

Stehen darf sich keine gefärbte Zone bilden.

\* Auflösen von 0,5 g Zinksulfat in 9,5 g Wasser und Zusatz von Silbernitratlösung. Es darf keine Trübung entstehen.

\* Schütteln von 2 g Zinksulfat mit 10 ccm Weingeist, Filtrieren nach 10 Minuten, Verdünnen des Filtrats mit 10 ccm Wasser und Eintauchen von blauem Lackmuspapier. Es darf nicht verändert werden.

Zinkchlorid durch eine weiße Trübung.

Freie Schwefelsäure durch eine Rötung des Lackmuspapiers.

**Aufbewahrung:** vorsichtig.

## Anhang.

### Prüfung einiger Spirituspräparate auf acetonhaltigen Holzgeist.

(Durch Ministerialerlaß vom 20. Juni 1905 wurde für Preußen die Prüfung der branntweinhaltigen Arzneimittel auf einen etwaigen Gehalt an Holzgeist bezw. Aceton angeordnet.)

Folgende officinelle Spirituspräparate und Tinkturen kommen zuweilen mit acetonhaltigem Holzgeist bereitet in den Handel und sind folgendermaßen darauf zu prüfen:

Spiritus Angelic. compos.,	Tinctura Aloes,
" camphoratus,	" Arnicae,
" Cochleariae,	" Benzoës,
" Formicarum,	" Cantharidum,
" saponato-camphorat.,	" Capsici,
" saponatus,	" Catechu,
" Sinapis.	" Myrrhae,
	" Jodi.

Letztere ist vor der Prüfung durch Zusatz von 5 ccm Wasser und 2 g fein zerriebenes Natriumthiosulfat zu 10 ccm Tinktur und darauffolgendes Schütteln zu entfärben.

Zur Prüfung auf Aceton bringt man 5 ccm der zu untersuchenden Flüssigkeit in ein 50 ccm fassendes Kölbchen, welches mit einem aufsteigenden, zweimal rechtwinklig gebogenen, ungefähr 75 cm langen Glasrohre und einer Vorlage verbunden ist, und destilliert 1 ccm ab. Das Destillat wird mit der gleichen Menge Natronlauge alkalisch gemacht und das Gemisch mit 5 Tropfen einer Lösung von  $2\frac{1}{2}$  Teilen Nitroprussidnatrium in 100 Teilen Wasser versetzt. Bei Gegenwart von Aceton tritt eine Rötung bis Rotfärbung ein, die nach vorsichtigem Übersättigen der Natronlauge mit Essigsäure in violett übergeht. Ist kein Aceton zugegen, so färbt sich die Flüssigkeit rein gelb, und diese Farbe verschwindet auf Zusatz von Essigsäure wieder. Spiritus, Spiritus aethereus, Spiritus Angelic. comp., Spiritus camphoratus und Spiritus Formicarum lassen sich ohne vorhergehende Destillation auf Aceton prüfen.

Um neben Aceton auf Holzgeist zu prüfen, destilliert man von 10 ccm der Flüssigkeit 1 ccm ab, und vermischt das Destillat mit 4 ccm verdünnter Schwefelsäure in einem weiten Reagensglase. Letzteres wird in kaltem Wasser gut abgekühlt, und dann nach und nach unter starkem Umschütteln 1 g fein zerriebenes Kaliumpermanganat eingetragen. Sobald die Violettfärbung verschwunden, wird die Flüssigkeit durch ein kleines, nicht angefeuchtetes Filter in ein Reagensglas filtriert, gelinde erwärmt, und dann 1 ccm des nun farblosen Filtrats mit 5 ccm konzentrierter Schwefelsäure gemischt. Dem abgekühlten Gemenge wird eine frisch bereitete Lösung von 0,05 g Morphinhydrochlorid in 2,5 ccm konzentrierter Schwefelsäure beigemischt und durch vorsichtiges Umrühren mit einem Glasstabe vermischt.

Bei Gegenwart von Holzgeist tritt spätestens innerhalb 30 Minuten eine violette bis dunkelviolette Färbung ein. Ist kein Holzgeist zugegen, so entsteht nur eine schmutzige Trübung.

## Prüfung imprägnierter Verbandstoffe.

### Bestimmung von Sublimat in Verbandstoffen.

5 g des zu untersuchenden Verbandstoffes bringe man in einen mit Glasstopfen versehenen Erlenmeyerschen Glaskolben, übergieße mit Wasser, so daß der Verbandstoff damit durchtränkt und bedeckt ist. Hierauf setze man unter Umschwenken 10 ccm eines Gemisches gleicher Teile Formaldehyd und Natronlauge zu,

erwärme etwa  $\frac{1}{4}$  Stunde im Wasserbade, füge nach dem Erkalten 5 ccm Eisessig zu und 5 ccm  $\frac{1}{10}$  Normaljodlösung, verschließe den Kolben und lasse einige Zeit stehen, indem man den Kolben öfters umschüttelt. Man titriere dann nach Zusatz von Stärkelösung den Überschuß von Jod mit  $\frac{1}{10}$  Normal-Natriumthiosulfatlösung. Gegen das Ende der Titration schüttele man den verschlossenen Glaskolben nach jedesmaligem Zusatz der Thiosulfatlösung kräftig um. 1 ccm der  $\frac{1}{10}$  Normal-Natriumthiosulfatlösung entspricht 0,01355 g Quecksilberchlorid.

Gewichtsanalytisch bestimmt man den Sublimat folgendermaßen:

Sublimatwatte: 20 g Sublimatwatte bringe man in ein Becherglas und übergieße sie mit 500 ccm einer etwa 1 Prozent haltigen Natriumchloridlösung. Durch Kneten mittels eines Glasstabes lauge man die Watte vollkommen aus, worauf man 250 ccm dieser Lösung in ein Becherglas bringt, mit Salzsäure ansäuert und 50 bis 100 ccm frisches Schwefelwasserstoffwasser hinzusetzt. Das nach einiger Zeit abgeschiedene Quecksilbersulfid sammle man auf einen bei  $100^{\circ}$  getrockneten und gewogenen Filter, wasche mit schwefelwasserstoffhaltigem Wasser aus und trockne es.

Das getrocknete Filter übergieße man mit einigen ccm Schwefelkohlenstoff, trockne wiederum und wiege. Die Menge des gefundenen Quecksilbersulfids multipliziere man mit 2 und das Produkt mit 1,168 und erhält so die Menge Quecksilberchlorid, welche in der untersuchten Menge Watte enthalten ist. Diese Zahl mit 5 multipliziert gibt den Prozentgehalt an.

Sublimatgaze. 1 m Gaze behandle man auf gleiche Weise wie bei Sublimatwatte angegeben und berechne ebenso den Gehalt an Sublimat, welcher in 1 m Gaze enthalten ist.

### Bestimmung der Borsäure.

Borsäurewatte. 5 g der Watte bringe man in ein Becherglas mit 200 ccm einer 20prozentigen Glycerinlösung zusammen und lauge dieselbe durch Kneten mit einem Glasstabe vollkommen aus. 100 ccm dieser Lösung bringe man in ein Becherglas, füge einige Tropfen Phenolphthaleinlösung hinzu und dann so viel  $\frac{1}{10}$  Normal-Natronlauge, bis Rötung erfolgt.

1 ccm  $\frac{1}{10}$  Normal-Natronlauge entspricht 0,0062 g Borsäure. Die gefundene Menge verdoppelt gibt die Menge Borsäure an, welche in der untersuchten Menge Borsäurewatte enthalten ist.

Borsäuregaze.  $\frac{1}{4}$  m Gaze bringe man in ein Becherglas und behandle sie genau so, wie oben bei Borsäurewatte angegeben. Die 8fache Menge der gefundenen Borsäure gibt die Menge an, welche 1 m Borsäuregaze enthält.

### Bestimmung der Karbolsäure.

Karbolsäurewatte. 5 g der Watte bringe man in ein Becherglas mit einer Mischung von 5 ccm Natronlauge und 245 ccm Wasser zusammen und lauge sie durch Kneten mit einem Glasstabe vollkommen aus.

25 ccm dieser Flüssigkeit bringe man in ein etwa 300 ccm fassendes Glasstopfenglas und füge je 50 ccm Kaliumbromatlösung (1,667 g Kaliumbromat im Liter) und Kaliumbromidlösung (5,94 g Kaliumbromid im Liter) sowie 5 ccm konzentrierter Schwefelsäure hinzu. Nach viertelstündigem Stehen wird die gelbe bis bräunliche Flüssigkeit mit 1 g Kaliumjodid versetzt und das freie Jod nach Zusatz von Stärkelösung mit  $\frac{1}{10}$  Normal-Natriumthiosulfatlösung titriert.

Die verbrauchten ccm Thiosulfatlösung werden von 30 ccm (die Menge, welche man ohne Vorhandensein von Karbolsäure zum Titrieren des frei gemachten Jods verbrauchen würde) in Abzug gebraucht und der Rest mit 0,00156 multipliziert. Das Produkt mit 10 multipliziert gibt die Menge Karbolsäure an, die in der untersuchten Karbolwatte enthalten war. Diese Menge mit 20 multipliziert gibt den Prozentgehalt an.

Karbolgaze.  $\frac{1}{4}$  m Gaze wird auf gleiche Weise wie oben bei Karbolwatte angegeben behandelt und der Gehalt an Karbolsäure ebenso berechnet. Die gefundene Menge Karbolsäure mit 4 multipliziert gibt den Karbolsäuregehalt von 1 m Karbolgaze an.

### Bestimmung der Salicylsäure.

Salicylsäurewatte. 10 g der Watte übergieße man in einem Becherglase mit 200 ccm Weingeist und knete mit einem Glasstabe gut durcheinander. 100 ccm der weingeistigen Lösung verdünne man mit Wasser, setze Lackmustinktur hinzu und titriere mit  $\frac{1}{10}$  Normal-Natronlauge bis zur Blaufärbung. 1 ccm  $\frac{1}{10}$  Normal-Natronlauge entspricht 0,0138 g Salicylsäure. Die gefundene Menge Salicylsäure verdoppele man; man erhält so die Menge

Salicylsäure, welche in der untersuchten Menge Watte enthalten ist. Diese Menge mit 10 multipliziert gibt den Prozentgehalt an.

Salicylsäuregaze.  $\frac{1}{4}$  m Gaze behandle man in der ganz gleichen Weise wie die Salicylsäurewatte und berechne ebenso die Salicylsäure. Diese Menge mit 4 multipliziert gibt den Salicylsäuregehalt in 1 m Gaze an.

### Bestimmung des Jodoforms.

Jodoformwatte. 5 g Watte bringe man in eine weithalsige Glasstopfenflasche, füge 150 ccm Ätherweingeist hinzu und lasse unter öfterem Umschütteln 1 bis 2 Stunden stehen. 50 ccm dieser Lösung bringe man in einen Kolben, setze 50 ccm  $\frac{1}{10}$  Normal-Silbernitratlösung und 5 ccm verdünnte Salpetersäure hinzu und erhitze die Flüssigkeit nach Anfügung eines Rückflußkühlers 20 Minuten lang im Wasserbade zum Sieden. Nach dem Erkalten setze man 20 Tropfen Ferriammoniumsulfatlösung hinzu und titriere mit  $\frac{1}{10}$  Normal-Ammoniumrhodanidlösung bis zur schwachen Rotfärbung. Die Zahl der verbrauchten ccm letzterer Lösung von 50 ccm Silberlösung in Abzug gebracht, wird mit 0,0131 multipliziert. Diese Zahl mit 3 multipliziert gibt die Menge Jodoform an, welche in 5 g Jodoformwatte enthalten ist.

Jodoformgaze.  $\frac{1}{4}$  m Gaze wird auf gleiche Weise behandelt, wie bei Jodoformwatte angegeben ist.

Die verbrauchten ccm Ammoniumrhodanidlösung werden von 50 ccm Silberlösung in Abzug gebracht und der Rest mit 0,0131  $\times$  3 multipliziert. Man erhält die Menge Jodoform, welche in  $\frac{1}{4}$  m Gaze enthalten ist.

### Bestimmung von Dermatol.

Dermatolwatte. 5 g Dermatolwatte übergieße man in einem Becherglase mit 10 ccm Normal-Natronlauge und 190 ccm Wasser und lauge durch längeres Kneten mit einem Glasstabe vollkommen aus. 100 ccm dieser Lösung versetze man mit 5 ccm Normal-Salzsäure. Den sich ausscheidenden Niederschlag sammle man auf einem Filter, wasche mit wenig Wasser nach und trockne ihn. Den Rückstand bringe man in einen tarierten Porzellantiegel und glühe, worauf man ihn in wenig Salpetersäure löst, die Lösung vorsichtig zur Trockne verdampft, den Rückstand abermals glüht und wiegt. Die Menge des erhaltenen Wismutoxyds

wird mit 2 multipliziert und hierauf mit 1,88; man erhält so die Menge Dermatol, welche in der untersuchten Watte enthalten war. Diese Zahl mit 20 multipliziert gibt den Prozentgehalt an.

Dermatolgaze.  $\frac{1}{4}$  m Gaze wird auf gleiche Weise behandelt wie bei Dermatolwatte angegeben ist, und der Dermatolgehalt ebenso berechnet. Mit 4 multipliziert erhält man den Dermatolgehalt von 1 m Gaze.

### Bestimmung von Eisenchlorid.

5 g Eisenchloridwatte bringe man in ein Becherglas und übergieße sie mit 10 ccm verdünnter Salzsäure und 190 ccm Wasser. Durch längeres Kneten mit dem Glasstabe lauge man sie vollkommen aus, worauf man 100 ccm der Lösung in eine 300 ccm fassende Glasstopfenflasche bringt, 2 g Kaliumjodid zufügt und eine Stunde stehen läßt. Man titriere sodann das freie Jod nach Zusatz von Stärkelösung mit  $\frac{1}{10}$  Normal-Natriumthiosulfatlösung.

1 ccm der  $\frac{1}{10}$  Thiosulfatlösung entspricht 0,01625 g Eisenchlorid. Die gefundene Menge verdoppelt gibt die Menge Eisenchlorid an, welche in der untersuchten Menge Watte enthalten war.