

Schwefelsäuremenge und damit das Pyridin selbst azidimetrisch ermittelt werden.

Die Untersuchung ist in folgender Weise auszuführen. Die Lösung, die bei der gemeinsamen Titrierung von Ammoniak und Pyridin erhalten wurde, wird unter Zugabe von 0,5 g Ammoniumsulfat in einer Platinschale eingedampft und der Rückstand $\frac{1}{4}$ Stunde lang auf 130° erhitzt. Dann wird mit Wasser aufgenommen und, unter Zugabe von Kongorotlösung, titriert. Zweckmäßig gibt man zunächst einen Überschuss an Alkali zu und titriert mit Säure von rot auf die violette Normalfärbung zurück. Zu beachten ist, dass auch Ammoniumsulfat bei 130° nicht ganz unverändert bleibt, doch ist die Menge des abgespaltenen Ammoniaks bei $\frac{1}{4}$ -stündigem Erhitzen ohne praktischen Einfluss auf das Ergebnis der Pyridinbestimmung, und auch bei $\frac{1}{2}$ -stündiger Dauer des Erhitzens ist sie noch unerheblich.

Auch das Gemisch von Pyridinbasen, das zur Vergällung von Branntwein und Zucker dient, kann in gleicher Weise neben Ammoniak quantitativ bestimmt werden, nur muss man in diesem Falle den ammoniumsulfathaltigen Eindampfungsrückstand $\frac{1}{2}$ Stunde lang auf 130° erhitzen. Ferner muss man das zunächst auf Pyridin C_5H_5N berechnete Analysenergebnis mit 1,25 multiplizieren, um das Gewicht der vorhandenen Pyridinbasen zu erhalten. Der Faktor 1,25 ist empirisch ermittelt; er trägt der Tatsache Rechnung, dass neben Pyridin noch dessen Homologe (insbesondere α -Pikolin, β -Pikolin und Lutidin) zugegen sind.

2. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Von

H. Mühe.

Über die Bestimmung der Güte von Verbandstoffen berichtet D. Blumental¹⁾. Der Verfasser stellt an eine gute Verbandwatte folgende Ansprüche: Sie soll vollständig rein, zart, weiss, frei von Staub, fremden Beimengungen, Knötchen und elastisch sein und sich seidenartig anfühlen. Die Verbandwatte soll, bei 400-facher Vergrösserung betrachtet, aus einzelligen, dickwandigen, gestreckten, um die eigene Achse schraubenförmig gedrehten Fasern bestehen. Die Kutikula der Fasern

¹⁾ Russisches Pharm. Journal 1910, S. 188; durch Pharm. Zentralhalle 51, 893.

zeigt allerfeinste siebartige Linien und Zeichnungen. Die Länge der Fasern beträgt 3 bis 5 *cm*; sie sollen gleichmäßig gekratzt sein und in einer Ebene liegen. Das Blauen der Verbandwatte zur Verbesserung des Aussehens ist unstatthaft; schüttelt man sie mit warmem Wasser, so darf sich kein Schaum bilden; sie soll ohne Geruch und Geschmack sein; verbrennt man 10 *g* der Watte in einem Platingefässe, so darf kein Geruch entstehen, die zurückbleibende Asche darf 1 % nicht übersteigen. (Nach dem D. A. B. V darf die Verbandwatte nur 0,3 % Asche hinterlassen.) Die Watte kann 5 % Feuchtigkeit enthalten, die man entweder durch Trocknen bei 100° oder über Schwefelsäure ermittelt. Das spezifische Gewicht beträgt 1,3. Durchfeuchtet man die Watte mit siedendem Wasser, so soll sie gegen Lackmuspapier neutral reagieren. Ein auf Wasser geworfener Wattebausch saugt sich anfangs voll Wasser und sinkt dann erst allmählich unter, an seiner Oberfläche keine Blasen bildend. Sinkt die Watte, ohne sich voll Wasser zu saugen, unter, so enthält sie entweder zu viel Feuchtigkeit, oder sie ist schlecht ausgewaschen und enthält noch Seife oder Rückstände von der Bleichung. Zur Bestimmung der löslichen Reste, aus dem Bleichprozess stammend, zieht man 10 *g* der Watte mit 20 *g* warmem Wasser aus und verdampft den Auszug auf einem Uhrglas; es darf kein kristallinischer Rückstand hinterbleiben. Die Verbandwatte soll in einer Stunde 290 bis 300 % des Eigengewichts an Wasser aufsaugen. Ein wässriger Auszug der Watte (1 : 10) darf keine Reaktion auf Chlor, Schwefelsäure und Kalk geben. Versetzt man 10 *ccm* dieses wässrigen Auszuges mit etwas Schwefelsäure und 3 Tropfen Kaliumpermanganatlösung, so muss die Flüssigkeit dauernd rosa gefärbt bleiben. Jodlösung (1 Teil Jodkalium, 1 Teil Jod und 100 Teile Wasser) färbt die Watte gelb, bei Zusatz von Schwefelsäure aber blau; dieses Reagens benutzt man auch, um die Reinheit der Watte mikroskopisch zu ermitteln. In konzentrierter Schwefelsäure quillt die Watte anfangs auf und löst sich später vollständig; verdünnt man die Lösung mit Wasser, so scheiden sich weisse Flocken ab. Reine Watte (Zellulose) quillt anfangs in Kupferoxyd-Ammoniak und löst sich alsdann auf, wobei sich die Kutikula ring- oder wurmförmig verzieht; übersättigt man diese Lösung mit Salzsäure, so scheidet sich die Zellulose wieder aus. Behandelt man die Watte mit einer Lösung von 4 Teilen Phlorogluzin in 25 Teilen Alkohol und 10 Teilen konzentrierter Salzsäure, so darf keine purpurrote Färbung auftreten. Um die Verbandwatte auf einen Fettgehalt zu prüfen, erschöpft man sie sechs Stunden lang mit Aether

im Soxhlet'schen Extraktionsapparate. Watte, welche 0,1 % Fett enthält, eignet sich nicht für chirurgische Zwecke; eine dunkle Farbe des Ätherauszuges deutet auf ungenügendes Waschen hin. Versetzt man einen Teil dieses Ätherauszuges mit einigen Tropfen Wasser und verjagt den Äther vorsichtig, so darf der wässrige Rückstand Jodkalium-Stärkepapier nicht blau färben und nicht nach Chlor riechen. Um die freie Fettsäuren zu bestimmen, zieht man 5 g der Watte sechs Stunden hindurch mit Äther im Soxhlet'schen Extraktionsapparate aus, den Ätherauszug mischt man mit dem gleichen Volumen von absolutem Alkohol und titriert mit $\frac{1}{10}$ -Normal-Kalilauge unter Anwendung von Phenolphthalein als Indikator. Ein Kubikzentimeter $\frac{1}{10}$ -Normal-Kalilauge entspricht 0,284 g Stearinsäure.

3. Auf Physiologie und Pathologie bezügliche Methoden.

Von

K. Spiro.

Aromatische Substanzen. Über die Bestimmung des Phenols im Harn hat Marie Hensel¹⁾ Angaben gemacht. 500 ccm Harn werden nach Mooser²⁾ schwach alkalisch bis auf 100 ccm eingedampft, diese in einen Destillationskolben übergespült und mit 25 ccm Phosphorsäure ($D = 1,7$) unter Nachfüllen von Wasser destilliert, bis die Millon'sche Reaktion im Destillat verschwindet. Das Destillat wird 4-mal mit etwa $\frac{1}{6} - \frac{1}{4}$ seines Volumens Äther ausgeschüttelt, welcher seinerseits durch 5-maliges Ausschütteln mit Natronlauge von jodbindenden Substanzen befreit ist. Die ätherische Lösung schüttelt man zuerst 4-mal mit 4-prozentiger Natriumbikarbonatlösung, welche kein Phenol aufnimmt, dann 4-mal mit etwa normaler Natronlauge aus. Diese nimmt die Phenole auf, wird bis zum Gehalt von entsprechend etwa 20 ccm $\frac{n}{10}$ -Lauge neutralisiert und nach Kossler und Penny³⁾ titriert. Das Verfahren ist auch in kohlehydratreichen Harnen zu empfehlen.

Die Bestimmung von Hippursäure, beziehungsweise Phenazetursäure im Harn lässt sich nach H. Steenbock⁴⁾ in der Weise

1) Zeitschrift f. physiol. Chemie 78, 373.

2) Vergl. diese Zeitschrift 50, 731 (1911).

3) Vergl. diese Zeitschrift 32, 124 (1893).

4) Journ. of Biol. Chem. 11, 201.