

QUÍMICA TOXICOLÓGICA

H. Kleinmann und F. Pangritz. — Eine nephelometrische Methode zur Bestimmung kleiner Arsenmengen. — I: Eine neues Truebungsreagens und das Verhalten der mit dem Reagens hergestellten Arsensaustruebungen. — II: Die Bestimmung von Arsen in beliebigen 'Materialien' (*Biochem. Zeitschr.*, 1927, CLXXX, 14-43 e 46-62).

H. Kleinmann. — Eine neue Methode zur Bestimmung kleinster Arsenmengen (*Deut. Zeitschr. f. ges. gerichtl. Med.*, 1928, XI, 61-71).

O reagente opacificante, proposto pelos AA. para a determinação nefelométrica de pequenas quantidades de arsénio, é uma modificação do reagente molibdíco-quinínico anteriormente proposto por *P. Couchak* (*Ann. Chim. pure et appl.*, 1922, (2), IV, 138-142) para a determinação colorimétrica do arsénio. Prepara-se o reagente em questão adicionando a uma parte (em volume) de uma solução a 1 % de molibdato de potássio duas partes (em volume) da solução normal de ácido clorídrico; agita-se; em seguida, agitando sempre, junta-se à mistura precedente uma parte (em volume) da solução a 1 % de cloridrato de cocaína; filtra-se por filtro quantitativo. O reagente assim preparado é limpo, transparente, estável e sensível.

A matéria orgânica a analisar, finamente triturada, é levada à secura em banho-maria. O pó seco é tratado em balão de Kjeldhal com ácido nítrico fumante e o líquido límpido resultante é adicionado, após resfriamento, com ácido sulfúrico concentrado e algumas gotas de uma solução a 10 % de sulfato de cobre. Moderada a violenta reacção que então se produz, aquece-se a pequena chama e deixa-se cair regularmente, gota a gota, ácido nítrico fumante até completa incineração; adiciona-se água destilada e leva-se à ebulição para expulsar o excesso de ácido nítrico e o sulfato de nitrosilo formado. Em seguida transvasa-se para um balão de destilação fraccionada, juntam-se dois gramas de sulfato de ferro, dois gramas de cloreto de potássio e 0,2 grs. de brometo de potássio; destila-se e recebe-se o destilado em uma solução titulada decinormal de hidróxido de sódio. Ao destilado, que deve ter ainda reacção alcalina, adicionam-se algumas gotas de per-hidrol *Merck*; aquece-se brandamente em banho-maria, neutraliza-se com ácido clorídrico, filtra-se por filtro de vidro e completa-se o filtrado a um volume certo. A uma parte aliquota do filtrado final (variável consoante se emprega o método macro ou micronefelométrico) junta-se igual volume do reagente opacificante molibdíco-cocainico dos autores; após 20-30 minutos de contacto, determina-se o grau de opacificação com o nefelómetro de *Kleinmann*, comparando-o com o produzido nas mesmas condições por uma solução padrão de anidrido arsenioso.

(Para as minudências do método consultar as memórias originais).

P. Fraenckel und H. W. Nicolai. — Der Alkoholgehalt im Blut und in den Organen. — II: Die Methodik der Alkoholbestimmung. (*Deut. Zeitschr. f. ges. gerichtl. Med.*, 1928, XI, 134-144).

O sangue é desalbuminado segundo o método de *Rona e Michaelis*, (cons. *L. Michaelis*. Manuel de techniques de physico-chemie, etc, trad. *H. Chabanier et C. Lobo-Onell*; «Masson ed, Paris, 1925, 26-28), pelo hidróxido de ferro coloidal. O filtrado obtido é destilado sobre bissulfito, recebendo-se o destilado em balão coberto de fragmentos de gelo

redistila-se sobre hidróxido de bário ou cal. Uma porção aliquota do destilado, convenientemente diluído, é adicionada de 2-3 vezes o seu volume de ácido iodídrico (D 1,96) em balão munido de um refrigerante ascendente especial, em cuja manga circula água a 60° C. A destilação é feita em corrente de dióxido de carbono previamente purificado por passagem através de uma solução de carbonato de sódio. O iodeto de etilo formado passa através de uma suspensão de fósforo vermelho aquecida a 60° C e é, em seguida, recebido em um recipiente contendo uma solução alcoólica de nitrato de prata. Terminada a destilação, no recipiente contendo o sal de prata, lança-se 1 cc. de ácido nítrico; aquece-se durante cerca de quinze minutos em banho-maria a 80-90° C, filtra-se por um tubo-filtro, lava-se o precipitado três vezes com álcool e três vezes com éter, seca-se no exsiccador de vácuo, pesa-se o iodeto de prata formado e do peso obtido deduz-se a quantidade de álcool.

(Para o dispositivo empregado, reagentes necessários e minúcias de técnica consultar o original).

Timm.— Gerichtlich-chemische Mitteilungen. (*Deut. Zeitschr. f. ges. gerichtl. Med.*, 1928, XI, 185-188).

Reconhecimento de pequenas quantidades de chumbo pelo exame espectrográfico. Destruição da matéria orgânica pelo clorato de potássio e ácido clorídrico, filtração, eliminação do cloro, evaporação do excesso de ácido e precipitação pelo hidrogénio sulfurado sob pressão. Uma parte do sulfureto obtido é imediatamente seco no vácuo ou entre papel de filtro duro e em seguida colocado em um eléctrodo de carvão, no qual é volatilizado por meio de um aparelho de indução apropriado. A luz produzida é decomposta por um espectrógrafo de quartzo, fotografada e a chapa fixada. Comparação do espectrograma com o do óxido de chumbo. — Determinação quantitativa do chumbo sob a forma de sulfato.

H. Meerowitsch und L. Moissejew — Ueber akute Kupfervergiftung (*Deut. Zeitschr. f. ges. gerichtl. Med.*, 1928, XI, 189-192).

Sintomatologia e quadro anátomo-patológico de um caso de intoxicação aguda fatal pelo sulfato de cobre.

S. H. Katz and H. W. Frewet — Carbon Monoxide in two large Garages (*Ind. a. Eng. Chemistry*, 1928, XX, 31/36).

Determinação do óxido de carbono mediante um dispositivo especial fundado na equação termoquímica: $2\text{CO} + \text{O}_2 \rightarrow 2\text{CO}_2 + 67,960$ calorías-gramas* por molécula-grama de óxido de carbono. O calor libertado eleva a temperatura dos gases e das substâncias que com eles contactam; o potencial eléctrico produzido por pilhas termoeléctricas aumenta com a elevação da temperatura e, conseqüentemente, com a quantidade de óxido de carbono existente. Esses efeitos são registados por um potenciómetro inscrito calibrado em função de óxido de carbono. (Ver o original).

G. M. Edell — Determination of small Amounts of Carbon Monoxide in Air (*Industr. and Engineering Chemistry*, 1928, xx, 275).

Determinação mediante a oxidação do óxido de carbono pelo pentóxido de iodo puríssimo.

M. Vroblevski — Le laurier-rose (oléandre) en médecine légale (*Ann. méd. leg., Criminol et Pol. Scient.*, 1928, VIII, 210-216).

O loendro (*Nerium oleander*) é empregado como medicamento cardíaco e como abortivo. Toda a planta é tóxica. Em um caso de envenenamento o autor extraiu das vísceras o glucoside do loendro, caracterizando-o pelo método farmacológico, (acção sobre o coração de *Rana esculenta*). Identidade de efeitos com os produzidos nas mesmas condições pelo infuso de folhas de loendro.

Et. Barral — Empoisonnement aigu par un sel de zinc (*Ann. méd. leg., Crimsnol. et Pol. Scient.*, 1928, VIII, 3-4).

Mineralização dos órgãos pelo método de *Denigès* e doseamento do zinco pelo método de *Bertrand e Javillier*.

Et. Barral — Empoisonnement aigu par l'anhydride arsenieux. (*Ann. méd. leg., Criminol. et Pol. Scient.*, 1928, VIII, 4-6).

Destruição da matéria orgânica pelo método de *Denigès* e doseamento do anidrido arsenioso pelo método clássico de *Marsh* e pelo método de *J. Cribier*. (Sobre este último método consultar: *Jour. Pharm. et Chimie*, 1921, XXIV (7), 241-246).

F. V.

QUÍMICA FARMACÊUTICA

P. Bretau. — Cocaïne et épreuve de Maclagan. (*Journ. Pharm. et Chimie*, 1928, VII (8), 329-331).

Para reconhecer no cloridrato de cocaína do comércio a presença accidental de truxina (isatropilcocaína), veneno enérgico do coração, P. Bretau propõe o ensaio de Maclagan, executado da seguinte forma: Em 80 cc. de água dissolver 0,1 grama de cloridrato de cocaína, adicionar 2 cc. de amoníaco a 1 % (D = 0,995) e misturar com uma vareta de madeira; a mistura, abandonada em repouso durante quinze minutos, deve ficar límpida. Fricciona-se então, de quando em quando, com uma vareta de vidro e não muito enérgicamente, as paredes do recipiente. Se o cloridrato de cocaína for puro, deposita-se um precipitado cristalino de cocaína e o líquido sobrenadante fica límpido; se, pelo contrário, contém truxilina, o líquido, que então sobrenada o precipitado, é opalescente; decantando o líquido e adicionando-lhe ácido clorídrico a opalescência desaparece.

G. Rouliet et R. Dubreuil. — Sur la préparation de l'Emodine pure (*Bull. Trav. Soc. Pharm. Bord.* 1928, LXVI année, 145-152).

Tratar a casca de amoeiro negro (*Rhamnus frangula*, L.) por cinco vezes o seu pêso de alcool a 97 % (prêviamente adicionado de 1 gr. de ácido clorídrico puro por cada 5 litros de alcool); aquecer a 75° durante meia hora, deixar resfriar, coar por expressão e filtrar por papel os licores alcoólicos. Distilar sem sobreaquecer e acabar a destilação na *estufa de vácuo*, sem aquecer, até concentração de extracto sêco. Pulverizar em almofariz o extracto sêco e resfriado; exgotar com benzina até que o solvente saia incolor; secar em corrente de ar e retomar o extracto sêco (sempre no almofariz) com amoniaco a 5 % até que as soluções alcalinas deixem de se corar em vermelho. Reunir e filtrar os licores alcalinos; precipitar por um excesso de ácido clorídrico em presença de éter e exgotar com éter em abundância, até este sair incolor. Distilar o éter em banho-maria eléctrico e acabar a concentração em cápsula de porcelana de fundo redondo. Retomar o residuo com o mínimo possível de amoniaco a 5 %; filtrar e precipitar o filtrado por um ligeiro excesso de ácido clorídrico; separar o precipitado por centrifugação e lavar com água destilada. Redissolver o precipitado em amoniaco a 5 %; reprecipitar com ácido, centrifugar e secar o precipitado durante muitos dias numa atmosfera sulfúrica. Dissolver o pó sêco na quantidade suficiente de éter, filtrar, lavar a solução etérea com amoniaco a 5 %, decantar, eliminar todo o vestigio de éter em banho-maria fervente e, no líquido quente, precipitar a emodina por leve excesso de ácido clorídrico, adicionado gota a gota até turvação persistente; deixar resfriar muito lentamente, centrifugar, decantar, lavar o precipitado com água destilada e secar sobre ácido sulfúrico. Dissolver o residuo sêco em um pouco de alcool a 97 % quente, filtrar, evaporar lentamente, retomar 2-3 vezes com alcool a 97 %, deixar evaporar lentamente. Obtém-se então um produto cristalizado com os caracteres da emodina pura.

E. Dufilho. — Extraction de la strychnine et de la brucine en vue de leur dosage ultérieur, (*Bull. Trav. Soc. Pharm. Bord.* 1928, LXVI année, 133-139).

Extracção do pó da estricnácia pelo alcool acético no aparelho de Soxhlet-Barthe; purificação dos acetatos de alcaloides por lavagens com éter e decantação do éter. O líquido resfriado é alcalinizado com a quantidade suficiente de amoniaco e agitado com uma mistura de éter e clorofórmio; após repouso de uma hora, decantar a mistura etéreo-clorofórmica, medir rapidamente uma parte aliquota dela, evaporá-la em recipiente tarado, retomar o residuo por 10 cc, de éter, evaporar de novo e secar na estufa a 100° c. até pêso constante. (Sobre o *modus operandi* pormenorizado, consultar o original).

Joel B. Peterson. — Standardisation of Ephredine and its Salts, (*Indust. a. Engen. Chemistry*, 1928, XX, 388-391).

Determinação dos caracteres cristalográficos e dos ensaios químicos característicos da efredina pura e dos seus sais (cloridato e sulfato).

F. V.