

sung von 300 g kristallisiertem Natriumbichromat in 250 g 32% Natronlauge im Druckkessel einige Stunden auf 180° erhitzt. Aus der Reaktionsmasse wird das gebildete Aurin am besten unter Benutzung seiner Löslichkeit in Natronbisulfit gewonnen. Es braucht wohl nicht besonders hervorgehoben zu werden, daß die geschilderte Aurinsynthese in vielen Beziehungen die größte Ähnlichkeiten hat mit derjenigen, der lange bekannten Fuchsin schmelzen, die aus einem Gemenge von 1 Mol. Paratoluidin mit 2 Mol. Anilin bei Gegenwart von Nitrobenzol oder einem anderen Oxydationsmittel hergestellt werden kann.

Offenbach a. M., 5. Januar 1906.

Zur Analyse der Seifen.

Von Dr. W. FAHRION-Höchst a. M.

(Eingeg. d. 17./I. 1905.)

Bei einer gewissen Veranlassung suchte ich nach einer Methode zur raschen Bestimmung des Wassers in Seifen. Manche erhitzen die Seife einfach im Trockenschrank, ev. nach Zusatz von Sand, Alkohol usw., andere verwerfen dieses Verfahren¹⁾. Nach meinen Erfahrungen lassen sich zwar die vollkommen neutralen Salze der Fettsäuren bei etwa 105° ohne jede Veränderung und in scharfer Weise zum konstanten Gewicht bringen, nicht aber die stark sauren oder stark alkalischen. Ob im letzteren Falle durch Abschluß der Luftkohlenensäure²⁾ alle Fehlerquellen beseitigt werden, erscheint mir noch nicht ganz sicher. Das Wasser direkt wegzukochen, wie bei den Fetten³⁾ geht auch nicht, besonders die letzten Anteile werden von der Seife hartnäckig zurück gehalten.

Simand⁴⁾ schlug vor, 5–10 g Seife in einer tairierten Porzellanschale mit 100 g eines zuvor auf 105° erwärmten fetten Öls zu übergießen und unter Umrühren mit einem kleinen, mitgewogenen Thermometer so lange auf dem Drahtnetz auf 105° zu erwärmen, bis keine Dampfblasen mehr entweichen. Diese Methode gibt gute Resultate, indessen habe ich gefunden, daß man das fette Öl zweckmäßig durch Olein (käuflische Ölsäure, Nebenprodukt der Kerzenfabrikation) ersetzt. Letzteres ist ein viel besseres Lösungsmittel für die Seife, der es ohne Zweifel einen Teil des Alkalis entzieht. Bei einiger Übung ist auch das Thermometer entbehrlich, und man kann einfach folgendermaßen verfahren:

In einem offenen Platintiegel werden 2–4 g Seife (etwa 2 g Gesamtfett entsprechend) abgewogen, mit mindestens der dreifachen Menge Olein übergossen und wieder gewogen. Das Olein muß natürlich frei von flüchtigen Bestandteilen sein, zur Sicherheit erhitzt man ein größeres Quantum unter Umrühren einige Zeit auf 120° und bewahrt es in einer gut verschlossenen Flasche auf. Der Tiegel wird mit einer kleinen Bunsenflamme vorsichtig erwärmt, bis das Wasser vollständig entwichen ist,

und die wasserfreie Seife sich im Olein klar gelöst hat. Diesen Moment richtig zu fassen, erfordert allerdings einige Aufmerksamkeit. Man darf nicht zu lange, bzw. zu hoch erhitzen, sonst fallen auch die Resultate etwas zu hoch aus. Dieser Fehler macht sich durch einen unangenehmen, brenzlischen Geruch bemerkbar. Andererseits darf man aber auch nicht zu ängstlich sein und zu frühe mit dem Erhitzen aufhören, weil sonst die Resultate zu niedrig ausfallen. Dieser Fehler dokumentiert sich dadurch, daß das Olein nicht klar ist. Allerdings kann eine Trübung unter Umständen auch durch anorganische Füllmittel veranlaßt sein, sie ist aber alsdann von der durch Wasser bedingten leicht zu unterscheiden.

Naturgemäß darf man von einer derartigen, für die Technik bestimmten Methode nicht verlangen, daß die Resultate auf Hundertelprozente übereinstimmen. Immerhin glaube ich behaupten zu dürfen, daß bei richtigem Arbeiten die Fehlergrenzen innerhalb 0,5% liegen, was für die Zwecke der Praxis genügt. Voraussetzung ist natürlich auch eine richtige Probenahme. Bekanntlich ist diese bei den Seifen einigermaßen schwierig, weil die äußeren Schichten durchweg wasserärmer sind als die inneren. Man nimmt daher Proben von verschiedenen Stellen des Inneren, mischt sie nach ev. Zerkleinerung gut durcheinander und bewahrt die so erhaltene Durchschnittsprobe gut verschlossen auf.

Daß die obige Wasserbestimmungsmethode, trotzdem sie höchstens $\frac{1}{4}$ Stunde Zeit erfordert, richtige Resultate liefert, ließ sich am besten dadurch beweisen, daß der Wassergehalt zusammen mit den übrigen Bestandteilen annähernd 100% liefert. Es wurde daher von einigen Seifen eine vollständige Analyse ausgeführt und hierbei in folgender Weise verfahren.

a) Zur Bestimmung des Gesamtfetts wurden 2–4 g Seife (etwa 2 g Gesamtfett entsprechend) in ungefähr 50 ccm heißen Wassers gelöst, die Lösung in einen Scheidetrichter gespült und nach dem Erkalten mit 10 ccm Normalsalzsäure zersetzt. Diese Zersetzung ist auch in der Kälte eine vollständige, andernfalls müßte man natürlich Normalschwefelsäure verwenden. Hierauf schüttelt man zweimal mit 25 bzw. 15 ccm Petroläther aus. Wenn man nach dem ersten Ausschütteln über Nacht stehen läßt, so bringt das zweite nur eine geringe Vermehrung der Ausbeute, und man begeht keinen allzu großen Fehler, wenn man es unterläßt Arbeitet man aber anstatt mit Petroläther mit Äther, so ist eine zweite Ausschüttelung unbedingt erforderlich. Die überschüssige Salzsäure bleibt vollständig in der wässrigen Lösung. Die vereinigten Auszüge wurden in einer tairierten, außen nicht glasierten Porzellanschale (Fassungsvermögen etwa 80 ccm) auf dem Wasserbad vorsichtig verdunstet, der Rückstand zur Beseitigung von Spuren Wasser mit einigen Tropfen Alkohol versetzt und alsdann auf stark kochendem Wasserbad zum konstanten Gewicht gebracht, das in der Regel nach 2 Stunden erreicht ist.

b) Zur Bestimmung des Gesamtalkalis wurde die bei a) erhaltene wässrige Lösung, nachdem der Scheidetrichter noch mit warmem Wasser nachgespült worden war, mit Phenolphthalein versetzt und mit Normalnatron- oder -kalilauge

1) Vgl. z. B. Shukoff und Nögin, Chem. Revue 1899, 205.

2) Vgl. Braun, diese Z. 1905, 573.

3) Vgl. Fahrion, diese Z. 1891, 174.

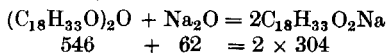
4) Vgl. Benedikt-Ulzer, S. 320.

genau neutralisiert. Die verbrauchten cem ergaben, von 10 abgezogen, die Menge des gesamten, in der Seife enthaltenen Alkalis.

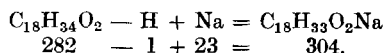
c) Zur Bestimmung des freien Alkalis wird meist Auflösen der Seife in absolutem Alkohol empfohlen. Das Arbeiten mit letzterem bringt aber, besonders bei Kernseifen, große Unbequemlichkeiten mit sich, indem störende Ausscheidungen eintreten, welche besonders das Filtrieren erschweren⁵⁾. Wenn daher, wie bei den von mir untersuchten Seifen, Soda, Borax und Wasserglas nicht vorhanden sind, so ist die Anwendung von 50% Alkohol, welcher die Seifen sehr leicht löst, ohne sie zu dissoziieren⁶⁾, bei weitem vorzuziehen. Man löst, unter Berücksichtigung des aus der Seife stammenden und beim Titrieren hinzukommenden Wassers, 2–4 g Seife in 50 cem 55–60% Alkohols, filtriert von einem etwaigen Rückstand ab und wäscht ihn mit demselben Alkohol aus. Die klare Lösung wird mit Phenolphthalein versetzt. Tritt sofort eine starke Rötung ein, so liegt eine alkalische Seife vor, und das freie Alkali wird mit Zehntelnormalsalzsäure abtitriert. Bleibt die Lösung farblos, so titriert man mit Zehntelnormallauge. Bringen schon der ersten Tropfen eine Rötung hervor, so kann man die Seife ruhig als neutral bezeichnen, andernfalls hat man es mit einer sauren Seife zu tun.

d) Das gebundene Alkali ergibt sich aus der Differenz b–c. Da die Seifenbildung aus Fettsäure und Alkali unter Austritt von Wasser stattfindet, so ist letzteres in Abzug zu bringen. In der Regel bewirkt man dies zur Hälfte bei den Fettsäuren, zur Hälfte beim Alkali, d. h. man führt die ersteren als Anhydride, das letztere als Na₂O bzw. K₂O auf. Bei den Fettsäuren schwankt naturgemäß die Menge des abzuziehenden Hydratwassers mit dem mittleren Molekulargewicht. In der Regel zieht man 3,25% ab, entsprechend dem zwischen Palmitin-, Stearin- und Ölsäure liegenden Molekulargewicht 277. Ich halte es für richtiger, die Fettsäuren als solche anzugeben und den gesamten Abzug beim Alkali zu machen, gemäß folgender Überlegung.

Die seitherige Umrechnung beruht auf der alten dualistischen Theorie, welche die Salze als Additionsprodukte von Metalloxyd und Säureanhydrid auffaßte, z. B. beim ölsäuren Natrium:



Die neue Rechnung dagegen fußt auf der Substitutionstheorie: ölsäures Natrium entsteht dadurch, daß in der Ölsäure ein Wasserstoffatom durch Natrium ersetzt wird:



Zieht man Na–H zu dem (rein rechnerischen) Begriff Na–Rest zusammen, so ergibt sich dessen Verbindungsgewicht zu 22, dasjenige des analogen K–Restes ist 38. Das freie Alkali dagegen ist natürlich als NaOH bzw. KOH aufzuführen.

e) Zur Bestimmung des mittleren Molekulargewichts der Fettsäuren

⁵⁾ Späth, diese Z. 1896, 5, umgeht diese Schwierigkeit dadurch, daß er die Seife im Soxhlet-Apparat mit absolutem Alkohol extrahiert.

⁶⁾ Vgl. Kanitz, Berl. Berichte 1903, 400.

löst man das unter a erhaltene Gesamtfett in 25 cem Alkohol und neutralisiert genau mit Normallauge. Eine einfache Division ergibt alsdann das Gewünschte, vorausgesetzt, daß nicht größere Mengen von Unverseifbarem oder (unverseiftem) Neutralfett vorhanden sind. Zu ihrer Beseitigung verdünnt man die obige neutrale alkoholische Lösung mit Wasser, bis sie nur noch 50% Alkohol enthält, und schüttelt sie in bekannter Weise dreimal mit Petroläther aus. Das so erhaltene Gewicht ist vom ursprünglichen abzuziehen. Man kann aber auch die reinen Fettsäuren isolieren durch Verjagen des Alkohols und Ausschütteln der wässrigen Seifenlösung mit Salzsäure und Petroläther. Will man schließlich noch den Schmelzpunkt und die Jodzahl der Fettsäuren bestimmen, so wägt man sich die hierzu nötigen Mengen von den Gesamtfettsäuren ab und benutzt den Rest zur Molekulargewichtsbestimmung. Zu Kontrollebestimmungen kann die neutrale Seifenlösung benutzt werden, wie sie bei Bestimmung des freien Alkalis resultiert (siehe unter c).

Zunächst wurde eine Olivenölkernseife untersucht, welche bei der Wasserbestimmung 19,4, 19,7, 19,7, 19,8, im Mittel 19,7% ergeben hatte. Bei den beiden ersten Versuchen wurde mit Petroläther, beim dritten mit Äther ausgeschüttelt:

	I	II	III
Wasser	19,7%	19,7%	19,7%
Gesamtfett	72,1%	72,6%	72,5%
Gesamtalkali (Na-Rest)	5,70%	5,75%	5,75%
Summe	97,5%	98,05%	97,95%

Zum Neutralisieren der Fettsäuren verbraucht:

Na-Rest	5,52%	5,59%	5,56%
Mittleres Mol. Gew. der Fettsäuren	287,4	286,2	286,7
Jodzahl der Fettsäuren	80,5	—	—

Gegenüber den Literaturangaben ist das mittlere Molekulargewicht der Fettsäuren etwas zu hoch, die Jodzahl etwas zu niedrig. Da aber die Fettsäuren im freien Zustand ganz allgemein die Neigung zeigen, ihr Molekulargewicht zu erhöhen und ihre Jodzahl zu erniedrigen⁷⁾, da ferner der charakteristische Geruch des Olivenöls auch der Seife noch anhaftete, so ist nicht daran zu zweifeln, daß in der Tat eine Olivenölkernseife vorlag.

Wie man sieht, ergibt die Summe der Einzelbestandteile durchweg ein Manko von etwa 2%. Die Ursache desselben ist aber nicht etwa die, daß die Wasserbestimmung zu niedrige Resultate liefert, sondern die, daß die Seife flüchtige, bzw. wasserlösliche Fettsäuren enthält, welche sich der Bestimmung entziehen, indem die ersteren beim Eindunsteten der Petroläther- bzw. Ätherlösung verschwinden, die letzteren in der salzsauren wässrigen Lösung zurückbleiben. Daß das Olivenöl eine geringe Menge flüchtiger Fettsäuren enthält, ist bekannt, es werden in der Literatur Reichert-Meißl-Zahlen von 0,3 bis 0,6 angegeben. Die wasserlöslichen Säuren gehen beim Rücktitrieren der salzsauren Lösung wiederum in die Natronsalze über, wenn also die neutrale Lösung eingedampft wird, so muß sich ein

⁷⁾ Vgl. Fahrion, diese Z. 1903, 76.

Übergewicht über die für 10 cem Normalsalzsäure berechnete Menge Chlornatrium, d. h. über 0,5805 g (nach den neuesten Atomgewichten⁸⁾, $H=1$) ergeben. In der Tat war dies regelmäßig der Fall. Das Übergewicht kann natürlich nicht ohne weiteres als Seife angesprochen werden, weil zur Herstellung der letzteren kein reines Ätznatron angewendet wurde. Daß aber Seife vorhanden war, zeigte die beim Erhitzen des (bei 105° getrockneten) Rückstandes eintretende Schwärzung, sowie die deutlich alkalische Reaktion des Glührückstandes. Der Glühverlust betrug 0,5—0,8% der Seife. Er ist natürlich geringer als die Menge der löslichen Fettsäure, da ein Teil der letzteren in Form von Kohlensäure zurückbleibt.

Daß die zum Neutralisieren der Fettsäuren verbrauchte Alkalimenge stets niedriger war als diejenige des Gesamtalkalis, trotzdem die Seife keine Spur freien Alkalis, sondern im Gegenteil eine geringe Menge freier Fettsäuren enthielt, kann nicht durch die wasserlöslichen Fettsäuren verursacht sein, wie eine einfache Überlegung zeigt. Diese Fettsäuren werden zwar zunächst durch die Normalsalzsäure frei gemacht, dann aber durch die äquivalente Menge Normallauge wieder neutralisiert. Ihr Neutralisationsäquivalent kommt daher in dem, was als „Gesamtalkali“ bestimmt wird, gar nicht zum Ausdruck, sondern letzteres wird um den betreffenden, allerdings sehr geringen Betrag zu niedrig gefunden. Die Differenz von annähernd 0,2% Na-Rest kann vielmehr nur veranlaßt sein einerseits durch den Aciditätsverlust, welchen die freien Fettsäuren beim Erwärmen erleiden⁷⁾, andererseits durch flüchtige Fettsäuren, welche wohl in die Petroläther- bzw. Ätherlösung übergehen, aber beim Erwärmen des Verdunstungsrückstandes verschwinden und daher beim späteren Neutralisieren nicht mehr zugegen sind. Daß derartige Fettsäuren auch bei der Wasserbestimmung (s. o.) verschwinden, ist nicht anzunehmen, weil ihr Molekulargewicht niedriger ist als dasjenige der Ölsäure, und weil daher ihre Alkalisalze durch Ölsäure nicht oder nur in geringem Maße zersetzt werden. Wohl aber müssen sie ebenfalls in Verlust geraten, wenn die Gesamtfettsäuren nicht durch Ausschütteln, sondern gemäß der H e h n e r s c h e n Vorschrift durch Filtration von der wässrigen Lösung getrennt und nachher bei 100° getrocknet werden.

Es blieb daher nur zu untersuchen, ob auch bei der H e h n e r s c h e n Methode die wässrige Lösung Fettsäuren zurück hält. Dies ist nun in der Tat der Fall und zwar in wesentlich höherem Grade als beim Ausschütteln. Etwa 3 g Seife wurden in Wasser gelöst, die Lösung mit Salzsäure zersetzt, zu 103 cem aufgefüllt und zweimal durch ein doppeltes Filter gegossen. Von dem vollständig klaren Filtrat wurden 50 cem neutralisiert und eingedampft, der Rückstand bei 105° getrocknet und geglüht. Es trat starke Schwärzung ein, der Glührückstand reagierte stark alkalisch, und der Glühverlust betrug gegen 2% der Seife.

Die bei der Analyse der Olivenölkernseife erhaltenen Resultate sprechen somit für die Brauchbarkeit meiner Wasserbestimmungsmethode und gegen die sowohl von B e n e d i k t - U l z e r als von

L e w k o w i t s c h empfohlene indirekte Bestimmung des Wassers als Differenz zu 100%, nachdem die übrigen Bestandteile, d. h. im vorliegenden Fall Gesamtfett und Gesamtalkali, bestimmt sind. Diese indirekte Methode wird in den meisten Fällen zu hohe Resultate geben.

Als zweite wurde eine b r a u n e T o i l e t t e - s e i f e untersucht. Die Wasserbestimmung ergab 7,5, 7,6, 7,8, 8,0, 8,0, 8,0, im Mittel 7,7%. In 50%-igem Alkohol war die Seife nicht vollkommen löslich, sondern hinterließ 3,3% Rückstand (bei 105° getrocknet). Sowohl die Lösung als der Rückstand waren aber vollkommen neutral. Ein noch beträchtlicherer Rückstand, nämlich 4,3% wurde erhalten, als die Seife mit warmem absoluten Alkohol behandelt wurde. Davon waren 2,9% organischer Natur (Farbstoff usw.), 1,4% Mineralstoffe (Ton). Der beim Filtrieren der wässrigen Lösung erhaltene Rückstand betrug nur 2,1%, davon wiederum 1,4% Asche. Die Fettsäuren waren auch durch vielstündiges Erwärmen auf dem Wasserbad nicht zum konstanten Gewicht zu bringen, was darauf hinweist, daß zur Herstellung der Seife auch K o k o s f e t t oder P a l m k e r n ö l verwendet wurde. Sie wurden daher nach dreistündigem Erwärmen, wodurch der Petroläther sicher, aber natürlich auch ein Teil der flüchtigen Fettsäuren entfernt wurde, gewogen. Beim ersten Versuch wurde die angesäuerte wässrige Seifenlösung mit Äther ausgeschüttelt, beim zweiten die neutrale, wässrig-alkoholische Seifenlösung zunächst durch wiederholtes Ausschütteln mit Petroläther vom Unverseifbaren, dann durch Eindampfen vom Alkohol befreit. Der Rückstand wurde in Wasser gelöst und aus dieser Lösung durch Schütteln mit Normalsalzsäure und Petroläther die Fettsäuren isoliert.

Folgende Resultate wurden erhalten.

	I	II
Wasser	7,7 %	7,7 %
Unlösliches	4,3 „	4,3 „
Gesamtfett	76,7 „	
Gesamtalkali (Na-Rest)	7,02 „	6,95 „
Unverseifbares		0,7 „
Fettsäuren		75,6 „
Oxysäuren		0,9 „
Summe	95,72%	96,15%

Zum Neutralisieren der Fettsäuren verbraucht: Na-Rest	6,44%	—
Mittleres Mol. Gew. der Fettsäuren	263,6	259,7
Jodzahl der Fettsäuren	—	45,8
Schmelzpunkt der Fettsäuren	—	36°

Dem gegenüber der Olivenölkernseife größeren Manko entspricht auch eine größere Differenz zwischen der Menge des Gesamtalkalis und der zur Neutralisation der nichtflüchtigen Fettsäuren verbrauchten Alkalimenge. Die Kochsalzlösung ergab beim Eindampfen und Glühen des bei 105° getrockneten Rückstandes einen Verlust von über 2%, doch ist zu berücksichtigen, daß sie auch anderweitige organische Substanzen enthält.

Schließlich wurde auch noch eine dem Kleinhandel entnommene S c h m i e r s e i f e untersucht. Für den Wassergehalt wurden 46,7, 46,9, 47,0, 47,4, im Mittel 47,0% gefunden. Daß die größte Differenz hier 0,5% übersteigt, dürfte dem

⁸⁾ Diese Z. 1905, 863.

Umstand zuzuschreiben sein, daß bei derartig hohen Gehalten ein Wasserverlust während der Abwägens nicht ganz zu vermeiden ist. Die Seife war, wie alle Schmierseifen, stark alkalisch. Die Fettsäuren ließen sich in normaler Weise zum konstanten Gewicht bringen, waren aber dunkel gefärbt und erwiesen sich als in Petroläther teilweise unlöslich. Der Glyceringehalt⁹⁾ wurde aus dem gebundenen Alkali berechnet. Die Analyse ergab

Wasser	47,0 %
Freies Alkali ¹⁰⁾ (KOH)	1,74 „
Gebundenes Alkali (K-Rest)	6,76 „
Unverseifbares	0,8 „
Fettsäuren (in Petroläther löslich)	30,3 „
Oxysäuren (in Petroläther unlöslich)	8,5 „
	95,10%

Oxysäuren II (aus der wässrigen Lösung ¹¹⁾)	0,7 %
Glycerin	2,25 „
	98,05%

Mittleres Mol. Gew. der petrolätherlöslichen Säuren	286,5%
Jodzahl der petrolätherlöslichen Säuren	131,0 „

Die beiden letzteren Zahlen machen es wahrscheinlich, daß die Schmierseife ganz oder zum größten Teil aus *Leinöl*, das in den letzten Jahren sehr billig war, ersotten wurde. Ob die beträchtliche Oxydation desselben vor, während oder nach der Verseifung stattfand, mag einstweilen dahingestellt bleiben. Bekanntlich entstehen bei dieser Oxydation auch flüchtige Fettsäuren mit niedrigem Molekulargewicht, so daß auch hier das Manko von etwa 2% erklärlich wird.

Referate.

1. 3. Pharmazeutische Chemie.

Hermann Schelenz. Über den Nutzen und die Notwendigkeit des Unterrichts in Geschichte der Pharmazie und Chemie an den Hochschulen. (Vortr., geh. b. d. Congrès des chimistes et pharmaciens in der Salle académique der Universität in Lüttich [27.—30./7. 1905]. Sonderabdr. a. d. „Südd. Apoth.-Ztg.“ Jahrg. 45, Nr. 70 u. 71. Stuttgart).

Der verdiente Verf. seiner recht gut aufgenommenen „Gesch. d. Pharmazie“, Berlin 1904, gibt ein Bild von der Zweckmäßigkeit des geschichtlichen Unterrichts in den genannten Wissenszweigen in einleuchtender und schöner Form. Der Vielseitigkeit des Gegenstandes wird mit Berücksichtigung der jüngsten Forschungsergebnisse in ansprechender Weise Sorge getragen, so daß eine weite Verbreitung dieser Schelenz'schen Ausführungen in chemischen und pharmazeutischen Kreisen zu wünschen ist. Vereinzelte Angaben, wie von der „Pasteurisierung“ Apperts im Jahre 1804, kann der Ref. nicht unterschreiben. *Paul Diergart.*

K. Rumpf. Verwendbarkeit farbloser rauchender Salpetersäure an Stelle der Acid. nitr. fumans des D. A.—B. IV. (Pharm.-Ztg. 50, 640—641. 2./8. 1905. Darmstadt.)

Verf. teilt mit, daß an Stelle von Acid. nitr. fumans D. A.—B. IV vielfach farblose rauchende Salpetersäure an Apotheker geliefert und von diesen wegen ihres abweichenden Aussehens beanstandet wird. Die vergleichenden Versuche zwischen mit Spuren von Schwefel- und Salzsäure behafteter Acid. nitr. fumans D. A.—B. IV. D.¹⁵ 1,488 und vollständig salz- und schwefelsäurefreier, farblos er, rauchender Salpetersäure D.¹⁵ 1,525 zeigen, daß die Reaktionen übereinstimmend verlaufen, und beide Säuren sich gegenseitig bei Prüfungen nach dem D. A.—B. IV. vertreten können. *Fritzsche.*

⁹⁾ Bekanntlich werden die Schmierseifen nicht ausgesalzen und enthalten daher das gesamte Glycerin des verseiften Fetts.

¹⁰⁾ Der Gehalt an Alkalicarbonat wurde nicht berücksichtigt.

E. Rupp. Über eine Gehaltsbestimmung des officinellen Quecksilbercyanids. (Ar. d. Pharmacie 243, 468—469. 19./9. [25./7.] 1905. Marburg.)

In noch einfacherer Weise als derjenigen¹⁾, wonach die Bestimmung von HgCy_2 auf der Berechnung des Mittelwertes der beiden Direkttitrationen: „ $\text{J} + \text{NaHCO}_3 + \text{HgJ}_2$ und $\text{HgCy}_2 + \text{NaHCO}_3 + \text{J}^-$ “ beruht, läßt sich der Wirkungswert des officinellen Quecksilbercyanids durch Oxydation des Cyanions zum Cyansäureion mit alkalischer Jodlösung feststellen. Berechnung: $4\text{J} + 4\text{NaOH} = 2\text{NaJO} + 2\text{NaJ}$; $\text{HgCy}_2 + 2\text{NaJO} = \text{Na}_2\text{HgJ}_2 + 2\text{NaCyO}$; HgCy_2 äqu. 4J . — Zur praktischen Bestimmung werden 10 ccm einer 1%igen wässrigen Lösung dieses Präparates mit etwas Wasser und 10—20 ccm $\frac{1}{10}$ -n. KOH in einem 200 ccm-Stöpselglase vermischt. Nach Zugabe von 25 ccm $\frac{1}{10}$ -n. Jodlösung läßt man das Titrationsgemisch ca. 2 Stunden bei gewöhnlicher Temperatur oder 20—30 Minuten auf dem Wasserbade stehen. Danach ist die Flüssigkeit auf 100 ccm mit Wasser zu verdünnen, mit verdünnter Salzsäure, 10—20 ccm, anzusäuern und schließlich das ausgeschiedene Jod mit oder ohne Stärke zurückzutitrieren. *Fritzsche.*

L. F. Kebler. Die Organisation und Tätigkeit des Drogenlaboratoriums. (Transactions Am. Pharm. Association, Atlantic City, nach Am. Journ. Pharm. 77, 491—492. 4.—9./9. 1905.)

Gemäß dem Gesetz vom 30. Juni 1902, welches den Ackerbausektreär der Vereinigten Staaten ernächtigt, die Verfälschung von Drogen in der Union zu untersuchen, ist ein besonderes „Drug Laboratory“ eingerichtet worden, das seine Tätigkeit am 1. März 1903 begonnen hat. An der Spitze steht ein Chef, dem zurzeit 3 chemische Assistenten und 1 Stenograph zur Seite stehen. Die Tätigkeit erstreckt sich gegenwärtig auf folgende Untersuchungen: 1. Prüfung chemischer Reagenzien, welche für das Bureau of Chemistry angekauft werden; 2. Analysierung von Pflanzendrogen, womit das Studium analytischer Methoden und des Einflusses der Zeit auf die

¹¹⁾ Vgl. Fahrion, diese Z. 1902, 1262.

¹⁾ Ar. d. Pharmacie 441, 328.