acetatlösung hinzu, schüttelt, füllt auf, schüttelt erneut durch und filtriert. Man verwirft die ersten 10 ml, versetzt weitere 10 ml mit 5 ml 10%iger Salzsäure, 1–2 g KBr, 0,5 ml Indicatorlösung und titriert mit 0,1 m Natriumnitritlösung. 1 ml 0,1 m Nitritlösung entspricht 0,02728 g Procainchlorhydrat. — 14 Literaturangaben über Bestimmungsmethoden durch Titrationsen mit Nitritlösung sind angegeben.

¹ Rev. Chim. (Bucarest) **14**, 235 (1963) [Rumänisch]. Inst. Arzneimittelkontrolle u. pharmaz. Forschung, Bukarest (Rumänien). H. KURTENACKER

Zur papierchromatographischen Bestimmung von Epicortisol (4-Pregnen-11 α ,17 α -21-triol-3,20-dion) eignet sich nach D. ONEȘANU¹ folgende *Arbeitsweise*: Man verwendet als Laufmittel eine Mischung aus Formaldehyd und Wasser (1:9), wobei es nicht notwendig ist, den Raum mit den Lösungsmitteldämpfen zu sättigen. Nach 30 min ist die Lösungsmittelfront etwa 17 cm gewandert, und Epicortisol hat den R_F-Wert 0,76. Man trocknet 5–10 min bei 100°C und sprüht mit Folin-Ciocalteu-Reagens. Man eluiert die ausgeschnittenen Flecken mit 6 ml Wasser. In der Lösung zerstört man den Reagensüberschuß durch Zugabe von 1 ml 0,1 n Natronlauge. Schließlich photometriert man bei 660 nm unter Verwendung einer entsprechend aufgestellten Eichgeraden. 25–250 μ g Epicortisol sind bestimmbar. — Die Methode wird verwendet zur Bestimmung von Epicortisol in Fermentierlösungen von Absidia repens, aus der man es mit Äthylacetat extrahiert.

¹ Stud. Cercet. Biochim. **6**, 281–284 (1963) [Rumänisch]. (Mit franz. u. russ. Zus.fass.) Inst. Chem.-Pharmaz.-Forsch. Abt. Biosynthese Bukarest (Rumänien). H. KURTENACKER

Eine Methode zur Bestimmung von 17- α -Äthinyl-4-androsten-17- β -ol-3-on („Ethinesterone“) in pharmazeutischen Präparaten (Tabletten) teilt A. L. HAYDEN¹ mit. Es handelt sich um ein IR-Verfahren in Kaliumbromid, für das ausführliche Einzelheiten einschließlich säulenchromatischer Trennung angegeben sind. Bekannte Mengen findet man zu 95,5–103,0% wieder. Die Fehlerbreite liegt bei 3,8 höchstens 4,5%.

¹ J. Assoc. off. agric. Chemists **46**, 646–649 (1963). Div. Pharmac. Chem., Food and Drug Administr., Washington, D. C. (USA). E. MÜLLER, Würzburg

Gemische von Neomycin A-, B- und C-Sulfat trennte T. F. BRODASKY¹ an Aktivkohledünnschichten. 30 g Pflanzenkohle wurden mit 1,5 g CaSO₄ · 1/2 H₂O in 220 ml dest. Wasser oder 2 n Schwefelsäure angerührt und auf Glasplatten (20 × 10 cm) gestrichen. Die in Schwefelsäure aufgeschlemmte Kohle mußte vorher jedoch erst noch mindestens 16 Std gestanden haben. Mit den angegebenen Mengen konnten 35 Platten bestrichen werden, die luftgetrocknet verwendet wurden. Zur Chromatographie trug man jeweils etwa 15 μ g Neomycin A-Sulfat, 5 μ g des Isomeren B und 10 μ g des Isomeren C auf. Als Fließmittel kamen Wasser und 0,5 n Säure in Frage. Die besten Trennungen erhielt man auf unbehandelter Kohle mit 0,5 n Schwefelsäure. Zum Sichtbarmachen der Substanzflecken diente die Agar-Diffusions-Technik mit Bacillus pumilus. Die entwickelten Dünnschichtplatten wurden getrocknet, mit Ammoniakdämpfen neutralisiert und anschließend mit der Schichtseite zu unterst in Schalen (19 × 50 cm) gelegt, deren Boden mit 125 ml Streptomycin-Agar (2 · 10⁵ Zellen pro ml) belegt war. Nach etwa 5–10 min wurden die Dünnschichtplatten wieder vorsichtig entfernt und die Agarschicht für 16 Std bei 28°C inkubiert. An den Stellen mit Wachstumshemmung erkannte man die Lage der Substanzflecken. Die Methode hatte sich allgemein bei Antibiotica bewährt und wurde auch für die quantitative Auswertung der Dünnschichtchromatogramme benutzt.

¹ Analyt. Chemistry **35**, 343–345 (1963). Res. Lab., The Upjohn Comp., Kalamazoo, Mich. (USA). P. THIEME