

Chemische Beurteilung und Wertbestimmung der Arsenobenzole.

Entgegnung von A. Kircher und F. v. Ruppert,
Pharmazeutisches Untersuchungs-Laboratorium der
I. G. Farbenindustrie A.-G., Werk Höchst a. M.

Aus dem Versammlungsbericht in Nr. 41 der Ztschr. angew. Chem., Jahrgang 40, Seite 1154, ersehen wir, daß J. Thomann, Bern, u. a. die Zuverlässigkeit der von uns angegebenen Arsenbestimmungsmethode für die Salvarsane¹⁾ anzweifelt. Thomann behauptet nämlich, daß bei der genannten Methode, welche „allerdings noch“ bei der staatlichen Prüfung der Salvarsanpräparate in Deutschland angewendet werde, das Wegkochen der schwefligen Säure zu Verlusten an Arsen führen könne. Er bevorzugt die etwas modifizierte Methode von R. Stollé und O. Fechtig²⁾.

Wir teilten bereits im Jahre 1923 als Entgegnung auf die Ausführungen von Stollé und Fechtig³⁾ unter näheren Angaben über unsere diesbezüglichen Versuche⁴⁾ mit, daß das Arbeiten nach unserem Verfahren, auch wenn ein ungewöhnlich hoher Halogengehalt des Materials vorliegt, bei genauer Einhaltung der gegebenen Vorschrift keine Unterwerte an Arsen zur Folge hat. Da Einwände gegen unsere Befunde nicht gemacht wurden, so sind wir wohl berechtigt, anzunehmen, daß Stollé und Fechtig zu ähnlichen Ergebnissen gelangten.

Danach erübrigt sich eigentlich ein Eingehen auf den Vorwurf Thomanns.

In der Absicht jedoch, weiteres Beweismaterial für die Zuverlässigkeit unserer Methode zu erbringen und eine vergleichende Prüfung auf das Arsenbestimmungsverfahren von F. De Myttenaere⁵⁾ auszudehnen, ermittelten wir zunächst in einer Mischung von 25 Op. Neosalvarsan nach den genannten drei Methoden den Arsengehalt:

I. Methode De Myttenaere.

0,2743 g	verbrauchten	13,88 ccm	0,1 n-Jod	— 18,96 v. H. As.
0,1966 g	„	10,00 ccm	„	— 19,07 v. H. As.
0,2270 g	„	11,62 ccm	„	— 19,17 v. H. As.
im Mittel: 19,07 v. H. As.				

II. Modifizierte Methode Stollé-Fechtig.

0,2358 g	verbrauchten	12,00 ccm	0,1 n-Thios.	— 19,08 v. H. As.
0,2027 g	„	10,37 ccm	„	— 19,16 v. H. As.
0,1740 g	„	8,92 ccm	„	— 19,21 v. H. As.
im Mittel: 19,15 v. H. As.				

¹⁾ Ber. Dtsch. pharmaz. Ges. 1920, H. 8. — Arch. Pharmaz. Ges. 262, 613 [1924].

²⁾ Ztschr. angew. Chem. 40, 1154 [1927].

³⁾ Ber. Dtsch. pharmaz. Ges. 1923, H. 1.

⁴⁾ Ber. Dtsch. pharmaz. Ges. 1923, H. 6/7.

⁵⁾ Journ. pharmac. Belg. 1923, No. 22.

III. Methode Kircher-v. Ruppert.

0,1993 g	verbrauchten	10,20 ccm	0,1 n-Bromat	— 19,18 v. H. As.
0,2265 g	„	11,63 ccm	„	— 19,25 v. H. As.
0,2105 g	„	10,83 ccm	„	— 19,28 v. H. As.
im Mittel: 19,23 v. H. As.				

Die Unterschiede in den Ergebnissen der drei Methoden sind praktisch belanglos. Jedenfalls liefert die Methode III. keine Unterwerte.

Ferner wurde eine Mischung aus arseniger Säure und Milchsücker, deren direkt bromometrisch ermittelter Arsengehalt — 18,70 v. H. mit dem berechneten übereinstimmt, unter Zugabe von je 1 g Chlornatrium, also bei ungewöhnlich hoher Chlorionenkonzentration nach Methode III. behandelt.

0,2078 g	verbrauchten	10,42 ccm	0,1 n-Bromat	— 18,78 v. H. As.
0,2260 g	„	11,25 ccm	„	— 18,65 v. H. As.
im Mittel: 18,71 v. H. As.				

Durch Nachprüfung unserer Ausführungen wird sich Herr J. Thomann überzeugen können, daß die Methode III. bei der Bestimmung des Arsengehaltes der Salvarsane, z. B. des Neosalvarsans zu exakten Ergebnissen führt. In der Zuverlässigkeit steht die Methode Kircher-v. Ruppert den anderen nicht nach; sie ist zur Ausführung von Serienbestimmungen der Salvarsane, wie sie hier fortlaufend zu erledigen sind, ganz besonders geeignet, da bei ihr die Mineralisierung des Materials keine ständige Beobachtung erfordert.

Nachtrag.

Zu vorstehender Entgegnung der Herren Kircher und v. Ruppert möchte ich mir zu bemerken erlauben, daß meines Wissens Stollé und Fechtig den Einwand, den sie gegen die Methode Kircher und v. Ruppert seinerzeit erwähnten¹⁾ und der mir als berechtigt erschien, nicht widerrufen haben. Diese Angaben und eigene Beobachtung haben mich zu der oben erwähnten Behauptung veranlaßt. Die Entgegnung der Herren Kircher und v. Ruppert auf die Ausführungen von Stollé und Fechtig²⁾ war mir nicht bekannt. Die oben von Kircher und v. Ruppert angeführten neueren Untersuchungen und deren Resultate werden mich aber zu erneuter Nachprüfung veranlassen; sie sind derart, daß man die Zuverlässigkeit der Methode nicht anzweifeln kann. Thomann.

¹⁾ Ber. pharm. Ges. 1923, Heft 1.

²⁾ Ebenda 1923, Heft 6/7.

Versammlungsberichte.

Wissenschaftliche Zentralstelle für Öl- und
Fettforschung e. V.
(Wizöff)

und deutsche Kommission zur Schaffung einheitlicher Untersuchungsmethoden für die
Fettindustrie.

(Fettanalysen-Kommission.)

In der Generalversammlung, die am 12. Dezember 1927 in Berlin stattfand und von 21 Fachvertretern besucht war, erstattete der 1. Vorsitzende, Prof. Dr. Franck, Bericht über das Geschäftsjahr 1926/27¹⁾. Er begründete den ausnahmsweise späten Termin der Generalversammlung mit der Fertigstellung des Buches „Einheitliche Untersuchungsmethoden für die Fettindustrie, 1. Teil“²⁾, mit der die wissenschaftliche Tätigkeit

¹⁾ D. i. die Zeit vom 1. April 1926 bis 31. März 1927. — Vollständiges Presseprotokoll vgl. Allg. Öl- u. Fett-Ztg. 1928, Heft 2; Chem. Umschau 1928, Heft 1; Seifensieder-Ztg. 1928, Heft 3.

²⁾ Stuttgart 1927, Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft. — Dieser 1. Teil enthält: Untersuchung der Ölfrüchte und -saaten, Rohfette; Kennzahlen; Untersuchung der Seifen, des Glycerins.

der Wizöff im Berichtsjahr und noch im anschließenden Halbjahr vornehmlich ausgefüllt war. Zu gleicher Zeit wurde allerdings mit den Vorarbeiten für den 2. Teil des Methodenbuches begonnen, der die Untersuchung der Speisefette, gehärteten Fette, Wachse, Türkischrothöle usw. umfassen soll.

Da die bevorstehenden Aufgaben der Prüfmethode-Normung voraussichtlich erhebliche Mittel erfordern werden, dürfte der im Kassenbericht ausgewiesene Vermögensstand von 7108 M. am 31. März 1927 kaum größere Bewegungsfreiheit für andere Zwecke (z. B. Stipendienverleihung) gestatten. Obwohl Prof. Franck im jetzigen Geschäftsjahr durch radikale Einschränkung der Bürounkosten und einigen Gewinn bei der Buchherausgabe ein merkbares Gleichgewicht des Kassenbestandes erzielen konnte, hielt die Versammlung es für zweckmäßig, an Hand des Buches bei der interessierten Industrie um Mittel für die Weiterführung der Normungsarbeiten und sonstigen Wizöffbestrebungen zu werben.

Trotz der finanziellen Behinderung beschloß die Generalversammlung, die hervorragenden rhodanometrischen Forschungen des Jenaer Prof. Dr. Kaufmann mit einem einmaligen Stipendium in Form eines „Wizöffpreises für die Förderung der Fettchemie“ auszuzeichnen; dieser Preis wurde hierbei zum ersten Male verliehen³⁾. In der

³⁾ Vgl. Ztschr. angew. Chem. 41, 37 [1928].