

## Werk

**Titel:** Entmischungsversuche mit Lösugsmitteln

**Jahr:** 1931

**PURL:** [https://resolver.sub.uni-goettingen.de/purl?251726223\\_1931\\_0002|log31](https://resolver.sub.uni-goettingen.de/purl?251726223_1931_0002|log31)

## Kontakt/Contact

[Digizeitschriften e.V.](#)  
SUB Göttingen  
Platz der Göttinger Sieben 1  
37073 Göttingen

✉ [info@digizeitschriften.de](mailto:info@digizeitschriften.de)

suche zur Anreicherung des wirksamen Prinzips durchgeführt. Die Ergebnisse der gesamten Versuchsreihen ließen einen Weg zur Reindarstellung des Follikelhormons erkennen. Unter diesem Gesichtspunkt seien — in derselben Weise, wie bei der Besprechung der Plazentabearbeitung — die durchgeführten Experimente an Beispielen erläutert. Insgesamt wurden 1090 Serienversuche, die eine quantitative physiologische Auswertung von etwa 2000 Hormonchargen im ALLEN-DOISY-Test bedingt haben, durchgeführt.

#### Entmischungsversuche mit Lösungsmitteln.

Um aus dem Rohöl die größten Anteile an Begleitstoffen zu entfernen, wurden zunächst diejenigen Entmischungsmethoden angewendet, die sich bei der Plazentabearbeitung als vorteilhaft erwiesen hatten.

Es hat sich gezeigt, daß die Entmischungsmethode mit Petroläther und verdünntem Alkohol nach der für Plazentaextrakte ausgearbeiteten Vorschrift sich in ihrer Anwendung auf Schwangerenharn-Rohöle ausnahmslos bewährt hat.

Von vielen weiterhin versuchten Lösungsmitteltrennungen nach der Art, wie sie oben geschildert wurden (vergl. darüber Seite 26), hat sich nur eine Entmischungsmethode als sehr vorteilhaft erwiesen: die Trennung zwischen verdünntem Alkohol und Benzol. Das Hormon ist in 60%igem Alkohol weit schwerer löslich als in Benzol, es läßt sich daher aus einer Lösung in 60%igem Alkohol mit Benzol weitgehend angereichert ausschütteln; bei dieser Alkoholkonzentration liegt das günstigste Verhältnis zwischen Reinigungseffekt und Hormonausbeute.

Diese beiden Lösungsmitteltrennungen (verdünnter Alkohol-Petroläther und verdünnter Alkohol-Benzol) finden bei der Reindarstellung des Follikelhormons aus Schwangerenharn nach dem im nächsten Abschnitt dieser Abhandlung geschilderten Verfahren stets Verwendung. Entsprechende Beispiele über die zweckmäßigste Anwendung der Methoden werden bei der Besprechung des Aufarbeitungsganges (Seite 41—43) angeführt werden. Hier seien nur einige Beispiele über die Ermittlung günstigster Konzentrationsbedingungen im Fall der Benzoltrennung gegeben:

#### Versuch Nr. 340 vom 7. VI. 1929.

151 mg Hormonöl (Charge 304 a) von der Wirksamkeit 200 000 ME pro Gramm (s. Tabelle VII) wurden in 20 ccm Äthylalkohol gelöst, unter Schütteln mit 20 ccm Wasser in 3 Anteilen versetzt und wiederholt mit 20 ccm Benzol ausgeschüttelt. Die vereinigten Benzolphasen wurden nochmals mit 50%igem Alkohol gewaschen,

die alkoholisch-wäßrige Phase wurde nach dem Abtrennen mit der ursprünglichen Lösung vereinigt (340b). Die Benzolextrakte wurden gemeinsam mit 70%igem Methylalkohol ausgeschüttelt, bis dieser sich nicht mehr nennenswert anfärbte. Die vereinigten 70%igen alkoholischen Auszüge wurden mit Wasser verdünnt und mit Äther extrahiert (340c). Die im Benzol verbleibenden Anteile (340a) wurden im Vakuum vom Lösungsmittel befreit und getrocknet.

Es wurden isoliert: Fraktion 340a (Benzolphase) = 63,2 mg, Fraktion 340b (löslich in 50%igem Alkohol) = 16,6 mg, Fraktion 340c (löslich in 70%igem Alkohol) = 44,2 mg.

Die physiologische Auswertung ergab, daß die Charge 340b frei von wirksamer Substanz war; in der Charge 340a fanden sich 70% des Hormons in einem Öl von der Wirksamkeit 350 000 ME pro Gramm, in der Charge 340c 30% des Hormons in einem Öl von der Wirksamkeit 200 000 ME pro Gramm. Die Auswertungen dieses Versuches sind aus Tabelle VII ersichtlich.

Versuch Nr. 341 vom 7. VI. 1929.

378 mg Hormonöl (Charge 291a) von der Wirksamkeit 180 000 ME pro Gramm (s. Tabelle VII) wurden in einem Kontrollversuch nach den eben skizzierten Angaben zwischen Benzol und 50%igem, sowie 70%igem Alkohol verteilt.

Es wurden isoliert: Fraktion 341a (Benzolphase) = 102 mg, Fraktion 341b (löslich in 50%igem Alkohol) = 51,6 mg, Fraktion 341c (löslich in 70%igem Alkohol) = 132 mg.

Die physiologische Auswertung ergab, daß die Charge 341b wiederum frei von Hormon war; in der Charge 341a fanden sich 65% des Hormons in einem Öl von der Wirksamkeit 400 000 ME pro Gramm, in der Charge 341c 35% des Hormons in einem Öl von der Wirksamkeit 200 000 ME pro Gramm. Die Auswertungen sind in Tabelle VII enthalten.

Versuch Nr. 343 vom 7. VI. 1929.

380 mg Hormonöl der Wirksamkeit 180 000 ME pro Gramm (Charge 293 auf Tabelle VII) wurden in 20 ccm Äthylalkohol gelöst, unter Schütteln mit 12 ccm Wasser versetzt und wiederholt mit etwa 20 ccm Benzol ausgeschüttelt. Die vereinigten Benzolphasen wurden sehr häufig mit 60%igem Methylalkohol gewaschen. Nach dem Trocknen der Benzollösung mit Natriumsulfat wurde das Lösungsmittel im Vakuum entfernt, es hinterblieben 152 mg Öl (Charge 343a) von der physiologischen Wirksamkeit 450 000 ME pro Gramm. Unter den vorliegenden Bedingungen war die Hormon- ausbeute annähernd quantitativ (vergl. aber Seite 43 oben).