

Der Verf. beschreibt ferner ein bromometrisches, ein fällungsanalytisches (Reineckat) und ein argentometrisches (mit Kalignost) Titrationsverfahren.

¹ Pharmaz. Zentralhalle Deutschland **96**, 396—401 (1957). Inst. Arzneimittelprüf. Jena. K. SÖLLNER

Zur Bestimmung von Äthinyltestosteron in Arzneimitteln (Tabletten) empfiehlt J. CAROL¹ eine IR-spektrophotometrische Methode, die von J. J. KIRKLAND² ausgearbeitet worden ist. — *Ausführung.* Die feingepulverte Probe (etwa 20—25 mg Äthinyltestosteron enthaltend) wird in einem Scheidetrichter mit 5—10 ml Wasser versetzt und 3 mal mit je 25 ml Chloroform extrahiert. Man filtriert die Chloroform-extrakte über Baumwolle in einen kleinen Becher, verdampft im Luftstrom zur Trockne (Dampfbad), kühlt ab und wägt den Rückstand. 10 mg des Rückstandes werden in einem Achatmörser mit genau 1,0000 g Kaliumbromid sorgfältig verrieben. Man überführt genau 200 mg des Gemisches in die bereits früher beschriebene Preßform² (die Form kann evakuiert werden und dient zur Herstellung dünner Scheiben mit einem Durchmesser von 12 mm), evakuiert auf unter 1 mm Quecksilbersäule und preßt die Form 5 min mit einem Druck von mindestens 10 t (hydraulische Presse). In gleicher Weise wird unter Verwendung von 10 mg Äthinyltestosteron als Eichsubstanz eine Standardscheibe hergestellt. Man bestimmt die Extinktion der beiden Scheiben im infraroten Spektralbereich bei 9,50 μ . Da das Beersche Gesetz mit ausreichender Genauigkeit befolgt wird, genügt die Verwendung eines einzigen Standards. Beleganalysen zeigen gute Übereinstimmung mit den erwarteten Werten. Das Original zeigt die IR-Absorptionsspektren des Äthinyltestosterons sowie einiger anderer Steroide (*Äthinyltestosteron*, *Äthinyltestosteron*, *Äthinyltestosteron*, *Oestradiol-17 α* , *Oestradiol-17 β* , *Equilenin*, *Equilin*, *Oestron*).

¹ J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 837—841 (1957). Dep. Health, Educat. Welfare, Washington D. C. (USA). — ² Analyt. Chemistry **27**, 1537 (1955); vgl. diese Z. **151**, 278 (1956). K. MACHNER

Ein colorimetrisches Verfahren zur Bestimmung von Digitoxin (I) und Gitoxin (II) in Tabletten beschreibt D. BANES¹. — *Arbeitsweise.* Man bringt das extrahierte Glykosidgemisch auf die Spitze einer Formamid-Celite-Säule² und wäscht mit 280 ml Benzol-Chloroformmischung (3 + 1), wodurch I eluiert wird. Beim Nachwaschen der Säule mit 200 ml Chloroform wird II isoliert. Die Eluate wäscht man mit 100 ml Wasser, schüttelt dieses wieder mit 30 ml Chloroform aus und dampft Eluate und Waschechloroform zur Trockne ein. Ebenso bringt man 5 ml einer I-Standardlösung zur Trockne. Zu jedem der abgekühlten Trockenrückstände gibt man 4 ml Farbreagens (s. unten), löst unter Umschwenken und bestimmt nach 20 min die Lichtabsorption der Lösungen bei 590 $m\mu$. In Abständen von 5 min wiederholt man die Messung der Extinktionswerte, bis deren Maximum erreicht ist. — *Farbreagens.* Man mischt 60 ml Eisessig mit 5 ml konz. Schwefelsäure und 2 ml 5%iger Eisen(III)-chloridlösung und kühlt.

¹ J. Assoc. off. agric. Chemists **40**, 794—796 (1957). Food a. Drug Admin., Washington, D. C. (USA). — ² MANELL, W. A., A. LAVALLEE, R. A. CARIOTO u. M. G. ALLMARK: J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **45**, 98—101 (1956). K. SÖLLNER

Die jodometrische Bestimmung von Novalgin in 50% iger Injektionslösung von C. P. M. WIRTH¹ wird vom Autor² dergestalt abgeändert, daß die für die Titration benötigte Menge des Analysenmaterials nicht abgemessen, sondern abgewogen wird. Man wägt etwa 0,5 ml der zu titrierenden Lösung genau, setzt 50 ml Wasser und 3 ml verdünnte Essigsäure zu und führt die Titration nach der Originalmethode¹ durch. Der Gehalt der Lösungen an Novalgin-Monohydrat (N-M) kann

auch aus ihrer Dichte entnommen werden. Diese beträgt, wie an Hand einer Standardkurve ermittelt werden kann, bei einem Gehalt von 45,0% N-M 1,1446; 47,5% 1,1522; 50,0% 1,1598; 52,5% 1,1672 und 55,0% 1,1748 bei 25° C.

¹ *Pharmac. Acta Helvetiae* **29**, 199 (1954); vgl. diese Z. **145**, 453 (1955). —
² WIRTH, C. P. M.: *Pharmac. Acta Helvetiae* **32**, 383—384 (1957). K. SÖLLNER

Über die chemische Prüfung der Samen von *Lepidium Iberis* (var. alb.) berichten B. C. JOSHI und J. D. TEWARI¹. Die Prüfung zeigt die Anwesenheit von Schleim, Farbstoffen, eines ätherischen und eines fetten Öles. Bei der Untersuchung des fetten Öles (es besitzt einen senfähnlichen Geruch), das durch erschöpfende Extraktion mit Petroläther (Kp 40—60° C) in einer Ausbeute von 5,52% gewonnen und anschließend nacheinander mit Tierkohle und Fullererde gereinigt worden ist, sind folgende physikalische und chemische Konstanten bestimmt worden: Spez. Gew. 0,9408; Brechungsindex 1,4109; Säuregrad 20,3; Verseifungszahl 182,3; Jodzahl nach HANUŠ 115,8 und Unverseifbares 0,74%. Nach dem Verseifen mit alkoholischer Natronlauge ist das erhaltene Fettsäuregemisch (81,5% des gesamten Öles) durch HILDITCHS Modifikation des alkoholischen Bleisalzprozesses nach E. TWITCHELL² in feste und flüssige Fettsäuren aufgetrennt worden. Zur quantitativen Prüfung werden die flüssigen und festen Säuren in ihre Methyl-ester umgewandelt und die erhaltenen Ester im Vakuum fraktioniert destilliert. Aus der Jodzahl und dem Unverseifbaren jeder Fraktion kann dann der Prozentgehalt der einzelnen Säuren berechnet werden. Die Bestimmung der flüssigen Säuren kann auch noch durch Bromierung einer gewogenen Menge der Säuren vorgenommen werden.

¹ *Arch. Pharmaz. Ber. dtsh. pharmaz. Ges.* **290**, 215—218 (1957). Univ. Allahabad (Indien). — ² *J. Ind. Engng. Chem.* **13**, 806 (1921). K. MACHNER

Die physikalischen und optischen Eigenschaften der Tuberculostatica Isonicotinsäurehydrazid (INH), INH-diliturat, 1-Isonicotinyl-2-benzylidenhydrazid, 1-Isonicotinyl-2-isopropylhydrazid, Tibion (Conteben) und Tibion-p-nitrophenylhydrazon geben J. W. SHELL, CH. F. POE und N. F. WITT¹ in tabellarischer Zusammenstellung an. Außerdem enthält die Arbeit die Mikrokristallphotos (240fache Vergrößerung) der genannten Substanzen. Die optischen Eigenschaften der Kristalle eignen sich zur Identifizierung der angeführten Stoffe.

¹ *Mikrochim. Acta* (Wien) **1957**, 501—505. College Pharm., Univ. Boulder, Colorado (USA). K. SÖLLNER

Alkaloide. Zur *Methoxygruppenbestimmung in Alkaloiden* empfiehlt M. LANGEJAN¹ die von A. P. MATHERS und M. J. PRO² angegebene Methode. Die Methoxygruppe wird durch Einwirkung von konz. Schwefelsäure zu Methanol umgesetzt, der Alkohol wird abdestilliert und mit Permanganat zu Formaldehyd oxydiert, der nach Reaktion mit Chromotropsäure photometrisch bestimmt werden kann. — *Arbeitsweise.* 0,5 ml Probelösung werden im Kolben (A) der Destillationsapparatur (Abb. 1) mit 5 ml konz. Schwefelsäure versetzt und nach Zugabe einiger Platinspäne 5 min unter Rückfluß erhitzt (dazu wird der seitliche Ansatz des Kolbens verschlossen). Man läßt abkühlen, gibt durch den Kühler (B) 5 ml Wasser hinzu (der Kühler dient gleichzeitig als Fraktionierkolonne und ist mit Glasperlen bepackt), schließt den Destillationsaufsatz (C) an und destilliert unter Einleiten von Stickstoff. Die Vorlage (D) wird mit 2 Tropfen Wasser beschickt und in einen Becher mit Eiswasser gestellt. Der Aufsatz wird während der Destillation mit eiswassergetränkter Watte gekühlt. Nach 20 min werden etwa 2 ml Destillat erhalten. Ein aliquoter