sec) durch den Kolben, wobei man die Lösung auf 37°C hält. Nach 24 Std setzt man weitere 20 mg Ferment, sowie 3 mg Natriumcyanid — (zur Hemmung der im Ferment enthaltenen Katalase) — zu. Nach 48 Std entfernt man das Einleitungsrohr, (das man zweckmäßig mit einer Spur Octanol behandelt, um Übersäumen zu verhindern), füllt den Kolben mit 20%iger Trichloressigsäure zur Marke auf und verwendet das Filtrat zur Säulenchromatographie. Man braucht die vierfache Menge wie zur Bestimmung des Gesamtgehaltes. Einen Ansatz mit 2,5 ml Wasser arbeitet man als Blindwert ebenso auf.

¹ Klin. Wschr. **41**, 1018—1020 (1963). 1. Med. Klinik u. chem.-physiol. Inst., Allgem. Krankenhaus, St. Georg, Hamburg. — ² BISERTE, G., et M. DAUTREVAUX: Bull. Soc. chim. biol. **39**, 795 (1957).
URSULA BAUMANN

Zur Bestimmung von Cystin neben Cystein und Sulfiden verwendet M. WROŃSKI¹ eine mercurimetrische Titrationsmethode. Cystein und Sulfide titriert man dabei mit einer Lösung von o-Hydroxy-Quecksilber(II)-benzoesäure gegen Thiofluorescein als Indicator, wobei man die Summe beider erhält. — Cystin reagiert hier nicht mit. Man bringt die Probelösung mit Ammoniak und Phosphorsäure auf pH 8 und titriert nach Zugabe von Natriumsulfit weiter. Diese Titration entspricht dem Cystingehalt. Nach Zugabe von Acrylnitril bestimmt man in einer anderen Lösung die anwesenden Sulfide. — *Colorimetrische Bestimmung.* Cystein und Cystin kann man in Konzentrationen von 0,3—4 µg/ml colorimetrisch bestimmen, indem man in der Probelösung den Thiofluoresceinkomplex der Hydroxy-Quecksilber(II)-benzoesäure herstellt und die Extinktion im Vergleich zu einer Blindprobe vor und nach der Zugabe von Natriumsulfit bei pH 8 bestimmt.

¹ Chem. analit. (Warszawa) **8**, 467—471 (1963) [Polnisch]. (Mit. dtsch. Zus.fass.)
Inst. chem. Technol. Univ. Łódź (Polen).
H. KURTENACKER

Äther- und wasserlösliche 2,4-Dinitrophenylderivate von Aminosäuren, Peptiden und Aminen trennten L. KESNER, E. MUNTWYLER, G. E. GRIFFIN und J. ABRAMS¹ an einer Kieselgelsäule mit Gradientelution. Das vortrocknete Kieselgel wurde mit verd. Schwefelsäure imprägniert (3,5 bzw. 5,2 ml 0,5 n Schwefelsäure auf 8 g Kieselgel) und mit n-Heptan in die Säule (1200 × 10 mm) eingeschlemmt (Füllhöhe 100 cm). Die Probe (hergestellt nach²) wurde auf pH 1—2 gebracht, das Wasser abgedampft; anschließend wurde sie in 0,2 ml 0,5 n Schwefelsäure und 0,5 ml Aceton wieder aufgenommen, mit Kieselgel versetzt, wieder zur Trockne eingedampft und mit Heptan auf die Säule gegeben. Die Gradientelution wurde mit 2 Mischkammern durchgeführt. Beide wurden zunächst mit je 450 ml n-Heptan gefüllt. In die zweite Kammer läßt man dann Heptan mit 3% tert. Amylalkohol einlaufen. Wenn 700 ml Lösungsmittel durch die Säule gelaufen sind, (Strömungsgeschwindigkeit 180 ml/Std) gibt man in die zweite Kammer Heptan mit 18% tert. Amylalkohol. Nachdem weitere 720 ml Lösungsmittel durch die Säule gelaufen sind, gibt man in die zweite Kammer Methyläthylketon. Dieses Gemisch läßt man solange durch die Säule laufen bis alle DNP-Aminosäuren eluiert sind (etwa 2200 ml). Zur Trennung der DNP-Peptide verwendet man nur andere Lösungsmittel, [a] 18% tert. Amylalkohol in n-Heptan, b) Methyläthylketon-Heptan (1:1) und reines Methyläthylketon, verfährt aber sonst in gleicher Weise. — Das Eluat wurde durch eine Durchflußzelle in einem Beckman DU-Spektralphotometer geleitet und die Extinktion bei 340 nm in Abhängigkeit von der Zeit gemessen. 0,01 µMol einer DNP-Aminosäure geben noch einen erkennbaren Peak.

¹ Analyt. Chemistry **35**, 83—89 (1963). Dept. Biochem., State Univ. New York, Brooklyn, N. Y. (USA). — ² SCHROEDER, W. A., and J. LEGETTE: J. Amer. chem. Soc. **75**, 4612 (1953).
H. ENGELHARDT