gesätt. wäßriger Ammoniumreineckatlösung. Nach 10 min langem Kühlen saugt man durch eine Glasfritte, kristallisiert das Präcipitat 2 mal aus 78%igem Äthanol bei 55°C um und trocknet zuletzt über Phosphorpentoxid. — In mehreren Tabellen im Original sind die Schmelzpunkte der zu identifizierenden Stoffe, ihrer Pikrate und Reineckate sowie die Farbreaktionen mit den aufgeführten Reagentien angegeben. Schließlich sind auch noch deren IR-Absorptionsspektren bzw. charakteristische Ausschnitte davon in der Arbeit enthalten.

¹ J. pharmac. Sci. 52, 365—370 (1963). Pharm. Chem. Sect., Food Drug Direct. Ottawa (Kanada). K. SÖLLNER

Die Untersuchung von Hydroxocobalamin in parenteralen Injektionsflüssigkeiten beschreiben J. L. MARTIN und W. H. C. SHAW¹. Es wird festgestellt, daß der Hydroxocobalamingehalt in den Präparaten in 7 Monaten bei Lagerung bei Zimmertemperatur um weniger als 1%, bei 31°C um weniger als 2% abnimmt. — *Ausführung.* Man bringt eine Probe des zu untersuchenden Präparates, die zwischen 2 und 5 mg Hydroxocobalamin enthalten soll, in einen 50 ml-Scheidetrichter, verdünnt mit Wasser auf 5 ml, gibt pro 2 ml Lösung 1 Tr. frisch bereitete 0,3%ige wäßrige Cyanwasserstoffsäure-Lösung zu und läßt 15 min stehen. Dann extrahiert man solange mit einer 2 ml-, dann mit 1 ml-Portionen einer 50%igen Phenollösung in Chloroform, bis die Extraktionsflüssigkeit nicht mehr gefärbt wird. Zu den vereinigten Extrakten gibt man in einem 100 ml-Zentrifugenglas 15 ml Aceton und 80 ml Äther pro narcosi, schüttelt um und zentrifugiert 10 min mit 1500 g. Die farblose Ätherschicht gießt man ab und setzt nochmals 50 ml Äther zu. Dieses Auswaschen wiederholt man solange, bis nach Abgießen und Verdunsten des Äthers kein Phenolgeruch mehr wahrnehmbar ist. Den Rückstand löst man in wenig Wasser und trägt die Lösung auf Whatman 3 MM-Papier (50 × 20 cm) auf. Man trocknet ohne Erwärmen im Stickstoffstrom und hängt den Streifen über Nacht in eine Chromatographierkammer, die die untere Schicht eines Wasser-sek.-Butanol-Gemischs (1:1), 1% Essigsäure und 0,5 g Kaliumcyanid enthält. Dann chromatographiert man absteigend mit der oberen Schicht des Lösungsmittelgemischs, der man 5% sek. Butanol und 1% Essigsäure zugesetzt hat, bis das Cyanocobalamin $\frac{2}{3}$ der Papierstrecke durchwandert hat. Man trocknet im Luftstrom, eluiert mit Wasser und mißt die Extinktion bei 351 nm. $E_{1\text{cm}}^{1\%} = 190$. Daneben muß man die Menge der gefärbten *Verunreinigungen* (Zersetzungsprodukte) bestimmen. Man löst 2 mg der Probe in 0,5—1,0 ml Wasser, setzt 1 Tr. 0,3%ige Cyanwasserstoffsäurelösung zu, läßt 15 min stehen und bringt die Lösung auf Whatman 3 MM-Papier auf. Man arbeitet weiter, wie vorstehend beschrieben. Aus dem trocknen Chromatogramm schneidet man die Cyanocobalaminbande aus und schneidet von den beiden verbleibenden Streifen möglichst viel ungefärbtes Papier ab. Man rollt die Streifen zylindrisch zusammen und stellt sie auf feuchtes Filtrierpapier. Die gefärbten Substanzen wandern nach oben. Das ungefärbte Papier schneidet man wieder ab und eluiert nun absteigend mit möglichst wenig Wasser. Die vereinigten Extrakte verdünnt man mit Wasser (nicht mehr als 25 ml) und mißt die Extinktion bei 361 nm in einer 2 cm-Küvette. $E_{1\text{cm}}^{1\%} = 207$.

¹ Analyst 88, 292—296 (1963). Glaxo Labors., Greenford, Middlesex (England).

URSULA BAUMANN

Die Bestimmung von „Procain“, einem rumänischen Produkt, das 2,73% Procain, 4,24% einer Mischung von Coffein und Natriumbenzoat, 0,12% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ und 0,15% Benzoesäure enthält, haben R. VASILIEV und A. COSMIN¹ durch Titration mit Natriumnitritlösung in Gegenwart von Natriumbromid als Katalysator und Metanilgelb oder Orange IV als Indicator durchgeführt. — *Arbeitsweise.* Man pipettiert 12,5 ml Procainlösung in einen 25 ml-Meßkolben, gibt 3 ml 10%ige Blei-