

Chromatogramms gebracht und mit dem Lösungsmittel (n-Butanol, Wasser, Ameisensäure) chromatographiert.

4

Die Lokalisation mittels der Mineral-Light-Lampe zeigt vier Flecken, Bild 5, welche ausgeschnitten werden. Nach Extraktion mit je 3 cm^3 n/10 HCl werden die Extinktionen ($d=0,5 \text{ cm}$) für $254 \text{ m}\mu$ gemessen, Tab. 3.

3

In demselben Chromatogramm wurde zum Vergleich Adenosin aufgetragen. Nach der chromatographischen Verteilung ergab sich nur ein Fleck, welcher ausgeschnitten und mit n/10 HCl extrahiert wurde. Die Extinktionsmessung zeigte Übereinstimmung zwischen der im Adenosinfleck bestimmten und der aufgetragenen Menge. Die Mengen der einzelnen Komponenten wurden als Adenosin gerechnet. Nach Identifizierung eines Fleckes und Benutzung des dieser Substanz entsprechenden ϵ -Wertes läßt sich leicht die wirkliche im Gemisch enthaltene Menge einer einzelnen Komponente errechnen.

Startpunkt

A 510.5

Bild 5
Papierchromatogramm eines Leberextraktes

Fleck	$\log \frac{J_0}{J}$	$c[\gamma/\text{cm}^3]$	γ Adenosin/Fleck
1	0,030	1,22	3,66
2	0,030	1,22	3,66
3	0,221	8,98	27,0
4	0,089	3,61	10,8

Tabelle 3

Auswertung des Papierchromatogramms. Summe der Flecke: $45,12 \gamma$; auf Startpunkt aufgetragen: $42,2 \gamma$. (Gesamtmenge aus 30 mm^3 Leberextrakt)

Analytische Verfolgung einer Chromatographie am Ionenaustauscher nach W. G. Cohn und C. G. Carter⁸⁾

Ionenaustauscher: Amberlite IRA 400.

Schichtdicke 3 cm, 1 cm^2 -Rohr.

⁸⁾ J. Amer. Chem. Soc. 72, 4273 [1950].

Zuschriften

Extraktion organischer Gifte aus Leichenteilen mit Ultraschall

Von Dipl.-Chem. W. K A T T E und Prof. Dr. habil. W. S P E C H T
Aus dem Bayerischen Landeskriminalamt München

In Anlehnung an andere bereits großtechnisch angewandte Ultraschallextraktionen wurde versucht, aus entsprechend vorbereitetem Organmaterial Giftstoffe zu isolieren. Hierzu wurden die fein zermahlenen Leichenteile zunächst bei entsprechendem pH fermentativ (Pepsin, Trypsin und Lipase) gespalten und vor allem die beim Verfahren nach Stas-Otto vielfach störenden Begleitstoffe wie Eiweiße und Fette weitgehend abgebaut^{1, 2)}. Die zumeist dünnflüssigen Aufschlußlösungen wurden einmal direkt, zum anderen nach Zusatz der 4-5-fachen Menge Alkohol bei 40-42 °C 1 h beschallt. Daneben liefen unter gleichen Bedingungen Kontrollansätze, die nicht mit Ultraschall behandelt wurden, aber auch solche, die ohne fermentative Vorbehandlung in alkoholischem Milieu Ultraschallwirkung ausgesetzt wurden. Als Schallquelle diente ein Quarzschwinger, dessen Schallkopf eine Gesamtleistung von ca. 45 Schallwatt erzeugte und bei einer Fre-

¹⁾ W. Kott: Der Nachweis des Strychnins in Organen, Naunyn-Schmiedebergs Archiv f. exp. Path. u. Pharm. Bd. 162, H. 1/3 [1931].

²⁾ A. Mayer u. P. Dropmann: „Die Anwendbarkeit der Pepsinverdauung als Aufschlußverfahren für den Nachweis organischer Gifte“. Dtsch. Apotheker-Ztg., Südd. Apotheker-Ztg. Nr. 44, S. 836-837 [1952].

Aufgetragen wurden $2,5 \text{ cm}^3$ einer Hefeextraktfraktion, die mit Wasser auf 100 cm^3 verdünnt waren. Es wurde mit Wasser, n/10 Essigsäure, n/10 Ameisensäure, 0,02 n NaCl + 0,01 n HCl, 0,2 n NaCl + 0,01 n HCl und 1 n HCl eluiert und die Fraktionen mittels eines automatischen Kollektors in Mengen von je $12,5 \text{ cm}^3$ gesammelt. In diesen wurden nach geeigneter Verdünnung die Extinktionen für die Wellenlänge $254 \text{ m}\mu$ gemessen, Bild 6. Die jeweils

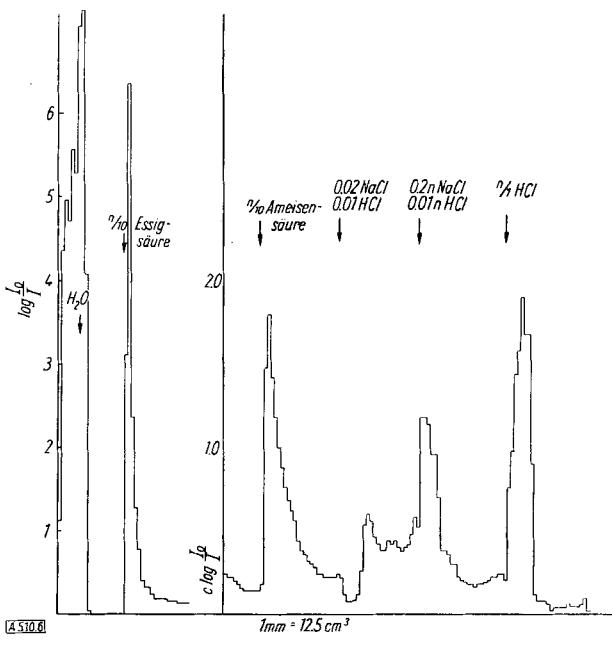


Bild 6
Elutionskurve einer Hefeextraktion

einem Maximum der Elutionskurve entsprechenden Fraktionen wurden vereinigt und papierchromatographisch oder durch biologischen Test identifiziert. Durch Benutzung der in Tab. 2 angegebenen ϵ -Werte läßt sich die im Hefeextrakt enthaltene Menge der einzelnen Basen bzw. Nucleotide ermitteln.

Eingeg. am 18. Juni 1953 [A 510]

quenz von 1000 kHz arbeitete. Nach der Schalleinwirkung wurden die Ansätze zentrifugiert und die Lösungen weiter bearbeitet. Die mit Ultraschall behandelten Proben waren deutlich klarer und leichter aufzubereiten als die entsprechenden Kontrollansätze. Ferner waren die durch Ultraschallextraktion erhaltenen Kristallisate sichtlich reiner und die Ausbeuten wesentlich höher, als bei den entsprechenden Kontrollversuchen. Es gelang sogar, leicht zersetzbare Barbitursäure-Derivate — wie Evipan — durch Ultraschallextraktion in wägbarer Menge zu isolieren und durch Schmelzpunktbestimmung zu identifizieren. Die mit Ultraschall behandelten Proben wiesen Giftausbeuten auf, die bei 50-90% — bezogen auf die enthaltene Giftmenge — lagen, während die Kontrollansätze nur 8-50% des jeweiligen Giftstoffes zu isolieren gestatteten. Die im Ultraschallverfahren ausgemittelten Kristalle waren teilweise so rein, daß sie direkt zur Schmelzpunktbestimmung herangezogen werden konnten. Die Ultraschallbehandlung der üblichen Stas-Otto-Ansätze allein, insbesondere aber das kombinierte Verfahren der Ferment- und Ultraschallbehandlung bietet vor allem auch bei alkalisch reagierenden Pflanzengiften den Vorteil der höheren Giftausbeute und einer außergewöhnlich hohen Reinheit der erhaltenen Kristalle. Die neuen Verfahrenswege weisen zusätzliche Vorteile gegenüber der bisherigen Arbeitsweise auf und verkürzen die übliche Methode wesentlich.

Nach Abschluß der umfangreichen Versuchsreihen wird über die Ergebnisse und deren Deutung an gleicher Stelle ausführlich berichtet.

Eingeg. am 6. August 1953 [Z 80]