, Frankreich, Russland, Schweden und 1890 auch Deutschland.

Die auf eine bestimmte Fläche berechnete Zahl der Siebmaschen kann als Einheit nur einen bedingten Wert beanspruchen, weil durch

*) Pharmaceutische Centralhalle 1894, S. 285.

die Verwendung dickerer oder dünnerer Fäden beim Weben der Siebgaze engere oder weitere Maschen notwendig entstehen müssen, ferner weil bei Benutzung ein und desselben Siebes die Feinheit des Pulvers noch abhängig ist

a) von der Dauer des Siebens,
b) von dem mehr oder weniger starken Anschlagen an das Sieb,
c) von dem Beschütten des Siebes mit mehr oder weniger Mahlgut und dem im letzteren Fall ausgeübten Druck auf die Gaze.

Versuche haben gezeigt, dass es nicht möglich ist, ein Pulver durch dasselbe Sieb zweimal zu sieben, ohne dass ein Rückstand bliebe, ferner dass ein zweimal durch dasselbe Sieb geschlagenes Pulver durch Beseitigung jenes Rückstandes viel feiner ist, wie das einmal gesiebte.

Das Vorgehen oben erwähnter Pharmakopöen kann daher seinen Zweck nur teilweise erfüllen und entspricht nicht mehr den Anforderungen, welche heute bei den Leistungen der Gross-Industrie gestellt werden müssen.

Die mikrometrische Prüfung der Salbenverreibungen (Pharmac. Centralh. 1894, Nr. 17) gab die Anregung, den Feinheitsgrad der Pulver gleichfalls mikrometrisch festzustellen. Wir gingen auch hier von den eigenen, ein- und zweimal gesiebten Fabrikaten aus, erbaten uns aber auch von einigen anderen befreundeten Firmen unter Angabe des Zweckes die gleichen Versuchsobjekte. Wir fanden hier das dankenswerteste Entgegenkommen (nur eine Firma lehnte unter Ausflüchten ab) und konnten dadurch unsere Arbeit erheblich vervollständigen. Die Zahl der Gattungen ist keine allzugrosse, aber doch hinreichend, um das Princip und die Methode zu begründen.

Unser Verfahren besteht nun darin, dass wir die Pulverprobe auf den Objektträger bringen, mit Paraffinum liquidum, das sich zum Einbetten am besten eignet, anfeuchten, mit dem Deckgläschen vorsichtig verreiben und nun unter das Mikroskop bringen. Da das flüssige Paraffin die Pulverteile mehr oder weniger durchsichtig macht, wendet man die Irisblende an und beleuchtet seitlich. Wir stellen nur die Maximalzahlen fest und erachten bei splitterigen Pulvern stets die Länge des Splitters als massgebend.

Die nachstehende Tabelle enthält die gewonnenen Maximalzahlen in Mikromillimetern.

(Okularmikrometer 5 mm : 100 T.,
1 Teilstr. bei 590 × Vergr. = 0,000 084 mm = 0,084 μ.)

Pulveres	Helfenberg I 1mal gesiebt	Helfenberg II 2mal gesiebt	Pulver anderer Firmen III	IV	V	VI
	μ	μ	μ	μ	μ	μ
Herba Hyoscyami .	3,53	3,32	6,3	7,56	5,88	12,6
„ Digitalis . .	3,48	2,94	6,72	5,04	6,72	16,8
„ Conii	2,94	2,1	—	3,78	7,56	16,8
„ Belladonnae .	3,23	2,1	—	—	—	—
„ Meliloti . . .	7,23	3,36	6,72	6,72	8,4	12,6
Folia Sennae Tinnev.	8,43	3,78	6,3	6,72	8,4	4,2
„ „ alex. .	7,23	3,02	5,88	5,45	8,4	5,6
Radix Altheae . . .	4,32	1,26	1,68	4,2	4,2	5,04
„ Liquir. mund.	8,24	2,60	6,9	6,72	7,4	5,46
„ Rhei sinens. .	4,72	3,36	3,36	5,88	7,14	12,6
„ „ austriaci	—	—	4,2	—	7,56	—

Vor allem ersehen wir, dass die Unterschiede im Feinheitsgrad mitunter sehr grosse sind, und weiter aus den Zahlen des ein- und zweimal gesiebten Pulvers, dass man durch die mikrometrische Messung wohl im stande ist, die verschiedenen Grade ziffermässig festzustellen, und schliesslich, dass den zweimal gesiebten Pulvern allenthalben der Vorzug gebührt.

Wir haben ferner die erfreuliche Thatsache festgestellt, dass alle hier in Betracht kommenden Firmen Vollendetes leisten und sich auf der Höhe der Zeit bewegen.

Wir betrachten obige Mitteilung nur als eine vorläufige und nur als den Beginn zu weiteren Veröffentlichungen und hoffen, dass wir durch das Sammeln grösseren Zahlenmaterials mit der Zeit zu Normalzahlen und zu bezifferten Forderungen in den verschiedenen Pharmakopöen gelangen. In unseren weiteren Berichten werden wir auch der chemischen Untersuchung der Pflanzenpulver unsere Aufmerksamkeit schenken.

Radices et Rhizomata.

Siehe Cortices.

Sapones.

Die Bestimmung des Gesamtalkali in den Seifen ergab folgende Zahlen:

	pCt Gesamt-alkali		pCt Gesamt-alkali
Sapo kalin. ad spir. sapon.	0,16	Sapo medicatus D.A.III	0,08
	0,81		0,02
	0,08		0,25
	0,19	Sapo oleïnicus	0,19
	0,11		0,02
	0,22		0,36
	0,84		0,28
	0,67		0,11
	0,50	Sapo stearinicus . . .	0,22
	0,89		0,33
	0,08		0,36
	0,56		0,16
	0,30		0,44
Sapo kalinus D. A. III	0,11		0,44
	0,14		0,39
	0,25		0,56
	0,56		0,25
	0,28		0,50
			0,44

Die Sapo kalinus D. A. III hielt in allen Fällen die Alkaliprobe des Arzneibuches aus. Für die Sapo medicatus halten wir das in den letzten beiden Annalen Gesagte aufrecht.

Sebum.

Im letzten Jahre kamen 6 Proben Rindstalg und 75 Proben Hammeltalg zur Untersuchung. Wir geben die Resultate hier wieder:

Sebum	No.	Schmelzpunkt °C	Jodzahl	Säurezahl
bovinum	1	47,5—48,5	35,57	1,40
	2	46,0	37,62	2,99
	3	44,0	37,42	1,31
	4	45,0	37,92	1,77
	5	47,0	33,22	4,95
	6	46,5	35,32	4,48
ovile	1	48,0	37,50	0,84
	2	48,0	36,44	0,84
	3	48,5—49,0	36,40	0,75
	4	48,5	38,14	1,03
	5	48,0	37,81	1,40
	6	48,5	36,61	1,49
	7	49,0	39,42	1,77
	8	49,0—49,5	34,24	1,77
	9	49,0	34,58	0,93
	10	49,5	35,42	1,12
	11	47,5—48,0	37,30	1,96
	12	48,0	36,11	1,31
	13	49,0	37,12	2,05
	14	48,0	36,19	1,96
	15	49,0	34,54	4,29!
	16	49,0	35,78	1,77
	17	48,0—48,5	37,77	1,40
	18	48,0	39,01	1,77
	19	48,0	38,54	1,31
	20	48,0	37,17	1,31
	21	48,0	35,84	2,43

Sebum	No.	Schmelzpunkt °C	Jodzahl	Säurezahl
	22	48,0	35,34	1,21
	23	48,5—49,0	35,58	1,12
	24	47,0	36,25	1,12
	25	49,0	35,87	1,03
	26	49,0	36,54	1,12
	27	47,0—47,5	38,26	1,21
	28	48,0	35,88	1,40
	29	48,0	35,81	1,12
	30	48,0	37,50	1,12
	31	49,0	36,01	1,59
	32	48,5	35,48	1,96
	33	50,0	33,62	2,52
	34	48,0	34,46	2,24
	35	49,0	33,46	2,05
	36	48,5	36,08	1,21
	37	48,5	39,39	1,21
	38	48,0	37,19	1,12
ovile	39	48,0	39,85	1,21
	40	48,0	40,60	1,31
	41	48,5	36,92	1,12
	42	48,0	35,79	1,21
	43	49,5	36,46	1,12
	44	47,0	36,42	1,12
	45	47,5	38,15	1,21
	46	48,0	38,03	1,21
	47	48,0	36,61	1,12
	48	48,0	33,06	1,12
	49	49,5	31,75	1,03
	50	48,5	34,60	3,92
	51	48,0	32,59	2,80
	52	48,0	33,71	2,89
	53	47,5	35,42	1,77
	54	47,5	37,74	3,27
	55	49,5	33,31	3,27
	56	48,0	34,34	1,96

Sebum	No.	Schmelzpunkt ° C	Jodzahl	Säurezahl
	57	48,0	38,10	1,87
	58	48,0	35,99	1,40
	59	49,0	33,84	1,68
	60	49,0	34,27	2,33
	61	49,5	36,33	3,08
	62	47,5	36,28	1,59
	63	50,0	33,31	1,59
	64	51,5	32,66	3,36
	65	48,5	34,77	1,49
ovile	66	49,0—49,5	34,15	1,68
	67	51,5	39,69	1,77
	68	49,0	38,17	1,21
	69	48,5	37,75	1,40
	70	50,0	36,31	2,24
	71	48,0	37,62	1,87
	72	50,0	37,01	8,96!
	73	50,5	33,55	1,96
	74	49,5	36,18	1,21
	75	48,5	40,23	1,21

Die vorstehenden Zahlen halten sich, mit Ausnahme einiger zu hohen Säurezahlen, in normalen Grenzen.

Tincturae.

Die im Jahre 1893 untersuchten Tinkturen ergaben nachstehende Zahlen:

Tinctura	Spez. Gew.	pCt Trockenrückstand	pCt Asche	pCt Alkaloide
Absinthii	0,905	2,22	0,33	—
Aconiti	0,903	2,15	0,08	—
Aloës	0,873	9,14	0,06	—
„	0,871	9,43	0,05	—
„	0,866	8,81	0,03	—
„	0,866	8,60	0,06	—
„ comp.	0,906	2,30	0,08	—
„ „	0,906	3,25	0,05	—
amara	0,914	4,70	0,18	—
Arnicae	0,904	1,77	0,20	—
„	0,902	1,43	0,15	—
„	0,898	1,48	0,13	—
„	0,901	0,91	0,17	—
„ dupl.	0,906	2,25	0,22	—
aromatica	0,901	1,31	0,11	—
Aurantii	0,928	7,10	0,19	—
Benzoës officin.	0,862	14,93	0,00	—
„ venal.	0,875	13,56	0,04	—
„ „	0,870	10,03	0,01	—
„ „	0,881	15,47	0,00	—
Calami	0,904	2,37	0,13	—
Cantharidum	0,840	2,85	0,22	—
„	0,838	1,15	0,15	—
Catechu	0,939	11,04	0,13	—
Chinae comp.	0,918	4,76	0,10	—
„ „	0,923	4,99	0,10	—
„ „	0,920	4,64	0,10	—
Cinnamomi	0,928	2,39	0,10	—

Tinctura	Spez. Gew.	pCt Trockenrückstand	pCt Asche	pCt Alkaloide
Cinnamomi	0,903	1,23	0,04	—
Colchici	0,898	1,24	0,08	—
„	0,896	1,07	0,05	—
Colocynthidis	0,835	0,92	0,03	—
Digitalis D. A. III. .	0,935	2,37	0,37	—
„ aeth.	0,816	1,54	0,02	—
„ „	0,813	0,93	0,00	—
Ferri pomata	1,027	7,40	2,26	—
Galangae	0,901	2,07	0,15	—
Gallarum	0,954	13,15	0,20	—
„	0,954	12,47	0,17	—
„	0,949	11,76	0,17	—
Gentianae	0,918	6,76	0,08	—
„	0,923	6,32	0,06	—
Lobeliae	0,900	1,21	0,17	—
Myrrhae	0,846	4,18	0,01	—
„	0,850	5,46	0,02	—
„	0,856	3,00	0,03	—
„	0,849	4,49	0,00	—
„	0,832	3,62	0,00	—
„	0,846	4,25	0,00	—
Opii benzoïca	0,901	0,41	0,01	—
„ „	0,900	0,42	0,02	—
„ „	0,902	0,48	0,01	—
„ simplex	0,977	4,49	0,20	1,12
„ „	0,977	5,01	0,18	1,45
Pimpinellae	0,906	2,60	0,11	—
„	0,909	2,46	0,14	—
„	0,905	2,44	0,13	—
Pini compos.	0,906	3,24	0,12	—
Ratanhiae	0,918	5,92	0,06	—
resinae Jalapae . . .	0,856	8,00	0,02	—
„ „ . . .	0,854	7,49	0,00	—
Rhei vinosa	1,058	19,62	0,51	—
„ „	1,058	15,57	0,52	—

Tinctura	Spez. Gew.	pCt Trockenrückstand	pCt Asche	pCt Alkaloide
Rhei vinosa	1,051	15,27	0,51	—
Scillae	0,942	11,07	0,11	—
Secalis corn.	0,905	1,83	0,18	—
Spilanthis comp. . . .	0,913	3,89	0,17	—
Strophanti	0,902	1,40	0,12	—
„	0,901	1,37	0,10	—
Strychni	0,900	1,15	0,05	0,21
„	0,899	0,97	0,02	0,17
Valerianae	0,922	5,83	0,22	—
„	0,912	3,70	0,15	—
„	0,905	2,80	0,17	—
„ aether. . .	0,816	1,24	0,00	—
Vanillae	0,917	3,85	0,38	—
Veratri	0,903	1,79	0,08	—
„	0,901	1,67	0,11	—

Unguenta.

Der Feinheitsgrad von Salbenverreibungen.*)

Die Anforderungen, welche in Bezug auf Feinheit in der Farbentechnik an Verreibungen gestellt werden, sind verhältnismässig so hohe und übertreffen jene, welche die verschiedenen Pharmakopöen bei Salbenverreibungen machen, so wesentlich, dass es zeitgemäss erscheinen dürfte, für letztere die verschiedenen Feinheitsgrade zu normieren. Die Vor-

*) Pharmaceutische Centralhalle 1894, S. 233.

prüfung in der Farbentechnik besteht darin, dass man durch Reiben zwischen zwei Fingernägeln prüft. So einfach und primitiv dieses Verfahren erscheint, so zuverlässig ist es doch. Setzt man das Verreiben der Farben so lange fort, bis bei dieser Prüfung keine Körnchen mehr fühlbar sind, so kann man sicher sein, den höchsten Grad erreicht und die Anforderungen, welche man von der vom Feinheitsgrad abhängigen Deckkraft einer Farbe verlangt, befriedigt zu haben.

Dass bei Salben in Bezug auf Resorption ein Unterschied zwischen gröberen und feineren Verreibungen besteht, dürfte kaum zu bestreiten sein. Beispielsweise erinnere ich an die verschiedene Wirkung der von einander abweichenden Feinheitsgrade bei Quecksilberoxyd, Kalomel, Schwefel und weiter daran, dass man neuerdings sogar so weit geht, bei Krätze den Schwefel durch Behandeln der Haut mit Natriumthiosulfatlösung und durch nachträgliche Zersetzung der letzteren mit Säure lokal zu präcipitieren. Bei Durchsicht der verschiedenen in- und ausländischen Pharmakopöen finden sich bereits Anfänge zu Prüfungsmethoden für Salbenverreibungen. Es sei uns gestattet, die Forderungen der verschiedenen Pharmakopöen in Bezug auf offizinelle Salben kurz zu erwähnen.

1. Pharm. Belgica fordert bei Unguentum Hydrargyri cinereum die Lupenprobe, allerdings ohne Angabe der Vergrösserungszahl; im allgemeinen fordert sie von den zu Salben verwendeten Pulvern: „qu'elle (la poudre) soit très fine."

2. Pharm. française verzichtet auf Lupenprobe und sonstige Massregeln, sie sagt nur: „rémuez jusqu'à mélange parfait."

3. Pharm. Norwegica schreibt bei den Salben vor: „Ne sint grummosa", insonderheit bei Unguentum Hydragyri ciner.: „donec globuli hydrargyri armato oculo cerni nequeant." (Wiederum ohne Vergrösserungszahl.)

4. Pharm. Japonica sagt: „ut compositio aequabilis sit." Bei Unguentum Hydrargyri cinereum fordert sie: „in quo sine adjumento optico granula hydrargyri non sint cognoscenda."

5. Pharm. Italica sagt bei Unguentum Hydrargyri cinereum: „appena visibili ad occhio nudo."

6. British Pharm. verlangt von der grauen Salbe: „until metallic globules cease to be visible."

7. Pharm. Austriac. verlangt nur, dass die zu Salben verwendeten Pulver sehr fein sein und mit Öl angerieben werden sollen. Bei Unguentum Hydrargyri cinereum fordert sie, dass mit blossem Auge Metallkügelchen nicht erkennbar seien.

8. Deutsches Arzneibuch III fordert nur bei Ungt. Hydrarg. ciner., dass Quecksilberkugeln mit dem blossen Auge nicht erkennbar sein sollen.

9. Pharm. United States of America sagt: globules of mercury are no longer visible under a lens magnifying ten diameter."

Bei Vergleichung der verschiedenen Forderungen ist sichtbar die Pharm. United States of America am genauesten, indem sie für die zu brauchende Lupe zehnfache Vergrösserung bestimmt. Es war nun nicht schwer, auf diesem von der amerikanischen Pharmakopöe betretenen Wege fortzuschreiten in der Weise, dass wir die Forderung an eine Verreibung nicht von der mehr oder weniger individuellen Scharfsichtigkeit abhängig machten, sondern die Körner, aus welchen sich jede hier in Betracht kommende Verreibung zusammensetzt, einer mikroskopischen Messung unterwarfen. Nur auf diese Weise konnte der Feinheitsgrad scharf festgelegt werden. Wir verfuhren dabei so, dass wir eine möglichst geringe Menge der zu untersuchenden Salbe mit Petroläther oder einem geeigneten Lösungsmittel auf dem Objektträger vom Fett befreiten, die restierende Substanz in flüssiges Paraffin betteten und durch gelindes Reiben mit dem Deckgläschen möglichst fein verteilten. Naturgemäss gingen wir von den in hiesiger Fabrik mit Maschinen hergestellten Verreibungen (konzentrierten Salben) aus, stellten hierauf besonders für unsere Prüfungszwecke die in Betracht kommenden Verreibungen einerseits in kleinen, andererseits in grossen Mengen mit der Hand her und trugen auf diese Weise auch den Verhältnissen Rechnung, unter welchen der Apotheker zu arbeiten gewöhnt ist. Um ausserdem noch unsere diesbezügliche Handarbeit zu kontrollieren, liessen wir von befreundeten Apotheken Salbenproben kommen und unterzogen diese unter denselben Bedingungen der mikroskopischen Messung.

Bei Angabe der Messungswerte handelte es sich darum, welche Werte (Minimum, Medium oder Maximum) als massgebend aufgestellt werden sollten. Es zeigte sich, dass in allen Salben kleinste Körperchen von fast jedesmal gleicher Grösse gefunden wurden. Es wurden diese in Form der Minimalzahl von der Beurteilung ausgeschlossen, da

sie in Rücksicht auf ihre gleiche Grösse das Medium ungenau gestaltet hätten. Die Maximalzahlen dagegen waren unter sich so verschieden, dass diese in erster Linie berücksichtigt werden mussten. Nach vielen Messungen konnte in zweiter Linie auch ein ungefähres Medium gewonnen werden.

Es sei uns nun gestattet, in nebenstehender Tabelle die Grösse der gemessenen Körper in Mikromillimetern ($= \mu$) anzugeben, und zwar in folgender Reihenfolge:

I. Konzentrierte Helfenberger Salben (Maschinenarbeit).
II. Selbstgemachte Salben (in kleinen Mengen) Handarbeit.
III. Desgleichen (in grossen Mengen) Handarbeit.
IV.—VII. Aus Apotheken bezogene Salben (Handarbeit).

Bei Vergleichung dieser Zahlen ist vor Allem der grosse Unterschied zwischen Maschinen- und Handarbeit, und zwar zu Gunsten der ersteren bemerkenswert. Es fällt aber weiter auf, dass mit der Hand nicht immer das geleistet wird, was im Bereiche der Möglichkeit liegt und wünschenswert ist. Wir sind nicht im Zweifel, dass die verschiedenen Pharmakopöen, das deutsche Arzneibuch nicht ausgenommen, auch für die verschiedenen Salbenverreibungen mit der Zeit Prüfungsmethoden aufnehmen müssen und halten solche schon deshalb für geboten, weil die moderne Dermatologie feinste Verreibungen voraussetzt und in den Salben- und Pflastermullen mit diesen bereits zu rechnen gewöhnt ist. Bekanntlich werden letztere zu Tausenden von Metern fabrikmässig hergestellt und dürften ihre Entstehung nicht zum kleinsten Teil der ungenügenden Beschaffenheit der offizinellen Salben verdanken. Unter allen Umständen verdient die Maschinenarbeit den Vorzug vor der Handarbeit. Es bietet auch für das Apothekenlaboratorium keine Schwierigkeit, Handmaschinen mit Vorteil anzuwenden, da solche in den sogenannten Salbenreibmaschinen vorhanden und bereits vielfach in Gebrauch sind; auch erfuhren diese Apparate neuerdings durch eine sehr hübsch konstruierte „Salbenreibmaschine“ von G. Mürrle in Pforzheim eine beachtenswerte Vermehrung.

Gleichgiltig, ob ein Arzneibuch Hand- oder Maschinenarbeit voraussetzt, wird es in unserem Falle seine Forderungen nicht durch allgemeine Charakteristik, sondern nur ziffermässig festlegen dürfen, es wird eine nicht zu überschreitende Grenze feststellen müssen, und hierzu glauben wir, in obigen Maximalzahlen den Anfang gemacht zu

(Okularmikrometer : 5 mm : 100 T. bei 590 × Vergrösserung 1 Teilstr. = 0,000084 mm = 0,084 μ.)

	I.		II.		III.		IV.		V.		VI.		VII.	
	Maximum.	Medium.	Maximum.	Medium.	Maximum	Medium	Maximum.	Medium.	Maximum.	Medium.	Maximum.	Medium.	Maximum.	Medium.
	μ	μ	μ	μ	μ	μ	μ	μ	μ	μ	μ	μ	μ	μ
Hydrarg. extinct. .	0,9168	*0,2535*	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Ungt. Hydr. ciner.	0,9168	*0,2535*	—	—	2,604	*1,344*	2,604	*1,344*	—	—	—	—	—	—
„ Zinci	0,168	*0,126*	0,420	*0,252*	0,756	*0,345*	1,596	*0,840*	1,596	*0,84*	2,52	*0,93*	0,420	*0,252*
„ sulf. comp. .	2,00	*1,092*	1,176	*0,268*	2,58	*1,32*	9,8	*5,964*	5,286	*2,688*	6,43	*3,26*	—	—
„ „ simpl. .	1,418	*0,756*	1,52	*0,77*	2,52	*1,09*	9,120	*5,124*	—	—	—	—	—	—
„ Cerussae . .	0,246	*0,168*	1,418	*0,756*	1,52	*0,756*	1,428	*0,756*	1,45	*0,756*	3,98	*2,52*	1,5	*0,756*
„ Hydr. rubr.	2,1	*1,596*	2,32	*1,68*	2,46	*1,68*	6,368	*4,56*	2,46	*1,68*	2,65	*1,84*	—	—
„ „ alb. .	0,246	*0,168*	0,508	*0,336*	0,75	*0,42*	1,135	*0,652*	2,645	*1,848*	1,204	*0,652*	1,68	*0,756*
„ acid. borici	2,542	*1,344*	3,95	*2,1*	3,85	*2,52*	4,23	*2,352*	3,94	*2,52*	3,85	*2,52*	1,77	*0,756*
	In Apotheken nicht vorrätig gehaltene Salben.													
Ungt. Minii	1,29	*0,672*	3,54	*1,848*	2,96	*1,23*								
„ Chrysarob. .	1,2	*0,504*	3,52	*1,684*	3,25	*1,72*								
„ Resorcini . .	2,1	*1,75*	6,1	*3,34*	7,3	*4,12*								
„ Jodoform. .	3,9	*1,848*	2,3	*1,72*	4,2	*2,21*								
„ Tart. stib. .	3,54	*0,67*	3,9	*1,8*	4,2	*2,268*								
„ Bismuti . .	1,42	*0,67*	1,56	*0,848*	3,4	*1,596*								

haben. Wir betrachten vorstehende Arbeit nur als Einleitung zu weiteren Mitteilungen und gestatten uns, noch zu bemerken, dass wir neuerdings auch vegetabilische Pulver in derselben Weise auf ihre Feinheiten prüfen und die Ergebnisse schon in allernächster Zeit zu veröffentlichen gedenken. Sind später grössere Zahlenreihen zur Verfügung, dann wird der endgiltigen Aufstellung von Normalzahlen nichts mehr entgegenstehen.

Druck von Johannes Pässler in Dresden.