

### 130. Quantitative Bestimmung des Nicotinsäure-amids in tierischen Organen

von P. Karrer und H. Keller.

(22. VIII. 38.)

Die Bestimmungen des Nicotinsäure-amids in tierischen Organen wurden mit der kürzlich beschriebenen<sup>1)</sup> Methode ausgeführt. Diese besteht im wesentlichen aus:

1) Extraktion des Materials. Die fein gehackte Substanz wird mit der doppelten Menge Wasser dreimal je eine Stunde ausgekocht. Dann vereinigt man die filtrierte Lösungen und konzentriert sie auf ca. 300 cm<sup>3</sup>.

2) Abspaltung des Nicotinsäure-amids aus dem Coferment. Der konz. Extrakt wird mit 30—40 cm<sup>3</sup> n. Kalilauge versetzt, 1 bis 1½ Stunden auf dem Wasserbad erwärmt, hierauf mit Essigsäure neutralisiert und im Vakuum zur Trockene verdampft.

3) Extraktion des Nicotinsäure-amids aus der Trockensubstanz. Die im Hochvakuum über Phosphorpenoxyd vollständig entwässerte Trockensubstanz wird mit Benzol drei- bis viermal je 2 Stunden am Rückflusskühler ausgekocht.

4) Herstellung der quartären Pyridiniumverbindung. Aus den vereinigten benzolischen Lösungen wird das Benzol abdestilliert und der Rückstand mit der 4-fachen Menge Dinitro-chlorbenzol verschmolzen. Hierauf löst man die Schmelze in Äther und extrahiert die Lösung quantitativ mit Wasser.

5) Aufspaltung der Pyridiniumverbindung und Messung des Extinktionsmoduls. Die wässrige Lösung wird mit 1 bis 2 Tropfen 20-proz. Kalilauge versetzt und sofort im Leifostufenphotometer die Extinktion gemessen. Aus der Eichkurve (Fig. 1)

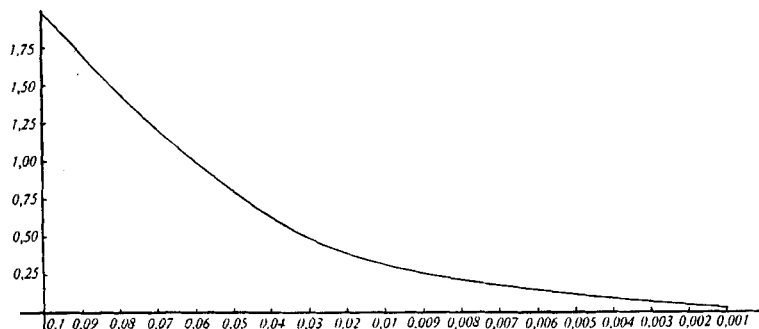


Fig. 1.

<sup>1)</sup> Helv. 21, 463 (1938).

lässt sich für jeden gemessenen Extinktionsmodul die entsprechende Menge Nicotinsäure-amid pro cm<sup>3</sup> Lösung entnehmen.

In dieser Weise haben wir die nachstehenden Mengen Nicotinsäure-amid in verschiedenen tierischen Materialien ermittelt<sup>1)</sup>; die Zahlen bedeuten Mindestwerte. Geringe Quantitäten Nicotinsäure-amid werden vermutlich durch die verschiedenen Operationen verloren gehen.

Untersuchte Substanz	Extinktionsmodul	mg Nicotinsäure-amid pro 1 kg Material
Muskelfleisch von Pferd. .	0,370	0,225 mg
„ von Rind . .	0,352	0,212 mg
„ von Schaf. .	0,180	0,193 mg
„ von Schwein	0,348	0,206 mg
„ von Kabeljau	0,155	0,175 mg
Pferdeleber . . . . .	0,409—0,492	1,05—1,45 mg
Pferdeniere . . . . .	0,632—0,674	1,98—2,10 mg

Bemerkenswert ist der ziemlich gleichmässige Nicotinsäure-amid-Gehalt der verschiedenen Muskelfleisch-Arten; in Leber und Niere kommt die Verbindung in 5- bis 10-fach grösserer Menge vor.

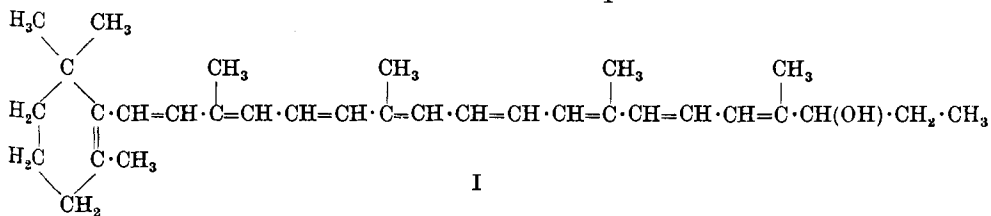
Zürich, Chemisches Institut der Universität.

### 131. Ein sekundärer Alkohol aus $\beta$ -Apo-2-carotinal und Bemerkungen über die Homologen des Axerophthols (Vitamin A)

von P. Karrer, A. Rügger und A. Geiger.

(22. VIII. 38.)

$\beta$ -Apo-2-carotinal<sup>2)</sup> lässt sich mit Alkylmagnesiumsalzen in sekundäre Alkohole überführen; wir haben den Alkohol, der sich beim Umsatz mit Äthylmagnesiumbromid bildet, rein dargestellt und untersucht. Seine Konstitution entspricht Formel I:



<sup>1)</sup> Es wurden jeweilen 2 Bestimmungen ausgeführt.

<sup>2)</sup> P. Karrer, U. Solmssen, Helv. 20, 682 (1937).