IV. Spezielle analytische Methoden.

2. Auf Pharmazie bezügliche.

Von

H. Mühe.

Ein Verfahren zur Wertbestimmung von Kaliumjodid empfiehlt Thos. S. Barrie¹⁾. Zur Ausführung des Versuches löst man etwa 0,5 g Jodkalium in einem Scheidetrichter in 20 cc Wasser, fügt je 10 cc einer Kaliumbichromatlösung von 5 % und einer Schwefelsäure von 10 % hinzu und lässt 3—4 Minuten stehen. Man setzt nun 60 cc Toluol zu und schüttelt kräftig. Nachdem sich die Flüssigkeiten getrennt haben, lässt man die untere Säureschicht ablaufen, wäscht die Toluollösung einige Male mit kleinen Mengen Wasser und vereinigt die Washwasser mit der abgelassenen Säure. Die abgelassene Säure schüttelt man dann nochmals mit Toluol; wenn dasselbe noch violett gefärbt ist, so gibt man es nach dem Waschen zur ersten Toluollösung und schüttelt diese mit etwa 35 cc $\frac{1}{10}$ -Normalthiosulfatlösung. Man wäscht alsdann nach dem Abfließen der Thiosulfatschicht, und vereinigt die Washwasser mit dieser, worauf man mit Jodlösung titriert.

Über die Bestimmung des metallischen Eisens im ferrum reductum berichtet A. Marquardt²⁾ in einer Abhandlung. Der Verfasser weist zunächst darauf hin, dass die Prüfungsvorschriften für das reduzierte Eisen wiederholt Änderungen in den verschiedenen Ausgaben des D. A. B. erfahren haben, aber auch die ausländischen Pharmakopöen besitzen alle ihre eigenen Bestimmungsmethoden, die erheblich von einander abweichen und selten übereinstimmende Resultate ergeben, wenn man das gleiche Präparat nach ihnen untersucht. Das D. A. B. IV hat zur Wertbestimmung des Ferrum reductum die von E. Schmidt³⁾ angegebene Methode mit einigen unbedeutenden Änderungen aufgenommen. E. Merck⁴⁾ hat diese Methode einer Kritik unterzogen; A. Marquardt bestätigt die von E. Merck gemachten Beobachtungen und empfiehlt die Wertbestimmung des Präparates nach dem D. A. B. IV in folgender Weise auszuführen: man bringt 0,3 g Ferrum reductum in eine Glasstöpfelflasche von 25 cc Inhalt, übergießt mit 10 cc Kaliumjodidlösung,

1) Pharm. Journ. **65**, 58; durch Chemiker-Zeitung **24**, R. 227.

2) Chemiker-Zeitung **25**, 743.

3) Versammlung deutscher Naturforscher u. Ärzte 1897, Braunschweig.

4) Vergl. diese Zeitschrift **41**, 710.

gibt 1,5 g Jod hinzu, verschliesst und schüttelt kräftig um; man lässt nun die Mischung 2 Stunden unter häufigem Umschütteln stehen, füllt alsdann auf 100 cc auf und verfährt weiter nach dem D. A. B. IV. Die Lösung des Eisens gelingt sicherer, wenn man 1 g Jodkalium in 4 cc Wasser löst, statt 10 cc Jodkaliumlösung anzuwenden, man braucht dann auch nur eine Stunde stehen zu lassen.

Über die annähernde Bestimmung des Arsens im Ferrum reductum macht E. Saville Peck¹⁾ Mitteilung.

Das D. A. B. IV lässt das reduzierte Eisen in folgender Weise auf Arsen prüfen: ein Gemisch von 0,2 g reduziertem Eisen und 0,2 g Kaliumchlorat übergiesst man in einem geräumigen Probierrohre mit 2 cc Salzsäure; nachdem die Einwirkung beendet ist, erwärmt man die Mischung bis zur Entfernung des freien Chlors und filtriert die entstandene Lösung. Eine Mischung aus 1 cc dieses Filtrates und 3 cc Zinnchlorürlösung soll im Laufe einer Stunde eine dunklere Färbung nicht annehmen. Der Verfasser hat dieses Verfahren etwas abgeändert und schlägt zum Nachweis von Arsen in dem Präparate vor, in folgender Weise zu arbeiten: man behandelt 0,2 g in der angegebenen Weise, bringt die Lösung nach der Entfernung des Chlors auf 2 cc und filtriert; von diesem Filtrate behandelt man 1 cc (= 0,1 g Eisen) mit 3 cc der Zinnchlorürlösung; innerhalb einer Stunde darf keine hellbraune Färbung auftreten, was etwa 0,1 % Arsen entsprechen würde.

Untersuchung von Quecksilberpräparaten. Über die Löslichkeit des Quecksilberchlorids in Äther hat H. P. Madsen²⁾ Versuche angestellt. Der Verfasser fand, dass reines Quecksilberchlorid 7,5 bis 8 Teile Äther zur Lösung erfordert, dem gegenüber verlangen die Pharmakopoeen von Dänemark, Norwegen, den vereinigten Staaten, von Deutschland (D. A. B. III), der Schweiz und Ungarn eine Löslichkeit in 4 Teilen Äther. (Das D. A. B. IV gibt die Löslichkeit des Quecksilberchlorids in Äther als 1:12 bis 14 Teilen an. H. M.)

Über eine malsanalytische Bestimmungsmethode des Quecksilberchlorids berichtet E. Rupp³⁾. Gefärbte Sublimatlösungen und Sublimatpastillen bieten bei der Gehaltsbestimmung in so fern grosse Schwierigkeiten, als die Theerfarbstoffe entweder mit gefällt und gewogen werden oder bei der Titration die Endreaktion verschleiern. Der Verfasser

1) Pharm. Journ. **67**, 130; durch Chemiker-Zeitung **25**, R. 247.

2) Deutsch-amerikanische Apotheker-Zeitung **18**, 108.

3) Archiv d. Pharmazie **238**, 298.