

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 beschriebenen¹⁾ 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 cm³.

2) Abspaltung des Nicotinsäure-amids aus dem Coferment. Der konz. Extrakt wird mit 30—40 cm³ 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)

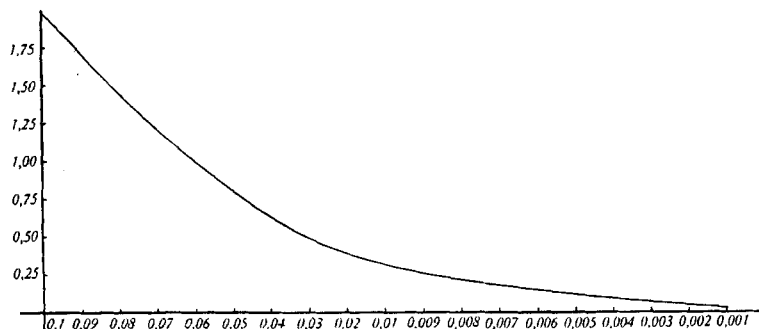


Fig. 1.

¹⁾ Helv. 21, 463 (1938).

