

führen. Man löst 1 g des letzteren in 10 *ccm* verdünnter Salzsäure und kocht, bis alle Kohlensäure entwichen ist. Setzt man nun nach dem Erkalten 5 *ccm* Natronlauge zu, so bleibt bei Abwesenheit von Magnesia die Flüssigkeit vollkommen klar; ist dagegen nur 1% Magnesiumkarbonat in dem Lithiumkarbonat enthalten gewesen, so entsteht zunächst eine Trübung, später ein flockiger Niederschlag.

Eine allgemeine Reaktion der eine Phenolgruppe enthaltenden Alkaloide pflanzlichen und tierischen Ursprungs gibt G. Denigès¹⁾ an und zwar verwendet er hierfür ein zum Nachweis von Phenolen im allgemeinen empfohlenes Reagens. Dasselbe besteht aus einer Lösung von Titansäure in konzentrierter Schwefelsäure und wird so hergestellt, dass man einige Bruchstücke Rutil (Titansäureanhydrid) mit konzentrierter Schwefelsäure mehrere Stunden stark erhitzt und nach dem Erkalten die klare Flüssigkeit abgiesst. Zerreibt man kleine Teilchen der zu untersuchenden Substanz mit 2—3 *ccm* des Reagenses, so bewirkt Morphin eine blutrote, Apomorphin eine violettrote, Oxydimorphin eine weinrote, Kuprein eine orangegelbe, Hordenin eine dunkelorangegelbe, Tyrosin ebenfalls eine orangegelbe und Adrenalin eine braunrote Färbung. Da die Proteinstoffe eine Tyrosingruppe im Molekül enthalten, geben sie dieselbe Reaktion wie das Tyrosin. Auf Chinin und Kodein, in welchen eine freie Phenolgruppe nicht vorhanden ist, wirkt das Reagens nicht ein.

Über die Eigenschaften und den Nachweis des Aspirins macht D. E. Tsakalotos²⁾ einige Mitteilungen. Erhitzt man das Aspirin bis zum Schmelzen, ohne die Hitze weiter zu steigern, so zeigt die geschmolzene Masse beim Erkalten eine stärkeähnliche Struktur. Bei weiterem Erhitzen über den Schmelzpunkt hinaus zersetzt sich das Aspirin in der Weise, dass Essigsäure abgespalten wird und Salizylosalizylsäure entsteht, die beim Erkalten eine glasige Masse bildet. Aus diesem letzteren Grunde lässt sich auch der Schmelzpunkt des Aspirins nicht mit voller Sicherheit ermitteln.

Zum Nachweis von Aspirin sind folgende Reaktionen geeignet. Löst man bis zum beginnenden Schmelzen erhitztes Aspirin in Wasser und gibt sehr verdünnte Eisenchloridlösung zu, so färbt sich die Flüssigkeit intensiv violett, während reines Aspirin in frisch bereiteter wässriger Lösung keine Reaktion gibt. Eine alkoholische Lösung von über den Schmelzpunkt hinaus bis zur Zersetzung erhitztem Aspirin gibt nach Ausschcheidung der Salizylosalizylsäure durch Zufügen von Wasser mit Eisenchlorid eine weisslich-violette Färbung.

Lässt man Vanadinschwefelsäure, eine Auflösung von Ammoniumvanadat in konzentrierter Schwefelsäure, welche, an und für sich orangegelb, mit Wasser bis ganz blassgelb verdünnt ist, auf reines

¹⁾ Bull. soc. chim. de France [4] 19, 308 (1916); durch Chem. Zentrbl. S7, II, 959 (1916). — ²⁾ Journ. de Pharm. et de Chim [7] 14, 174 (1916); durch Chem. Zentrbl. S7, II, 960 (1916).

Aspirin einwirken, so färbt sich die Flüssigkeit nach einiger Zeit hellgrün und geht dann in grün über. Behandelt man bis zum beginnenden Schmelzen erhitztes Aspirin in derselben Weise, so zeigt sich eine intensiv grüne und bei Verwendung von bis zur Zersetzung überhitztem Aspirin eine intensiv grüne, unmittelbar in braun übergehende Färbung.

Quecksilber. E. Rupp und F. Lehmann¹⁾ geben ein Verfahren zur maßanalytischen Bestimmung des Cyans und des Quecksilbers in Quecksilbercyanidpräparaten bekannt. Man löst 1 g der Substanz in 100 *ccm* Wasser und schüttelt 20 *ccm* dieser Lösung, zu welcher man 1—2 g Kaliumjodid, 3—5 *ccm* Kalilauge und unter Umschwenken ein Gemisch von 2—3 *ccm* Formaldehydlösung in 20 *ccm* Wasser gegeben hat, zwei Minuten lang. Das auf diese Weise reduzierte und ausgefällte Quecksilber löst man nach Ansäuern mit Essigsäure durch Zufügen von 25 *ccm* $\frac{n}{10}$ Jodlösung nach der Gleichung $\text{Hg} + \text{J}_2 + 2 \text{KJ} = \text{K}_2\text{HgJ}_4$ und misst, nach Versetzen mit 10 *ccm* verdünnter Schwefelsäure, den Jodüberschuss mit $\frac{n}{10}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ zurück.

Zur Ermittlung des Cyans verwendet man 10 *ccm* obiger Lösung, verdünnt mit etwas Wasser und gibt 5—10 *ccm* Natronlauge und unter Umschwenken 25 *ccm* $\frac{n}{10}$ Jodlösung hinzu. Das dabei nach der Gleichung $4 \text{NaOH} + 4 \text{J} = 2 \text{NaJO} + 2 \text{NaJ} + 2 \text{H}_2\text{O}$ entstandene Natriumbypodid zersetzt nun nach 20—30 minutenlangem Erwärmen auf dem Wasserbade oder nach zwei- bis dreistündigem Stehen das Quecksilbercyanid in folgender Weise: $\text{Hg}(\text{CN})_2 + 2 \text{NaJO} + 2 \text{NaJ} = \text{Na}_2\text{HgJ}_4 + 2 \text{NaCNO}$. In dem mit Wasser auf etwa 100 *ccm* aufgefüllten Gemisch wird, nachdem durch Ansäuern mit verdünnter Salzsäure das überschüssige Jod in Freiheit gesetzt ist, die Menge desselben durch Titration mit $\frac{n}{10}$ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ bestimmt.

Zur Ermittlung des Quecksilberjodids in Tabletten verwendet A. W. Bender²⁾ eine dem Quecksilberjodidgehalt entsprechende Menge der fein gepulverten Tabletten und erhitzt sie in einem 180 *ccm* fassenden Erlenmeyerkolben mit 20 *ccm* verdünnter Salzsäure (1:1) und $\frac{1}{2}$ g Kaliumchlorat unter einem Rückflusskühler, bis das Quecksilberjodid gelöst ist. Nach Erkalten bringt man mit Wasser, das gleichzeitig zum Nachspülen des Kühlerrohrs verwendet wird, auf 100 *ccm* und lässt zur Verjagung des Chlors einen kräftigen Luftstrom durchgehen. In die wenn nötig filtrierte Flüssigkeit leitet man nach Zusatz von überschüssigem Ammoniak kalt Schwefelwasserstoff ein, bis alles Quecksilber ausgefällt ist, filtriert nach fünf Stunden durch einen gewogenen Goochtiiegel, wäscht erst mit Wasser, dann mit Alkohol aus, trocknet bei 100° und wägt. 1,955 g $\text{HgS} = 1 \text{ g HgJ}_2$.

¹⁾ Pharm. Ztg. **52**, 1020 (1907); durch Chem. Zentrbl. **79**, I, 413 (1908); vergl. diese Ztschrift. **48**, 586 (1909). — ²⁾ Journ. Ind. Eng. Chem. **6**, 753 (1914); durch Chem. Zentrbl. **86**, I, 576 (1915).