Ein polarometrisches Titrationsverfahren für Citrat und Tartrat wird von J. ZÝKA¹ beschrieben. — Ausführung. Man bringt 50 ml der zu untersuchenden Lösung auf p_H 6,5—7,5 und auf einen Äthanolgehalt von 50% und titriert mit 0,1 m Cadmiumacetat- oder Cadmiumsulfatlösung unter Kühlung auf 10—15° C. Kathode ist die tropfende Quecksilberelektrode, Anode die gesätt. Kalomelelektrode. Es wird eine Spannung von —1,25 V (gegen die Kalomelelektrode) angelegt. Für Citrat ergibt sich ein Fehler von \pm 3%, für Tartrat ein Fehler von \pm 5%. Die Nebeneinanderbestimmung ist nicht möglich. Chloride und Nitrate stören. Das Verfahren kann zur Tartrat- bzw. Weinsäurebestimmung in Brausepulver, zur Citratbestimmung in der Lösung des sauren Natriumcitrats mit Glucose (Solutio Natrii citrici cum glykoso) und dergleichen dienen.

Zur Trennung von Zuckergemischen durch zweidimensionale Papierchromatographierung empfehlen D. Hamerman, K. W. Bartz und A. Reife² folgendes Verfahren. Ein Whatman Nr. 1-Papier von 31×31 cm Größe wird in der rechten unteren Ecke mit der Lösung der Zucker (je etwa 40 µg) in Wasser versehen. Nach dem Trocknen formt man das Papier zu einem Zylinder und heftet die Kanten mit Zwirn zusammen. Die aufsteigende Chromatographierung führt man mit den Entwicklern a) 1-Butanol—Pyridin—Wasser (3:2:1,5), b) 1-Butanol—Äthanol— Wasser (40:11:19), c) 3-Methyl-1-butanol—Pyridin—Wasser (35:35:30) oder d) 2-Propanol—Wasser—Eisessig (70:10:20) 17 Std bei 23—24° C nach bekanntem Verfahren durch. Das Auflösungsvermögen der mobilen Phase nimmt in der Reihenfolge a—d ab. Nach dem Trocknen des Chromatogrammes entwickelt man das um 90° gedrehte Papier 15 Std mit wassergesättigtem Phenol (mit einem kleinen Zusatz an 8-Oxychinolin) in NH₂-Atmosphäre. Zur Sichtbarmachung von Fructose besprüht man das lufttrockene Papier mit einer sehwach angesäuerten alkoholischen Lösung von aus Benzol umkristallisiertem Orcin und erhitzt auf 100° C. Die übrigen Zucker werden durch anschließende Behandlung mit einer β -Naphthylaminlösung und 3-5 min langes Erhitzen auf 140° C festgestellt. Nach diesem Verfahren unter Verwendung des Systems a gelang es den Verff., Rhamnose, Fucose, Ribose, Xylose, Arabinose, Fructose, Mannose, Glucose und Galactose glatt voneinander zu trennen. Zwei gleichzeitig anwesende Hexuronsäuren werden auch von den Zuckern aber nicht voneinander getrennt. K. SÖLLNER

Die experimentellen Bedingungen für die quantitative Bestimmung von Methylpentosen (MP) und Ketohexosen (KH) nach der Anthronmethode studierten J. R. Helbert und K. D. Brown³. Dieses ursprünglich zur quantitativen Ermittelung von Glucose (Gl) entwickelte Verfahren ergab bei analoger Anwendung auf MP bzw. KH keine reproduzierbaren Werte. Als Ergebnis zahlreicher Reihenversuche, die unter Variierung der experimantellen Bedingungen durchgeführt wurden (Diagramme im Original) stellten die Verff. fest, daß, während die optimale Temperatur für die Bildung des Anthronfarbstoffes mit Gl 100° C ist, diese für MP 70° C, für KH 60° C beträgt. Da zudem die Stabilität der mit MP und KH aus Anthron entstandenen Farbstoffe wesentlich geringer ist als die durch Einwirkung von Aldosen gebildeten, muß die Messung der Extinktion innerhalb von 30 min nach Zusammenbringen der Reaktionslösungen erfolgen. Bei Einhaltung dieser Bedingungen werden genaue und übereinstimmende Werte erhalten.

K. SÖLLNER

¹ Českoslov, Farmac, 4, 230—231 (1955) [Tschechisch], Univ. Prag.

² Analyt. Chemistry. 27, 1524—1525 (1955). Fitzsimons Army Hosp., Denver, Colo. (USA).

³ Analyt´ Chemistry 27, 1791—1796 (1955). Marquette Univ. School Medic., Milwaukee, Wisc. (USA).