4. Analyse von biologischem Material

Calorimetrie in der biochemischen Analyse. W. J. Evans und W. B. Carney [1] beschreiben im einzelnen den Bau eines Calorimeters, in dem die Wärmetönung biochemischer Reaktionen gemessen werden kann. Dies wird am Beispiel der *Ionisierung der Imidazolgruppen am Hämoglobin* demonstriert.

[1] Anal. Biochem. 11, 449-459 (1965). Seed Protein Pioneer. Res. Lab., New Orleans, Louis. (USA).

A. NIEMANN

Zur Bestimmung von Natrium, Kalium, Chlorid, Harnstoff und Glucose im Capillarblut wird von M. London und J. H. Marymont jr. [1] eine Kombination von bekannten Methoden vorgeschlagen. — Ausführung. Zu 0.1 ml Serum werden in einem Reagensglas 1 Tr. gepufferter Ureaselösung gegeben (siehe unten). Man inkubiert 10 min bei 37°C, fügt 6 Tr. abs. Methanol hinzu und setzt für 4 min in ein Wasserbad von 60°C. Dann überschichtet man vorsichtig mit 2,0 ml Wasser und setzt in ein Wasserbad von 37°C für 60 min. Der Extrakt stellt ein 1:21 verd. Serum dar. — 0,2 ml davon werden für die Glucosebestimmung der gleichen Autoren [2] benötigt. Chlorid wird durch Titration von 0,5 ml Extrakt mit 0,3% iger Quecksilber(II)-nitratlösung bestimmt, nachdem vorher 2 Tr. 0,15 n Salpetersäure und $1 \text{ Tr. } 0,1^{\circ}/_{0}$ ige s-Diphenylcarbazonlösung [3] zugesetzt worden sind. Natrium und Kalium werden flammen photometrisch bestimmt, und der Harnstoff wird mit Neßlers-Reagens colorimetrisch bei 440 nm ermittelt [4]. — Urease-Lösung. 2 ml 1 m Tris-Acetatpufferlösung pH 4,55 werden mit 0,1 ml Glycerin-Urease-Extrakt [5] gemischt. [1] Clin. Chem. 11, 968—969 (1965). Div. Labs., North Shore Hosp. Manhasset, N. Y. and Wesley Med. Center, Wesley Med. Res. Found., Wichita, Kans. (USA). — [2] LONDON, M., and J. H. MARYMONT jr.: Clin. Chem. 10, 942 (1964). - [3] SCHA-LES, O., and S. S. SCHALES: J. Biol. Chem. 140, 879 (1941); vgl. auch diese Z. 135, 381 (1952). — [4] MARYMONT, J. H., jr., and M. LONDON: Amer. J. Clin. Pathol. 39, 342 (1963). — [5] Косн, F. C.: J. Lab. Clin. Med. 11, 776 (1925/26); vgl. auch diese Z. 66, 470 (1925). A. NIEMANN

Die Genauigkeit und Reproduzierbarkeit von drei spektralphotometrischen Kunferbestimmungen in biologischen Materialien vergleichen E. J. Butler und D. H. S. Forbes [1]. Als Beispiel wird die Bestimmung von Kupfer in Leberproben nach folgenden Verfahren durchgeführt: a) Dithizon. Extraktion von Kupfer bei pH 4.5 mit Dithizon in Tetrachlorkohlenstoff. Rückextraktion mit Permanganat und abermalige Extraktion mit Dithizonlösung unter Zugabe von Jodid, um Störungen durch Hg, Ag und Bi auszuschließen. Das Lambert-Beersche Gesetz ist bis zu 1,7 µg Cu erfüllt. — b) 2,9-Dimethyl-1,10-phenanthrolin (Neocuproin). Extraktion von Cu bei pH 6,3 aus eitrat- und hydroxylammoniumehloridhaltiger Lösung mit Chloroform als Neocuproinkomplex. Das Lambert Beersche-Gesetz ist bis zu 6 µg Cu erfüllt. — c) Bis-cyclohexanon-oxalyldihydrazon (BCOD). Bildung des BCOD-Komplexes in citrathaltiger, wäßriger Lösung bei pH 9,0. Das Lambert-Beersche Gesetz ist bis zu 40 µg Cu erfüllt. — Von den drei untersuchten Verfahren zeigt die Kupferbestimmung mit Dithizon die höchste Genauigkeit und Reproduzierbarkeit. Die Neocuproinmethode ergibt höhere und schwankendere Ergebnisse als die beiden anderen, wohingegen bei der BCOD-Methode ein systematischer Fehler, der unabhängig von der Probengröße ist, nachgewiesen wird. So zeigt z.B. die Analyse der gleichen Leberprobe nach dem Dithizonverfahren einen Gehalt von 250 \pm 13.7 ppm Cu, nach dem Neocuproinverfahren 261 ± 14.3 ppm Cu und nach der BCOD-Methode 231 + 7.9 ppm Cu.

[1] Anal. Chim. Acta 33, 59-66 (1965). Biochem. Dept., Moredun Inst., Edinburgh (Schottland). G. Schlewe