Zustande mit Schwefelsäure allein färbt. Die durch das Eindampfen ausgeschiedenen Erdalkaliverbindungen kann man abfiltrieren.

Auch A. F. Dokutschajew¹⁾ empfiehlt die Methode von Noll, hat jedoch diejenige von Kostjamine²⁾ als nicht anwendbar befunden.

Die Eisenbestimmung im Grundwasser gründet von Feilitzsch³⁾ auf die Eigenschaft der Watte, Schwermetalle aus wässriger Lösung abzuscheiden.⁴⁾ Gewöhnliche Verbandwatte wird mit eisenfreier Salzsäure und destilliertem Wasser völlig eisenfrei gewaschen. Man stopft mit dieser Watte ein Filterröhrchen 5 cm hoch, feuchtet die Watte mit destilliertem Wasser an, filtriert über sie 100 cc des zu untersuchenden Wassers, saugt etwas Luft durch und giesst schliesslich 10 cc angesäuerte Rhodankaliumlösung auf. Man wäscht nun mit destilliertem Wasser aus, fängt aber das Filtrat nicht früher auf, als bis die Rotfärbung an der untersten Schicht der Watte zu erkennen ist. Alsdann fängt man 20 cc Filtrat auf, die bis zu einem Eisengehalt von 2,5 mg pro Liter Wasser alles im Filter vorhandene Eisen enthalten, und benutzt dieses Filtrat zum kolorimetrischen Vergleich. Zur Abhaltung von Eisenoxydflocken ist es häufig ratsam, ein Vorfilter von Glaswolle oder Asbest anzuwenden.

Bestimmung des Mangans im Trinkwasser.⁵⁾ R. Sp. Weston⁶⁾ benutzt hierzu die Wismuttetroxydmethode⁷⁾. Eine solche Menge des Wassers, die etwa 0,01 bis 1 mg Mangan enthält, wird mit etwa 25 cc Salpetersäure vom spezifischen Gewicht 1,135 eingedampft. Behufs ausreichender Zerstörung der organischen Substanz glüht man den Rückstand gelinde oder erhitzt ihn eine halbe Stunde auf 130°; dann fügt man 50 cc Salpetersäure vom spezifischen Gewicht 1,135 hinzu und, in der Kälte, 0,5 g Natriumbismutat. Man erhitzt, bis Rosafärbung eintritt. Erfolgt hierbei eine Ausscheidung von Mangansuperoxyd, so nimmt man dieselbe durch eine im geringen Überschuss hinzu-

1) Russki Wratsch 3, 26; durch Zeitschrift f. Untersuchung d. Nahrungs- und Genussmittel 10, 570.

2) Vergl. diese Zeitschrift 41, 323.

3) Journal für Gasbeleuchtung und Wasserversorgung 47, 502; durch Chem. Zentralblatt 75, II, 153.

4) Vergl. hierzu auch diese Zeitschrift 46, 66.

5) Vergl. diese Zeitschrift 45, 457; 46, 69.

6) Chem. News 97, 3; auch Journal of the American chemical society 29, Heft 7.

7) Vergl. diese Zeitschrift 43, 649.

gefügte Menge Natriumthiosulfat fort; doch wird dies meist nicht erforderlich sein. Zu der abgekühlten Lösung gibt man Natriumbismutat im Überschuss, rührt einige Minuten um und filtriert durch einen, mit sorgfältig geglühtem und ausgewaschenem Asbest beschickten Gooch-tiegel. Man wäscht mit verdünnter Salpetersäure¹⁾ nach und bringt das Filtrat mit derselben verdünnten Salpetersäure auf 1 l. Die erhaltene Lösung wird kolorimetrisch mit Mischungen von verdünnter Schwefelsäure (25 cc konzentrierte Säure auf 1 l verdünnt) mit entsprechenden Mengen einer Kaliumpermanganatlösung verglichen, die im Liter 0,288 g Kaliumpermanganat, in 1 cc folglich 0,1 mg Mangan, enthält.

Die Salpetersäure vom spezifischen Gewicht 1,135 bereitet man sich durch Vermischen von 3 Teilen Wasser mit 1 Teil konzentrierter Säure vom spezifischen Gewicht 1,42. Durch diese konzentrierte Säure muss man zuvor, behufs Entfernung von Stickstoffoxyden, eine halbe Stunde lang Luft durchgeleitet haben.

Enthält das zu untersuchende Wasser wesentliche Mengen von Chlor, so muss dieses zuvor durch überschüssiges Silbernitrat ausgefällt werden.

H. Noll²⁾ führt die Manganbestimmung im Trinkwasser derart aus, dass er das Mangan nach dem üblichen Analysengang, nach Ausfällen des Eisens und der Tonerde mit essigsauerm Natron, durch Brom als Superoxyd fällt. Das Filter mit dem gut ausgewaschenen Superoxydniederschlag wird in den Kolben zurückgegeben, in dem die Oxydation vorgenommen war. Dann werden 100 cc destilliertes Wasser, einige Kristalle Jodkalium und 3 cc konzentrierte Salzsäure hinzugefügt; man lässt etwa 5 Minuten stehen, setzt Stärkelösung zu, und titriert, je nach dem Mangangehalt, das ausgeschiedene Jod mit $\frac{1}{100}$ oder $\frac{1}{1000}$ normaler Thiosulfatlösung zurück. Die Reaktionsgleichung ist

Versuche, das ausgefällte Mangansuperoxyd mit $\frac{1}{100}$ normaler Oxalsäure und verdünnter Schwefelsäure in Reaktion zu bringen und den Oxalsäureüberschuss mit Kaliumpermanganat zurückzutitrieren, lieferten nicht völlig befriedigende Resultate.

1) Hergestellt durch Verdünnen von 30 cc konzentrierter Säure (vom spezifischen Gewicht 1,42) auf 1 Liter.

2) Zeitschrift f. angew. Chemie 20, 490.

H. Lührig und W. Becker¹⁾ erklären für quantitative Bestimmungen das auf von Knorre's Methode begründete Verfahren²⁾ für das beste. Zur qualitativen Prüfung eignet sich das Verfahren von H. Marshall³⁾. Bei Anwendung von 100 cc Wasser lassen sich mit seiner Hilfe noch Bruchteile von 0,1 mg im Liter scharf erkennen.

2. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Von

H. Mühe.

Über die Untersuchung von Brechweinstein macht N. Schoorl⁴⁾ Mitteilung: Zur Prüfung des Brechweinsteins auf Weinstein lässt die niederländische Pharmakopöe das Präparat mit Wasser schütteln, welches nachher nicht schwach sauer reagieren darf; die amerikanische Pharmakopöe fordert dagegen, dass der Brechweinstein mit Natriumbikarbonat nicht aufbrausen soll. Der Verfasser schlägt zur Prüfung des Brechweinsteins auf Weinstein $\frac{1}{10}$ -Normal-Natriumthiosulfatlösung vor und führt den Versuch in folgender Weise aus: Man vermischt die gesättigte Lösung des zu untersuchenden Brechweinsteins mit dem gleichen Volumen $\frac{1}{10}$ -Normal-Natriumthiosulfatlösung; die Reaktionsflüssigkeit soll mindestens fünf Minuten lang vollkommen klar bleiben.

Koniinreaktionen nach Vitali und Stroppa teilt die Pharmazeutische Zentral-Halle mit.⁵⁾ Bei der Anwendung des Analysenganges von Stas-Otto sollen vor dem Übersättigen der Flüssigkeit mit Alkali nicht unbedeutende Mengen des Alkaloids in das Lösungsmittel übergehen. Um das Koniin bei der Reingewinnung farblos zu erhalten, empfiehlt es sich die wässerige Lösung mit Bleiazetat zu versetzen und mit Schwefelwasserstoff zu entbleien; die färbenden Substanzen fallen mit nieder, während Koniin in Lösung bleibt. Folgende Reaktionen werden als charakteristisch für Koniin mitgeteilt:

¹⁾ Pharm. Zentralhalle **48**, 137.

²⁾ Vergl. diese Zeitschrift **45**, 457.

³⁾ Vergl. diese Zeitschrift **43**, 418.

⁴⁾ Zeitschrift d. allgem. österr. Apotheker-Vereins **58**, 1167.

⁵⁾ Pharm. Zentralhalle **41**, 429.