

58. Tocopherol-Bestimmungen in tierischen Organen

von P. Karrer, W. Jaeger und H. Keller.

(11. III. 40.)

Mit der von uns beschriebenen Goldtitrationmethode¹⁾ sowie mit dem von *Emmerie* und *Engel*²⁾ vorgeschlagenen kolorimetrischen Verfahren, das sich des roten Ferro-dipyridyl-Komplex-salzes bedient, haben wir in einer Reihe tierischer Organe deren Tocopherolgehalt bestimmt. Die beiden Methoden gaben im allgemeinen befriedigend übereinstimmende Resultate; bei beträchtlich gefärbten Lösungen fielen die kolorimetrisch ermittelten Tocopherolwerte etwas höher aus als die mit dem potentiometrischen Verfahren bestimmten.

In allen Fällen wurde zur Ausschaltung des Carotinfehlers³⁾ ein Teil des Tocopherol-haltigen Untersuchungsmaterials acetyliert und im acetylierten Produkt das durch die Carotinoide bedingte Reduktionsvermögen festgestellt. Nur in den Leberextrakten war dieses beträchtlich; der Carotinoidgehalt der übrigen Organe erwies sich als so gering, dass er auf die Tocopherolwerte keinen wesentlichen Einfluss ausübte.

Die Extraktion der tierischen Organe und die Vorbereitung der Extrakte für die Tocopherolbestimmung geschah in folgender Weise:

Man zog das fein zerhackte Material zunächst zweimal mit je der 4-fachen Menge Alkohol aus. Zur ersten Extraktion liess man den Alkohol während 3 Stunden, bei der 2. Extraktion über Nacht einwirken. Hierauf wurden die Fleischrückstände gut ausgepresst und das nun weitgehend von Wasser befreite Material mit der 4-fachen Menge eines Gemisches Alkohol-Benzol (1:1) zweimal ausgezogen. Die Extraktionszeiten waren die gleichen wie bei der Alkoholextraktion. Hierauf wurden alle 4 Extrakte vermischt und im Vakuum im Stickstoffstrom vollständig vom Lösungsmittel befreit.

Hierauf haben wir die Rohextrakte mit der 8-fachen Menge frisch bereiteter 10-proz. methylalkoholischer Kalilauge während einer Stunde im Stickstoffstrom auf dem Wasserbad verseift. Dann wurde die Flüssigkeit mit Wasser auf das 4-fache Volumen verdünnt und mit peroxydfreiem Äther mehrmals ausgeschüttelt. Die ätherischen Extrakte haben wir mit Wasser, hierauf mehrmals mit 5-proz. Salzsäure und endlich wieder mit Wasser bis zur neutralen Reaktion gewaschen. Die so behandelte ätherische Lösung wurde hierauf mit Natriumsulfat getrocknet und das Lösungsmittel im Stickstoffstrom im Vakuum verdampft. Der Rückstand, d. h. der

¹⁾ Helv. **21**, 939, 1161 (1938); **22**, 253, 617 (1939).

²⁾ R. **57**, 1351 (1938).

³⁾ Helv. **22**, 253 (1939).

unverseifbare Anteil des Extraktes, wurde gewogen und war damit zu den Messungen bereit.

Bei der Tocopherolbestimmung in Schweinefett musste etwas anders verfahren werden. Hier haben wir 320 g frisches Schweinefett mit 800 cm³ 10-proz. methylalkoholischer Kalilauge im Stickstoffstrom verseift und die weitere Aufarbeitung der Flüssigkeit wie in den vorgenannten Fällen durchgeführt. Es ergaben sich 16,66 g unverseifter Rückstand, der noch unverseifte Glyceride enthielt. Wir haben ihn daher nochmals der Behandlung mit methylalkoholischer Kalilauge unterworfen und erhielten nach der 2. Verseifung 0,1355 g unverseiften Rückstand.

Die Messungen. Die unverseifbaren Rückstände wurden je-weilen in 10 cm³ reinem Benzol gelöst. Von diesen 10 cm³ Lösungen verwendeten wir für jede potentiometrische Bestimmung 1—3 cm³ und führten diese direkt in den 80-proz. Alkohol ein, in dem die potentiometrische Titration erfolgte. Für die kolorimetrische Messung musste die Benzollösung im Vakuum verdampft und der Rückstand in 1—2 cm³ reinem absolutem Äthylalkohol gelöst werden.

Zur Ermittlung des Carotinfehlers wurde von jedem unverseifbaren Rückstand ca. ein Drittel der Acetylierung unterworfen. Die Acetylierung geschah durch zweistündiges Erwärmen mit Essigsäure-anhydrid in Pyridinlösung auf dem Wasserbad. Nachher wurde mit Petroläther verdünnt, die Petrolätherlösung zunächst mit verdünnter Salzsäure und hierauf mit Wasser bis zur neutralen Reaktion ausgewaschen und schliesslich das Lösungsmittel im Vakuum verdampft.

Das für die Titrations benutzte Goldsalz war das sogenannte gelbe Goldchlorid des Handels (AuCl₃ · HCl · H₂O).

Die Ergebnisse der Tocopherolbestimmung sind in der nachfolgenden Tabelle zusammengefasst:

Substanz	Gehalt an α -Tocopherol			
	mg/kg Subst.		% des Unverseifbaren	
	potent.	color.	potent.	color.
Pferdemuskel	5,308	—	0,665	—
Pferdeherz	4,892	6,17	0,320	0,400
Pferdeleber	13,155	14,88	0,545	0,617
Pferdeniere	6,25	—	0,284	—
Rindsmuskel	5,852	6,21	0,381	0,406
Rindsleber	9,540	10,55	0,478	0,530
Schweinefett	2,183	1,97	0,515	0,465

Zürich, Chemisches Institut der Universität.