

B.

Eingehaltene Prüfungsverfahren.

Wir bringen an dieser Stelle nur jene Methoden, welche ganz neu oder welche nicht überall gebräuchlich sind. Dass neben denselben auch die Prüfungen der Pharmakopöe, soweit sie nicht überholt sind, vorgenommen werden, ist selbstverständlich. Es erschien uns am übersichtlichsten, zunächst die einzelnen Stoffe und ihre analytische Behandlung und dann diejenigen Prüfungen, welche mehr eine allgemeinere, sich auf ganze Gruppen von Körpern erstreckende Anwendung finden, der Besprechung zu unterziehen.

Balsame, Harze, Gummiharze.

Bei den Gummiharzen bestimmen wir die spirituslöslichen Teile, ferner die Asche und untersuchen im Übrigen alle Stoffe dieser Gruppe nach dem von Kremel hierfür empfohlenen Hübl'schen Verseifungsverfahren.

Bestimmung der spirituslöslichen Teile. Wir zerkleinern 3,0 des in Frage kommenden Gummiharzes und extrahieren im Barthel'schen Extraktionsapparat mit Rückflusskühlung (s. S. 32) bis zur Erschöpfung. Den weingeistigen Auszug lassen wir im Wasserbad in einem tarierten Becherglas verdunsten und trocknen den Rückstand 3 Stunden lang bei 100 ° C.

Die **Aschebestimmung** machen wir durch einfaches Verbrennen von

2,0 Substanz

in einer Platinschale.

Das **Hübel'sche Verfahren nach Kremel**. Man löst

3,0 Substanz

in

40,0 Alkohol,

fügt einige Tropfen Phenolphthaleïn hinzu und versetzt dann vorsichtig mit

q. s. alkoholischer $\frac{1}{2}$ N.-Kalilauge

bis zum Eintritt der Rotfärbung. Der Verbrauch an mg KHO , berechnet für 1,0 Substanz, giebt die „Säurezahl“.

Die „**Esterzahl**“ erhält man dadurch, dass man dieselbe bereits titrierte Lösung mit

20–30 cem alkoholischer $\frac{1}{2}$ N.-Kalilauge

versetzt, die Mischung eine halbe Stunde im Dampf- oder Wasserbad unter öfterem Umschütteln erhitzt und nach dem Erkalten mit Hilfe von Phenolphthaleïn mit

q. s. $\frac{1}{2}$ N.-Säure

zurücktitriert.

Die Addition der Säure- und Esterzahl liefert die „**Verseifungszahl**“.

Substanzen, welche sich in kaltem Alkohol nur unvollständig lösen, werden etwas erwärmt und dann behufs Feststellung der „Säurezahl“ sofort titriert. Man hat nicht zu fürchten, dass bei einer nur einigermaßen vorsichtigen Behandlung eine Verseifung eintritt.

Die Erfahrung hat gelehrt, dass man beide Zahlen mit ein und derselben spirituösen Lösung gewinnen kann und dass es nicht notwendig ist, zweimal je eine Menge Substanz in Arbeit zu nehmen.

Bei dunkeln Körpern löst man, um die Endreaktion beim Titrieren besser erkennen zu können, nur 1,0 Substanz in Alkohol.

Aus den Gummiharzen gewinnt man eine alkoholische Lösung durch erschöpfende Extraktion.

Charta (Linteum) sinapisata.

Für die Wertschätzung des Senfpapieres ist es wichtig, nicht nur zu wissen, wie viel Senföl, sondern in welcher Zeit es dasselbe entwickelt. Um die Senfölmengen festzustellen, welche sich nach 1, 2, 3, 4, 5 und 10 Minuten entwickeln, muss die Gärung nach diesen Perioden unterbrochen werden, was durch Zusatz von Alkohol geschieht. Bei dem vor einigen Jahren von uns ausgearbeiteten Untersuchungsgang*) geht man von einer gemessenen Fläche Senfpapier aus und verfährt folgendermassen:

1 Blatt Senfpapier von bekanntem Mass
zerschneidet man in 20 bis 30 Streifen, übergiesst diese in einem Destillierkolben mit

50 ccm Wasser von 20—25 ° C.,

lässt unter sanftem Schwenken

x Minuten

einwirken und fügt, wenn man nicht die Gesamtmenge des äth. Senföles zu bestimmen, sondern die Gärung zu unterbrechen wünscht,

5 ccm Alkohol

hinzu.

Um das beim Erhitzen auftretende Aufschäumen zu verhüten, giebt man

2,0 Olei Olivarum Provincialis

hinzu, legt unter Einschaltung eines Liebig'schen Kühlers ein Kölbchen von 100 ccm Gehalt mit

10,0 Liquoris Ammonii caustici

vor und destilliert

25—30,0

über.

Mit Wasser auf

100 ccm

verdünnt setzt man

q. s. Silbernitratlösung

bis zu einem geringen Überschuss hinzu, sammelt nach 12- bis 24-stündigem Stehen den Niederschlag auf gewogenem Filter, wäscht ihn aus und trocknet bei 100 °.

Das Gewicht des Schwefelsilbers mit 0,4301 multipliziert giebt die Menge des vorhandenen Senföles.

Man rechnet diese auf 10 qcm Senfpapier um, stellt aber ausserdem noch an einigen Blättern des fraglichen Fabrikates das Gewicht des aufgetragenen Senfmehles fest und ermittelt mit Berücksichtigung der Fläche die Senfölmenge für 100 Teile Senfmehl.

Extracta,

Bestimmung von Trockenrückstand, Asche, Kaliumcarbonat, Säure, Alkaloid.

Die Untersuchung der Extrakte auf ihren Gehalt an Wasser, Asche bzw. Kaliumcarbonat behielten wir bei, bestimmten aber im letzten Jahr noch die im Extrakt enthaltene freie Säure und bezeichneten für 1 g Extrakt den Verbrauch an mg KHO als „Säurezahl“. Für letztere ist unser Verfahren folgendes:

3,0 Extrakt

löst man in

30,0 dest. Wassers

und neutralisiert die Lösung mit

q. s. $\frac{1}{2}$ N.-Ammoniak.

Die Endreaktion bestimmt man durch Tüpfeln mit einem dünnen Glasstab auf rotes Lackmus-Postpapier, das mindestens eine Empfindlichkeit von 1:40 000 NH_3 besitzt. Nach Abspülen mit Wasser ist die Einwirkung der Extraktlösung auf den Farbstoff des Papiers leicht zu erkennen.

Wir möchten uns hier hervorzuheben erlauben, dass zum Tüpfeln besonders dunkler Flüssigkeiten, wie sie Extraktlösungen oder Tinkturen darstellen, ein mit Lackmus gefärbtes Filtrierpapier nicht verwendet werden kann. Auch bei anderen Arbeiten ist die Farbenveränderung auf dem von der Flüssigkeit nicht durchdrungenen Untergrund des Postpapiers viel schärfer zu erkennen, wie auf ungeleimtem Papier. So bringt, um ein Beispiel anzuführen, ein Tropfen Blut auf letzterem keine Veränderung hervor, während auf dem roten Lackmus-Postpapier nach dem Abspülen mit Wasser ein intensiv blauer Fleck sichtbar ist.

Das Gewicht des Trockenrückstandes und zugleich des Wassergehaltes gewinnen wir dadurch, dass wir 3,0 Extrakt 3 Stunden

bei 100° trocknen und den Prozess dadurch ördern, dass wir die sich oben bildende Haut öfters, aber mit Vermeidung eines Materialverlustes, mittelst Platindrahtes zerstören. Das Gewicht des Trockenrückstandes vom ursprünglichen Gewichte subtrahiert ergibt den Wassergehalt.

Der Bestimmung der Asche wird ein besonderer Artikel gewidmet werden. (S. 26).

In den narkotischen Extrakten stellen wir den Gehalt an Alkaloid fest und wenden wie früher das von uns ausgearbeitete Kalk-Äther-Verfahren an. Der Vollständigkeit wegen führen wir es hier so, wie wir es bei Extract. Aconiti, Belladonnae, Conii und Hyoscyami einhalten, auf:

Man löst

2,0 Extrakt

in

3,0 dest. Wassers,

vermischt, ohne stark zu drücken, mit

10,0 Marmor-Ätzkalk,

welche man vorher zu gröblichem Pulver rieb, und füllt die Mischung sofort in den unten mit einem 2 cm hohen Wattepfropfen verschlossenen Barthel'schen Extraktions-Apparat (s. S. 32). Man fügt nun den Apparat, nachdem man das dazu gehörige Dreiröhrensystem aufgesetzt hat, mittelst durchbohrten Korkes in eine Kochflasche von 150 bis 200 ccm Inhalt, in welche man

30,0 säurefreien Äthers

wog, ein, klemmt den Hals der Kochflasche in einen Halter und bringt sie über ein nicht zu heisses Wasserbad. Die Entwicklung der Ätherdämpfe und damit verknüpft die Extraktion wird nun sofort beginnen und wird dadurch geregelt, dass man die Entfernung zwischen Wasserbad und Kochflasche vermehrt oder vermindert.

Bei Extractum Aconiti, Belladonnae und Hyoscyami extrahiert man 30, höchstens 45 Minuten, während Conium-Extrakt mindestens zwei Stunden beansprucht.

Der Vorsicht wegen extrahiert man mit Äther stets ein zweites Mal, falls durch die erste Extraktion auch bei Einhaltung der vorgeschriebenen Zeit nicht alles Alkaloid gewonnen worden wäre. Diese zweite Lösung dampft man für sich ab und kontrolliert auf diese Weise den Erfolg der ersten Extraktion.

Die ätherische Alkaloidlösung giesst man in ein nicht zu kleines tariertes Porzellanschälchen, die Kochflasche zwei bis drei mal mit etwas Äther nachspülend, setzt

1 cem Aquae destillatae

zu und verdunstet vorsichtig über dem zur Extraktion benützten Wasserbade bei höchstens 30°, wobei zu vermeiden ist, dass in der Nähe mit Chlorwasserstoff, Salpeter- oder Essigsäure, überhaupt einer flüchtigen Säure gearbeitet wird.

Noch sichererer fährt man durch Behandlung in verdünnter Luft unter der Glasglocke, wobei man sich in Ermangelung einer Luftpumpe ganz gut eines Wasserstrahlapparates bedienen kann.

Man dampft bis zu einem Gewicht von

1,5

ab, setzt, um das Alkaloid zu lösen

0,5 cem Spiritus diluti

zu und verdünnt mit

10 cem Aquae desillatae.

Nach Hinzufügung von Blauholzinktur titriert man mit q. s. Hundertstel-Normalschwefelsäure und berechnet aus dem Verbräuche die Alkaloidmenge nach folgenden Gleichungen:

$$\begin{array}{l} 1 \text{ cem} \\ \text{Hundertstel} \\ \text{Normalsäure} = \end{array} \left\{ \begin{array}{l} 0,00289 \text{ Atropin,} \\ 0,00289 \text{ Hyoseyamin,} \\ 0,00533 \text{ Aconitin,} \\ 0,00127 \text{ Coniin.} \end{array} \right.$$

Bei dem verschiedenen Wassergehalte der Extrakte kann es vorkommen, dass die für 2 g Extrakt vorgesehenen 10 g Kalk zu niedrig bemessen sind. Man erkennt dies daran, dass die Masse nicht krümelich, sondern mehr klebrig ist und — was nicht sein soll — am Pistill anklebt. In diesem Fall setzt man noch 1—2 g Kalkpulver zu.

Bei Extract. Strychni verfährt man so, das man

1,0 Strychnos-Extrakt

fein verreibt, mit

3,0 dest. Wasser

anrührt und mit

10,0 Marmorkalkpulver

mischt. Die weitere Behandlung ist der oberen gleich. Bei der Titration entspricht 1 cem $\frac{1}{20}$ N.-Säure 0,0182 g Alkaloid (zu gleichen Teilen Strychnin und Bruoin angenommen).

Wir benützten früher Rosolsäure als Indikator; im weiteren Verfolg unserer Arbeiten über die Empfindlichkeit der Indicatoren und Reagenspapiere *) fanden wir aber, dass die Blauholzinktur eine viel schärfere Endreaktion wie alle anderen Indikatoren zeigt. Sie schien deshalb bei der Titration der Alkaloide besonders geeignet und bewährte sich in diesen Fällen thatsächlich so ausgezeichnet, dass wir bereits seit über einem Jahr bei den immer wiederkehrenden Untersuchungen der narkotischen Extrakte nur noch den genannten Indikator verwenden. Man bereitet die Tinktur aus 1 Teil geraspelttem Blauholz und 20 Teilen Spiritus, neutralisiert aber das an und für sich saure Filtrat durch tropfenweises Zusetzen von N.-Ammoniak; die Endreaktion erkennt man an dem Dunkelwerden der Farbe.

Es eignet sich zu dieser Tinktur sowohl naturelles wie fermentiertes Blauholz (wenigstens konnten wir keinen Unterschied zwischen beiden Marken in unserem Fall erkennen), dagegen nur 90 prozentiger Weingeist. Eine mit verdünntem Weingeist bereitete Tinktur verliert schon nach einigen Tagen ihre Empfindlichkeit, während die aus 90-prozentigem Alkohol gewonnene — soweit bis jetzt unsere Erfahrungen reichen — bis $1\frac{1}{2}$ Jahr unverändert bleibt.

Während nun hier mit unserer Kalk-Äther-Methode (dieselbe ist bereits über 300 mal ausgeführt) immer unter sich übereinstimmende Resultate erzielt wurden, hat sie zu unserem Erstaunen nicht überall in demselben Masse befriedigt und ist von kompetenten Seiten als nicht immer zuverlässig befunden worden. Wenn wir auch den Einwurf, dass sich die Alkaloide bei 1- bis 2 tägiger Berührung mit dem Kalk zersetzen, als unsere Methode, die ein sofortiges Extrahieren vorschreibt, nicht angehend auf sich beruhen lassen können, so war es doch auffällig, dass mehrfach beklagt wurde, es gehe Kalk in den Ätherauszug mit über. Wir führen seit Jahren alle Extraktionen mit dem von unserm Herrn Gustav Barthel konstruierten Extraktions-Apparat aus und wenden letzteren auch für die Untersuchung der narkotischen Extrakte an. Zumeist arbeitet man aber mit dem Soxhlet'schen Apparat. Erst nachdem festgestellt worden war, dass die abweichenden Ergebnisse nicht in der Verschiedenheit des Kalkes ihre Ursache hatten, lenkte sich unsere Aufmerksamkeit auf die Apparate. Soxhlet lässt bekanntlich die auszuziehende Masse in eine Papierpatrone, welche unten eine lockere Schicht Watte enthält, bringen, während Barthel den Hals seines Apparates mit einem ungefähr 2 cm hohen Wattefröpfchen

ziemlich fest verstopft und die Masse ohne Umhüllung, welche hier nicht notwendig ist, in den Apparat einfüllt. Vergleichende Proben haben nun ergeben, dass das Filtrierpapier der Soxhlet'schen Patrone thatsächlich feine Kalkteile, besonders gegen Ende der Extraktion durchlässt und dass dadurch entweder direkt zu hohe oder indirekt durch Filtrieren und Verlust zu niedere Zahlen gewonnen werden. Wie schon erwähnt, sind diese Übelstände beim Barthel'schen Apparat hier niemals beobachtet worden, was um so mehr in die Wagschale fallen dürfte, weil derartige Bestimmungen zu den laufenden Arbeiten des hiesigen Laboratoriums gehören. Da beide Apparate nicht im Prinzip, sondern nur äusserlich verschieden sind, so wurde der Soxhlet'sche Apparat in der von Barthel eingeführten Weise angewandt, d. h. es wurde als Filtriermaterial nicht lockere Watte in einer Papierpatrone, sondern ein dichter Wattepfropfen benützt. Der Erfolg entsprach durchaus unsern Erwartungen, der Auszug enthielt keine Kalkteile und ergab bei der Titration normale Zahlen.

Um demnach in allen Fällen befriedigende Ergebnisse zu erzielen, ist es notwendig, der richtigen Festigkeit und Lage des Wattepfropfens eine gewisse Sorgfalt angedeihen zu lassen; ehe man daher den Extraktionsapparat mit der Kalk-Extraktmischung füllt, überzeuge man sich dadurch von der richtigen Dichtigkeit des Wattepfropfens, dass man letzteren mit einer 2 cm hohen Schicht Äther übergiesst. Ist der Wattepfropfen entsprechend, so müssen unterhalb desselben 3 bis 4 Tropfen in der Sekunde abtropfen.

Weiter ist noch zu betonen, dass nur Äther als Extraktionsmittel benützt werden darf. Ersetzt man denselben durch eine bei höherer Temperatur siedende Flüssigkeit, z. B. Chloroform, so löst sich der Kalk während des Extrahierens ab und zerfällt zu so feinem Pulver, dass sich der Apparat verstopft und das Durchsickern der Extraktionsflüssigkeit aufhört. Ganz der gleiche Fall tritt ein, wenn man das mit Kalk verriebene Extrakt nicht sofort, sondern erst nach 1 bis 2 Tagen (!) extrahiert.

Wir sind überzeugt, dass nach diesen Darlegungen unsere Methode auch in anderen Händen, wie es teilweise schon der Fall ist, stets übereinstimmende Zahlen liefern wird, wollen aber noch ausserdem an besonderer Stelle eine Beschreibung und Abbildung des Barthel'schen Apparates bringen.

Extractum Malti.

2,0 Malzextrakt

werden zur Bestimmung der Trockensubstanz, beziehentlich des Wassers verwendet, das getrocknete Extrakt dient zur Ermittlung der Asche und letztere zur Bestimmung der Phosphorsäure.

10,0 Extrakt

werden in etwa

50,0 Wasser

gelöst und die vorhandene freie Säure mit

$\frac{1}{2}$ N.-Ammoniak

gemessen unter Verwendung von empfindlichem Lackmus-Postpapier als Indicator.

Zur Ermittlung der Eiweissstoffe werden 2,0 Extrakt scharf getrocknet, in denselben der Stickstoff nach Kjeldahl bestimmt und die erhaltene Zahl mit 6,25 multipliziert.

Maltose.

Eine Lösung von

1,0 Malzextrakt

wird zu

100 ccm

aufgefüllt und die Maltose in derselben gewichts- und mass-analytisch mit Fehling'scher Lösung bestimmt.)*

Es ist bekannt, dass die Ermittlung des Maltosegehaltes im Bier und Malzextrakt nach den gebräuchlichen Methoden immer nur eine annähernde ist, da in diesen Präparaten Körper vorhanden sind, welche das Resultat beeinflussen, im vorliegenden Falle Fehling'sche Lösung reduzieren. Um zu erfahren, welchen Einfluss Dextrin auf die Ergebnisse dieses Verfahrens auszuüben vermag, stellten wir folgenden Versuch an:

Eine Auflösung von Dextrinum purissim. wurde mit Alkohol in langsamen Strahle versetzt, der entstandene Niederschlag mit Alkohol ausgewaschen, wieder in Wasser gelöst und mit demselben diese Operation noch zweimal wiederholt; nach dem Abfiltrieren wurde er im luftverdünnten Raume bei 40° schnell getrocknet. 1,0 dieses derartig von Traubenzucker befreiten Dextrins wurde in folgender Weise mit Fehling'scher Lösung aufgekocht und das ausgeschiedene Kupferoxydul gewogen. Es wurden erhalten:

Nach einmaligem Aufkochen 24 mg Cu	= 1,30 %	Traubenzucker
Nach fünf Minuten langem Kochen 29 mg Cu	= 1,55 „	„
Nach fünfzehn Minuten langem Kochen 37 mg Cu	= 1,94 „	„

*) Schmidt. Pharm. Chemie. II. S. 642 u. 646.

Unsere Voraussetzung hat sich demnach bestätigt; immerhin fallen die Differenzen bei kleineren Dextrinmengen, wie sie in guten Malzextrakten vorhanden sind, nicht in die Wagschale.

Dextrin.

Die Bestimmung des Dextrins neben der Maltose pflegt nach dem bisher gebräuchlichen Verfahren in der Weise ausgeführt zu werden, dass das Dextrin durch Erhitzen mit Salzsäure in Traubenzucker übergeführt, letzterer aus der Differenz der Bestimmungen vor und nach dem Invertieren durch Fehling'sche Lösung ermittelt und dann auf Dextrin berechnet wird.

Die nach diesem Verfahren zur Überwachung des Betriebes vorgenommenen Bestimmungen führten zu überraschenden Ergebnissen. Es zeigte sich nämlich, dass die Summe der für die Maltose und für das Dextrin erhaltenen Zahlen in keinem Einklange zu dem für den Trockenrückstand ermittelten Werte stand; meist war letzterer sogar kleiner als erstere, allein auch im umgekehrten Falle war der Unterschied so gering, dass dieser Wert unmöglich die übrigen im Malzextrakt noch vorhandenen Körper umfassen konnte! Nachfolgende Tabelle mag dies veranschaulichen.

In 100 Teilen:

Trockenrückstand	28.45	40.60	44.05	46.50	50.05	56.10	55.20	58.12	34.80	49.35	44.90
Maltose	21.50	28.05	33.05	37.75	37.75	42.05	43.55	46.80	23.25	32.05	27.40
Dextrin	8.14	13.36	12.91	14.53	15.80	14.50	14.44	14.94	10.48	16.00	16.74

Unserer wiederholt durchgeprüften Lösungen sicher, konnten wir die Ursache dieser Unterschiede nur darin vermuten, dass bei dem Invertieren des Dextrins andere, den Bestandteilen des Malzextraktes entstammende Körper auftreten, welche ebenfalls auf alkalische Kupferlösung reduzierend einzuwirken vermögen. Wollten wir daher auf unser Streben, auf analytischem Wege zu einer befriedigenden Wertschätzung des Malzextraktes zu gelangen, nicht Verzicht leisten, so mussten wir uns der Aufgabe unterziehen, ein besseres Bestimmungsverfahren des Dextrins im Malzextrakte ausfindig zu machen.

Das Dextrin durch starken Alkohol abzuscheiden und als solches zur Wägung zu bringen, eine Methode, die in der Brennereipraxis sehr beliebt ist, versuchten wir zunächst; wir erhielten auf diese Art Zahlen, die zwar augenscheinlich weit besser, als die früheren mit den wirklichen

Verhältnissen im Einklang standen, allein trotzdem immer noch zu hoch gegriffen sein mussten, da sich ergab, dass durch den Zusatz von Alkohol mit dem Dextrin auch die Eiweisskörper gefällt wurden. Der Umstand ferner, dass sich auch geringe Mengen von Maltose in dem mit Alkohol gewonnenen Niederschlage befanden, konnte die Genauigkeit dieses Verfahrens nicht vermehren.

In befriedigender Weise gelang uns jedoch die Bestimmung des Dextrins dadurch, dass wir den durch Alkohol erhaltenen Niederschlag nochmals in Wasser lösten, die Lösung aufkochten, filtrierten, nunmehr mit Fehling'scher Lösung vor und nach dem Invertieren titrierten und die Differenz beider Bestimmungen in Rechnung brachten.

Dass es uns gelungen ist, auf diese Weise jene oben erwähnten, alkalische Kupferlösung reduzierenden Körper unschädlich zu machen, zeigen folgende Versuche:

1,0 Malzextrakt

lieferte bei direkter Titration mit Fehling'scher Lösung 63,20 % Maltose.

1,0 Malzextrakt

wurde mit HCl invertiert, titriert und die Differenz gegen die vorige Bestimmung auf Dextrin berechnet: 5,67 % Dextrin.

5,0 Malzextrakt

wurde in der im vorigen Absatz unter „Maltose“ beschriebenen Weise mit Alkohol gefällt, das ausgeschiedene Dextrin in Wasser gelöst, die Flüssigkeit durch Einstellen der Schale in ein Vakuum der Fabrik bei 50° — feuchtes Dextrin erleidet über 70° erhitzt eine teilweise Umwandlung in Traubenzucker*) — auf ein kleines Volumen eingedampft und das Dextrin noch zweimal der Fällung mit Alkohol und weiteren Behandlung in derselben Weise unterworfen. Das so von jeder Beimengung von Traubenzucker befreite Dextrin wurde vor und nach dem Invertieren mit Fehling'scher Lösung titriert und ergab nunmehr im ersteren Falle kein Resultat, im letzteren 2,3 % Dextrin.

Um den Beweis zu erbringen, dass diese Zahl nicht deshalb so niedrig sei, weil vielleicht durch den Alkohol nicht alles Dextrin gefällt wurde, vereinigten wir sämtliche alkoholische Flüssigkeiten, in denen jener Fehlbetrag enthalten sein musste, dampften dieselben in oben beschriebener Weise im Vakuum ein und bestimmten im Rückstande den Maltosegehalt vor und nach dem Invertieren; die Differenz beider Bestimmungen wurde auf Dextrin berechnet. Es wurden gefunden: 63,80 % Maltose, 0,992 % dextrinartige Körper.

Ob dieser Körper Dextrin ist, welches der Fällung entgangen, können wir nicht entscheiden, es scheint uns dies jedoch sehr unwahrscheinlich; wir glauben vielmehr, dass wir denselben als einen kleinen Teil

*) Schmidt, Pharm. Chemie. II. S. 633.

jener oben erwähnten, durch das Invertieren des Dextrins bei Gegenwart aller im Malzextrakte vorhandenen Bestandteile sich bildenden Körper, welche die Fehling'sche Lösung stärker reduzieren und infolge dessen jene zu hohen Zahlen veranlassen, anzusprechen haben. Wir wählten deshalb dafür die Bezeichnung „dextrinartige Körper“.

Was die Bestimmungen nach unserem Verfahren wesentlich genauer macht, als die alte Methode, das ist der wichtige Umstand, dass durch die Trennung des Dextrins von der Maltose die Möglichkeit geschaffen ist, eine fünfmal grössere Menge von Extrakt in Arbeit nehmen zu können, sodass die richtige Konzentration der Lösung, das Haupterfordernis zur Erzielung genauer Ergebnisse mittelst Fehling'scher Lösung auch dem Dextrin zu Gute kommt.

Mit Vorstehendem glauben wir den Beweis für die Richtigkeit unserer Behauptungen erbracht und unsere Methode gefestigt zu haben; nachfolgende Analysen mögen den Unterschied in den Ergebnissen des alten und des neuen Bestimmungsverfahrens noch weiterhin darthun:

In 100 Teilen:

Trockenrückstand	77.60	71.00	76.50	
Asche	1.30	1.30	1.42	
Maltose	68.60	62.50	70.30	
Dextrin	Nach dem bisher gebräuchlichen Verfahren bestimmt	11.80	9.60	7.50
	Durch Fällen mit Alkohol und Trocknen ermittelt	10.40	9.20	6.20
	Nach unserem neuen Verfahren erhalten	6.10	4.50	2.60

Der Gang unseres neuen Verfahrens zur Bestimmung des Dextrins im Malzextrakt ist folgender:

5,0 Malzextrakt

werden in

25,0 Wasser

gelöst, mit

400,0 absoluten Alkohols

unter Umrühren im langsamen Strahl versetzt und 12 Stunden zum Absetzen bei Seite gestellt. Die klar gewordene Flüssigkeit wird filtriert, der Niederschlag auf ein Filter gebracht, mit Alkohol nachgewaschen, in etwa

60,0 Wasser

gelöst, die Lösung aufgeköcht, filtriert, abgekühlt und zu

100 ccm

aufgefüllt.

50 ccm dieser Lösung

werden zu direkter Titration mit Fehling'scher Lösung zur Bestimmung

der mit dem Dextrin ausgefallten Maltose benutzt, die übrigen

50 ccm

werden mit

0,5 ccm Salzsäure

versetzt, 3 Stunden lang im Wasserbad erhitzt, sodann mit Natronlauge genau neutralisiert und wiederum mit Fehling'scher Lösung titriert.

Die Differenz beider Bestimmungen wird auf Dextrin berechnet.

Die Reduktionsfähigkeit gegen Fehling'sche Lösung, welche Dextrin selbst besitzt, kommt, wie schon früher angedeutet, hier nicht in Betracht, sie würde im allerungünstigsten Falle der unter „Maltose“ beschriebenen Versuche bei einem Gehalte von 5 % Dextrin 0,097 %, bei einem solchen von 16 % den Betrag von 0,31 % zu Gunsten der Maltose ausmachen.

Diastase.

Zur Bestimmung des Diastasegehaltes bedienen wir uns der Methode von Dunstan und Dimmock, *) da diese einerseits bereits Eingang gefunden hat — mit derselben erzielte Ergebnisse liegen vor von Geissler und von Schweissinger — andererseits sich durch Einfachheit und leichte Ausführbarkeit auszeichnet. Man arbeitet nach diesem Verfahren mit einer von uns getroffenen Abänderung folgendermassen:

Eine Anzahl von Reagensgläsern füllt man mit je 10 ccm einer 1 %igen Stärkelösung und setzt dazu eine 10 %ige Malzextraktlösung in der Weise, dass man zum Inhalt des ersten Glases 0,2 ccm, zu dem des zweiten 0,3 ccm u. s. w. der Malzextraktlösung hinzufügt. Die so vorbereiteten Gläser bringt man in geeigneter Weise in ein Wasserbad und erhitzt drei Stunden lang auf eine Temperatur von 60 °. Nach Verlauf dieser Zeit prüft man den Inhalt der Gläser auf vorhandene Stärke durch Zusammenbringen eines Tropfens derselben mit einem Tropfen Jodlösung.

Die ursprüngliche Vorschrift von Dunstan und Dimmock schreibt die Anwendung einer Stärkelösung von 0,1 : 100,0 vor; man muss dann an Stelle der Reagensgläser kleine Kölbchen verwenden, von denen man bei den gewöhnlichen Laboratoriumseinrichtungen eine grössere Anzahl nicht auf einmal in einem Wasserbade unterbringen kann. Diese Unannehmlichkeit wird vermieden durch die von uns beschriebene Abänderung, die wir trafen, nachdem wir uns durch Versuche überzeugt hatten, dass die Konzentration der Stärkelösung innerhalb der Grenzen von 1 : 20 bis 1 : 1000 unter sonst gleichen Versuchsbedingungen ohne

*) Hager. Handb. d. pharm. Praxis. Ergänzt.-Band. S. 696.

wesentlichen Einfluss auf das analytische Ergebnis des Prüfungs-Verfahrens ist.

Die Untersuchungsergebnisse werden meist derartig ausgedrückt, dass man sagt: ein Teil Malzextrakt zersetzt x Teile Stärke; will man den Prozentgehalt an Diastase ausdrücken, so legt man die Berechnung zu Grunde, dass 1 Teil Diastase 2000 Teile Stärke zersetzt.

Fette und Oele.

Die Untersuchung derselben zerfällt in folgende Teile:

Bestimmung

- a) des spez. Gew. bei festen Fetten nach der Hager'schen Schwimmprobe und in geschmolzenem Zustand bei 90° C.; bei flüssigen Fetten mit der Mohr'schen Wage bei 15 und bei 90° C.;
- b) der freien Fettsäuren nach Hofmann;
- c) der Jodzahl nach Hübl;
- d) Anwendung der Elaïdinprobe, besonders bei Olivenölen.

Während die Verfahren von a, b und c weiter unten besonders besprochen werden sollen, wollen wir hier nur der Elaïdinprobe gedenken und erwähnen, dass wir diese Probe neben Feststellung der Jodzahl ganz regelmässig machen, aber gefunden haben, dass gleichmässige Ergebnisse nur dann erzielt werden, wenn man in bestimmten Gewichts- oder Volumverhältnissen arbeitet.

Wir verfahren so, dass wir

3 ccm Oel,

2 ccm Salpetersäure sp. G. 1,185,

0,5 Kupferspäne

in eine Probierröhre von 2 cm Durchmesser bringen und hier sich selbst überlassen.

Wir geben diesem Verfahren vor der Anwendung der rauchenden Salpetersäure wegen der ungleichmässigen Zusammensetzung der letzteren den Vorzug.

Ferrum.

Indifferente Eisenoxydverbindungen.

Ferrum oxydatum saccharatum. — — dextrinatum — — lactosaccharatum. — — mannitatum. Ferrum peptonatum.

Der Eisengehalt wird durch Veraschen, Glühen, Ausziehen der Alkalien und nochmaliges Glühen bestimmt; im wässrigen Auszuge wird der Alkaligehalt durch Titration mit $\frac{1}{10}$ N.-Schwefelsäure ermittelt.

Wir geben der Bestimmung des Eisens auf diese Weise der bequemeren Ausführung wegen den Vorzug vor der massanalytischen, besonders auch weil nach unseren Versuchen die Resultate beider hinreichend genau mit einander übereinstimmen.

Liquor Ferri albuminati — — peptonati.

Bestimmung des Eisengehaltes durch Eindampfen, Trocknen und Veraschen in der im Vorstehenden beschriebenen Weise.

Liquor Ferri oxychlorati. — — dialysati.

Bestimmung des Eisengehaltes, wie oben. Ermittlung des Säuregehaltes nach folgendem Verfahren: 10,0 liquor. werden in einem 200 ccm fassenden Kolben mit 150 ccm Wasser verdünnt und mit 20 ccm $\frac{1}{2}$ N.-Ammoniak versetzt; der Kolben wird sodann zur Marke aufgefüllt und der Inhalt filtriert. 100 ccm des Filtrates werden mit $\frac{1}{2}$ N.-Schwefelsäure titriert und das auf diese Weise ermittelte, zur Sättigung der vorhandenen Säure verbrauchte Ammoniak auf Chlorwasserstoff berechnet. (1 ccm $\frac{1}{2}$ N. $\text{NH}^3 = 0,01825 \text{ HCl}$.)

Syrupus Ferri jodati.

Bestimmung des Eisengehaltes: 2,0 des Syrups werden im Trockenschranke völlig ausgetrocknet und sodann im Porzellantiegel verascht. Die völlige Veraschung erfordert ein $1\frac{1}{2}$ —2stündiges Glühen.

Mel.

Die Untersuchung von Roh-Honig geschieht nach W. Lenz*) folgendermassen:

1. 30,0 der gut gemischten Honigprobe werden in 60,0 Wasser gelöst, die Lösung durch ein trocknes Filter filtriert und das

*) Repert. f. anal. Chemie 4, 371.

Filtrat zur Bestimmung des spez. Gew. verwendet. Dasselbe darf nicht unter 1,1111 betragen.

2. 50 ccm dieser Lösung werden mit etwas Knochenkohle (nach der ursprünglichen Vorschrift von Lenz mit 3 ccm Liquoris Plumbi subacetici und 2 ccm Natriumkarbonatlösung) versetzt, filtriert und zur Bestimmung der Drehung im Polarisationsapparat bei 22 cm langer Röhre benutzt. Die Drehung der Polarisationssebene muss mindestens $6^{\circ} 3'$ nach links betragen. Ist die Drehung geringer oder nach rechts, so muss auf Rohrzucker und Traubenzucker in folgender Weise geprüft werden:

- a) Man bestimmt die Menge des vorhandenen Zuckers mit Fehling'scher Lösung vor und nach der Inversion und berechnet die Differenz beider Ergebnisse auf Rohrzucker; die Menge des letzteren soll 8,5 % nicht übersteigen.
- b) Man ermittelt die Menge der unvergärbaren, aus dem Stärkezucker herrührenden Bestandteile nach Sieben*), indem man zunächst vorhandenen Rohrzucker durch halbstündiges Erhitzen der Honiglösung mit etwas Salzsäure in Invertzucker überführt, letzteren und den vorher vorhandenen nach dem Abstumpfen der Säure durch Kochen mit einem geringen Überschuss an Fehling'scher Lösung zerstört, darnach die Flüssigkeit wieder sauer macht, nochmals eine Stunde lang im Wasserbade erhitzt und den jetzt neugebildeten, aus den unvergärbaren Bestandteilen des Stärkezuckers herrührenden Zucker mit Fehling'scher Lösung bestimmt. Es soll hierbei höchstens so viel reduzierende Substanz vorhanden sein, als 5 mg reduzierten Kupfers entspricht.

Wir bestimmen ferner noch die Säurezahl des Honigs, die zwar für die Frage der Verfälschung desselben keinen Wert besitzt, wohl aber von Wichtigkeit ist für die Art der Behandlung bei der Herstellung eines tadellosen Mel depurat. Mit „Säurezahl“ bezeichnen wir die Zahl der Milligramme KHO, welche 10,0 des Honigs zur Neutralisation bedürfen.

*) Schweiz. Wochenschr. 1880. Nr. 21.

Pulpa Tamarindorum.

Die Untersuchung der rohen und der gereinigten Pulpa erstreckt sich auf die Ermittlung des Säuregehaltes, des Zuckers, der Cellulose und des Wassergehaltes; ersterer wird durch Titration mit $\frac{1}{2}$ N.-Ammoniak bestimmt und auf Weinsäure berechnet, der Zuckergehalt wird durch Titration mit Fehling'scher Lösung, das Wasser durch Trocknen bei 100° ermittelt. Die Cellulose wird in der gereinigten Pulpa durch Auswaschen des Löslichen und Trocknen des Rückstandes bei 100° durch Wägen festgestellt; in der rohen Pulpa ermitteln wir den Extraktgehalt, da die Cellulosebestimmung wegen der darin enthaltenen vielen Kerne zu ungenau ist, auf folgende Weise:

100,0 eines Durchschnittsmusters

werden mit etwa

400,0 Wasser

in einem Mörser durchgearbeitet, im Wasserbade erhitzt, die Lösung nach dem Absitzen vom Bodensatz aus Kernen und Schalen in einen Literkolben hinein abgossen, dies Verfahren noch einige Male wiederholt und der Kolben schliesslich bis zur Marke aufgefüllt. 20 ccm einer solchen filtrierten Lösung werden in tariierter Schale eingedampft, drei Stunden lang bei 100° getrocknet und gewogen.

Sapones.

Die Prüfung der Seifen beschränkt sich auf die Ermittlung der freien Fettsäure und des freien Alkalis; beide werden gleichzeitig neben einander in folgender Weise bestimmt:

1,0 der Seife

löst man, je nach der Art der Seife, in

20 bis 50,0 Wasser,

versetzt die Lösung mit so viel Chlornatrium, dass ein kleiner Rest des letzteren ungelöst bleibt, filtriert die ausgesalzene Seife, wäscht mit etwas gesättigter Chlornatriumlösung nach, löst den Filtrückstand in Wasser, salzt die Seife nochmals in derselben Weise aus und bestimmt in den beiden vereinigten Filtraten durch Titration mit $\frac{1}{100}$ N.-Schwefelsäure unter Anwendung von Phenolphthalein als Indikator das freie Alkali.

Die zweimal ausgesalzene Seife löst man in
30 ccm absoluten Alkohols

durch Erhitzen im Wasserbade, versetzt die Lösung mit einigen Tropfen Phenolphthaleinlösung, bestimmt durch Titration mit $\frac{1}{100}$ N.-Kalilauge die freie Säure und berechnet dieselbe als Ölsäure. Da der Alkohol absolutus immer geringe Mengen Phenolphthaleinlösung entfärbender Substanz enthält, so bestimmt man in besonderer Probe diejenige Menge $\frac{1}{100}$ N.-Kalilauge, welche jene 30 ccm Alkohols zur Rötung der Phenolphthaleinlösung erfordern und zieht dieselben von denen der ersten Bestimmung ab.

Die Bestimmung der Asche in aus Pflanzenteilen gewonnenen Extrakten, Tinkturen und Pulvern.

Die Bedeutung, welche die Aschebestimmung für die Wertschätzung von Rohdrogen, wie auch galenischer Präparate gewonnen hat und voraussichtlich noch mehr gewinnen wird, lässt es vielleicht nicht unerwünscht erscheinen, wenn wir im Folgenden über diesen Gegenstand, über welchen sich auch vor kurzem G. Kassner*) in einem längeren Aufsätze verbreitete, unsere eigenen Erfahrungen mitteilen, umsomehr, als letztere für die Notwendigkeit des vom genannten Verfasser vorgeschlagenen Hilfsmittels durchaus nicht sprechen.

Wir bedienen uns zu unseren Veraschungen nicht der althergebrachten Form des Platintiegels, sondern benutzen dazu kleine flache Platinschälchen von etwa 2 cm Höhe und 5 cm Durchmesser; solche Schälchen sind nicht teurer als mittelgrosse Platintiegel, lassen sich angenehmer als letztere reinigen, gestatten der Luft mehr Zutritt und gewähren hinreichenden Raum für das Aufblähen, welches viele Substanzen beim Veraschen zeigen. Eine Reihe solcher Schälchen und eine gewöhnliche Spirituslampe ohne doppelten Luftzug bilden die Hilfsmittel, mit denen wir die in unserem Laboratorium vorkommenden zahlreichen Aschebestimmungen, welche erst wieder in den letzten Monaten um die der Fluidextrakte und der vegetabilischen Pulver vermehrt worden sind, ausführen. Das Verfahren selbst ist folgendes:

*) Pharm. Zeit. 1888. Nr. 101 u. 102.

Die zu veraschende, völlig trockne Substanz — Extrakte, Tinkturen u. s. w. sind vorher im Trockenschanke vollkommen auszutrocknen — verteilt man, wenn sie pulverförmig ist, durch gelindes Rütteln gleichmässig auf dem Boden des Schälchens, stellt letzteres auf ein Platindreieck und erhitzt den Boden der Schale auf einer Seite, knapp am Rande, bis die Destillationsprodukte verflüchtigt sind und der Rückstand an dieser Stelle an zu glimmen beginnt; sobald dieser Augenblick eingetreten ist, entfernt man die Flamme und wiederholt diese Thätigkeit an der der ersten Stelle gegenüberliegenden Seite des Schälchens. Ist die Verbrennung beendet, so bestreicht man mit gross brennender Flamme langsam den Rand des Schälchens vom Boden aus und bringt dadurch den hier haftenden, durch die trockene Destillation entstandenen schwarzbraunen Beschlag zur vollständigen Verbrennung.

Benutzt man zur Ausführung der Bestimmung einen Tiegel, so legt man letzteren schräg und erhitzt so, dass die Substanz von oben herab verbrennen muss.

Bei einer Reihe organischer Substanzen, nämlich solcher, deren Asche reich an Kalkiumsalzen, auch an Eisenoxyd ist, wird dieser einfache Handgriff meist genügen, eine kohlefreie Asche zu erzielen, bei der grösseren Anzahl jedoch hinterbleibt hierbei eine poröse, mehr oder minder stark aufgeblähte Kohle. Mit dieser verfährt man nun folgendermassen:

Man erhitzt mit ganz kleiner Flamme den Boden des Platinschälchens derart, dass derselbe schwach rotglühend erscheint; die poröse Kohle wird nach kurzer Zeit zusehends kleiner werden, zusammensinken und schliesslich — es gehören hierher Wein- und Bierextrakte, Tinkturentrockenrückstände, Getreidemehle, Eigelb, Pepton — vollkommen verbrennen. Wesentlich gefördert wird die Veraschung dadurch, dass man nach gewisser Zeit die poröse Kohle mit einem Platindrahte durchsticht oder auch sie vorsichtig damit umwendet; trotzdem kommt es vor, dass einzelne von Salzen umschlossene Kohleteilchen der Verbrennung hartnäckig widerstehen; auch diese verbrennen schliesslich, wenn man sie durch Befeuchten mit Wasser freilegt, dann trocknet, wiederum zum Glühen bringt und diese Massnahmen nötigenfalls nochmals wiederholt.

Eine weitere Anzahl organischer Substanzen setzt auch diesem Verfahren Widerstand entgegen, nämlich solche, deren Asche, wie die ge-

wisser Pflanzenextrakte, so reich an Alkalisalzen ist, dass dieselbe schmilzt und dabei die Kohleteilchen völlig eingeschlossen hält. Derartige Rückstände behandelt man nach dem Erkalten mit Wasser, bringt dadurch die Salze in Lösung, filtriert, wenn nötig, durch ein kleines Filter, trocknet Rückstand und Filter, bringt beides in gewöhnlicher Weise zur Veraschung, die nun leicht vor sich geht, setzt den wässrigen Auszug wieder hinzu und dampft nochmals ein. Auf diese Weise gelingt es leicht, derartige Körper zu veraschen, ohne grössere Hitze, die hier unfehlbar einen Verlust an Alkalisalzen durch Verflüchtigung mit sich bringen würde, anzuwenden.

Da der Schwerpunkt vorstehenden einfachen Verfahrens in der richtigen Anwendung der Temperatur liegt — bei sorgsam geleiteter Erhitzung erfolgt die Veraschung in verhältnismässig kurzer Zeit und ohne jeden Verlust an Alkalisalzen, während zu starke Glut sie weit zu verzögern vermag —, so ist es ratsamer, sich einer Spiritus- und nicht einer Gasflamme, die von Natur heisser und daher schwerer zu regeln ist, zu bedienen, weiterhin bedarf es aber, um in allen Fällen befriedigende Zahlen zu erlangen, immerhin einer gewissen Geschicklichkeit und eines durch Erfahrungen geschärften Blickes; beide oder doch mindestens das Bestreben, sich letzteren anzueignen, muss man aber von Jedem, der sich mit derartigen Arbeiten beschäftigt, voraussetzen. Wir müssen von diesem Standpunkte aus alle Vorschläge verwerfen, welche darauf hinauslaufen, die scheinbaren Schwierigkeiten, welche Veraschungen bieten, durch Zusatz fremder Körper zu beseitigen, da wir uns von deren Notwendigkeit nicht zu überzeugen vermögen; dies gilt auch von den Vorschlägen Kassners, der zu veraschenden Substanz Silberpulver oder Eisenoxydul zuzusetzen. Auch das gebräuchliche Verfahren, die Veraschung durch Zusatz von Ammoniumnitrat zu beschleunigen, können wir nicht empfehlen; durch diesen Zusatz wird die Asche qualitativ und quantitativ verändert, es entstehen Nitate, deren völlige Zersetzung eine Temperatur erfordert, bei der auch die Verflüchtigung von Alkalisalzen beginnt.

Die im Vorstehenden beschriebenen Verfahren machen keinen Anspruch darauf, als „neu“ zu gelten; wir hoffen jedoch, dass die Mitteilungen über die Art der Ausführung Manchem nicht unwillkommen sein wird.

Bestimmung der freien Fettsäuren in Fetten und Ölen nach F. Hoffmann und die Hübl'sche Verseifungsprobe.

Zur Bestimmung der freien Fettsäuren in den Fetten und Ölen nach F. Hoffmann *) löst man

3,0 bei Adeps und Sebum,

5,0 bei ol. cacao

in der zehnfachen Menge säurefreien Äthers und titriert mit $\frac{1}{10}$ N.-Kalilauge unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator.

Als „Säurezahl“ bezeichnen wir den Verbrauch von mg KOH für 1,0 Adeps und Sebum, für 10,0 ol. cacao.

Die Hübl'sche Verseifungsprobe**) zum Nachweis von Verfälschungen des Wachses ist eine Erweiterung der vorstehenden Methode; sie gründet sich auf den Umstand, dass das Wachs infolge seiner Zusammensetzung einer bestimmten Menge Alkali bedarf, einerseits zur Sättigung der freien Cerotinsäure, anderseits zur Verseifung des palmitinsäuren Myricilalkohols, dass die so erhaltenen Werte in einem gewissen Verhältnisse stehen und dass die verschiedenen Wachssurrogate — Stearinsäure, Talg, Ceresin, Harz u. s. w. — entweder der einen oder der anderen Zahl nicht genügen.

Zur Ausführung der Prüfung übergießt man in einem Kölbchen 3,0 Substanz mit etwa 20 ccm 95 %igen Alkohols, erhitzt im Wasserbade bis zum Sieden des Alkohols und bestimmt in der unter „Balsame, Harze, Gummiharze“ beschriebenen Weise mit $\frac{1}{2}$ N.-Kalilauge Säurezahl und Esterzahl; die Summe beider ergiebt die Verseifungszahl.

*) Journ. f. prakt. Chemie. 24. S. 506.

**) Pharm. Centralh. 1883. Nr. 40.

Die Hübl'sche Jodadditions-Methode.

Die Hübl'sche Jodadditions-Methode*) zur Prüfung der einzelnen Fette — besonders des Olivenöls — auf Beimengung anderer stützt sich darauf, dass fast alle Fette, und zwar die einzelnen in verschiedenen Mengenverhältnissen, Glyceride gesättigter und Glyceride ungesättigter Fettsäuren enthalten, von denen die letzteren, sowohl im freien wie im gebundenen Zustande eine für jede dieser Säuren bestimmte Menge Jod bei Gegenwart von Quecksilberchlorid und in alkoholischer Lösung bei gewöhnlicher Temperatur auf dem Wege der Addition aufzunehmen vermögen.

Zur Herstellung der Jod-Quecksilberchloridlösung werden einerseits etwa 25,0 Jod in 500 ccm 95 $\frac{0}{10}$ gen Alkohols, andererseits 30,0 Quecksilberchlorid in 500 ccm 95 $\frac{0}{10}$ gen Alkohols gelöst, letztere Lösung filtriert, beide Flüssigkeiten vereinigt und der Titer dieser Jod-Quecksilberchloridlösung mittelst Natriumthiosulfatlösung bestimmt.

Die Prüfung wird folgendermassen ausgeführt:

0,3 der trocknenden,

0,4 der nicht trocknenden Oele,

1,0 der festen Fette

werden in etwa 10 ccm Chloroform gelöst und mit 20 ccm der Jodlösung versetzt; ist die Flüssigkeit nach dem Umschwenken nicht vollkommen klar, so muss noch etwas Chloroform zugefügt werden, tritt nach kurzer Zeit Entfärbung ein, so muss noch Jodlösung hinzugesetzt werden. Die Flüssigkeit muss nach $1\frac{1}{2}$ bis 2 Stunden noch stark braun gefärbt erscheinen; nach dieser Zeit setzt man zu derselben 10 bis 15 ccm einer Jodkalium-Lösung (1:10), verdünnt mit etwa 150 ccm Wasser und titriert mit Natriumthiosulfat unter Zusatz von Stärkekleister das ungebundene Jod zurück. Die auf diese Weise aus der Differenz ermittelte, vom Fett gebundene Menge Jod wird auf 100 Teile des Fettes berechnet und dann als die „Jodzahl“ des betreffenden Fettes bezeichnet.

Der Titer der Jodlösung ist veränderlich und muss daher vor jeder Bestimmung nachgeprüft werden.

Über die Jodzahl des Olivenöls und der zur Verfälschung benutzten Öle siehe Helfenb. Geschäftsbericht 1885. S. 30.

*) Dinglers Journal d. Pharm. Post 1884. Nr. 45 — 47.

Bestimmung des spezifischen Gewichts bei Wachs und bei festen Fetten.

Die Bestimmung des spez. Gew. beim Wachs geschieht nach der Hager'schen Methode wie folgt:

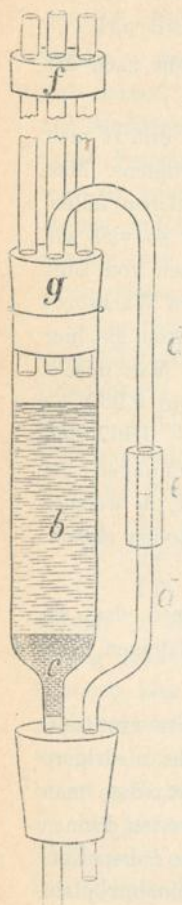
„Am Rand einer nicht zu grossen Weingeistflamme erhitzt man ein grösseres Stück Wachs bis zum Abschmelzen eines Tropfens. Man lässt denselben in ein flaches, mit Weingeist gefülltes Schälchen fallen, nähert aber das Wachsstück dem Niveau des Weingeistes so viel wie möglich, weil ein Herabfallen aus der Höhe ein Einschliessen von Luft in die Perle mit sich bringen würde. Man stellt von jedem Wachsbrod 10—12 Perlen her, legt dieselben auf Löschpapier und lässt sie hier bei gewöhnlicher Zimmertemperatur 18—24 Stunden liegen. Man mischt nun 8 Proben verdünnten Weingeistes im spez. Gew. von 0,960 — 0,961 — 0,962 — 0,963 — 0,964 — 0,965 — 0,966 — 0,967 und lässt die Wachspelren der Reihe nach in diesen Verdünnungen bei 15 ° C. schwimmen. Das spez. Gew. derjenigen Flüssigkeit, in welcher sich die Perlen in der Schwebe halten — also weder zu Boden sinken, noch obenauf schwimmen, ist massgebend.

Einzelne lufthaltige Perlen, die sich dadurch auszeichnen, dass sie sich von der Majorität entfernen und an die Oberfläche aufsteigen, sind zu entfernen.“

Das spez. Gewicht fester Fette wird in derselben Weise ermittelt, nur mit der Abweichung, die der im Vergleich zum Wachs niedrigere Schmelzpunkt von Fetten, wie Adeps und Sebum, erfordert, dass man etwa 5,0 in einem Schälchen schmilzt, mittelst einer erwärmten dünnen Glasröhre etwas Fett aufsaugt, und nun letzteres in ganz naher Entfernung vom Niveau in auf 5 ° abgekühlten Weingeist hineintröpfeln lässt. Nach 12 Stunden nimmt man die Perlen heraus und verfährt wie oben.

Über die Bestimmung des spez. Gew. bei 90 ° siehe unter C.

Der Barthel'sche Extraktionsapparat. *)



Zur Aufnahme der auszuziehenden Substanz dient der abgesprengte untere Teil einer Bürette oder ein vor der Lampe nach nebenstehender Zeichnung passend ausgezogenes weites Glasrohr *b*, welches nach unten in einem auf ein Kölbchen zu setzenden Kork steckt, nach oben durch einen vierfach durchbohrten Kork *g* verschlossen ist, in letzterem befinden sich 3 etwa 1 bis 1,5 m lange, dünnwandige (in der Skizze abgebrochen gezeichnete) Glasrohre, die oben, um ihnen mehr Halt zu geben, nochmals durch eine Korkscheibe *f* verbunden sind. Durch die vierte Durchbohrung des erwähnten Verschlusskorkes *g* geht ein Glasrohr *d*, das den Extrakteur mit dem Kölbchen, welches die zur Extraktion dienende Flüssigkeit enthält, verbindet. Die Verbindung besteht aus zwei Teilen *d* und *d'*, deren genau auf einander passende Enden durch einen darüber geschobenen Kork *e* bei Äther- und Chloroform-Extraktionen (bei Weingeist-Extraktionen kann man sich auch eines Stückchens Gummischlauch bedienen) vereinigt werden.

Um den Apparat in Gang zu setzen, schiebt man den zuletzt erwähnten Verbindungskork *e* nach oben oder unten, bis die Enden der beiden Glasröhrchen frei liegen, lüftet den das Dreiröhrensystem enthaltenden Kork *g* und nimmt ihn mit diesem ab. Das zur Aufnahme der Substanz dienende Rohr *b* verschliesst man nach unten, bei *c*, durch einen ungefähr 2 cm hohen und festgestopften Wattepfropfen und erprobt die hier notwendige Dichtigkeit des Pfropfens durch Übergiessen

desselben mit der zum Extrahieren zu verwendenden Flüssigkeit; es müssen unterhalb drei bis vier Tropfen in der Sekunde ausfließen. Man schichtet alsdann die zu extrahierende Substanz locker darauf und schliesst den Apparat in der dem Öffnen entsprechenden Weise. Die ganze Vorrichtung setzt man auf ein passendes Kölbchen, klemmt letzteres in einen Halter und bringt es über ein Wasserbad. Nach kurzer Zeit werden die sich entwickelnden Dämpfe durch das dünne Röhrchen emporsteigen, in dem als Luftkühler dienenden Dreiröhren-Systeme abgekühlt werden und die Substanz gleichmässig

*) Zu beziehen durch Dr. Rob. Müncke, Berlin, Luisenstrasse.

durchfeuchten und ausziehen. Man reguliert den richtigen Gang des Apparates dadurch, dass man die Entfernung zwischen dem Wasserbad und dem Kölbchen vermindert oder vergrößert.

Der vorstehend beschriebene Apparat zeichnet sich vor dem bis jetzt wohl für den vollkommensten erachteten Soxhlet'schen Extraktionsapparat dadurch aus, dass er nicht so leicht zerbrechlich ist wie dieser und dass alle seine Teile, wenn sie zerbrechen, leicht durch eine nur einigermaßen geschickte Hand ohne Hilfe eines Glasbläfers wiederhergestellt werden können. Die einzelnen Verhältnisse des Apparates sind so gewählt, dass die Substanz von den über ihr befindlichen vier Öffnungen aus vollständig durchfeuchtet wird; es wird dadurch dasselbe erreicht, was der Soxhlet'sche Apparat dadurch erzielt, dass die Substanz immer mit dem Extraktionsmittel bedeckt ist.

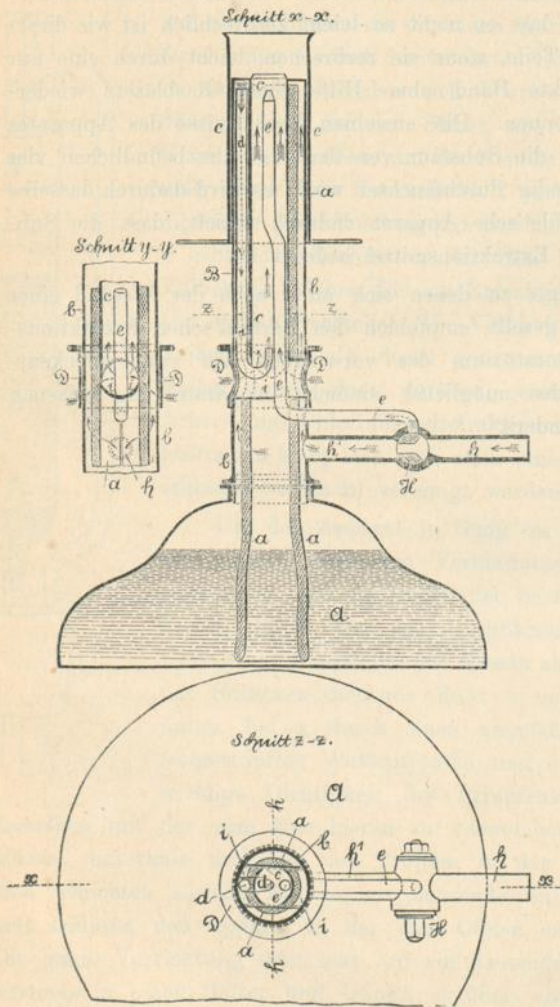
Alle diese Vorzüge, zu denen sich auch noch der Wegfall einer Kühlung mit Wasser gesellt, empfehlen den Barthel'schen Extraktionsapparat für das Laboratorium des vorwiegend auf zwar zweckentsprechende, aber dabei möglichst einfache Apparate angewiesenen Apothekers ganz besonders.

Eine neue, einfache Heiz- und Gebläselampe für Benzin,

(zum Patent angemeldet) konstruiert von Gustav Barthel.*)

Die Lampe besteht aus dem mit Benzin angefüllten Behälter A und dem Brenner B, welcher dem Bunsenbrenner insofern ähnelt, als

derselbe, wie dieser, unten die Luftregulierungshülse D trägt. Innerhalb des Brennerrohres b befindet sich ein zweites Rohr c, an welches ein von oben nicht sichtbarer, nach unten in den Behälter A hinreichender Docht sich so eng anlegt, dass zwischen ihm und dem äusseren Brennerrohre b noch genügend Raum bleibt, um einen durch das Rohr h kommenden Luftstrom hindurch zu lassen. Ein solcher kann jedoch nach oben hin nicht frei austreten, denn daselbst ist das innere Rohr c mit dem äusseren Rohre b fest verbunden, sondern muss von dort aus durch ein im Docht-raum liegendes Rohr d seinen Weg nach dem innern Teil c des



Brenners nehmen. Der Luftstrom wird geliefert, entweder durch eines der gebräuchlichen Wasserstrahlgebläse oder durch den kleinen Barthel'schen

*) Die Anfertigung der Lampe haben die Herren Kaeher & Martini in Berlin W, Wilhelmstrasse, übernommen.

elektrischen Gebläseapparat (siehe den nächst beschriebenen Apparat); er geht durch den Hahn H, der so durchbohrt ist, dass er bei der gezeichneten Stellung sämtliche Luft in der durch die Pfeile angedeuteten Richtung hindurchlässt, bei einer Umdrehung jedoch einen Teil derselben durch das Rohr e ableitet. Die das Rohr h durchströmende Luft steigt neben dem Dochte a aufwärts, beladet sich hier mit den leicht flüchtigen Dämpfen des Benzins, strömt durch das Rohr d wieder abwärts in den unteren Teil des Brenners, mischt sich hier mit einem regulierbaren, durch D eintretenden Luftstrom und brennt am oberen Ende des Brennerrohres wie Leuchtgas, d. h. leuchtend oder blau, je nachdem man durch D mehr oder weniger atmosphärische Luft hinzutreten lässt. Die über das äussere Brennerrohr b verschiebbar befestigte Hülse C wird durch die Flamme selbst erhitzt und wirkt ihrerseits auf den Docht erwärmend ein, sodass auch die schwerer flüchtigen Teile des Benzins zur Verflüchtigung und Verbrennung gelangen.

Will man den Brenner in Gang setzen, so verbindet man das Ansatzrohr h mit einem der bezeichneten Gebläseapparate, zündet das sich entwickelnde Gas an der Spitze des Brennerrohres b an, reguliert die Höhe der Flamme durch Auf- und Abschieben der Hülse C und die Luftzufuhr durch die Hülse D. Um eine Gebläseflamme zu erzielen, sperrt man die Luftzufuhr bei D nach Bedarf ab und dreht den Hahn H in die der vorigen entgegengesetzte Stellung; man leitet dadurch, wie schon erwähnt, einen Teil der Luft durch das Rohr e derart ab, dass man denselben zur Erzeugung einer sehr heissen Stichflamme benutzt.

Beide Flammen besitzen eine bedeutende Heizkraft; in der Heizflamme schmilzt Kupferdraht von 2 mm Dicke, in der Gebläseflamme solcher von 4 mm Stärke sofort zu einer Kugel zusammen.

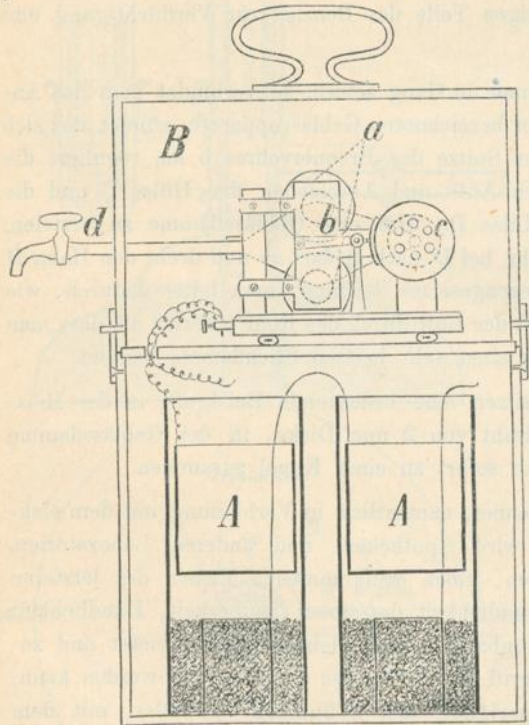
Der Barthel'sche Brenner, namentlich in Verbindung mit dem elektrischen Gebläseapparat wird Apotheken- und anderen Laboratorien, welche ohne Gas arbeiten, einen willkommenen Ersatz des letzteren bieten, da er die Annehmlichkeit desselben: Sauberkeit, Handlichkeit und augenblickliche Verfügbarkeit, auf kleinem Raume bietet und zugleich durch einen Handgriff in ein Gebläse umgewandelt werden kann; er ist aber auch dazu geeignet, den Wünschen so vieler, mit dem denaturierten Spiritus unzufriedener, praktischer Apotheker entgegenzukommen, da er jede Weingeistlampe in der Leistung übertrifft. Der Barthel'sche Brenner, im hiesigen Laboratorium entstanden, ist daselbst in verschiedenen Exemplaren in Anwendung; die Erfahrung hat hierbei gelehrt, dass es einen billigeren Heizapparat nicht giebt — die Unter-

haltungskosten betragen nicht ganz 2 Pfennige für die Stunde bei einer Heizflammenhöhe von 12 cm — dieselben sind demnach niedriger wie bei Gas oder Weingeist. Die Anschaffung macht sich deshalb in kurzer Zeit bezahlt.

Elektrischer Gebläseapparat,

konstruiert von G. Barthel. *) (Zum Patent angemeldet).

Die Einrichtung des höchst einfachen Apparates dürfte leicht aus untenstehender Zeichnung ersichtlich sein. Im unteren Teile des abgebildeten Kastens befinden sich vier kleine Meidinger'sche Elemente,



wie sie, nur in grösserer Form, in der Telegraphie verwendet werden, welche den Strom zum Betriebe des im oberen Teile des Kastens befindlichen Gebläses liefern. Letzteres ist folgendermassen eingerichtet: Ein Elektromagnet (mit *a* bezeichnet) und ein davorliegender Anker *b*

mit Stromunterbrecher sind derartig angeordnet, dass die vibrierende Bewegung, in welche der Anker, wenn der Strom geschlossen ist, versetzt wird, dazu

benutzt wird, eine blasebalgartige Luftpumpe zu treiben. Zu diesem Zwecke besitzt der Anker *b* eine in eine Scheibe endigende Fortsetzung,

*) Die Anfertigung haben die Herren Kaehler & Martini in Berlin W, Wilhelmstrasse, übernommen.

die mit einer anderen gleich grossen, feststehenden Scheibe durch ein luftdicht darüber gespanntes Gummihütchen verbunden ist. Die eine dieser Scheiben ist mit einem Saug-, die andere mit einem Druckventil verbunden. Der ganze Apparat befindet sich in einem Kasten mit Handgriff und besitzt nur eine Höhe von ca. 25 cm.

Wird der Strom geschlossen, so gerät der Anker in die bekannte vibrierende Bewegung, wie wir sie an den elektrischen Läutwerken kennen, und überträgt letztere auf den Blasebalg, bringt dadurch die Ventile zum Spielen und erzeugt so einen gleichmässigen Luftstrom, der durch ein zum Regulieren mit Hahn versehenes Rohr abgeführt wird und sich sehr bequem zur Erzeugung eines Spiritus- oder Gasgebläses, ferner zu Lötrohrarbeiten und zum Betriebe der vorher beschriebenen Heiz- und Gebläselampe eignet.

Die Füllung der Meidinger'schen Elemente (Kupfervitriol und schwefelsaure Magnesia) reicht bei täglich zweistündigem Gebrauche ein Jahr aus und verursacht etwa 1,50 Mark Betriebskosten für den gleichen Zeitraum.

Erklärung der Zeichnung:

- A. Unterer Teil des Kastens, enthaltend 4 Meidinger'sche Elemente, von denen 2 sichtbar sind.
- B. Oberer, den Gebläseapparat enthaltender Teil des Kastens; derselbe ist leicht abnehmbar.
 - a. Elektromagnet.
 - b. Davorliegender Anker.
 - c. Bewegliche, am Anker befestigte Metallscheibe.
 - d. Rohr zum Abführen der erzeugten Gebläseluft.