Aspirin einwirken, so färbt sich die Flüssigkeit nach einiger Zeit hellgrün und geht dann in grün über. Behandelt man bis zum beginnenden Schmelzen erhitztes Aspirin in derselben Weise, so zeigt sich eine intensiv grüne und bei Verwendung von bis zur Zersetzung überhitztem Aspirin eine intensiv grüne, unmittelbar in braun übergehende Färbung.

Quecksilber. E. Rupp und F. Lehmann¹⁾ geben ein Verfahren zur maßanalytischen Bestimmung des Cyans und des Quecksilbers in Quecksilbercyanidpräparaten bekannt. Man löst 1 g der Substanz in 100 *ccm* Wasser und schüttelt 20 *ccm* dieser Lösung, zu welcher man 1—2 g Kaliumjodid, 3—5 *ccm* Kalilauge und unter Umschwenken ein Gemisch von 2—3 *ccm* Formaldehydlösung in 20 *ccm* Wasser gegeben hat, zwei Minuten lang. Das auf diese Weise reduzierte und ausgefällte Quecksilber löst man nach Ansäuern mit Essigsäure durch Zufügen von 25 *ccm* $\frac{n}{10}$ Jodlösung nach der Gleichung $\text{Hg} + \text{J}_2 + 2 \text{KJ} = \text{K}_2\text{HgJ}_4$ und misst, nach Versetzen mit 10 *ccm* verdünnter Schwefelsäure, den Jodüberschuss mit $\frac{n}{10}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ zurück.

Zur Ermittlung des Cyans verwendet man 10 *ccm* obiger Lösung, verdünnt mit etwas Wasser und gibt 5—10 *ccm* Natronlauge und unter Umschwenken 25 *ccm* $\frac{n}{10}$ Jodlösung hinzu. Das dabei nach der Gleichung $4 \text{NaOH} + 4 \text{J} = 2 \text{NaJO} + 2 \text{NaJ} + 2 \text{H}_2\text{O}$ entstandene Natriumbypoiodit zersetzt nun nach 20—30 minutenlangem Erwärmen auf dem Wasserbade oder nach zwei- bis dreistündigem Stehen das Quecksilbercyanid in folgender Weise: $\text{Hg}(\text{CN})_2 + 2 \text{NaJO} + 2 \text{NaJ} = \text{Na}_2\text{HgJ}_4 + 2 \text{NaCNO}$. In dem mit Wasser auf etwa 100 *ccm* aufgefüllten Gemisch wird, nachdem durch Ansäuern mit verdünnter Salzsäure das überschüssige Jod in Freiheit gesetzt ist, die Menge desselben durch Titration mit $\frac{n}{10}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ bestimmt.

Zur Ermittlung des Quecksilberjodids in Tabletten verwendet A. W. Bender²⁾ eine dem Quecksilberjodidgehalt entsprechende Menge der fein gepulverten Tabletten und erhitzt sie in einem 180 *ccm* fassenden Erlenmeyerkolben mit 20 *ccm* verdünnter Salzsäure (1:1) und $\frac{1}{2}$ g Kaliumchlorat unter einem Rückflusskühler, bis das Quecksilberjodid gelöst ist. Nach Erkalten bringt man mit Wasser, das gleichzeitig zum Nachspülen des Kühlerrohrs verwendet wird, auf 100 *ccm* und lässt zur Verjagung des Chlors einen kräftigen Luftstrom durchgehen. In die wenn nötig filtrierte Flüssigkeit leitet man nach Zusatz von überschüssigem Ammoniak kalt Schwefelwasserstoff ein, bis alles Quecksilber ausgefällt ist, filtriert nach fünf Stunden durch einen gewogenen Goochtiiegel, wäscht erst mit Wasser, dann mit Alkohol aus, trocknet bei 100° und wägt. $1,955 \text{ g HgS} = 1 \text{ g HgJ}_2$.

¹⁾ Pharm. Ztg. **52**, 1020 (1907); durch Chem. Zentrbl. **79**, I, 413 (1908); vergl. diese Ztschrift. **48**, 586 (1909). — ²⁾ Journ. Ind. Eng. Chem. **6**, 753 (1914); durch Chem. Zentrbl. **86**, I, 576 (1915).

Einen ausführlichen Bericht über die Untersuchung der verschiedenen in der Pharmazie verwendeten Quecksilberzubereitungen, enthaltend Quecksilberchlorür (Kalomel), Quecksilberjodid, Quecksilberchlorid (Sublimat) und weisses Quecksilberpräzipitat nach den Methoden, welche sich in der neuesten Literatur finden, veröffentlicht D. K. Strickland¹⁾. Betreffs desselben muss ich auf das Original verweisen.

Zur Prüfung von gelber Quecksilberoxydsalbe löst F. W. Sjöström²⁾ 1 g der Salbe in 25 ccm Äther und misst nach Zusatz von 25 ccm 10%iger Kaliumjodidlösung und 20 ccm $\frac{n}{10}$ HCl den Überschuss an letzterer unter Verwendung von 1 ccm Phenolphthaleinlösung als Indikator mit $\frac{n}{10}$ NaOH unter kräftigem Schütteln zurück. Auf Grund der Gleichung $3 \text{ KJ} + \text{HgO} + \text{H}_2\text{O} = \text{KHgJ}_3 + 2 \text{ KOH}$ berechnet sich 1 ccm $\frac{n}{10}$ HCl = 0,01083 g HgO.

Die vom D. A. B. IV zur Ermittlung des Quecksilbers im basischen Merkurisalizylat und dessen Isomeren angegebene Methode hält H. Lajoux³⁾ für unzuverlässig. Er schlägt für den genannten Zweck ein gewichtsanalytisches und ein maßanalytisches Verfahren vor. Nach dem ersteren wägt man das Quecksilber als Sulfid, indem man es in folgender Weise in diese Form überführt. Man fügt zu einer Lösung von 0,25 g des Präparates in 25 ccm einer 4–6%igen Kaliumcyanidlösung überschüssige Salzsäure, verdünnt mit etwa 150 ccm Wasser und leitet in die heisse Flüssigkeit Schwefelwasserstoff ein. Für die maßanalytische Bestimmung wird 1 g der Substanz angewandt und zunächst die organische Substanz durch Erhitzen mit konzentrierter Schwefelsäure oder Königswasser zerstört. Von der nach dem Erkalten auf 100 ccm gebrachten Flüssigkeit werden 20 ccm mit 10 ccm Ammoniak, 10 ccm $\frac{n}{10}$ KCN, 1 ccm Jodkaliumlösung (1 : 10) und 60 ccm Wasser versetzt; dann gibt man $\frac{n}{10}$ AgNO₃ zu, bis bleibende Opaleszenz eintritt.

Führt man die Titration aus, ohne vorher die organische Substanz zu zerstören, unter Verwendung einer Lösung von 0,20 g des Salizylats in 30 ccm Wasser und 10 ccm $\frac{n}{10}$ KCN und unter sonst gleichen Bedingungen wie oben, so ergibt sich genau die Hälfte des vorhandenen Quecksilbers. Statt der theoretisch berechneten 59,52%₁₀ ergeben sich in dem Handelsprodukt selten mehr als 57%₁₀.

Anknüpfend an eine ausführliche Arbeit über die Sozjodol-Quecksilberverbindungen von E. Rupp und A. Herrmann⁴⁾ veröffentlicht A. Herrmann⁵⁾ ein Verfahren zur einfachen Gehaltsbestimmung der Sozjodol-Quecksilberpräparate.

¹⁾ Journ. Ind. Eng. Chem. S, 253 (1916); durch Chem. Zentrbl. 87, II, 243 (1916). — ²⁾ Pharm. Ztg. 60, 554 (1915); durch Chem. Zentrbl. 86, II, 1120 (1915). — ³⁾ Journ. de Pharm. et de Chim. [7] 15, 241 (1917); durch Chem. Zentrbl. 88, II, 194 (1917). — ⁴⁾ Arch. der Pharm. 254, 488 (1916). — ⁵⁾ Ebenda 498.

Es ist fast genau dasselbe, wie das von Rupp und Lehmann für die Untersuchung von Quecksilbercyanidpräparaten angegebene, das oben besprochen wurde, es soll deshalb hier nicht wiederholt werden. Zur Verwendung gelangen 0,5 g Substanz, die zunächst in einer 200 g-Glasstopfenflasche mit 10 ccm Wasser angeschüttelt werden.

Bei der Untersuchung von Hydrargyrum sozodolicum (Dijodparaphenolsulfosaures Quecksilberoxyd) sollen zum Zurücktitrieren des überschüssigen Jods höchstens 14,5 ccm $\frac{1}{10}$ Na₂S₂O₃ erforderlich sein.

Einfacher gestaltet sich die Wertbestimmung des Anogons (sozodolsaures Quecksilberoxydul), da es durch Alkalichloride direkt in Merkurochlorid übergeführt wird. Bei dem Anogon kann man auch auf die Umsetzung mit Alkalichlorid verzichten und direkt 0,5 g in einer 100 g-Flasche mit Glasstopfen mit 2 g Kaliumjodid und 25 ccm $\frac{1}{10}$ Jodlösung schütteln. Nach erfolgter Lösung, die man durch Schütteln beschleunigen kann, misst man den Jodüberschuss mit $\frac{1}{10}$ Na₂S₂O₃. Von demselben sollen höchstens 13,3 ccm gebraucht werden.

Über die Wertbestimmung der Sublimatpastillen mit besonderer Berücksichtigung ihrer Fehlerquellen macht Walter¹⁾ Mitteilungen. Die einzelnen Pastillen sollen ein Gewicht von 0,95 bis 1,05 g haben und ihr Gehalt an Sublimat 48—51 % betragen. Die angeführten Zahlen sind Grenzwerte und sollen weder nach oben noch nach unten überschritten werden. Bei Pastillen, die 20 % und mehr Sublimat enthalten, ist für die Untersuchung die Methode von Sasse²⁾ der vom D. A. B. V. angegebenen vorzuziehen, da letztere um 2 % zu niedrige Resultate liefert. Zur Sublimatbestimmung stellt man sich eine Lösung von 10 Pastillen in 100 ccm Wasser her und filtriert, ohne mit Tierkohle zu entfärben. Mit diesem Filtrat titriert man auf schwarzer Unterlage 40 ccm einer Kaliumjodidlösung, die 5 g getrocknetes Kaliumjodid in 100 ccm enthält, bis alles Quecksilberjodid ausgefällt ist. Sind hierzu 16,1 ccm der Pastillenlösung erforderlich, so sind in den 10 Pastillen 5 g Sublimat enthalten, sie sind also 50 %ig.

Quecksilberbestimmung in galenischen Präparaten. Dasselbe Verfahren zur Zerstörung der organischen Substanz, das er bei der Untersuchung von silberhaltigen Eiweisspräparaten³⁾ benutzt, wendet Hugo Wastenson⁴⁾ auch bei der Quecksilberbestimmung in galenischen Präparaten an. 0,3—0,5 g Substanz werden auf die schon beschriebene Weise aufgeschlossen und die erkaltete Aufschlussflüssigkeit mit 15 ccm Wasser und so viel Kaliumpermanganat versetzt, bis dauernde Rotfärbung eingetreten ist. Die darauf mit Ferrosulfat entfärbte Flüssigkeit führt man mit Hilfe von 75 ccm Wasser in eine Porzellanschale über und titriert

¹⁾ Pharm. Ztg. **61**, 298 (1916); durch Chem. Zentrbl. **87**, II, 283 (1916). — ²⁾ Pharm. Ztg. 1887, S. 740. — Vergl. hierzu diese Ztschrft. **30**, 97 (1891). — ³⁾ Vergl. diese Ztschrft. **57**, 397 (1918). — ⁴⁾ Pharm. Post **50**, 125 (1917); durch Chem. Zentrbl. **88**, I, 912 (1917).

unter Zusatz von Eisenalaun mit $\frac{1}{10}$ Rhodanammonlösung, von welcher 1 ccm 0,01 g Hg entspricht. Man kann dieses Verfahren bei der Analyse von Quecksilberoxyd- und Oxydölverbindungen, mit Ausnahme der Halogenverbindungen, mit gutem Erfolge anwenden, ebenso auch für die Wertbestimmung von Salben, Pflastern und Pillen; nur wenn die Salben erhebliche Mengen von Paraffinen enthalten, versagt es.

4. Auf Physiologie und Pathologie bezügliche Methoden.

Von

K. Spiro.

Über die kolorimetrische Bestimmung des Hämoglobins als Säurehämatin gibt Ladislaus Berzeller¹⁾ an, dass die färbende Wirkung des Säurehämamins nicht ausschliesslich durch den Hämoglobingehalt des Ausgangsmaterials bestimmt wird, sondern durch eine ganze Reihe anderer Faktoren vermehrt oder vermindert werden kann, und dass es daher auch nicht zulässig erscheint, den kolorimetrischen Hämattintiter als Maß für den Hämoglobingehalt zu verwenden. Es gilt das nicht nur für Reaktionsgemische, wie man sie bei der Wassermannschen Reaktion benutzt, die ausser den Hammelerythrozyten noch Sera anderer Provenienz (Meerschweinchenserum, Menschenserum) oder alkoholische Organextrakte enthalten, sondern auch für Vollblut, dessen Hb-Gehalt gleichfalls nicht als Säurehämatin kolorimetrisch ermittelt werden kann, da das im Vollblut enthaltene Serum den Hämattintiter je nach seiner individuellen Beschaffenheit verändert.

Zur Ammoniakbestimmung im Blute verfahren V. Henriques und E. Christiansen²⁾ in folgender Weise: Das Blut wird durch Einführung einer Stichkanüle in die Vena jugularis entnommen und in einem Kolben aufgesammelt, worin sich eine angemessene Menge von fein pulverisiertem Kaliumoxalat befindet. Um ein Schäumen zu verhindern und um jede Fermentwirksamkeit möglichst schnell unterbrechen zu können, wird das Blut in eine grössere Menge Aethylalkohol getan, indem in folgender Weise verfahren wird: 20 ccm Blut werden abpipettiert und in einen 1 l Jenakolben mit langem Hals gebracht; es werden sofort 80 ccm Aethylalkohol hinzugesetzt und nach dem Umschütteln noch 5 ccm 10⁰/₁₀ ige ausgekochte Natriumkarbonatlösung. Der Kolben wird mit einem Kautschukstöpsel mit zwei Glasröhren, einer fast bis auf den Boden des Kolbens reichenden Zuleitungsröhre und einer ca. 15 cm hohen Ableitungsröhre versehen, welche letztere direkt unter dem Kautschukstöpsel mündet. Die Ableitungsröhre wird mit einer Zuleitungsröhre verbunden, die durch einen Kautschukstöpsel fast bis auf den Boden eines 100 ccm Kjeldahlkolbens reicht, worin sich 30 ccm ca. $\frac{1}{5}$ H₂SO₄ befinden. Der Kjeldahlkolben ist auch mit einer Ableitungsröhre versehen, die mit einem anderen gleich beschickten

1) Biochem. Ztschrft. 87, 23 (1918). — 2) Biochem. Ztschrft. 78, 165 (1916).