gerieben werden, was nur mit getrockneter Substanz geschehen kann. Verwendet man dazu die zur Wasserbestimmung benutzte Menge, so ist nach unsern Erfahrungen zu beachten, dass die Probe während des Feinreibens wieder etwas Wasser anzieht. Wägt man nun einen Teil dieser Substanz zur Analyse ein, so muss man den Betrag des aufgenommenen Wassers bestimmen. Das geschieht am besten in einer besonderen zweiten Portion der fein geriebenen Substanz.

Wir trocknen etwa 20 g in einer Porzellanschale bei 80°.

W. Fresenius.

3. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Über die Gehaltsbestimmung von Kalium sulfogujacolicum.

Die Handelspräparate von guajacolsulfosaurem Kalium haben ein wenig charakteristisches Aussehen. Da ein Schmelzpunkt oder eine andere gleich bedeutsame Konstante mangelt, so verblieb zur näheren Charakterisierung eines Präparates bisher nur die Veraschung und Abrauchung zu Kaliumsulfat. E. Rupp¹⁾ hat eine Methode zur Gehaltsbestimmung von guajacolsulfosaurem Kalium ausgearbeitet, welche sich auf die Merkurierbarkeit der Guajacolsulfosäure und die leichte Ersetzbarkeit des Quecksilbers durch Jod bei der Einwirkung von Jodjodkaliumlösung gründet. Die Reaktionen verlaufen nach folgenden Gleichungen:

Für die Ausführung gibt E. Rupp folgende, aus zahlreichen Versuchsreihen hervorgegangene Vorschrift an:

0,2 g guajacolsulfosaures Kalium und 0,3 g gelbes Quecksilberoxyd werden in einem 2—3 cm weiten Reagierrohr mit einem Glasstabe zusammengerieben und mit einem Gemisch aus 2 ccm verdünnter Essigsäure und 15 ccm Wasser verrührt. Nach erfolgter Lösung wird das Reagierrohr (nebst Glasstab) in ein bereits siedendes Wasserbad gesetzt und darin 30 Minuten lang erhitzt. Hierauf wird abgekühlt und der Reagierrohr-Inhalt mit 30—50 ccm Wasser in einen Titrierkolben übergespült, der mit 25 ccm $\frac{n}{10}$ -Jodlösung und 1—1,5 g Kaliumjodid beschickt ist. Nach dem Umschwenken und 2—3 Minuten Zuwartens wird der Jodüberschuss mit $\frac{n}{10}$ -Natriumthiosulfatlösung zurücktitriert.

¹⁾ Arch. der Pharm. 256, 192 (1918).

Der Verbrauch hiervon betrage höchstens 9 *ccm*, entsprechend einem Mindestverbrauch von 16 *ccm* $\frac{n}{10}$ -Jodlösung für 0,2 g guajacolsulfosaures Kalium (berechnet 16,5 *ccm*). 1 *ccm* $\frac{n}{10}$ -Jodlösung = 0,0121 g guajacolsulfosaures Kalium.

E. Rupp bemerkt noch, dass der Guajacolsulfonat-Gehalt eines Mischpräparates nicht genau berechenbar ist, da bei fallender Konzentration des guajacolsulfosauren Kaliums, aber gleichbleibender Merkuriazetatkonzentration Titrationsüberwerte infolge der Bildung eines dimerkuriierten Produktes auftreten.

F. Stadlmayr.

Eine Methode zur Bestimmung des Arsengehaltes in Natrium kakodylicum, Natrium monomethylarsenicum (Arrhenal), Natrium arsanilicum (Atoxyl) und Natrium acetylarsanilicum (Arsacetin) wurde von E. Rupp¹⁾ mitgeteilt, nach welcher die Mineralisierung durch nasse Verbrennung mit Permanganat-Schwefelsäure erfolgt. Die dabei entstehende, schwefelsaure Arsensäurelösung wird mit Kaliumjodid versetzt und das ausgeschiedene Jod mit $\frac{n}{10}$ -Natriumthiosulfatlösung titriert:

0,2 g des zu untersuchenden Präparates werden mit 5 *ccm* Wasser in einen Kjeldahlkolben gespült. Die Lösung wird mit 10 *ccm* konz. Schwefelsäure und gleich darauf unter Umschwenken mit 2,5 g feingepulvertem Kaliumpermanganat in kleinen Portionen versetzt. Bei Atoxyl und Arsacetin genügt 1 g Kaliumpermanganat. Ohne auf die am Kolbenhals haftenden Permanganatreste zu achten, wird die Mischung unter öfterem Schütteln 15 Minuten lang stehen gelassen und der Kolben sodann in schräger Stellung mit eingehängtem Trichter zunächst mit kleiner, dann mit starker Flamme etwa 15—20 Minuten lang erhitzt. Bei Arsacetin und Atoxyl ist Erhitzen nicht notwendig, man behandelt in diesen Fällen das Reaktionsgemisch in der, im folgenden beschriebenen Weise weiter, sobald die Gasentwicklung vorüber ist. Nach dem Erkalten wird der Kolbeninhalt mit 50 *ccm* Wasser verdünnt und die Lösung durch Oxalsäure entfärbt. Nachdem man sich überzeugt hat, dass jede Spur superoxydischer Manganpartikel verschwunden ist, wird mit 2 g Kaliumjodid versetzt und nach 30 Minuten mit $\frac{n}{10}$ -Natriumthiosulfatlösung ohne Indikatorzusatz auf farblos titriert. Bei Natrium kakodylicum sollen mindestens 17,5 *ccm* verbraucht werden, entsprechend einem Mindestgehalt von 70 % wasserfreiem Natriumkakodylat. Nach dem deutschen Arzneibuch soll der Verbrauch an $\frac{n}{10}$ -Natriumthiosulfatlösung für Atoxyl 12,9—13,1 *ccm* und für Arsacetin 11,3—11,6 *ccm* betragen.

F. Stadlmayr.

¹⁾ Arch. der Pharm. 256, 194 (1918).