

Die colorimetrische Bestimmung von 1,3,4,6-Dianhydrosorbit-2,5-dinitrat mit Hilfe des Grieb-Romijn-Reagens (GR) oder mit Phenoldisulfonsäure (PDS) untersuchen Y. NAGASE, Y. KANAYA, A. SUGIYAMA und H. HOSHIDA¹. Das GR-Verfahren beruht auf der Farbbildung durch Diazotierung, während mit PDS die Farbreaktion durch Bildung einer entsprechenden Nitroverbindung erfolgt. Die nach dem GR-Verfahren aufgestellte Eichkurve zeigt im Bereich von 47–230 µg/25 ml bei 530 nm und auch bei 430 nm gute Ergebnisse, nach der PDS-Methode bei denselben Wellenlängen für 94–550 µg/25 ml. Dabei stimmen die nach beiden Methoden erhaltenen Resultate gut überein.

¹ J. Pharm. Soc. Japan **85**, 119–124 (1965) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Tokyo Coll. Pharm., Kashiwagi, Shinjuku-ku, Tokyo (Japan). W. CZYSZ

Zur Bestimmung von Pentaerythrittetranitrat empfiehlt J. ROSENSTEIN¹ in Anlehnung an andere Bestimmungen organischer Nitroverbindungen² folgende Bestimmungsmethode, die auch in *Gegenwart von Meprobamaten* zu richtigen Ergebnissen führt: Zur abgewogenen Probenmenge, die etwa 40 mg Pentaerythrittetranitrat entspricht, gibt man 30 ml Phenoldisulfonsäure², schüttelt 1 min und füllt mit der gleichen Säure zur Marke auf. Man filtriert, verwirft die ersten 5 ml und mißt dann die Absorption, wobei man wie früher beschrieben verfährt². Es sind dann $(A_1 \cdot R_2 \cdot k \cdot 50) / A_2 \cdot R_1 = \%$ Pentaerythrittetranitrat, wobei A_1 und A_2 die Absorption der Probe und einer Standardlösung, R_1 und R_2 die mg-Substanz der Probe und der Standardlösung bedeuten; k beträgt für NaNO₃-Standard 92,99 und für KNO₃ 78,18. — Zugesezte Mengen konnten auf $\pm 3\%$ wiedergefunden werden.

¹ J. Assoc. Offic. Agr. Chemists **47**, 469–470 (1964). Food Drug Administ., New York, N.Y. (USA). — ² Official Methods of Analysis, 9th Edit., 32.245.

B. ROSSMANN

Für die spektralphotometrische Bestimmung von Melubrin(I) und Novalgin(II) geben J. PIJCK und A. CLAEYS¹ in Ergänzung einer früheren Arbeit über die Bestimmung von Pyramidon² folgende *Arbeitsvorschrift*: I. Zur Aufstellung einer Eichkurve mischt man in einem in der oben angegebenen Arbeit² beschriebenen Extraktionsapparat je 10 ml wäßrige Lösungen von 3–50 mg Gehalt an I mit 5 ml 10%iger wäßriger Jodsäurelösung und ergänzt den Ansatz mit Wasser auf 40 ml. Dann schüttelt man mit 10 ml Petroläther (P-Ä) aus, trennt diesen unter Nachspülen mit 3 ml des gleichen Lösungsmittels ab, wiederholt die Extraktion noch 2mal, verdünnt zuletzt die vereinigten P-Ä-Auszüge auf 50 ml, bestimmt die Extinktionen dieser Extrakte bei 522–523 nm und trägt die gefundenen Werte in ein Koordinatensystem ein. Die Meßgenauigkeit beträgt $\pm 1,7\%$. — II. Man versetzt je 10 ml von 10–56 mg II enthaltenden wäßrigen Lösungen mit 5 ml 10%iger Jodsäurelösung und mit 5 ml 6 n Schwefelsäure und verfährt weiter wie unter I beschrieben. Der Analysenfehler beträgt $\pm 2,6\%$; bei II-Mengen unter 10 mg werden die Extinktionsmessungen ungenau (Wertetabellen im Original).

¹ J. Pharm. Belg., N.S. **19**, 324–326 (1964). Lab. Chim. Anal., Fac. Méd., Univ. Gent (Belgien). — ² CLAEYS, A., u. J. PIJCK: J. Pharm. Belg., Nr. 1–2, 33 (1964).

K. SÖLLNER

Colorimetrische (A) und polarographische (B) Methoden zur Bestimmung von Paracetamol(I) und Phenacetin(II) gibt G. BROCKELT¹ bekannt. — *Arbeitsweise*. A.I. Je 10 ml 0,2–1,6 mg I enthaltende wäßrige Lösungen versetzt man bei 20°C mit 10 ml 31,5%iger Salpetersäure. Nach 10 min langem Stehen bestimmt man die Extinktionen (E) der Ansätze in 5 cm-C-Küvetten in einem Pulfrich-Photometer mit Filter S 42 gegen Wasser. Für 0,1 mg I beträgt $E = 0,0941$; bis zu einer Menge