denen die zweite zur Berechnung herangezogen wird. Innerhalb der Fehlergrenzen stimmen die gefundenen Werte gut mit den nach der TiCl_3 -Methode erhaltenen überein.

¹ Current Sci. **31**, 457—458 (1962). Explosives Res. and Develop. Lab., Kirkee, Poona (Indien). — ² PUTNAM, G. L., and K. A. KOBE: Trans. electrochem. Soc. **74**, 609 (1939). — ³ FRITZ, J. S., and R. T. KEEN: Analyt. Chemistry **25**, 179 (1953); vgl. diese Z. **142**, 57 (1954).
D. KLOCKOW

3. Analysenmethoden auf dem Gebiete der Pharmazie

Beim Studium der Anwendung amperometrischer Methoden in der Arzneimittelkontrolle untersuchen H. BERAL, L. MUREA, B. WERMESCHER, M. MADGEARU und E. CUCIUREANU¹ die Titration von *Sulfonamiden mit Natriumnitritlösung*. Festgestellt werden die Einflüsse von Art und Konzentration von Säuren, von Katalysatoren und der Temperatur. — Man arbeitet mit einem üblichen Polarographen und legt eine äußere Spannung von 1 mV an. Die Acidität soll etwa 2 n sein. Bei der Bestimmung von *Sulfathiazol* (0,2 g), *Sulfaguanidin* (0,11 g), *Sulfamethazin* (0,14 g) *Na-Sulfacetamid* (0,13 g) und *Sulfathiazol* (0,9 g) werden die Fehler von einigen Zehntel Prozent kaum überschritten. (Maximum 20% bei Sulfathiazol).

¹ Farmacia (București) **11**, 161—168 (1963) [Rumänisch]. Inst. Arzneimittelkontrolle u. pharmaz. Forschung, Bukarest (Rumänien). H. KURTENACKER

Die amperometrische Titration mit zwei Indicatorelektroden dient H. BERAL, B. WERMESCHER, L. MUREA, M. MADGEARU und E. CUCIUREANU¹ zur Untersuchung von Arzneimitteln. In der vorliegenden Mitteilung wird Bromanlagerung an die Doppelbindungen in *Phanodorm* und in *Evipan* untersucht und daraus werden Bestimmungsmethoden abgeleitet. Man stellt fest, daß Säurekonzentrationen von 1—4 n gut geeignet sind (Salz- oder Schwefelsäure). Man legt eine äußere Spannung von 400 mV an, die Konzentration an KBr soll etwa 0,02% betragen und man titriert mit 0,01 n Kaliumbromatlösung. Die Fehler liegen zwischen $\pm 0,5\%$.

¹ Farmacia (București) **11**, 41—48 (1963) [Rumänisch]. Inst. Arzneimittelkontrolle u. pharmaz. Forschung, Bukarest (Rumänien). H. KURTENACKER

Die quantitative Analyse von „alkalischem Pulver“ (2 g Na_2SO_4 , 4 g Na_2HPO_4 , 6 g NaHCO_3) führen A. SPITZER, A. SCHWEIGER und V. POPOVICI¹ wie folgt durch: Man löst 4 g des Pulvers und füllt auf 100 ml auf. Zu 10 ml fügt man 2 ml Ammoniak, 3 ml Alkohol und 0,1 g Eriochromschwarz T (1:100 mit NaCl) und titriert mit 0,05 m MgCl_2 -Lösung auf bleibende Violettfärbung. 1 ml 0,05 m MgCl_2 -Lösung entspricht 0,0071 g Na_2HPO_4 . — Nach Abfiltrieren des Niederschlags bringt man das pH der Lösung auf etwa 4, erhitzt zum Sieden, fügt tropfenweise 20 ml 0,05 m BaCl_2 -Lösung hinzu, filtriert nach 2—3 Std und wäscht, bis im Waschwasser kein Barium mehr nachweisbar ist. Man neutralisiert Filtrat und Waschflüssigkeit, gibt Ammoniak-Ammoniumchloridpuffer und 1 g Magnesiumkomplexonat hinzu und titriert mit 0,05 m ÄDTA-Lösung gegen Eriochromschwarz T. 1 ml 0,05 m BaCl_2 -Lösung entspricht 0,00711 g Na_2SO_4 . — In einem anderen Aliquot der ursprünglichen Lösung titriert man zunächst mit 0,1 n Salzsäure gegen Methylorange die Summe Carbonat und Phosphat. Im Endpunkt kocht man 2 min.