OSZILLOPOLAROGRAPHISCHE BESTIMMUNG EINIGER CORTICOIDE

CHRISTA-CHARLOTTE STOCKMANN

Institut für Elektrochemie und physikalische Chemie
an der Technischen Hochschule in Dresden

Kortikosteroidy lze oscilopolarograficky stanovit v 0,1 M-Na_2SO_3 v koncentračním rozmezí od 1 do 10 μg/ml.

Es wurden vier der sechs typischen Nebennierenhormone untersucht: Cortison, Corticosteron, 17-Oxy-11-Dehydrocorticosteron und 11-Desoxycorticosteron.

Die Voruntersuchungen wurden auf dem Wege der klassischen Polarographie ausgeführt. Anlehnend an die Arbeit von H. Schmiedeknecht [1] wurde als Grundelektrolyt 0,1 M Tetraäthylammoniumjodid verwendet. Die Stufen sind, wie erwartet, gut ausgebildet. Für klinische Untersuchungen, wo neben der Genauigkeit die schnelle Durchführung der Analyse wichtig ist, zeigen sich neben der Unbeständigkeit einer Tetraäthylammoniumjodidlösung noch die Schwierigkeiten, dass das feste Salz trotz Aufbewahren in einer dunklen Flasche, vor dem Gebrauch mit Alkohol umkristallisiert werden muss. Ausser dem ist die quantitative Entfernung des Sauerstoffs sehr zeitraubend. Um für klinische Zwecke eine möglichst unkomplizierte Untersuchungsmethode zu finden, wurde der Versuch unternommen Na_2SO_3, in einer Konzentration von 10^{-1} M als Grundelektrolyt zu verwenden. Die Stufen der Corticoide waren gut ausgebildet und die Eichkurve war linear, wenn eine Konzentration von 300 μg/ml nicht überschritten wird. Hier tritt eine Fällung der Steroide ein, die von einer Konzentration von 800 μg/ml an als quantitativ anzusehen ist.

Experimenteller Teil

Als polarisierbare Elektrode wurde eine Tropfelektrode mit einer Tropfzeit von 3 s verwendet. Als Gegenelektrode diente ein dünner Ag-Draht der in die Flüssigkeit tauchte.

Die Zelle ist speziell für Mikroanalysen sehr geeignet und zeigt eine einfache Konstruktion: Ein Glasröhrchen von der inneren Weite 10 mm und cca 50 mm Höhe, hat im unteren Drittel seiner Höhe, einen seitlich angeschmolzenen Schenkel, vom ähnlichen Durchmesser, der schräg nach oben ragt. Das Glasröhrchen ist unten mit einem Schliffhahn versehen. In die obere Öffnung ragt die Tropfelektrode, durch den seitlichen Schenkel pipettiert man die Analysenlösung und taucht die Gegenelektrode in die Flüssigkeit. Durch den Hahn entfernt man die Analysenlösung aus der Zelle. Die Zelle fasst cca 3 ml, kann aber durch Senken der Tropfelektrode für kleinere Volumen verwendet werden, wie es in dieser Arbeit der Fall war.

Alle Versuche wurden mit dem Polaroskop P 576 durchgeführt.

Die Konzentration der Steroide hielt sich in den Grenzen von 1,5—10 μg/ml. Die Konzentration des Na_2SO_3 wurde zwischen 0,05 M und 0,1 M für verwendbar gefunden.

Die Corticoide liegen, durch Chromatographie isoliert, in alkoholischer Lösung vor.

Die Grundlösung ist kurz vor der Bestimmung zu bereiten, ebenfalls ist die alkoholische Lösung der Steroide erst genau vor der Bestimmung zur entsprechenden Menge der Grundlösung zu geben. Man pipettiert je 1 ml in die Zelle.

Es wurden nur die kathodischen Einschnitte gemessen, obwohl die anodischen ebenfalls gut messbar sind (Abb. 1).

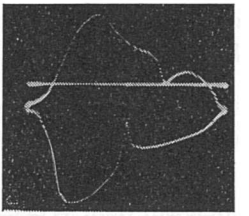

Abb. 1. $dE/dt = f_1(E)$-Kurve des 11-Desoxycorticosterons.
Konzentration 6,2 μg/ml in 0,1 M-Na_2SO_3; Tropfelektrode 0,2 mA mit der leuchtenten Messachse.

Bei höheren Konzentrationen als 10 μg/ml zeigen die Einschnitte Verflachungen, die weniger genau messbar sind. Es ist daher die aproximative Kenntnis der Konzentration erforderlich, um gegebenenfalls zu verdünnen. Eine Trennung der einzelnen Corticoide untereinander konnte bisher noch nicht durch diese Methode erzielt werden. Man ist deshalb noch auf die chromatographische Trennung angewiesen.

Diskussion

Die Versuche zeigen, dass eine Untersuchung der Corticoide verhältnismässig schnell durchgeführt werden kann, wenn die einzelnen Steroide, durch Chromatographie isoliert, in alkoholischer Lösung vorliegen. Die Untersuchungsmethode ist für klinische Serienanalysen gedacht. Die Handhabung ist denkbar einfach. Allerdings muss die Grundlösung frisch bereitet sein. Bei längerem Stehen, der Grundlösung mit dem Steroid, verschiebt sich das Versuchsergebnis merklich.

Zusammenfassung

Um den klinischen Ansprüchen zu genügen, die von der Untersuchungsmethode nicht nur eine unanfechtbare Genauigkeit, sondern auch eine gewisse Schnelligkeit der Ausführung und einen einfachen Arbeitsgang fordern, wurden die Hormone der Nebennierenrinde, die Corticoide oszillopolarographisch in 0,1 M-Na_2SO_3 untersucht. Die Konzentration der Corticoide überschritt nicht 10 μg/ml.

ОСЦИЛЛОПОЛЯРОГРАФИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕКОТОРЫХ КОРТИКОИДОВ

КРИСТА-ШАРЛОТТА ШТОКМАНН

Институт электрохимии и физической химии Высшей технической школы в Дрезден

Кортикостероиды можно определять полярографически в 0,1 м-Na_2SO_3 в интервале концентраций от 1 до 10 мкг/мл.

LITERATUR

1. Schmiedeknecht H., *Über die Polarographie der Harncorticoide*, Diplomarbeit des Instituts für Elektrochemie und physikalische Chemie an der Technischen Hochschule, Dresden.

Ing. Christa-Charlotte Stockmann, Dresden A 27, Hohe Strasse 86.