

1. Anal. Biochem. **12**, 483—487 (1965). Inst. Steroid Res., Montefiore Hosp. and Med. Center, New York (USA).
2. ROSENFELD, R. S., B. ZUMOFF u. L. HELLMAN: Arch. Biochem. Biophys. **96**, 84 (1962).
3. ROSENFELD, R. S., B. ZUMOFF u. L. HELLMAN: J. Lipid Res. **4**, 337 (1963).
4. ROSENFELD, R. S., D. K. FUKUSHIMA, L. HELLMAN, and T. F. GALLAGHER: J. Biol. Chem. **211**, 301 (1954). K. HENNING

**Eine biamperometrische Methode zur Bestimmung einiger Zwischenprodukte beim Abbau von Hyodesoxycholsäure** wurde von L. FEY, I. SCHWARTZ und A. BECEANU [1] beschrieben. Die Methode wurde für folgende Substanzen ausgearbeitet: 3,6-Diacetoxy-24,24-diphenyl- $\Delta^{23}$ -cholen (I), 3,6-Dihydroxy-24-methoxy-24,24-diphenylcholan (II), 3,6,24-Trihydroxy-24,24-diphenylcholan (III), 3,6,20-Triacetoxy- $\Delta^{17/20}$ -pregnen (IV). — *Arbeitsweise.* II und III werden in 20 ml Eisessig gelöst und mit Rückflußkühler 30 min zum Sieden gebracht. Nach Abkühlen werden 20 ml Katalysator (10 g HgCl + 20 ml 30%ige HBr + 60 ml konz. HCl, ergänzt mit Methanol zu 500 ml) zugesetzt und mit einer 0,1 N Bromlösung in Essigsäure titriert. Eine Blindprobe von 20 ml Eisessig + 20 ml Katalysator wird ebenfalls titriert. Es werden Pt/Pt-Elektroden und eine Spannung von 200 mV verwendet. I und IV werden in 20 ml Eisessig gelöst und ohne Sieden in Gegenwart des Katalysators mit 0,1 N Brom-Lösung titriert. Für III wird noch eine gravimetrische Methode angegeben: 0,5—0,6 g III werden in 25—30 ml Methanol gelöst, 1 ml 50%ige ätherische Bortrifluoridlösung zugesetzt und zum Sieden gebracht. Nach 3 h wird durch einen Filtertiegel G<sub>4</sub> filtriert, mit 10—15 ml Methanol gewaschen und bei 105°C gewichtskonstant getrocknet.

1. Rev. Chim. (Bucarest) **16**, 447—448 (1965) [Rumänisch]. Inst. chemisch-pharm. Forsch., Cluj (Rumänien). E. DITTRICH

**Gas-chromatographische Methode zur Bestimmung von Testosteron im Harn.** L. C. WEGIENKA, B. F. BOWER, J. SHINSAKO, T. M. ELATTOR, S. HAUE, U. MIMICA, E. DEMERTZE, J. STUTHEIT und P. H. FORSHAM [1]. Als Hauptvertreter der harnfähigen 17-Ketosteroide bestimmen Verff. Testosteron als Acetat gas-chromatographisch. Die genau geschilderten einzelnen Stufen bestehen in 72 h langer Hydrolyse von 200—400 ml 24 h-Harn bei 37°C mit 500 Fishman-Einheiten  $\beta$ -Glucuronidase/ml und danach Zugabe einer Spur <sup>14</sup>C<sub>4</sub>-Testosteron; kontinuierliche Extraktion mit Methylendichlorid, waschen, trocknen, aufnehmen in Methylendichlorid/Methanol (1:1) und abermals trocknen; reinigen und trennen an Silicagel säulen- und dünn-schicht-chromatographisch; acetylieren in Pyridin mit Essigsäureanhydrid; Gas-Chromatographie mit 16  $\alpha$ -Methylprogesteron als innerem Standard in einer 91,4 cm  $\times$  3 mm-Glassäule an Anakrom ABS (110—120 mesh) mit 1% Neopentylglykolsuccinat bei einer Temperatur der Säule von 220°C, des Einspritzblocks von 250—260°C und des Flammenionisationsdetektors von 300°C mit Helium als Trägergas bei 80 ml/min. In einer Tabelle sind die R<sub>f</sub>-Werte von 15 Steroiden (teils als Acetate) an 0,5 mm dicken Silicagel G-Schichten mit Äther/Chloroform (1:9) zusammengestellt. Eine andere enthält die gas-chromatographischen Retentionszeiten mit 16  $\alpha$ -Methylprogesteron = 1,00. Verff. finden in  $\mu$ g/24 h als Durchschnittsnormalwerte bei Männern 91,5 und bei Frauen 6,1; bei idiopathischem Hirsutismus 25,7; bei Polycystitis der Ovarien 47,9; bei männlichem Hypogonadismus 10,5.

1. Anal. Biochem. **18**, 203—212 (1967). Metab. Res. Unit and Dept. Med. Ped., Univ., Calif., San Francisco, Calif. (USA), E. MÜLLER, Marburg