

further with ethyl acetate. Zearalene is determined by HPLC using a reverse phase radial compression separation system, an ultraviolet absorbance detector, and a mobile phase of acetonitrile-water (60 + 40). Recoveries of zearalene added at levels from 50 to 200 ng/g are in the range 82.6 - 95.1%. — J. Assoc. Off. Anal. Chem. 66, 102 - 104 (1983). Dept. Vet. Publ. Health, Texas A&M Univ., College Station, TX (USA)

Determination of volatile organic compounds as impurities in polystyrene food containers and polystyrene cups. G.A. Eiceman and M. Carpen.

Flüchtige organische Verbindungen in Lebensmittelbehältern und Behältern aus Polystyrol werden durch direktes Head-space-Sampling mit anschließender gas-chromatographischer und GC/MS-Analyse bestimmt. Nachgewiesen wurden u.a. 2-Methyl-2-propen-1-ol, Ethylbenzol, Styrol, β -Methylstyrol sowie Tri- und Tetramethylbenzole. Die individuellen Konzentrationen dieser Verunreinigungen lagen zwischen 5 und 270 $\mu\text{g/g}$. Für die head-space-Probenahme verwendete man eine 8 cm x 4 mm i.D. Borosilicatglasröhre, in die bei 25°C 2 mm-Streifchen des Polymermaterials eingelegt wurden. Nach dem Anschließen an die GC-Säule (2m x 2 mm i.D. Borosilicatglas, gepackt mit 3% OV-101 auf 100 - 120 mesh Supelcoport) erhitzte man auf 100°C (15 sec) und leitete dann erwärmte head-space-Luft in die Trennsäule. Trägergas 30 ml He/min, Temperaturprogramm von 0 bis 150°C; Detektion im FID. Für die GC/MS-Analyse verwendete man eine 25 m Capillarsäule mit OV-101; Elektronenstoß-Ionisation (70 eV). Es wurden auch Versuche gemacht mit dem Ziel festzustellen, wieviel Styrol mit 88 - 93°C heißem Wasser aus den Kunststoffbehältern herausgelöst werden. Nach 15 - 20 min waren es 35 $\mu\text{g/l}$. — Anal. Lett. 15A, 1169 - 1177 (1982). Dept. Chem., State Univ., Las Cruces, NM (USA) W. Cysz

2.8 Pharmazeutische Produkte und Kosmetica

Micro-bore high-performance liquid chromatography for the analysis of pharmaceutical compounds. K. Tsuji and R.B. Binns.

A micro-bore high-performance liquid chromatographic (HPLC) system has been constructed using commercially available instruments and pre-packed micro-bore columns. The flow-rates to obtain the highest efficiency for a reversed-phase column and for a silica column are ca. 20 $\mu\text{l/min}$ and 5 $\mu\text{l/min}$, respectively. The micro-bore HPLC system is sixteen times more sensitive than a conventional HPLC system for detection of a compound. With little or no modification in the composition of mobile phases used in conventional HPLC, micro-bore HPLC attains high column efficiency and peak resolution for the analysis of antibiotics, steroids, ibuprofen and sulfonyleurea. Micro-bore HPLC has been demonstrated to be capable of performing high speed analysis with a relative standard deviation of ca. 1%. — J. Chromatogr. 253, 227 - 236 (1982). Control Anal. Res. Developm., Upjohn Comp., Kalamazoo, MI (USA)

Thermal analysis of pharmaceutical compounds. V. The use of differential scanning calorimetry in the analysis of certain pharmaceuticals. F.I. Khattab.

Differential scanning calorimetric (DSC) analysis was carried out for some interesting pharmaceutical compounds, which have different thermal characteristics. The compounds investigated were phenacetin, cholesterol myristate, sulphathiazole, sulphadiazine, sulphadimethyloxazole, sulphamerazine and sulphadimidine. Some of the examined pharmaceuticals, such as sulphathiazole, sulphadiazine and sulphadimethyloxazole, exist in polymorphic forms. The information obtained is useful in interpreting the results of the examination of the compounds by thermogravimetry (TG), derivative thermogravimetry (DTG), differential thermal analysis (DTA) and their melting point determinations using the Kofler microscope. The heat of reaction is calculated for all the reactions of the compounds studied. The DSC method was found to be suitable for the purity determination of sulphamerazine and sulphadimidine in addition to phenacetin for which the method is known to be applicable. — Thermo-

chim. Acta 61, 253 - 268 (1983). Anal. Chem. Dept., Fac. Pharm., Cairo Univ., Cairo (ET)

Analysis of pharmaceuticals by fluorine-19 nuclear magnetic resonance spectrometry of pentafluoropropionic anhydride derivatives. G.E. Zuber, D.B. Staiger and R.J. Warren.

A quantitative method for the fluorine-19 NMR analysis of pentafluoropropionic anhydride derivatized pharmaceuticals is presented. The procedure is based upon chromatographic derivatization methods. Reactions were carried out in deuterated chloroform using approximately 50 mg of sample. The samples analyzed were bulk pharmaceutical materials and drug dosage forms containing hydroxyl and amino groups. In some cases, the catalyst pyridine at a reaction temperature of 55°C was used to shorten the reaction times and to assure complete derivatization. This fluorine derivatization technique results in fluorine-19 NMR spectra of pharmaceuticals which are greatly simplified in comparison to their more complex proton spectra. The major advantage of the method is the speed with which the analysis can be carried out since most derivatizations are completed in 10 min. The broad application of this technique to pharmaceutical analysis is reported along with accuracy and precision data. — Anal. Chem. 55, 64 - 67 (1983). Smith Kline & French Labs., Philadelphia, PA (USA)

Structure-distribution relationships of radiopharmaceuticals. Correlation between the reversed-phase capacity factors for Tc-99m phenylcarbamoylmethyliminodiacetic acids and their renal elimination. A.D. Nunn.

Capacity factors (k') have been obtained for twenty-eight different phenyl substituted phenylcarbamoylmethyliminodiacetic acids (HIDAs) using reversed-phase high-performance liquid chromatography (HPLC). They have been shown to be a useful measure of the lipophilicity of the ligands and their technetium-99m complexes. When k' for the ligands or $\log P_{\text{OCT}}$ for the Tc-99m complexes was plotted against theoretical lipophilicity, three groups of HIDAs were observed. The membership of each group is determined by the degree of ortho substitution. The effect of lipophilicity on protein binding allows the use of ligand capacity factors to predict the routes of elimination of various Tc-HIDAs. — J. Chromatogr. 255, 91 - 100 (1983). Squibb Inst. Med. Res., New Brunswick, NJ (USA)

Determination of the molar substitution ratio of hydroxyethyl starches by gas chromatography. Ying-Chi Lee, D.M. Baaske and J.E. Carter.

An improved gas chromatographic method for the determination of the molar substitution ratios of hydroxyethyl starches has been developed. The hydroxyethyl groups are cleaved from the starch by hydriodic acid through heating in a sealed vial in the presence of adipic acid for 10 h. The reaction product is extracted into o-xylene and chromatographed at 100°C on a column of 10% UCW-99. A percent relative standard deviation of less than 0.95% was obtained. — Anal. Chem. 55, 334 - 338 (1983). Anal. Methods Dev. Group, Pharm. Dev. Dept., Am. Critic. Care, McGaw Park, IL (USA)

Penetrometrische Bestimmung von Gelatinegelelen. D. Werchan und R. Voigt.

Verf. beschreiben Konstruktion und Wirkungsweise des Automatischen Penetrometers AP 4/2 nach Holde (Skizze im Original). Dieses dient zur Bestimmung des Rigiditätsverhaltens von Gelatinezubereitungen mit verschiedenen Weichmachern wie Glycerol, Propylenglykol oder Sorbitol und den Einfluß zugesetzter Arzneimittel auf dieses. Die Arbeit enthält mehrere Diagramme und Tabellen und 27 Literaturzitate. — Pharmazie 37, 651 - 655 (1982). Sekt. Chemie, Wissenschaftsber. Pharm., Univ. Berlin (DDR) K. Söllner

Spectrophotometric determination of aminacrine hydrochloride in creams, jellies and suppositories. E.A. Bunch.

Aminacrine hydrochloride was extracted into acidic ethanol and its visible spectrum was recorded. The amount present was calculated by determining the net absorbance between the absorbance maximum at about 402 nm and one-half the sum of the absorbances of the minima at about 389 and 412 nm. Aminacrine and a trace contaminant, 9(10H)-acridone, were independently identified by different TLC systems. — J. Assoc. Off. Anal. Chem. 66, 140 - 144 (1983). Food Drug Admin., Seattle, WA (USA)

Evaluation of fluorometric determination-thin layer chromatographic identification of aminacrine hydrochloride in drug preparations.

E.A. Bunch.

Utilizing the fluorescent property of aminacrine hydrochloride and a filter fluorometer, a fluorometric method for aminacrine hydrochloride in drug combinations was developed, collaboratively studied, and adopted as official first action in the 11th edition of Official Methods of Analysis. Identity was confirmed by TLC. The grating instrument recorded the aminacrine hydrochloride spectrum as opposed to the total fluorescence emission measured by the filter instrument. The spectrum of aminacrine hydrochloride showed that the molecule was exhibiting self-absorption of the emitted radiation even at concentrations of 10^{-6} M and that the ratio of the 2 peaks in the emission spectrum varied with concentration. — J. Assoc. Off. Anal. Chem. 66, 145 - 150 (1983). Food Drug Admin., Seattle, WA (USA)

Determination of bromhexine hydrochloride in pharmaceutical preparations by reversed-phase ion-pair high-performance liquid chromatography.

J.L. Kumar, W.C. Mann and A. Rozanski.

Zur Bestimmung des mucolytisch wirkenden Bromhexins in pharmazeutischen Zubereitungen wird ein empfindliches und spezifisches HPLC-Verfahren beschrieben. Die Tabletten oder anderen Zubereitungen werden dazu nur in 0,1 M ethanolischer HCl gelöst, geeignet verdünnt und auf eine μ Bondapak C18 Reversed-Phase Säule injiziert. Als mobile Phase wird 0,005 M Natriumlaurylsulfat in Methanol/Wasser/Eisessig (75:25:0,1) eingesetzt, der Nachweis erfolgt bei 254 nm. Eine Analyse dauert nur 15 min, sie wird von den gebräuchlicherweise in pharmazeutischen Zubereitungen ebenfalls vorkommenden Begleitstoffen nicht gestört. — J. Chromatogr. 249, 373 - 378 (1982). Intern. Developm. Centre, Abbott Lab., Kent (GB) R.H.S.

Colorimetric determination of oxymetazoline hydrochloride.

D.M. Shingbal and K.V. Sawant.

Oxymetazoline hydrochloride, 6-tert-butyl-3-(2-imidazolin-2-ylmethyl)-2,4-dimethylphenol, forms a stable indophenol chromophore with 2,6-dichloroquinone chlorimide suitable for colorimetric determination of the drug in commercial formulations (nasal drops and paediatric soln.). The chromophore (λ_{\max} 420 nm) obeys Beer's law from 12 - 20 ppm of the drug concentration. Common excipients in the formulations do not interfere. The recovery is between 98.2 - 100.1%. — Procedure. Dilute a suitable aliquot of the drug solution to 5 ml. Add 2 ml of alkaline borate buffer (pH 7.4 \pm 0.2) and 1 ml of the reagent solution (0.04% in isopropanol). Make up the volume to 25 ml with water. Measure the absorbance at 420 nm against a reagent blank. — Indian Drugs 20, 106 - 107 (1982). Pharm. Res. Lab., Goa College of Pharmacy, Goa (IND) M. Katyal

Spectrocolorimetric estimation of metoclopramide hydrochloride and its dosage forms.

O.S. Kamalapurkar and S.R.S. Priolkar.

Diazotised metoclopramide hydrochloride is coupled with α -naphthylamine or terbutaline sulphate when a coloured chromophore results suitable for spectrocolorimetric determination of the drug and its dosage forms (tablets, injections and syrups). Beer's law is obeyed from 0.1 - 11 and 0.5 - 10 ppm of the drug concentration with α -naphthylamine and terbutaline respectively. The recovery from the formulations is between 99.15 - 103.20%. Common excipients like starch, talc, colouring agents, etc. do not interfere. — Procedure. Dilute a suitable aliquot of the drug solution to 6 ml. Add 1 ml each of HCl (1%) and freshly prepared NaNO_2 solution (1%). Mix and allow it to stand for 5 min. Add 1 ml ammonium sulphamate solution (5%) and shake to remove nitrogen. Add 1 ml of α -naphthylamine (0.1% in methanol) or terbutaline (0.1%) and 1 ml of 1% NaOH (only in case of terbutaline). Make up the volume to 25 ml. Measure the absorbance at 510 nm against α -naphthylamine reagent blank or at 440 nm against terbutaline reagent blank. — Indian Drugs 20, 108 - 110 (1982). Pharm. Res. Lab., Goa College of Pharmacy, Goa (IND)

M. Katyal

Colorimetric estimation of terbutaline sulphate.

D.M. Shingbal and R.M. Agni.

Terbutaline sulphate forms a yellow chromophore with sodium cobaltinitrite suitable for colorimetric determination of the drug in tablets,

syrups and injections (recovery 99.80 - 101.42%). The chromophore is stable for > 24 h. Beer's law is obeyed from 4 - 20 ppm of the drug concentration. — Procedure. To a suitable aliquot of the drug solution in a 25 ml flask add 5 ml of glacial acetic acid and 8 ml of the reagent solution (prepared by mixing 9.645 g of $\text{Co}(\text{NO}_3)_2$, 77.145 g of NaNO_3 and 15 ml of glacial acetic acid in a 250 ml solution). Heat on a boiling water bath for 15 min, cool and make up the volume. Measure the absorbance at 385 nm against a reagent blank. — Indian Drugs 20, 167 - 168 (1983). Pharm. Res. Lab., Goa College of Pharmacy, Panaji, Goa (IND) M. Katyal

A microprocessor-controlled flow injection analyser for the determination of terbutaline sulphate.

M. Strandberg and S. Thelander.

Zur Bestimmung von Terbutalinsulfat in größeren Serien (Qualitätskontrolle in Tablettenformulierungen etc.) wird ein mikroprozessorgesteuertes Fließinjektionsverfahren (FIA) beschrieben. Grundlage ist die Reaktion mit 4-Aminoantipyrin und Kaliumhexacyanoferrat(III), bei der ein Farbprodukt entsteht, das bei 550 nm photometriert wird. Blockdiagramm und Fließschema mit allen erforderlichen instrumentellen Daten sind abgebildet. Bei zweifacher Analyse von 10 einzelnen Tabletten und bei zehnfacher Analyse eines Homogenisats aus 100 Tabletten lag der mittlere rel. Fehler bei 0,55%. Der Fehler, der aus Viskositätsunterschieden von verschiedenen Formulierungen entsteht, kann im Gesamtsystem vernachlässigt werden. Durch Berücksichtigung der unterschiedlichen Viskositäten auch bei den Standards kann aber auch diese (geringfügige) Fehlerquelle ausgeschaltet werden. — Anal. Chim. Acta 145, 219 - 223 (1983). Stra Pharm. Prod. AB, Anal. Control, Södertälje (S) W. Czyns

X-ray powder diffraction data for nine anthelmintics.

J.T.R. Owen, B.M. Hashim and F.A. Underwood.

X-ray powder diffraction data for identifying 9 anthelmintics have been obtained by diffractometer and Debye-Scherrer camera techniques. The data are tabulated in terms of the lattice spacings and the relative intensities of the lines. Patterns using 3 different X-ray wavelengths with the camera method are compared with each other and with the diffractometer patterns. — J. Assoc. Off. Anal. Chem. 66, 161 - 171 (1983). Univ. Bath, Sch. Pharm., Bath (GB)

Determination of hexadecylpyridinium chloride in typical pharmaceutical preparations using direct injection capillary pyrolysis-gas chromatography.

A. Christofides and W.J. Criddle.

Ein allgemeines Verfahren zur Bestimmung des weitverbreitet verwendeten Gericids Hexadecylpyridiniumchlorid in pharmazeutischen Zubereitungen durch Pyrolyse-GC wird beschrieben. Dazu werden die wäßrigen, mit 2-Methylpyridin als internem Standard versetzten Proben in den auf 450°C geheizten Injektionsteil eines Gas-Chromatographen gebracht. Die Pyrolyseprodukte werden auf einer 25 m fused-Silica Capillare mit OV-101 Beschichtung bei 70°C getrennt. Der Nachweis erfolgt durch FID oder einen N-P-sensitiven Detektor. Die charakteristischen Pyrolyseprodukte dienen zur Bestimmung. — J. Anal. Appl. Pyrolysis 4, 211 - 217 (1982). Dept. Appl. Chem., Univ. Wales, Inst. Sci. Technol., Cardiff (GB) R.H.S.

Spectrophotometric determination of dextropropoxyphene hydrochloride in pharmaceutical preparations.

U.G. Barad and S.S. Karkhanis.

Dextropropoxyphene hydrochloride, + 4-dimethylamino-3-methyl-1,2-diphenyl-2-butanol propionate hydrochloride, reacts with cobalt thiocyanate to form a blue coloured species (λ_{\max} 620 nm) suitable for extractive spectrophotometric determination of the drug in H_2SO_4 medium. The species is stable for > 24 h and obeys Beer's law from 100 - 500 ppm of the drug concentration. The method is applied to determine the drug in tablets and capsules (recovery 99.775 - 100.119%). — Procedure. To a suitable aliquot of the drug solution (total volume 5 ml) add 1 ml of 10% H_2SO_4 and 2 ml of cobalt thiocyanate reagent (prepared by mixing 6.8 g of CoCl_2 and 4.3 g of NH_4Cl in 100 ml water). Shake it with 10 ml of benzene for 1 min. Filter the benzene layer and measure its absorbance at 620 nm against benzene blank. — Indian Drugs 20, 169 - 170 (1983). Cosmed Anal. and Central Services, Curti-Pond, Goa (IND) M. Katyal

Regulation of selectivity in the separation of pafenolol and potential impurities by reversed-phase ion-pair chromatography. S.O. Jansson and S. Johansson.

Ein HPLC-System zur Isolierung und Abtrennung von Verunreinigungen in Pafenolol, einem β -Adrenorezeptor-Antagonisten, wird entwickelt. Die Retention wird durch die Zusammensetzung der mobilen Phase, d.h. vom Gehalt an 1-Pentanol, N,N-Dimethyloctylamin und 3,5-Dimethylcyclohexylsulfat in der wässrigen Pufferlösung beeinflusst. Gute Ergebnisse der Auftrennung von Verunreinigungen werden auf einer LiChrosorb RP-8 Säule mit 1×10^{-3} M Dimethyloctylamin, $1,5 \times 10^{-2}$ M Dimethylcyclohexylsulfat und $9,2 \times 10^{-2}$ M 1-Pentanol in Phosphatpuffer (pH 2,2) als mobiler Phase und Nachweis bei 270 nm erzielt. Mit diesem Verfahren können weniger als 0,1% der Verunreinigungen in Pafenolol nachgewiesen werden. — J. Chromatogr. 242, 41 - 50 (1982). Dept. Anal. Chem. AB Hässle, Mölndal (S) R.H.S.

Spectroelectrochemical examination of charge transfer between chlorpromazine cation radical and catecholamines. J.S. Mayausky and R.L. McCreery.

With chlorpromazine (CPZ) and dopamine (DA) in their reduced forms in solution, the potential of a platinum electrode was stepped to a value where both species were oxidized at diffusion controlled rates. The $CPZ^{\cdot+}$ cation radical so generated then diffused away from the electrode and encountered reduced DA, which it oxidized. The rate of oxidation was determined by monitoring the absorbance due to $CPZ^{\cdot+}$ or dopamine quinone (DOQ) using the glancing incidence reflection spectroelectrochemical technique. The kinetics of the process indicate that the rate law is first order in both $CPZ^{\cdot+}$ and DA, implying that the first encounter of the two molecules is the rate limiting step, rather than some subsequent process. The rate constant for dopamine was compared with those for three other catechols, and the rate constant increased monotonically with driving force, as measured by the difference in redox potentials between catechol and CPZ. — Anal. Chem. 55, 308 - 312 (1983). Dept. Chem., Ohio State Univ., Columbus, OH (USA)

Spectrophotometric determination of chlorpromazine hydrochloride using the color reaction with palladium(II) and o-hydroxyhydroquinone-phthalein. I. Mori, Y. Fujita and S. Kitano.

A color reaction among chlorpromazine hydrochloride (CP.HCl), palladium(II) and o-hydroxyhydroquinonephthalein (Qn.Ph.) in the presence of sodium dodecylsulfate (SDS)-chloride ions was studied, and a simple and rapid spectrophotometric method for the determination of CP.HCl has been established. This proposed method could be used in the concentration range of 0 - 150 $\mu\text{g}/10$ ml of CP.HCl, where the apparent molar absorptivity was calculated to be 2.2×10^4 l mol⁻¹ cm⁻¹ at 525 nm, and was applied successfully to the determination of CP.HCl in pharmaceutical preparations. — Bunseki Kagaku 32, E1 - E7 (1983). Osaka Coll. Pharm., Osaka (J)

Trace determination of the antihistamines tripeleminamine hydrochloride, thenyldiamine hydrochloride, and chlorothene citrate in admixture in animal feed, human urine, and wastewater by high-pressure liquid chromatography and use of a fluorescence detector. H.C. Thompson, Jr., C.L. Holder and J.R. Althaus.

Für die Bestimmung der drei im Titel genannten Antihistamine in Tierfutter, menschlichem Urin und Abwasser (Konzentrationen: 500, 10 und 10 ng/g) wurde ein HPLC-Verfahren ausgearbeitet. Für die verschiedenen Matrices werden geeignete Extraktionsverfahren angegeben, an die sich eine Reinigungsstufe an einer Kieselsäule anschließt. Für die HPLC wird eine Vorsäule mit 37 - 50 μm Corasil Si und eine Hauptsäule mit 5 μm Si Ultrasphere (25 cm x 4,6 mm i.D.) verwendet. Mobile Phase: 0,005 M Triethylamin in Dichlormethan/2-Propanol (99:1, v/v, 2,0 ml/min). Fluoreszenzdetektor: Anregung 310 nm, Emission 360 nm. Als Alternative wird ein GC-Verfahren empfohlen mit Trennung an einer 180 cm x 2 mm i.D. Glassäule, gefüllt mit 5% Dextsil 300 auf Chromosorb W HP (80 - 100 mesh). Temperatur 220°C. He-Trägergas 25 ml/min. Rubidium-Bett-N/P-Detektor (Wasserstoff/Luft 2/120 ml/min). Bei der gas-chromatographischen Bestimmung der drei Substanzen in Zumischungen für Tierfutter werden Erfassungsgrenzen von 10 $\mu\text{g}/\text{g}$ erreicht. — Talanta 30, 251 - 260 (1983). Dept. Health Human Serv., F&D Admin., Nat. Toxicol. Program, Jefferson, AR (USA) W. Czysz

Comparison of amine modifiers used to reduce peak tailing of 2-phenylethylamine drugs in reversed-phase high-performance liquid chromatography. R. Gill, S.P. Alexander and A.C. Moffat.

Die chromatographische Retention und die Peakformen für eine Gruppe von fünf 2-Phenylethylamin-Pharmaka wird für die Reversed-Phase HPLC mit einer Reihe von Eluenten, die unterschiedliche Mengen Amin im Puffersystem enthalten, untersucht. Auf ODS-Silicagel-Säulen werden methanolischen Eluenten unter Zusatz von o-Phosphorsäure und NaOH, denen geeignete Amine zugesetzt werden, verwendet. 11 Eluenten, die verschiedene Amine enthalten, werden untersucht zusammen mit 2 Kontroll-eluenten, die nur anorganische Puffer-Verbindungen enthalten. Eine starke Verbesserung in der Peakform kann durch den Zusatz einiger Amine erreicht werden. Die Bedeutung der Auswahl von Aminen mit geeigneten hydrophoben Eigenschaften und einer richtigen Molekülgeometrie wird diskutiert. Praktische Hinweise zur Auswahl optimaler Amine bei der 2-Phenylethylamin-trennung werden gegeben. — J. Chromatogr. 247, 39 - 45 (1982). Home Office Centr. Res. Establishm., Aldermaston, Reading, Berks. (GB) R.H.S.

Elektrochemische Untersuchung eines neuen Neurolepticums: Loxapin.

J.-C. Viré, J.-M. Kauffmann and G.J. Patriarche.

Die elektrochemische Charakterisierung des Neurolepticums Loxapin wurde mit Hilfe von Gleichstrom-, Wechselstrom- und Differentialpuls-Polarographie sowie cycl. Voltammetrie ermittelt. Die Reduktion der Azomethingruppe des chemisch als 2-Chlor-11-(4-methyl-1-piperazinyl)-dibenzo-(b,f)-1,4-oxazepin bezeichneten Wirkstoffs wird durch die Nachbarschaft des protonierbaren Piperazinrings beeinflusst. Besonders in alkalischem Medium sind Adsorptionsphänomene zu beobachten. Die Bestimmung von Loxazepin, auch in Tabletten, kann in saurem Medium mit Erfolg durchgeführt werden. Die gleichzeitige Bestimmung von Loxazepin und Clothiapin ist wegen der strukturellen Verwandtschaft nicht möglich. In neutralem und alkalischem Medium kann es jedoch neben Clozapin nachgewiesen werden. — Anal. Lett. 15B, 1331 - 1343 (1982)(Franz., mit engl. Zus.-fass.). Inst. Pharm., Univ. Libre, Brüssel (B) W. Czysz

Modified method — bromatometric determination of p-aminosalicylic acid. K. Ganapathy, M. Ramanujam and K. Neelakantam.

p-Aminosalicylic acid is readily and accurately determined by bromatometric titration using methyl orange as indicator. The results correspond to dibromination of the compound. In determination of 8 - 44 mg of the compound, the error is within $\pm 0.7\%$. — Procedure. Acidify a suitable aliquot of p-aminosalicylic solution with concentrated HCl and keep the acidity at 4 N. Add a drop of the indicator solution and titrate slowly at 30 - 35°C with standard bromate-bromide mixture until the colour discharges. — Acta Ci. Indica 8C, 43 - 45 (1982). Dept. of Chem., Annamalai Univ., Annamalaiagar (IND)

Determination of metronidazole in tablet formulations by differential pulse polarography. A.N. Papas and M.F. Delaney.

Zur Bestimmung des antimikrobiell wirksamen Metronidazols in Tabletten wird ein differential-puls-polarographisches Verfahren vorgeschlagen. Die gepulverten Tabletten werden in Kaliumbiphthalatpuffer pH 3,8 suspendiert, die Lösung nach geeigneter Verdünnung filtriert und Aliquots dieser Lösung polarographiert. Das wirksame Prinzip ist die direkte polarographische Reduktion der Nitrogruppe, ein besonderes Extraktionsverfahren ist nicht erforderlich. Als Meßzelle dient eine Drei-Elektrodenzelle mit statischer Hg-Tropfen-, Ag/AgCl-Referenz- und Pt-Draht-Hilfselektrode (Modulations-Amplitude 50 mV, Tropfzeit 0,5 sec, Scannen von 0,0 V bis -0,75 V vs. Ag/AgCl mit 10 mV/sec). Das System ist über den erforderlichen Meßbereich (1 Tablette = 100 mg Metronidazol) linear, VK 0,70%; in Tabletten wurden 97,1% der angegebenen Wirkstoffmenge wiedergefunden. — Anal. Lett. 15B, 739 - 745 (1982). Winchester Engin.-Anal. Center, US Food & Drug Admin., Winchester, MA (USA) W. Czysz

Titrimetric microdetermination of isoniazid by amplification reactions. D. Amin and A.M. Al-Daher.

Zur Mikrobestimmung des Anti-Tuberkulose-Wirkstoffes Isoniazid wird eine Vervielfachungs-Methodik vorgeschlagen. Dabei wird die Probe in Lösung mit Iod in Chloroform oxidiert, das gebildete Iodid mit Brom oxidiert und das freigesetzte Iodat iodometrisch nach 6-facher Vervielfachung bestimmt.

fachung titriert. Alternativ kann das freigesetzte Iod zu Iodid reduziert und zu 36 Iodid-Ionen vervielfacht werden. Bei sorgfältiger Ausführung der Methode beträgt die Standardabweichung bei Konzentrationen $\geq 0,5$ mg Isoniazid 1,5%, im Bereich 0,01 mg ca. 3,6%. — *Microchem. J.* **27**, 389 - 392 (1982). Dept. Chem., Coll. Sci., Univ. Mosul (IRQ) B.R. Glutz

Relationship between R_M values and hydrophobicity. Chromatographic behaviour of crotonolactones. K. Dadakova, J. Hartl and K. Waisser.

Das dünn-schicht-chromatographische Verhalten der 4-Aryl-2,3-dihalogen-2,4-crotonolactone, die antituberkulostatische Aktivität besitzen, wird im Vergleich zur Hydrophobizität der Verbindungen untersucht. Dazu werden Dünnschichten mit 20%, 30% und 50% äthanolischen Lösungen von Formamid imprägniert. Die Entwicklung wird in Cyclohexan durchgeführt, der Nachweis im UV-Licht. Durch die Zunahme der Konzentration in den Imprägnierungslösungen nehmen die R_F -Werte ab und die R_M -Werte zu. Als Trennmechanismus wird daher ein reiner Verteilungsmechanismus angenommen. Aus diesen Werten kann die Hydrophobizität der Verbindungen ermittelt werden. Eine Beziehung zwischen der Hydrophobizität und der pharmazeutischen Wirksamkeit der Verbindungen konnte nicht gefunden werden. — *J. Chromatogr.* **254**, 277 - 281 (1983). Fac. Pharm., Charles Univ. Hradec Kralove (CS) R.H.S.

A collaborative study of four methods of assay of benzylpenicillin.

H. Vanderhaughe, M. Dubost, M. Fischler, R. Malherbe and C. Vandervlies.

Die Bestimmung von Benzylpenicillin nach verschiedenen Methoden wurde in vier Laboratorien durchgeführt und die dabei erhaltenen Ergebnisse verglichen. Die Methoden waren 1. iodometrische Titration, 2. Spektralphotometrie mit Farbreaktion durch ein Quecksilber(II)-chlorid-Imidazolreagens, 3. Titration mit Quecksilber(II)-nitrat in Acetatlösung und 4. Titration mit Quecksilber(II)-perchlorat in wässriger Pyridinlösung. Man erhielt sehr ähnliche Ergebnisse, gewisse Nachteile zeigten sich bei der 4. Methode (niedrige Ergebnisse und Verwendung von Pyridin). Die relativen Standardabweichungen stimmten bei allen Methoden ziemlich überein (Graphik). Verff. geben Methode 3 (mit Quecksilber(II)-nitrat) den Vorzug, da es sich um ein Absolutverfahren handelt. — *Anal. Chim. Acta* **143**, 191 - 198 (1982). Rega Inst., Leuven (B); Cebtre Rech. Rhone-Poulenc, Vitry sur Seine (F); Astra Pharm., Södertälje (S); Gist-Brocades, Delft (NL) W. Czysz

Modified nuclear magnetic resonance assay of gentamicins. N.P. Reuter, A.C. Haneke, E. Lewis, T.G. Alexander, E. Mazzola and A. Aszalos.

A NMR spectrometric method was designed to assay the fractional "C" composition of gentamicin preparations. The gentamicin C_1 and C_2 contents of the samples are calculated from the N-methyl and C-methyl integration ratios of the corresponding functional groups of the gentamicin structures. Gentamicin C_{1a} content is obtained by subtraction of $(C_1 + C_2)\%$ from 100%. This new NMR assay is applicable to 90 MHz NMR instruments and is more accurate and less time consuming than the presently used official assay described in the Code of Federal Regulations. — *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* **65**, 1413 - 1416 (1982). Food Drug Admin., Nat. Center Antibiotics, Washington, DC (USA)

Determination of gentamicin sulfate C_{1a} , C_2 and C_1 components by ion pair liquid chromatography with electrochemical detection. T.A. Getek, A.C. Haneke and G.B. Selzer.

The 3 major components of gentamicin sulfate (C_{1a} , C_2 , and C_1) were separated by a liquid chromatographic method using a reverse phase C_{18} bonded silica gel column and an aqueous ion pair solvent system consisting of 0.015 M pentanesulfonic acid sodium salt, 0.2 M sodium sulfate, and 0.1% acetic acid. Individual C components as well as several unknown minor constituents were detected by an electrochemical flow cell with a glassy carbon working electrode set at a potential of $+1.3 \pm 0.1$ V vs Ag/AgCl. The analytical response was linear over a concentration range of 16 - 30 μ g. A plot of peak areas vs concentration of C fractions yielded a correlation coefficient of 0.999 or better for the C_{1a} , C_2 , and C_1 components of gentamicin sulfate. — *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* **66**, 172 - 175 (1983). Food Drug Admin., Nat. Cent. Antibiot. Anal., Washington, DC (USA)

AC polarographic determination of cloxacillin. L.J. Núñez-Vergara, M.M. Silva and J.A. Squella.

Hydrolysis of cloxacillin at pH 4.0 yields an electro-active product which can be determined by polarography. Depending on the concentration of cloxacillin, one of 2 peaks was obtained: The potential ac peaks for a 4.36 mM cloxacillin solution were peak I, -0.23 V and peak II, -0.13 V. For analytical purposes, the final peak was used. A linear relationship was established for levels of cloxacillin between 2.2×10^{-5} and 2.2×10^{-3} M. Average recovery was 98.8% (SD 1.8), indicating satisfactory accuracy for the method. Individual capsule and composite assays as well as interference tests are described. — *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* **65**, 1403 - 1406 (1982). Dept. Pharmacol. Sci., Fac. Basic Pharm. Sci., Univ. Santiago (RCH)

Applications of a modified "isohydric solvent system" in HPLC on silica gel for the analysis of the macrolide antibiotics turimycins and spiramycins. G.A. Bens, E. Crombez and P. de Moerloose.

The behaviour of some macrolide antibiotics in HPLC on silica gel using an isohydric eluent system and its modifications are described. These modifications involve water content and diethylamine content variations in the eluent, and also column temperature variations, using column packing material previously described. Extension to other types of silica gel packing materials was also performed. The experiments showed excellent results for the separations of the macrolide antibiotic complexes Turimycins and Spiramycins and proved that the chromatographic process is not only an adsorption one but that partitioning effects also play an important role. — *J. Liquid Chromatogr.* **5**, 1449 - 1465 (1982). Dept. Pharm. Chem. Drug Quality Control, Univ. Ghent (B)

Determination of tetracycline and related compounds by high-performance liquid chromatography. J.Y.C. Hon and L.R. Murray.

An isocratic HPLC method for the determination of tetracycline and its related compounds is described. The method uses a reverse phase (C_{18}) column, a modified acetonitrile/water mobile phase, and benzoic acid as the internal standard. Elution of all compounds of interest is complete within seven minutes. Results are presented for thirteen commercial capsule formulations and are compared with results by microbiological assay and thin-layer chromatographic methods. — *J. Liquid Chromatogr.* **5**, 1973 - 1980 (1982). Antibiot. Sect., Nat. Biol. Standards Lab., Canberra, A.C.T. (AUS)

Identification of some closely related potential antidiabetic 4-arylhydrazono-1-guanyl-nitrate-3-methyl-2-pyrazolin-5-ones. R. Jain and D.D. Agarwal.

Zur dünn-schicht-chromatographischen Entwicklung von insgesamt 19, von Verff. synthetisierten, substituierten Guanyl-nitrat-pyrazolinonen wurden 21,5 x 21,5 große Glasplatten nach dem Verfahren von Stahl mit 0,5 mm Silica Gel G beschichtet. Nach Auftragen 0,2%iger Lösungen der Substanzen in Aceton, wurde mit A) $CHCl_3$ /Cyclohexan/ CH_3OH (60:20:20) bzw. B) $CHCl_3$ /Cyclohexan/Ethylmethylketon (55:25:20) entwickelt. Die Detektion erfolgte durch Behandlung der getrockneten Chromatogramme mit Ioddampf. Eine Tabelle enthält die R_F -Werte der Substanzen für A) und B) sowie die Nachweisgrenzen. — *J. Liquid Chromatogr.* **5**, 1177 - 1179 (1982). Dept. Chem., Univ. Roorkee (IND) K. Söllner

Separation and determination of cis/trans- β -carotenes by high-performance liquid chromatography. K. Tsukida, K. Saiki, T. Takii and Y. Koyama.

Alle vier Mono-cis- und die fünf Di-cis- β -Carotine können durch HPLC auf einer Kalksäule mit 0,1 - 2% Aceton in n-Hexan getrennt werden. Der Nachweis kann mit einem UV-VIS Detektor erfolgen, die UV-VIS Charakteristika der Carotine in n-Hexan sind tabellarisch wiedergegeben. Mit dem Verfahren wird die thermische und die Photoisomerisierung von β -Carotinen untersucht. — *J. Chromatogr.* **245**, 359 - 364 (1982). Kobe Women's Coll. Pharm., Kobe (J) R.H.S.

High-performance liquid chromatographic separation and nuclear magnetic resonance identification of stereoisomers of 5,8-furanoidal retinal. M. Ito, T. Yamane and K. Tsukida.

Die chromatographische Trennung der zwei Diastereoisomeren (5,8-trans- und 5,8-cis-Furanoidalretinal) kann auf einer LiChrosorb Alox T

Säule mit 20% Diethylether in n-Hexan als mobiler Phase durchgeführt werden. Die E-Z-Isomeren, die durch Photoisomerisation von all-(E)-5,8-trans-Furanoidealretinal erhalten werden, können auf einer μ Porasil-säule mit Diethylether/n-Hexan (20:80) getrennt werden. Außerdem können auch noch neue Isomere aus den Gemischen bestimmt werden. Die Identifikation und Strukturbestimmung der getrennten Isomeren erfolgt durch NMR. — J. Chromatogr. 253, 113 - 119 (1982). Kobe Women's Coll. Pharm., Kobe (J) R.H.S.

Simultaneous separation of water-soluble vitamins and coenzymes by reversed-phase high-performance liquid chromatography. R.M. Kothari and M.W. Taylor.

Die Identifizierung und quantitative Bestimmung von wasserlöslichen Vitaminen und ihren Cofaktoren in Multivitaminpräparaten und biologischen Systemen wird beschrieben. Die Vitamine und ihre Cofaktoren werden in methanolischer Lösung auf eine μ Bondapak C₁₈-Säule gegeben. Es wird 21 min in 0,2 M, pH 5,1 Ammoniumphosphatpuffer eluiert. Hierbei werden Folsäure, Pyridoxinhydrochlorid, Nicotinamid und Thiaminhydrochlorid getrennt. Zur Trennung von Vitamin B₁₂ und Vitamin B₂ wird auf 30% wäßriges Methanol als mobile Phase umgeschaltet. Der Nachweis erfolgt bei 254 nm. Die Coenzymstandards können mit dem Ammoniumphosphatpuffer allein eluiert werden, während bei gleichzeitigem Vorliegen von Vitaminen und Coenzymen nach ca. 25 min wieder auf 30% wäßriges Methanol umgeschaltet wird. — J. Chromatogr. 247, 187 - 192 (1982). Dept. Biol., Indiana Univ., Bloomington, IN (USA) R.H.S.

Analytical control of arabonic acid production by isotachopheresis.

V. Dolnik, P. Božek, L. Sístkova and J. Körbl.

Arabonsäure ist ein Zwischenprodukt bei der industriellen Synthese von Riboflavin. Zur analytischen Kontrolle der Oxidation der Glucose in wäßrig alkalischer Lösung wird ein isotachophoretisches Verfahren entwickelt. Der Leitelektrolyt ist β -Alanin in 10 mMol HCl (pH 3,3) + 0,3% Polyacrylamid. Als Abbrüchelektrolyt wird Propionsäure verwendet. Dem Leitelektrolyt wird noch ein UV-Polymerisat von 0,3% Canogum 41 + 0,001%-Riboflavin zugesetzt. Außer der Arabonsäure können noch viele Nebenprodukte der Reaktion getrennt und nachgewiesen werden. — J. Chromatogr. 246, 343 - 345 (1982). Inst. Anal. Chem., Czech Acad. Sci., Brno (CS) R.H.S.

Simple colorimetric method for determination of pyridoxine hydrochloride (vitamin B₆) in pharmaceuticals. R.T. Sane, V. J. Doshi and S.K. Joshi.

A simple colorimetric method is described for the determination of pyridoxine hydrochloride (vitamin B₆). The method is based on the measurement of an orange species formed when pyridoxine hydrochloride is treated with diazotized dapsone and sulfanilamide in a mixture of trichloroacetic acid and sulfuric acid at room temperature, followed by treatment with an aqueous solution of sodium carbonate. Compounds such as thiamine hydrochloride, cyanocobalamin, and common excipients such as starch and talc which are present in various formulations with pyridoxine hydrochloride do not interfere in the reaction. Statistical validation showed that the method was highly precise and accurate. Results agree well with those obtained by other methods reported in the literature. — J. Assoc. Off. Anal. Chem. 66, 158 - 160 (1983). Ramnarain Ruia Coll., Dept. Chem., Matunga, Bombay (IND)

Radiometric microbiological assay of vitamin B₆: Assay simplification and sensitivity study. T.R. Guilarte.

Modification of a previously developed radiometric microbiological assay for vitamin B₆ reduces assay complexity and time. Reduction of enzymatic treatment from 24 to 3 h essentially eliminates one day's time for the analysis of plasma samples. Use of lyophilized *Kloecckera brevis* cultures eliminates routine subculturing of the test organism, with no significant effect on test results. Modifications in test vial size and total volume in test vials have increased assay sensitivity to a level of 0.25 ng pyridoxine (PN), pyridoxal (PL), or pyridoxamine (PM) per vial level and decreased the amount of medium and labeled substrate (i.e., L-[1-¹⁴C]-valine), thus reducing assay cost. — J. Assoc. Off. Anal. Chem. 66, 58 - 61 (1983). Johns Hopkins Univ., Dept. Environ. Health Sci., Baltimore, MD (USA)

Polarometric determination of panthotenol. M. Koleva and V. Bakalov.

Ein polarometrisches Verfahren zur Bestimmung von Panthotenol im kurzwelligen Bereich von 366 - 406 nm wird beschrieben. Das einfache und genaue Verfahren kann zur Bestimmung von Panthotenol in Arzneimitteln mit einem rel. Fehler von $\pm 0,8\%$ eingesetzt werden. — Farmacia 3, 19 - 22 (1982) R.H.S.

Quantitative high-performance liquid chromatography of structurally similar nucleosides. W. Schroeder, III., T.L. Cupps and L.B. Townsend.

Die strukturell verwandten Nucleoside Nucleosidadenosid, Adenin-arabosid und 2'-Desoxyadenosin und Gemische davon können mit Inosin als internem Standard durch HPLC auf einer Whatman Partisil 10/ODS-3 Reversed-Phase-Säule mit Acetonitril/KH₂PO₄-Puffer (pH 3,25) (5:95) getrennt werden. Der Nachweis erfolgt bei 254 nm. Verunreinigungen können in Konzentrationen unter 0,10% noch nachgewiesen werden. Das Verfahren wird zum Nachweis von Spuren biologisch aktiver Nucleoside in Nucleosidpräparaten empfohlen. — J. Chromatogr. 254, 315 - 321 (1983). Dept. Med. Chem., Coll. Pharm., Dept. Chem., Univ. Michigan, Ann Arbor, MI (USA) R.H.S.

TLC separation and identification of essential oil constituents on silica gel plates. R. Bhushan.

Die etherischen Öle aus dem Harz von *Pinus longifolia* Roxb. (1) und der Schale von *Citrus reticulata* Blanco (3) wurden durch Wasserdampfdestillation bzw. aus den Blättern von *Eucalyptus citriodora* Hook (2) durch 3 h Extraktion mit Petrolether (40 - 60°) gewonnen. Die Ausbeute betrug bei (1) 10 ml aus 60 g; bei (2) 12 ml aus 250 g nach Verdampfen des Lösungsmittels bei 45°C unter niedrigem Druck; und bei (3) 15 ml aus 500 g nach Trocknen mit wasserfreiem Na₂SO₄. Die Messung der Brechungsindices bei 26°C ergab 1,389; 1,471 bzw. 1,403. Die DC auf Silicagel-Chromatostrips mit Petrolether als Fließmittel ermöglichte die Trennung der enthaltenen Verbindungen und ihren Nachweis nach Besprühen mit verschiedenen Reagentien: Fluorescein-Brom, 2,4-Dinitrophenol, konz. H₂SO₄, Chromschwefelsäure. Die R_F-Werte stimmen mit denen aus Literaturangaben gut überein. In (1) identifizierte man Camphen, Pinen, β -Pinen, Limonen, Terpeniol und Borneol; in (2) Phellandren, Piperiton, 1,8-Cineol und Terpeneol; in (3) Terpinen, Limonen, Citral, Linalool, Carveol und Geraniol. Bemerkenswert der Befund, daß im Rückstand des Fichtenholzharzes nur Proteine, aber keine Kohlehydrate ermittelt wurden. Nach 18 h Hydrolyse mit 6 N HCl in versiegelten Glasrohr ergab die PC nach Entwickeln mit BuOH/AcOH/H₂O (4:1:5) und Besprühen mit 0,2%igem Ninhydrin in Aceton den Nachweis von Histidin, Alanin, Methionin, Isoleucin und Tryptophan. — J. Liquid Chromatogr. 5, 1097 - 1102 (1982). Chem. Dept., Univ. Roorkee (IND) A.M. Roscovanu

High-performance liquid chromatographic-fluorimetric determination of safrole in perfume, cologne and toilet water. H.H. Wisneski, R.L. Yates and H.M. Davis.

Ein spektralphotofluorimetrisches Verfahren zur Bestimmung von Safrol (1,2-Methylenedioxy-4-allylbenzol) in Parfum und Toilettenwässern wird beschrieben. Dazu werden die Proben verdünnt und auf eine Zorbax ODS-REversed-Phase Säule injiziert, die mit Methanol/Wasser (6:4) als mobiler Phase eluiert wird. Der analytischen Säule wird eine Silicagel Vorsäule vorgeschaltet. Das Effluat wird bei einer Anregungswellenlänge von 295 nm und einer Emissionswellenlänge von 323 nm ausgewertet. Im Konzentrationsbereich von 0,01 - 0,4% erhält man Ausbeuten von 98 - 102%. Die minimale Nachweismenge an Safrol beträgt 10 ng. — J. Chromatogr. 255, 455 - 461 (1983). Div. Cosm., Food Drug Adm., Washington, DC (USA) R.H.S.

Determination of allantoin and chlorohydroxyaluminium allantoinate in cosmetic and pharmaceutical products by high-performance liquid chromatography. J. Kawase, H. Ueno and K. Tsuji.

Ein HPLC-Verfahren zur schnellen und bequemen direkten Bestimmung von Allantoinderivaten in Kosmetika wird beschrieben. Dazu werden die Proben (Zahnpaste, Creme, Shampoos, Lotionen, Lippenstifte, Puder, ect.) mit heißem Wasser bzw. 5% n-Propanol in heißem Wasser extrahiert. Die Extrakte werden bis auf eine Allantoinkonzentration von 10 - 120 μ g/ml geeignet mit Wasser verdünnt und der Überstand der Lösungen auf

einer TSK-Gel LS-211 Säule (H⁺-Form) mit Wasser als Elutionsmittel getrennt. Das Effluat wird mit 0,5 M Phosphatpuffer (pH 5), welcher 1% NaOCl enthält, 0,5% NaNO₂ in Wasser und 0,5% KI in Wasser versetzt. Dadurch werden die Allantoinderivate in die entsprechenden N-Chloramine überführt, der Überschuss an Hypochlorit wird selektiv mit Nitrit zerstört und die N-Chloramine schließlich unter Bildung von Triiodid mit Iodid umgesetzt. Das Triiodid kann bei 370 nm nachgewiesen werden. Eine Analyse dauert nur 12 min, weniger als 1 µg können nachgewiesen werden, die rel. Standardabweichung liegt unter 1,8%. Das Verfahren kann zur Bestimmung der Stabilität der Allantoinverbindungen in pharmazeutischen Präparaten eingesetzt werden. — *J. Chromatogr.* 253, 237 - 242 (1982). Tohigi Res. Lab., Kao Soap, Tohigi (J) R.H.S.

High pressure liquid chromatographic determination of allantoin in cosmetic creams and lotions. K. Nakao, K. Honda and T. Yoneya.

A sensitive HPLC method was developed for the determination of allantoin in cosmetic preparations. The procedure consists of simple cleanup of samples, derivatization with p-nitrobenzaldehyde in N,N-dimethylformamide to an ultraviolet labeled derivative, and reverse phase chromatography on an octadecylsilylated silica column. Ultraviolet absorbance was measured at 270 nm. Recovery was greater than 97% for cosmetic samples, and the minimum limit of detection was 10 ng. — *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 65, 1362 - 1365 (1982). Kanebo, Ltd., Cosmetics Lab., Odawara (J)

Post-column oxidation of reduced bipterins for fluorescence detection. K. Yazawa and Z. Tamura.

Ein Nachsäulen-Oxidationsverfahren zum Fluorescenznachweis von Biopterinen, welches auf der Oxidation der reduzierten Biopterine zu Biopterin beruht, wird beschrieben. Mit diesem Verfahren können Biopterin, Sepiapterin, 7,8-Dihydropterin, 5,6,7,8-Tetrahydrobiopterin in R- und S-Konfiguration gleichzeitig mit hoher Empfindlichkeit bestimmt werden. Die besten Ergebnisse werden durch Oxidation mit Natriumnitrit in sauren Pufferlösungen erreicht. Die günstigsten Reaktionsbedingungen liegen bei pH 4 oder darunter mit einer Endkonzentration von 1,0 mM Natriumnitrit bei 60 - 90°C. Die Reaktionszeit liegt dann bei 1 - 2 min. Mit dem Verfahren können 15 pg Biopterin und 60 pg des Tetrahydrobiopterins nachgewiesen werden. Nach der Reduktion muß die Probe durch Zumischen von 0,4 M Borsäure + KOH alkalisch (pH 9,7) gemacht werden. Die Fluorescenzanregung erfolgt bei 360 nm. — *J. Chromatogr.* 254, 327 - 331 (1983). Fac. Pharm. Sci., Univ. Tokyo (J) R.H.S.

High-performance liquid chromatography of urea and related compounds with post-column derivatization. J. Kawase, H. Ueno, A. Nakae and K. Tsuji.

Harnstoff und verwandte Verbindungen wie Allantoin, N-Methylharnstoff, 1,1-Dimethylharnstoff, 1,3-Dimethylharnstoff, Thioharnstoff und Thioharnstoffdioxid können in 30 min durch HPLC mit einer Nachweisgrenze von weniger als 0,2 µg bestimmt werden. Die Trennung erfolgt auf einer starken Kationenaustauschersäule (TSK-Gel LS-211, Li⁺-Form) bei 50°C mit Wasser (entionisiert) als Elutionsmittel. Dann wird der Elutionslösung Hypochlorit, Nitrit und Iodid zugesetzt. Durch das Hypochlorit werden die Verbindungen in die entsprechenden N-Chloramine umgesetzt und überschüssiges Hypochlorit wird selektiv mit Nitrit zersetzt. Die N-Chloramine bilden mit Iodid Triiodide, die bei 370 nm nachgewiesen werden können. Die Verbindungen können mit diesem Verfahren gut in kosmetischen und pharmazeutischen Produkten nachgewiesen werden. — *J. Chromatogr.* 252, 209 - 216 (1982). Tohigi Res. Lab., Kao Soap Co., Tohigi (J) R.H.S.

Gas-liquid chromatographic method for determining 1,4-dioxane in cosmetics. D.B. Black, R.C. Lawrence, E.G. Lovering and J.R. Watson.

The impurity is extracted into an aqueous phase followed by column cleanup to remove nonpolar interferents. 1,4-Dioxane is partitioned into toluene, passed through an extraction tube to remove water and other polar compounds including organic dyes, concentrated by adsorption onto silica, further purified by washing with dichloromethane, and eluted with acetonitrile for injection into the gas chromatograph. The mean recovery of 1,4-dioxane from 51 cosmetic products, determined by spiking, was 63%. The limit of detectability is about 0.5 ppm and

the minimum quantifiable level is about 2 ppm. The identity of 1,4-dioxane is confirmed by MS. — *J. Assoc. Off. Anal. Chem.* 66, 180 - 183 (1983). Health Welfare Canada, Protect. Branch, Drug Res., Ottawa, Ont. (CDN)

3. BIOCHEMISCHE UND KLINISCHE ANALYSE

Comparative study of different wet mineralisation digestion methods for the measurement of total mercury in biological samples.

F. Dehairs, G. Decadi and W. Baeyens.

The preferred method of treating samples of *Lagoraspion* major and *Platihypridium riparoides* plants, of olive tree leaves (*Olea europea*) and of milk powder from the CEC was mineralization with H₂SO₄/HNO₃/V₂O₅ and digestion with KMnO₄. — *Procedure*. Sample is heated at 60°C with 5 ml conc. H₂SO₄, 10 ml conc. HNO₃ and 2 mg V₂O₅ for 30 min. The product is made up to 100 ml with water and a 25 ml aliquot is digested with H₂SO₄/KMnO₄ for 16 h. — *Analisis* 10, 373 - 376 (1982). Dienst Anal. Scheikunde, Vrije Univ. Brussels (B) J.S. Dunnett

Blood pH measurement with a solvent polymeric membrane electrode in comparison with a glass electrode. P. Anker, D. Ammann and W. Simon.

Messungen von pH-Werten mit einer auf einem elektrisch neutralen Carrier beruhenden, H⁺-selektiven Flüssigmembranelektrode in Blutproben und Eichpufferlösungen ergeben Standardabweichungen für einzelne Messungen von 0,001 bis 0,003 pH-Einheiten. Eine Korrelation der mit dieser Elektrode an 35 Blutproben ermittelten pH-Werte mit den Meßwerten einer Glaselektrode ergibt einen Korrelationskoeffizienten von 0,998 und eine Restabweichung von 0,01 pH-Einheiten. — *Mikrochim. Acta* 1983 I, 237 - 242. Dept. Organ. Chem., Swiss Federal Inst. Technol., Zürich (CH)

Immobilization of enzymes on polychlorotrifluoroethylene particles packed in small columns. N.D. Danielson, T.M. Bossu and M. Kruepman.

Verwendung und Eignung von Polychlorotrifluorethylen-Partikeln (PCTFE; Kel-F 82/KF6301 von 3M Comp.) zur Immobilisierung von Enzymen durch hydrophobe Adsorption wurden untersucht. Die PCTFE-Partikel werden in Säulen (5 - 10 cm x 0,4 cm i.D.) gepackt. Nach dem ersten Durchgang des betreffenden Enzyms (20 µl; 0,5 bis 1 mg/ml) durch die vorher mit SDS (zur Verhinderung der Immobilisierung) äquilibrierten Säule bestimmt man die Enzymmenge im Eluat. Dann entfernt man das SDS (mit Wasser, Methanol, 1 ml/min), äquilibriert jetzt mit 0,05 M Tris-Puffer, pH 6,5, und injiziert ein zweites Aliquot der Enzymlösung. Auch nach diesem Durchgang wird die Enzymmenge im Eluat photometriert. Die Menge des immobilisierten Enzyms ergibt sich aus der Differenz der Peakflächen des Enzym/SDS-Durchgangs und des Enzym/Tris-Puffer-Durchgangs, dividiert durch die Peakfläche Enzym/SDS. Enzymbindungskapazität von PCTFE = 0,2 mg/g Polymer. Im zweiten Teil der Arbeit werden Anwendungen mit immobilisierter Lactat-Dehydrogenase, Alkohol-Dehydrogenase und Urease/Glutamat-Dehydrogenase beschrieben. Die Lebensdauer eines immobilisierten Enzyms wird mit etwa 1 - 2 Monaten angegeben. — *Anal. Lett.* 15B, 1289 - 1300 (1982). Dept. Chem., Miami Univ., Oxford, OH (USA) W. Czys

A stopped-flow instrument for reaction-rate measurements with immobilized enzymes. R.Q. Thompson and S.R. Crouch.

Die Konstruktion und Funktionsweise eines stopped-flow-Instruments für direkte und kontinuierliche Beobachtung/Registrierung von Reaktionen, die von immobilisierten Enzymen katalysiert werden, wird beschrieben. Das Enzym ist an der Innenwand der als offenes Rohr konstruierten Durchflußzelle fixiert. Die Enzymreaktionen erfolgen unter statischen Bedingungen. Hierdurch wird die Reaktionskinetik ausschließlich durch Diffusion und die inhärente Enzymreaktionsgeschwindigkeit bestimmt. Die Zelle ist lichtdurchlässig, so daß die Lichtabsorption kontinuierlich während des ganzen Reaktionsablaufs registriert werden kann. Durch