

# Der Nachweis toxischer Basen im Harn.

## II. Mitteilung.

Von

**Kutscher und Lohmann.**

(Aus dem physiologischen Institut der Universität Marburg.)

(Der Redaktion zugegangen am 7. Juli 1906.)

In unserer ersten Mitteilung<sup>1)</sup> haben wir gezeigt, daß bei Verfütterung von Liebigs Fleischextrakt an den Hund im Harn desselben giftige organische Basen auftreten, die diesem Genußmittel entstammen müssen. Bei der Untersuchung des Harns waren wir in folgender Weise vorgegangen: Die Harnbasen wurden zunächst durch Phosphorwolframsäure abgetrennt, aus den Wolframatn nach bekannter Methode die freien Basen dargestellt und deren Lösung mit Salpetersäure schwach angesäuert. Darauf fällten wir die Alloxurbasen durch Silbernitrat aus, filtrierten dieselben ab. Im Filtrat schieden wir durch Silbernitrat und Barytwasser unter Vermeidung eines Überschusses an letzterem Reagens das Kreatinin ab. Diese zweite Silberfällung haben wir jetzt des näheren untersucht. Es zeigte sich dabei, daß dieselbe noch eine zweite Base, die wahrscheinlich Dimethylguanidin ist, enthielt. Zur Trennung des Dimethylguanidins vom Kreatinin gingen wir wie folgt vor:

Die Silberverbindungen wurden in Wasser aufgeschwemmt, mit Schwefelwasserstoff zersetzt. Das Filtrat vom Schwefelsilber engten wir stark ein, säuerten es mit Salpetersäure schwach an und schieden das Kreatinin durch Silbernitrat und Barytwasser unter Kontrolle von ammoniakalischer Silberlösung der Hauptsache nach ab.<sup>2)</sup> Vom Kreatininsilber saugten wir

<sup>1)</sup> Diese Zeitschrift, Bd. XLVIII, S. 1.

<sup>2)</sup> Zeitschrift f. Unters. d. Nahrungs- u. Genußmittel, Bd. X, S. 528.

ab. Das Filtrat davon sättigten wir nach Zugabe von etwas Silbernitrat mit Barythydrat. Den neuen Niederschlag saugten wir ebenfalls ab, zersetzten ihn mit Schwefelwasserstoff, filtrierten vom Schwefelsilber ab und engten die erhaltene Flüssigkeit zum Sirup ein. Derselbe gab noch deutliche Kreatininreaktion<sup>1)</sup> und wollte nicht recht krystallisieren. Wir lösten ihn daher in wenig Wasser, neutralisierten mit Schwefelsäure und fällten mit gesättigter, wässriger Pikrolonsäure. Kreatinin wird durch Pikrolonsäure unter diesen Bedingungen nicht gefällt. Die Fällung wurde abgesaugt, mit Wasser und wenig Alkohol gewaschen und aus heißem Wasser umkrystallisiert. Sie krystallisierte jetzt in kleinen Drusen, die aus dünnen, vierseitigen Säulen bestanden. Wir erhielten aus zwei verschiedenen Harnportionen (aus je 2 l Harn je ca. 0,2 g Pikrolonat) die gleiche Verbindung. Dieselbe zersetzte sich unter Aufschäumen zwischen 275—278° C. und gab bei der Stickstoffbestimmung folgende Werte:

0,1486 g Substanz gaben 36,3 ccm N; T. = 15°; Ba. = 744,5 mm;  
Sperrflüssigkeit 28%ige Kalilauge.

0,1326 g Substanz gaben 32,6 ccm N; T. = 17°; Ba. = 745 mm;  
Sperrflüssigkeit 28%ige Kalilauge.

Für  $\text{NH}_2 \cdot \text{NH} \cdot \text{C} \cdot \text{N}(\text{CH}_3)_2 \cdot \text{C}_{10}\text{H}_8\text{N}_4\text{O}_5$

Berechnet:

N = 28,0%

Gefunden:

N = 28,0; 28,0%.

Dem hohen Stickstoffwerte nach kann unsere Verbindung nicht gut etwas anderes als ein Dimethylguanidinpikrolonat sein. Das symmetrische Dimethylguanidin konnte uns Herr Dr. Martin Schenck zur Verfügung stellen, der es synthetisch dargestellt hat. Dasselbe liefert ebenfalls ein in Wasser sehr schwer lösliches, in glänzenden Blättchen krystallisierendes Pikrolonat, dasselbe schmilzt und zersetzt sich jedoch bereits zwischen 260—262°. Danach kann für uns nur das unsymmetrische Dimethylguanidin,  $\text{NH}_2 \cdot \text{NH} \cdot \text{C} \cdot \text{N}(\text{CH}_3)_2$ , die unmittelbare Vor-

<sup>1)</sup> Das Kreatininsilber ist in Wasser nicht vollkommen unlöslich. Um durch diese Verbindung das Kreatinin ganz abzuscheiden, muß man es aus möglichst konzentrierter Lösung abscheiden oder die Fällung im Filtrat wiederholen.

stufe des Kreatinins, in Betracht kommen. So hat sich uns die von Knorr und Steudel empfohlene Pikrolonsäure wieder trefflich bewährt. <sup>1)</sup>

<sup>1)</sup> Ein dem vorstehenden entsprechendes Verfahren kann man benutzen, um Kreatinin und Methylguanidin zu trennen. Denn auch das Methylguanidin liefert ein in kaltem Wasser sehr schwer lösliches Pikrolonat. Diese Methode ist deshalb praktisch wichtig, weil man das Methylguanidin in Gesellschaft von Kreatinin in faulem Fleisch (Brieger) und Liebigs Fleischextrakt (Kutscher und Gulewitsch) finden kann.

K.

---