

Säure oder Alkali und gewisse unbekannte Substanzen im Harn. Verdeckt wird die Reaktion durch Indican, Harnstoff, Bilirubin, Sulfonamide und Extrakte aus Senna oder Rharbarber. Es wird der Reaktion nicht der klinische Wert abgesprochen. Es müssen aber folgende Punkte beobachtet werden. Das Reagens muß aus reiner Substanz hergestellt werden und soll in Tropfflaschen aufgehoben sein. Die Reaktion gilt als negativ, wenn keine rote Farbe innerhalb 5 min bei Raumtemperatur oder in 1 min bei 35° auftritt. Tritt eine Farbe unmittelbar nach Zusatz des Aldehydreagens auf, so soll mit Chloroform extrahiert werden, wird WATSONS Reagens benutzt, so muß Natriumacetat zugefügt werden. Das Reagens darf keinen Alkohol enthalten, weil er unnötig ist und falsche positive Resultate mit Indol auftreten. (Die Arbeit berücksichtigt nicht die neuere deutsche Literatur. Der Referent.) K. HINSBERG.

**Die Morphinbestimmung im Harn** ist nach Versuchen von H. IGLAUER<sup>1</sup> nicht zuverlässig, wenn sie nach dem Verfahren von W. DECKERT<sup>2</sup> in der vereinfachten Ausführung nach SCHIRM<sup>3</sup> ausgeführt wird, d. h. der Extrakt rückstand des Essigesters gibt nach Fällung mit Molybdän-säure mit Molybdänvanadinsäure auch dann einen Niederschlag, wenn der Harn eiweißreich war. Man arbeitet besser nach AUTHENRIETH<sup>4</sup> und benutzt den gesamten Tagesurin, aus dem der Harnstoff und Verunreinigungen mit Alkohol und Äther entfernt werden. Mit Chloroform-Alkohol wird das Morphin in Substanz gewonnen und durch Aufnehmen in Amylalkohol und Ausschütteln mit Schwefelsäure wird das Morphin gereinigt und kann durch verschiedene Farbreaktion oder durch Kuppeln mit Diazobenzolsulfosäure bestimmt werden. Positive Ergebnisse nach DECKERT können mit der Methode AUTHENRIETH kontrolliert werden. K. HINSBERG.

**Über den Nachweis narkotisch wirkender Substanzen in biologischem Material** haben R. FISCHER und L. CHALUPA<sup>5</sup> Untersuchungen ausgeführt, bei denen *besonderer Wert auf die Reinigung* nach der Extraktion und Trennung gelegt wurde. Die zur nachfolgenden Identifizierung benötigten Daten sind für die reinen Substanzen und deren Identifikationsderivate in ausführlichen Tabellen wiedergegeben. Die Untersuchungen erstrecken sich sowohl auf Barbitursäurederivate und andere Schlafmittel als auch auf Alkaloide und Morphin aus Harn, Liquor, Blut, Leber und Muskel sowie Darm und Darminhalt. Für die besonderes Interesse bietende Reinigung wurden *Fasertonerde* nach G. HESSE<sup>6</sup>, *Aluminiumoxyd* „MERCK“ und *Magnesiumoxyd* als geeignet befunden. Die Alkaloid-Extraktionsmittel Äther und Chloroform können als solche

<sup>1</sup> Z. angew. Chem. **61**, 412 (1949).

<sup>2</sup> Diese Z. **112**, 241 (1938).

<sup>3</sup> Dtsch. Apothekerztg. **55**, 106 (1940).

<sup>4</sup> AUTHENRIETH-BAUER: Die Auffindung der Gifte. 6. Aufl., S. 141. Leipzig und Dresden: Steinkopf.

<sup>5</sup> Mikrochemie, vereinigt mit Mikrochim. Acta **34**, 257 (1949).

<sup>6</sup> HESSE, G.: Adsorptionsmethoden in chemischen Laboratorien (1943).

nur in wenigen Fällen auch als Lösungsmittel bei der Extraktion Verwendung finden, da aus diesen Lösungsmitteln häufig das zu reinigende Alkaloid statt der Verunreinigungen adsorbiert wird („positive Adsorption“). Aus dem gleichen Grunde scheidet Kohle als Adsorbens für alle Extraktionsmittel aus. Als allgemein brauchbar wird Äther mit 10% Alkohol, Chloroform mit 10% Alkohol und Aceton mit 10% Alkohol bezeichnet. Auch reines Aceton, Methyl- und Äthylacetat ist meist geeignet, nur das Alkaloid Dilaudid wird daraus an Magnesiumoxyd teilweise adsorbiert. Die bei der Extraktion getrennt erhaltenen Extrakte der Alkaloide, Schlafmittel und des Morphins werden auch getrennt gereinigt, wobei die Extrakte vor der Reinigungsbehandlung zweckmäßig mittels Natriumsulfat getrocknet werden.

Bezüglich der sehr ausführlichen weiteren Angaben muß auf die Originalarbeit verwiesen werden.

A. EICHLER.

**Bestimmung des Metallgehaltes von biologischem Material.** Eine Methode zur *colorimetrischen Bestimmung des Kaliums* wird von M. A. M. ABUL-FADL<sup>1</sup> beschrieben. Das Kalium wird in der üblichen Weise mit Natriumkobaltnitritreagens gefällt, und die alkalische Lösung des Kobaltsalzes hat die Fähigkeit, in Gegenwart von Glycin oder Alanin das Phenolreagens von FOLIN und CIÖCALTEU (Phosphormolybdänsäure-Phosphorwolframsäure-Phenolreagens) zu reduzieren. Die entstehende blaue Farbe ist direkt proportional dem Kobaltgehalt. Zwischen 0,3 und 0,5 m Glycinlösung entsteht ein Farbmaximum, welches bei 37° nach 10—15 min erreicht ist, und dann fast 24 Std unverändert bestehenbleibt.

Man fällt 0,2 ml Serum bzw. Kaliumstandardlösung tropfenweise mit 0,5 ml filtriertem Kobaltnitritreagens<sup>2</sup>, fügt nach 45 min 1 ml Wasser zu und zentrifugiert. Der Niederschlag wird erst mit 2 ml Wasser, dann mit 5 ml 70%igem Äthanol gewaschen und schließlich nach Zusatz von 2 ml Wasser mit 1 ml 7,5%iger Glycinlösung und 1 ml 25%iger Sodalösung gemischt und darauf 1 ml Phenolreagens zugesetzt. Man stellt 10—15 min in ein Wasserbad von 37°, kühlt dann auf Raumtemperatur, füllt auf 6 ml auf und colorimetriert mit Rotfilter.

Die Farbe ist wesentlich intensiver als mit dem Cholinferrocyanidreagens. Mit der Flammenphotometrie werden dieselben Werte erhalten und Kaliumzusätze quantitativ wiedergefunden.

K. HINSBERG.

Zur *Kaliumbestimmung in biologischem und landwirtschaftlichem Material* empfiehlt J. TINSLEY<sup>3</sup> ein nephelometrisches Verfahren, das auf der Fällung als Kaliumkobaltnitrit beruht. Eine zur Messung geeignete stabile Trübung erhält man durch Fällung aus einer Lösung, die Methylalkohol, Propylenglykol und Glycerin enthält. Man arbeitet am besten bei 15° C. Anwesendes Ammonium-Ion wird mit Natriumhypochlorit unschädlich gemacht. Natriumhypochlorit selbst beeinflusst die Kaliumbestimmung nicht. Auch Calcium, Magnesium, Phosphat, Sulfat, in ge-

<sup>1</sup> Biochemic. J. 44, 282 (1949).

<sup>2</sup> Vgl. KRAMER, B., u. F. F. TISDALL: J. of biol. Chem. 48, 223 (1921); vgl. diese Z. 74, 157 (1928).

<sup>3</sup> Analyst 74, 167 (1949).