

je 20 ml Äther durch Dekantieren erschöpfend extrahiert. Die Ätherextrakte wäscht man 2mal mit 10 ml 0,2 n Sodalösung und 1mal mit 10 ml Wasser. Dann schüttelt man heftig mit 6 ml 0,1 n Schwefelsäure, entfernt aus dem Schwefelsäureextrakt die letzten Spuren von Äther im Vakuum in der Wärme und versetzt schließlich einen aliquoten Teil mit dem gleichen Volumen konz. Schwefelsäure. Es entsteht eine rote Farbe, die sofort colorimetriert wird. — Zur Bestimmung von Gesamtlargactil werden 5 ml Blut mit 4 ml Salzsäure (1,19) und 1 ml Wasser 5 min im kochenden Wasserbad zur Hydrolyse des gebundenen Anteils erhitzt. Nach dem Abkühlen verdünnt man auf 20 ml, alkalisiert mit 2 ml 20%iger Na_2CO_3 -Lösung und extrahiert wie oben. — Vom Harn werden 20 ml mit 2 ml 20%iger Sodalösung alkalisiert und 4mal mit Äther erschöpfend extrahiert. Die vereinigten Ätherextrakte werden 2mal mit 0,2 n Sodalösung und 1mal mit Wasser gewaschen, mit 10 ml 0,1 n Schwefelsäure extrahiert, der Äther entfernt und ein aliquoter Teil mit dem gleichen Volumen konz. Schwefelsäure gemischt. Zur Bestimmung des gesamten Largactils kocht man 20 ml Harn 2 Std mit 20%iger Na_2CO_3 -Lösung oder mit 16 ml konz. Salzsäure und 4 ml Wasser am Rückfluß, so daß die Endkonzentration etwa 5 n ist. (Je nach der Herkunft des Harnes arbeitet man sauer oder alkalisch.) Man findet im Blut 0,4—0,6 mg-% und nur 6—8% werden bei lang dauernder Verabreichung im Harn ausgeschieden.

K. HINSBERG.

Die Bestimmung von Tomatidin neben Tomatin kann nach I. GYENES¹ nach Trennung der beiden, durch Titration mit 0,005 n p-Toluolsulfonsäure unter Anwendung von Dimethylgelb als Indicator erfolgen². Die Trennung beruht auf der guten Löslichkeit des Tomatidins in CCl_4 , worin Tomatin beinahe unlöslich ist. Wegen der Flüchtigkeit des Lösungsmittels kann beim Filtrieren Tomatidin leicht am Filter bleiben, wird jedoch die Filtration im CCl_4 -Dampf durchgeführt, so kann dieser Verlust vermieden werden. Tomatidin wird in der CCl_4 -Lösung titriert, da aber Tomatin in CCl_4 nicht unlöslich ist (10 ml lösen 105 μg), muß vom Ergebnis die äquivalente Menge (42 μg) abgezogen werden. 1 ml der Maßlösung entspricht 2,08 mg Tomatidin. Das am Filter verbliebene Tomatin wird in einem Gemisch von CCl_4 und Phenol (8 + 2 Gewichtsteile) gelöst und mit der gleichen Maßlösung titriert. Zum Ergebnis addiert man je ml Lösungsmittel (CCl_4) 10,5 μg Tomatin. Die Methode ist im Mikromaßstab auf 3—4% genau.

J. PLANK.

Für die Bestimmung von Novalgin (I) in pharmazeutischen Präparaten hat C. M. P. WIRTH³ ein jodometrisches Verfahren entwickelt. Es beruht auf der Umsetzung von I mit Jod in wäßrig-essigsaurer Lösung zu 1-Phenyl-3,4-Jod-2,3-dimethylpyrazolon-aminomethansulfonsaurem Natrium. — Arbeitsweise. 50 ml einer wäßrigen Lösung, enthaltend etwa 0,3 g I, werden mit 3 ml 6%iger Essigsäure versetzt und unter beständigem Umschwenken langsam mit 0,1 n Jodlösung titriert. Erst kurz vor dem Endpunkt (Vorversuch!) wird Stärkelösung zugegeben. Man titriert bis die Blaufärbung längere Zeit bestehen bleibt. 1 ml 0,1 n Jodlösung \cong 0,01667 g I \cong 0,01757 g I-Monohydrat.

H. SPERLICH.

Zum Nachweis von Perillaldehydoxim (I), 5-Nitrofurfurolesemicarbazon (II) und p-Acetaminobenzaldehyd-thiosemicarbazon (III) kann nach K. NAGASAWA und S. OHKUMA⁴ die Umsetzung mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin dienen, bei welcher

¹ Magyar Kémiai Folyóirat 59, 353—361 (1953). [Ungarisch] Kőbányaer Pharmaz. Fabrik (Budapest).

² Vgl. dazu I. GYENES, Magyar Kémiai Folyóirat 59, 159 (1953); vgl. diese Z. 142, 239 (1954).

³ Pharmac. Acta Helvetiae 29, 199—202 (1954). México.

⁴ J. pharmac. Soc. Japan 74, 410—412 (1954) [Japanisch] (nach engl. Zus.fass. refer.). National Hygienic Lab., Tokyo.