das gleiche Volum wie die in der ersten Schale sich befindende und titriert mit der Ferrisalzlösung zu Ende, bis übereinstimmende Farbtöne erzielt sind. Im Zweifelsfalle füllt man die Lösungen in Zylinder von gleichen Abmessungen und vergleicht bei seitlicher Durchsicht, sowie bei Durchsicht von oben. — Die erforderliche Ferrisalzlösung enthält 0,025 *mg* Eisen in 1 *ccm*; man erhält sie, indem man 0,2251 g Kaliumferrialaun oder 0,2157 g Ammoniumferrialaun unter Zusatz von 10 *ccm* konzentrierter Salzsäure oder Schwefelsäure mit Wasser zu 1 *l* löst.

Bei dem zweiten Verfahren versetzt man in einem Zylinder mit eingeriebenem Glasstopfen 100 *ccm* des zu untersuchenden Wassers mit 10 bis 20 Tropfen Bromsalzsäure. Letztere besteht aus 1 Raumteil Brom und 500 Raumteilen konzentrierter Salzsäure. Man versetzt hierauf mit 20 bis 40 Tropfen einer Lösung, die im Liter 500 *g* Ammonium- oder Kaliumrhodanid enthält und mit 10 *ccm* einer Mischung gleicher Raumteile Äther und Amylalkohol. Die Flüssigkeiten vermennt man durch 20 bis 30-maliges Umwenden des Zylinders unter Vermeidung kräftigen Schüttelns und stellt bei Seite; der Amylalkohol sammelt sich dann oben an, während der Äther in der übrigen Flüssigkeit gelöst bleibt. In einen zweiten Zylinder von den gleichen Abmessungen bringt man etwa 95 *ccm* Wasser, setzt die Reagenzien in genau derselben Menge wie beim ersten Versuche hinzu und lässt zu der überstehenden, tunlichst farblosen Amylalkoholschicht aus der Bürette tropfenweise Ferrisalzlösung zufließen, die in 1 *ccm* 0,01 *mg* Eisen enthält und die durch Verdünnen der bei dem vorhergehend beschriebenen Verfahren erforderlichen erhalten wird. Man sorgt für gute Mischung, indem man den oberen Teil der Flüssigkeit in quirlende Bewegung setzt, und fährt mit dem Ferrisalzzusatz fort, bis Farbgleichheit der Amylalkoholschichten in beiden Zylindern herrscht.

Maßanalytische Bestimmung des Nitritions neben Nitration.

Setzt man zu einer mit Schwefelsäure angesäuerten, wässrigen Methylalkohollösung tropfenweise die Lösung eines Nitrites oder eines Nitrit-Nitratgemisches und leitet gleichzeitig einen ziemlich starken Luft- oder Kohlendioxydstrom durch die Lösung, so wird nach W. M. Fischer und N. Steinbach¹⁾ der sich fast momentan bildende Salpetrigsäuremethylester quantitativ durch den Gasstrom entfernt. Auf diese Weise gelingt es, das Nitrition glatt von allen unter diesen Umständen nicht flüchtigen Anionen zu trennen.

¹⁾ Zeitschrift für anorganische Chemie 78, 134,

Diese Erscheinung ermöglicht die alkalimetrische Analyse der Nitrite oder Nitrit-Nitratgemische gemäß der Reaktionsgleichung

Als Apparat dient hierbei eine Pulverflasche von etwa 300 *ccm* Inhalt mit dreifach durchbohrtem Gummistopfen. Durch die eine Bohrung führt ein rechtwinkelig gebogenes Glasrohr bis unter den Stopfen, durch die zweite ein ebensolches bis auf den Boden und durch die dritte ein Tropftrichter, in dem sich ein abgemessenes Volum (zum Beispiel 20 *ccm*) $\frac{1}{10}$ -normal-Salzsäure oder Schwefelsäure und 1 *ccm* Methylalkohol befindet. In das Gefäß bringt man 10 *ccm* der zu untersuchenden Lösung (etwa 50 *mg* Nitrition enthaltend) und 5 *ccm* Methylalkohol und lässt, während man mittels der Saugpumpe an dem ersten Rohr saugt, die Säure zutropfen. Nachdem alle Säure eingeflossen ist, setzt man das Durchsaugen von Luft noch etwa 5 Minuten fort und titriert alsdann mit karbonatfreier $\frac{1}{10}$ -normal-Lauge den Säureüberschuss, unter Verwendung von Phenolphthalein als Indikator, zurück.

Ist neben Nitrition auch Karbonation zugegen, so soll das Verfahren die Summe beider Bestandteile finden lassen.¹⁾

2. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Von

H. Mühe.

Eine einfache azidimetrische Bestimmung des Quecksilbercyanids gründet S. Goy²⁾ auf folgende Beobachtung. Quecksilbercyanid-Kaliumjodid wird durch Salzsäure äusserst leicht und glatt zersetzt unter Abscheidung von Quecksilberjodid, das in überschüssigem Kaliumjodid sehr leicht löslich ist, während gleichzeitig Blausäure entsteht. Methylorange ist in verdünnter Lösung unempfindlich gegen Blausäure, so dass mit Hilfe dieses Indikators die azidimetrische Bestimmung des Quecksilbercyanids möglich wird.

¹⁾ Hierbei dürften doch wohl wegen der Einwirkung von Hydrokarbonation auf Phenolphthalein Schwierigkeiten erwachsen. L. G.

²⁾ Apotheker-Zeitung 22, 532; durch Pharm. Zentralhalle 48, 788.