Ascarit aufgenommen. Die Bestimmung des Calciums und des Phosphats wurde in der so erhaltenen Lösung ausgeführt, indem sie aus dem Kochkolben in einen 500 ccm-Meßkolben übergeführt, aufgefüllt und aliquote Teile zu den Bestimmungen verwendet wurden.

Für die Calciumbestimmung ist auf Grund der gemachten Beobachtungen die Methode mit Oxalsäure und Ammoniumoxalat vorzuziehen; für die Phosphatbestimmung gibt die Ammoniummolybdatmethode unter Titration mit Alkali und Rücktitrierung bei Zimmertemperatur die besten Resultate; bei höherer Temperatur werden zu hohe Resultate gefunden.

K. Fresenius.

3. Auf Pharmazie bezügliche Methoden.

Von
W. Dehio.

Zur Identifizierung der therapeutisch wichtigen Barbitursäuren benutzen J. C. Jespersen und K. Th. Larsen¹⁾ deren Derivate mit XanthydroI und p-Nitrobenzyl. Für die Xanthydrolderivate geben die Verfasser nachstehende Formel an:

Um die Xanthydrolderivate herzustellen, löst man die Barbitursäure in Eisessig, setzt XanthydroI hinzu und erwärmt bis eben zum Sieden. Dabei entsteht sofort oder bald ein Niederschlag. Zur Herstellung der Nitrobenzylderivate löst man die Barbitursäure zusammen mit Natriumcarbonat in Wasser, erwärmt die Lösung mit einer alkoholischen Lösung von Nitrobenzylchlorid am Rückflußkühler, läßt erkalten, saugt den entstehenden Niederschlag ab und wäscht ihn mit wenig Alkohol und mit Wasser. Dann schüttelt man den ausgewaschenen Niederschlag mit n-Natronlauge, saugt ihn wieder ab und wäscht ihn von neuem mit Wasser. Hierauf löst man ihn in möglichst wenig Chloroform und fällt ihn durch Alkoholzusatz aus der Lösung. Jespersen und Larsen haben die zur Identifizierung geeigneten Konstanten der verschiedenen Barbitursäuren, sowie die Schmelzpunkte von deren XanthydroI- und Nitrobenzylderivaten ermittelt und in der Arbeit angeführt.

W. Dehio.

Bei der Prüfung von Kodeinphosphat auf Phosphorsäure nach dem DAB VI und dem Schweizer Arzneibuch erhält man mit der vorgeschriebenen Silbernitratlösung meistens keinen Niederschlag, sondern nur eine Trübung, was durch die dabei frei werdende Salpetersäure verursacht wird. T. Rom²⁾ schlägt daher eine Abänderung zum Nachweis der Phosphorsäure vor. Man löst dazu wenig Natriumacetat in einigen Kubikzentimetern 0,1 n-Silbernitratlösung; auf diese Weise gelingt

¹⁾ Dansk Tidsskr. Farmaci 8, 212 (1934); durch Chem. Zentrbl. 105, II, 3287 (1934). — ²⁾ Pharm. Monatsh. 15, 186 (1934); durch Chem. Zentrbl. 105, II, 3287 (1934).