

richtiger Durchführung befindet sich das Vitamin D in Fraktion 5, die eingedampft und deren Rückstand mit Äthylendichlorid aufgenommen wird. Bei der colorimetrischen Bestimmung wird Gebrauch gemacht von der Beobachtung, daß in Gegenwart von Acetanhydrid die Farbentwicklung mit SbCl_3 bei Vitamin D, nicht aber bei den Zersetzungsprodukten von Vitamin A unterdrückt wird, so daß deren Anwesenheit durch Messung der Extinktionen bei $550 \text{ m}\mu$ ausgeschaltet werden kann. Die Bestimmung von Vitamin D erfolgt bei $500 \text{ m}\mu$ mit dem SbCl_3 -Acetylchloridreagens im wesentlichen nach der Modifikation von J. B. DE WITT und M. X. SULLIVAN². Nach diesem Verfahren wurden von verschiedenen Bearbeitern gut übereinstimmende Werte gefunden. Die Übereinstimmung mit den Ergebnissen aus dem biologischen Versuch war befriedigend. Das Verfahren ist jedoch vorläufig nur auf pharmazeutische Präparate anwendbar.

¹ J. Amer. pharmac. Assoc., sci. Edit. **47**, 385—394 (1958). — ² Ind. Engng. Chem., anal. Edit. **18**, 117 (1946); vgl. diese Z. **129**, 313 (1949). L. ACKER

Ein polarographisches Bestimmungsverfahren von Rutin in pharmazeutischen Präparaten haben J. DAVÍDEK und O. MANOUŠEK¹ ausgearbeitet. Die Bestimmung beruht darauf, daß das Nitrosoderivat des Rutins noch in Konzentrationen von 10^{-6} Mol/l eine deutliche Stufe aufweist. — *Ausführung.* Etwa 0,1 g der Probe wird in Methanol zu einem Volumen von 25 ml gelöst. Von dieser Lösung pipettiert man 0,5 ml in ein polarographisches Gefäß nach KALOUSEK, setzt 0,5 ml Methanol, 5 ml 0,2 n Schwefelsäure und 2 ml 3 m Kaliumnitratlösung zu. Nach $2\frac{1}{2}$ min Durchleiten von Stickstoff werden 2 ml 2,5 m Natriumacetatlösung zugegeben, der Sauerstoff wird wieder mit Stickstoff im Laufe von 4 min beseitigt. Dann wird mit Hilfe einer Quecksilber(I)-sulfatelektrode die Reduktionsstufe registriert (Reservoirhöhe = 60 cm, Capillardurchfluß = 3,1 mg/sec, Tropfendauer = 2,9 sec). Zur Auswertung des Polarogramms dient die erste Stufe. Ascorbinsäure stört nicht.

¹ Českoslov. Farmac. **7**, 73—75 (1958) [Tschechisch]. (Mit engl., russ. u. dtsch. Zus.fass.) Forsch.-Inst. Nahrungsm.-Technol. Prag (ČSR). Z. STEJSKAL

Novalgin und Melubrin lassen sich auch in Gegenwart von Antipyrin und Pyramidon direkt mit 0,1 n Jodlösung titrieren, wenn nach dem Verfahren von E. SCHULĚK und L. MAROS¹ gearbeitet wird. Das Verfahren basiert auf der Tatsache, daß Methansulfonsäureabkömmlinge in mäßig alkalischer Lösung durch Kaliumcyanid in Sulfit, Glykolsäure, Ammoniumsalz usw. spaltbar sind. — *Arbeitsweise.* 1,7—1,9 g Substanz werden in einem 100 ml-Meßkolben in Wasser gelöst und zur Marke aufgefüllt. Davon werden zur *Novalginbestimmung* 10 ml in einem 100 ml Erlenmeyer-Kolben mit 40 ml frisch ausgekochtem, kaltem Wasser versetzt und mit 1—2 ml Pentan bedeckt. Dann gibt man 5 ml 10%ige Natronlauge und 0,2 bis 0,3 g KCN zu. Zur *Melubrinbestimmung* werden die abgemessenen 10 ml auf 50 ml verdünnt, bis zum Sieden erwärmt, dann mit denselben Zusätzen versehen, abgekühlt und mit Pentan versetzt. Die Kolben werden mit Glasstopfen verschlossen. Nach 2—3 min Wartezeit neutralisiert man vorsichtig mit 50%iger Schwefelsäure in Gegenwart von 1 Tr. Methylrotlösung und säuert dann mit 0,5 ml Schwefelsäure an. Nach Hinzufügen von 0,2 g Kaliumjodid wird mit 0,1 n Jodlösung und Stärkelösung als Indicator titriert. Im Endpunkt zeigt die Lösung eine 40—60 sec dauernde violette Farbe.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) **19**, 4—9 (1958). Univ. Budapest (Ungarn). B. ROSSMANN

Zur Bestimmung von Nicotinaldehyd-thiosemicarbazonyhydrochlorid (I) haben B. BUDĚŠÍNSKÝ und J. VACHEK¹ eine direkte jodometrische, eine bromatometrische, eine mercurimetrische Bestimmung ausgearbeitet. Außerdem werden ein