

gestattet. Die Verff. demonstrieren diese Vorteile mit der Auftrennung der folgenden Mehrstoffgemische auf Kieselgel-Dünnschichten: 1. *Coffein* + *Phenacetin* + *Acetylsalicylsäure*; Laufmittel Methanol-Eisessig-Äther-Benzol (1:18:60:120), Laufzeit 1 Std; 2. *Coffein* + *Phenacetin* + *Valmorin* [= 2-(β -Chloräthyl)-2,3-dihydro-4-oxo-(benzo-1,3)-oxazin]; Laufmittel wie bei 1, Laufzeit 1 Std; 3. *Theophyllin* + *Papaverin* + *Luminal*; Laufmittel Äthanol-Eisessig-Benzol (12:5:80); Laufzeit 1,5 Std; 4. *Coffein* + *Valmorin* + *Butazolidin* (= 3,5-Dioxo-1,2-diphenyl-4-n-butylpyrazolidin); Laufmittel Äther-Chloroform-Methanol (50:50:1); Laufzeit 1 Std; 5. *Amidopyrin* + 5-Äthyl-5-(2,5-endomethylen- Δ^3 -tetrahydrophenyl)-barbitursäure + *Butazolidin* + *Codeinphosphat*; hier wird nacheinander mit zwei Laufmitteln gearbeitet, nämlich zuerst mit Benzol-Äther (9:1), danach mit Aceton-Phosphatpuffer pH 5,5 (SÖRENSEN) (1:1). — Das Verfahren wurde ferner benutzt zur *Stabilitätsprüfung von Präparationen*, die *Nonylsäurevanillylamid*, *Nicotinsäure* und *Nicotinsäure-3-butoxy-äthylester* enthalten (*Salben*, *Linimente*), sowie zur *Stabilitätsprüfung von Dulcolax* [= (4,4'-Diacetoxy-diphenyl)-(pyridyl-2)-methan] und dessen Präparationen (*Dragees*, *Suppositorien*).

¹ Arch. Pharmac. Ber. dtsh. pharmaz. Ges. **293**, 925—932 (1960). Fa. Dr. Karl Thomae GmbH, Biberach an der Riß.
H. HARTKAMP

Zur gaschromatographischen Analyse von Narkosegemischen verwenden E. R. ADLARD und D. W. HILL¹ zwei Säulen (Säule 1: 600×0,6 cm, gefüllt mit 20% Dimethylsulfoxid auf Sil-O-Cel, 52—60 mesh, Innentemperatur 20° C, Eingangsdruck 280 mm Hg; Säule 2: 60×0,6 cm, gefüllt mit 15% Dinonylphthalat auf Sil-O-Cel, Innentemperatur 75° C, Eingangsdruck 40 mm Hg) und Wasserstoff (30 ml/min) als Trägergas. Man kann so in etwa 5 min die Komponenten des Narkosegemisches (hier *Cyclopropan*, *Fluothan*, *Äther*, *N₂O*) sowie die Bestandteile der Atemluft trennen und analysieren.

¹ Nature (London) **186**, 1045 (1960). Shell Res. Ltd., Thornton Res. Center, Chester, and Res. Dep. of Anaesthetics, Royal Coll. of Surgeons of England, London.
URSULA BAUMANN

Ein chromatographisches Verfahren zur Bestimmung von Phenothiazin in pharmazeutischen Zubereitungen beschreibt D. GUNEW¹. Als Adsorbent erwies sich Magnesol (ein synthetisches Magnesiumsilicat) in Mischung mit Silicagel als besonders geeignet. Da aber Magnesol nicht mehr hergestellt wird, wurde es durch das etwas weniger wirksame Florisil [Floridin Co. Inc., Tallahassee, Florida, (USA)] ersetzt. Dem Adsorbenten wird außerdem gefälltes Kupfer beigegeben, das Oxydation des Phenothiazins verhindert und H₂S sowie S bindet. — *Arbeitsweise*. Man füllt die Chromatographieröhre (Abb. 1) mit einer Mischung von je 15 g Silicagel und Florisil und 1 g gefälltem Kupfer (siehe unten), die mit 120 ml einer Mischung von Methylenchlorid und n-Hexan (1 + 9 v/v) angeteigt wurden unter Vermeidung von Luftblasen, läßt die Adsorptionsmittel absitzen und drückt mit Stickstoff vorsichtig so viel der überstehenden Flüssigkeit durch den Ablaufstutzen, daß ihr Spiegel mit dem oberen Rande der Festsubstanzen auf gleicher Höhe steht. Die Temperatur des den Wassermantel durchströmenden Wassers soll 14—16° C betragen, 18° C keinesfalls übersteigen. Liegt das Analysenmaterial als Lösung vor, so verreibt man so viel, wie einer Endkonzentration von 25—30 mg Phenothiazin/ml Extraktlösung entspricht, mit wasserfreiem Natriumsulfat, daß ein vollkommen trockenes Pulver entsteht, extrahiert dieses im Soxhlet mit 50 ml Methylenchlorid und füllt nach Beendigung der Extraktion den Auszug auf 100 ml mit Methylenchlorid auf. Hiervon pipettiert man 2 ml auf die Spitze der Chromatographiersäule, spült mit etwas Methylenchlorid nach und drückt die überstehende

Flüssigkeit wieder mit Stickstoff vorsichtig in das Absorptionsmittel. Nach Aufsetzen des Eluierungsmittelbehälters beschickt man diesen mit 800 ml Methylenchlorid-n-Hexan (1 + 9) und eluiert unter Stickstoff mit einer Geschwindigkeit von 1,5–2 ml/min. Man sammelt 10 ml-Fractionen, dampft diese einzeln bei 30° bis 35° C im Vakuum bis zur Trockne ein und nimmt den Rückstand in Methylenchlorid auf. Die Lösung überführt man quantitativ in einen tarierten Kolben, dampft das Lösungsmittel ab, trocknet den Rückstand 30 min lang bei 100°C und wägt. Es werden 99,0–99,6% des vorgelegten Phenothiazins mit FP 184° bis 185° C erhalten. — *Gefälltes Kupfer*. Man löst 45 g analysenreines Kupfersulfat in 500 ml, 20 ml 2 n Salzsäure enthaltendem, kaltem Wasser, verreibt 15 g analysenreines Zinkpulver mit 25 ml etwas Lissapol N enthaltendem Wasser und läßt aus einem Tropftrichter die Kupfersulfatlösung langsam unter mechanischem Rühren zu der Zinkanreißung laufen. Nachdem die Fällung eine rote bis rotbraune Färbung angenommen hat, dekantiert man vom Niederschlag ab, wäscht das Präzipitat mehrmals mit Wasser, dann mit Aceton und preßt zuletzt zwischen Filtrierpapier ab. Dann wägt man etwa 1 g-Portionen ab, teigt diese mit Wasser an und läßt die Masse einfrieren. Zum Gebrauch wäscht man das aufgetaute Material mit redest. Aceton, dann mit Methylenchlorid und mischt sie schließlich dem Adsorptionsmittel zu.

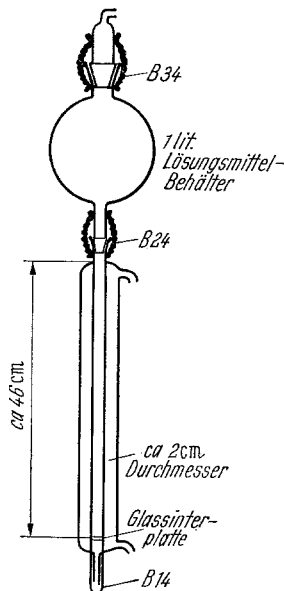


Abb. 1. Chromatographieröhre nach GUNEW

¹ Analyst 85, 360–364 (1960). Central Res. Labs., Imp. Chem. Ind., Ascot Vale, Melbourne (Australien). K. SÖLLNER

N-p-Phenyl-benzyl-atropiniumbromid im ungarischen Präparat Gastripon bestimmen Z. JUNG und H. PETŘÍKOVÁ¹ auf Grund der Lichtabsorption bei 257 nm. Der störende Einfluß der Tablettenmasse muß durch Extraktion beseitigt werden. — *Ausführung*. Von der gepulverten Tablettenmasse wird eine Einwaage genommen, die dem Gehalt von 5 mg Wirkstoff entspricht, und in einem 50 ml-Meßkolben mit etwa 30 ml 70%igem Methanol 3 min auf dem Wasserbade erwärmt. Nach dem Erkalten wird mit 70%igem Methanol bis zur Marke aufgefüllt. Nach dem Zentrifugieren werden 12,0 ml (= 1,2 mg) auf die Austauschersäule Dowex 50-X-2 (Korngröße 50/100 mesh) gebracht, mit 25 ml 70%igem Methanol nachgespült, und erst dann bei der Temperatur von 50° C wird die Base aus der Säule mit 100 ml 1 n Salzsäure in 70%igem Methanol ausgewaschen und bei 257 nm gemessen. Um die störende Wirkung der Extraktivstoffe aus der Säule zu eliminieren, vergleicht man mit einer ebenso hergestellten Blindlösung. Bei der Untersuchung von *Injektionslösungen* verdünnt man 1,0 ml (= 2 mg) mit 14 ml Methanol und ergänzt mit Wasser auf das Volumen von 20,0 ml. Von dieser Lösung werden 12 ml (= 1,2 mg) so bearbeitet wie bei den Tabletten. Die bei der Austauschchromatographie gebildeten Blasen muß man vorsichtig mit einem spiralartig beendeten Glasstäbchen beseitigen, indem man mit Rotationsbewegungen die Säule „durchbohrt“.

¹ Českoslov. Farmac. 10, 72–75 (1961) [Tschechisch]. (Mit russ., dtsch. u. engl. Zus.fass.) Staatl. Inst. Arzneimittelkontrolle Prag (ČSSR). Z. STEJSKAL