durch je 10 min langes mechanisches Schütteln mit je 25 ml Ae. Dann extrahiert man die vereinigten Ae-Auszüge 2mal mit je 10 ml, dann mit 5 ml 1%iger Natrium-pyrophosphatlösung durch je 5 min dauerndes Schütteln von Hand. Die vereinigten Pyrophosphatauszüge säuert man mit 2 ml 2 n Schwefelsäure an, schüttelt sie je 5 min lang 2mal mit je 10 ml und 1 mal mit 5 ml Chloroform (Clf) aus, trocknet die vereinigten Clf-Auszüge über Nacht mit 5 g wasserfreiem Natriumsulfat, filtriert sie durch ein 11 cm-Whatman-Filter Nr. 40 in einen 100 ml-Schliffkolben, wäscht Filter und Trockenmittel 3 mal mit je 5 ml Clf nach und engt schließlich die gesamte Clf-Lösung auf dem Wasserbad im Vakuum auf 5 ml ein. Das Konzentrat überführt man durch Nachspülen mit 2mal 5 ml Clf quantitativ auf eine Chromatographiersäule aus 2 g Aluminiumoxid, wäscht mit 40 ml Ae nach und drückt diesen aus der Kolonne. Dann eluiert man das am Al_2O_3 haftende Wa mit 10 ml 1% Eisessig enthaltendem 95%igem Äthanol unter schwachem Druck. Einen Teil des Eluates füllt man in eine 1 cm-Quarzküvette und bestimmt die optische Dichte in einem Spektrophotometer im Bereich von 265–315 nm gegenüber dem reinen Eluiermittel. Die UV-Absorptionskurve besitzt Maxima bei den Wellenlängen 272, 283 und 306 nm (Wertetabelle im Original).

¹ Analyst 85, 492–494 (1960). Nutritional Res. Unit., Huntingdon (England).

K. SÖLLNER

Die papierchromatographische Bestimmung der 3-Methoxy-4-hydroxymandelsäure, einem Stoffwechselprodukt der Catecholamine im Urin von Patienten, die mit *Guanäthidin* (Ismelin Ciba) behandelt wurden, beschreibt A. DRESSE¹. Die ausgeschiedene Menge der Mandelsäure ist ein Maß für die allgemeine Aktivität des orthosympathischen Systems. — *Ausführung. Extraktion.* Man versetzt den 24 Std-Urin mit 5 ml konz. Salzsäure, entnimmt eine 100 ml-Probe, bringt diese auf pH 2, sättigt sie mit Natriumchlorid und schüttelt sie lebhaft mit 50 ml Essigsäure-äthylester aus. Man trennt die wäßrige Phase ab (eventuell zentrifugieren) und wiederholt die Extraktion zweimal. Die vereinigten Lösungsmittel-extrakte schüttelt man dreimal mit einigen ml einer 10%igen Natriumhydrogencarbonatlösung aus. Die aromatischen Säuren gehen dabei in die wäßrige Schicht über. Dann säuert man die vereinigten wäßrigen Phasen auf pH 2 an und schüttelt sie mit zweimal soviel Essigsäure-äthylester aus, wie die Urinausscheidung des Patienten/Std beträgt. Der Äthylesterextrakt enthält jetzt die aromatischen Säuren (im Testversuch wurden 65% der zugesetzten 3-Methoxy-4-hydroxymandelsäure wiedergefunden). *Chromatographie.* Man bringt 24 µl des Extraktes auf Whatman-Papier Nr. 1 (25 × 25 cm) und chromatographiert 16–18 Std bei 21°C zunächst mit Isopropanol-5%igem Ammoniak (8:2) in der einen Richtung, dann 3 Std mit Butanol-Essigsäure-Wasser (8:2:2) in der anderen. Man trocknet das Papier 3 min bei 100°C und macht die Säuren dann mit p-Nitranilin² sichtbar. Die 3-Methoxy-4-hydroxy-mandelsäure hat in der ersten Richtung einen R_F -Wert von 0,25, in der anderen von 0,60 und erscheint als rot-violetter Fleck. Es sind noch Mengen bis zu 2 µg nachweisbar. Die *quantitative* Bestimmung erfolgt, indem man die Intensität der Färbung entweder mit der von Lösungen bekannter Konzentration vergleicht oder indem man den Fleck mit einem Butanol-Natriumhydrogencarbonat-Gemisch eluiert und die Extinktion dieser Lösung bei 450 nm bestimmt.

¹ J. Pharmac. Belgique, N. S., 16, 217–222 (1961). Inst. Léon Fredericq (Physiol.), Univ. Liège (Belgien). — ² BRAY, H. G., W. THORPE u. K. WHITE: Biochemie. J. 46, 271 (1950).

URSULA BAUMANN

Zwei verbesserte Methoden zur Bestimmung von Gesamtcholesterin im Serum teilen J. D. BILLIMORIA und D. C. O. JAMES¹ mit. Beide Methoden sind Modifikationen der Verfahren von W. R. BLOOR² sowie von R. SCHOENHEIMER und W. M.