

Analises de revistas

Preparação do glutatião (Hopkins, Biochemical Journal, CV, 1921, p. 286—305).

1) Levam-se á ebulição tres vezes com 3 volumes sucessivos de agua em recipiente de ferro esmaltado, 45 quilogramas de levedo fresco de cerveja.

Convem usar para cada extração 10 litros d'agua, para a quantidade de levedura mencionada.

Filtra-se o extracto a quente por através de um funil de Büchner, lavando-se cuidadosamente o residuo do fermento com agua quente.

Misturam-se os tres extractos.

Neutralizam-se parcialmente com uma solução de soda diluida, ficando, no entanto, levemente acido ao tornasol.

Ajunta-se então acetato neutro de chumbo, até que cesse a precipitação que ele provoca.

Deixa-se o conjunto em repouso, sifonando-se o liquido que sobrenada.

Filtra-se então o precipitado por meio de grandes funis de Büchner.

Lava-se abundantemente com agua fria.

Pulveriza-se o precipitado plumbico em um gral.

Extrai-se, depois, com acido sulfurico N/2 até que o extracto fresco já não dê reação com o nitroprussiato.

Com algum cuidado, pode-se conduzir esta operação até obtenção de sulfato de chumbo, livre de qualquer substancia reagente. Ao passo que o extracto contem ao contrario relativamente pouco acido sulfurico.

O extracto sulfurico atinge geralmente o volume de 12 litros. Ajunta-se então uma pequena quantidade de acetato de uranio até que uma pequena quantidade de liquido filtrado dê uma reação castanho-escura com o ferrocianeto de potassio. Ajunta-se de novo em excesso agua de barita quente e saturada, até que cesse toda precipitação. Seca-se então esse precipitado. Lava-se com agua fria.

Nesse momento, grande proporção de polipeptides foi precipitada pelo chumbo, tendo sido separada da maior parte de acido fosforico.

O bario foi subtraido em forma de sulfato, do filtrado que mede 20 litros pouco mais ou menos.

Precipita-se então o filtrado separado do sulfato de bario por meio de uma solução de sulfato de mercurio acido, de que se não deve empregar um excesso demasiado grande.

Lava-se bem o precipitado mercurico.

Põe-se em suspensão na agua.

Decompõe-se pelo acido sulfidrico.

O filtrado e as aguas de lavagem do sulfureto de mercurio são libertados do excesso de acido sulfidrico por intermedio de uma corrente de ar. Mede-se o volume (1000 a 1500 cm³). Ajunta-se uma quantidade de acido sulfurico para que a solução tenha uma acidez quasi N.

Adiciona-se então uma solução de ácido fosfotungstico em ácido sulfúrico N/2 em grande excesso para que a precipitação seja maxima.

Filtra-se o precipitado.

Elimina-se o ácido fosfotungstico do filtrado pela barita. O excesso desta retira-se sob a forma de sulfato.

Com o reativo sulfático-mercurico precipita-se a mixtura que nesse estado não deve medir mais de 4 litros.

Obtem-se precipitado perfeitamente branco que será decomposto e desembaraçado do sulfureto de mercurio por oxidação e lavando-se com a menor quantidade de água possível, de modo que o producto mantenha a concentração maxima.

Si levarmos á ebulição pequena parte de solução a fim de eliminar todos os traços de ácido sulfídrico, obter-se-á intensa coloração com o nitroprussiato, e grande quantidade de sulfureto si fervermos com acetato de chumbo e potassa caustica.

O tratamento final pode differir.

a) Um primeiro metodo recorreu ao composto cuprico. Os dipeptides reduzidos, com o sulfato de cobre dão, como a cistina livre, um precipitado azul-cinza muito caracteristico.

Parece preferivel, para obter mais facilmente o composto cuprico, ajuntar um pouco de hidrato cuprico frescamente preparado á solução precedentemente obtida (após a 2.^a separação mercurica) que contém um pouco de ácido sulfúrico livre.

E' extremamente caracteristica a transformação do hidrato de cobre em composto cuprico do dipeptide, quando se agita o recipiente que encerra a solução.

Após haver anexado excesso de hidrato de cobre, asseguramos-nos da precipitação completa por adição de soda ao liquido azul sobrenadante até obtenção de quasi neutralidade pelo tornasol.

Decompõe-se o composto cuprico pelo ácido sulfídrico. Separa-se o sulfureto por filtração.

Leva-se o filtrado á alcalinidade justa pela barita.

Faz-se atravessar corrente de ar até oxidação completa do dipeptide, o que se averigúa pela desapareição da reacção com o nitroprussiato.

Liberta-se cuidadosamente a solução da barita e ac. sulfúrico.

Concentra-se até o vol. de 10 cc. por meio de subpressão reduzida.

Derrama-se então em 100 cc. de alcool absoluto.

Deixa-se o producto no alcool até que ele fique perfeitamente anidro e friavel.

Filtra-se então com trompa.

b) Um segundo metodo

permite obter o dipeptide sob forma de composto plumbico.

Ajuntando acetato de chumbo á solução obtida prudentemente após decomposição do segundo precipitado mercurico, precipita-se a maior parte do producto.

Decompõe-se o sal de chumbo pelo ac. sulfídrico.

Trata-se a solução da mesma forma como o foi a do composto cuprico.

Mais de uma vez, diz Hopkins, precipitára uma primeira fração do producto sob esta forma e após haver retirado o chumbo do filtrado, terminava a operação com o cobre. Em tais casos, a análise dos dois productos terminais concordava perfeitamente.

Pode a substancia ser precipitada pelo sulfato de prata e a barita.

Não achou o autor nesta precipitação vantagens para a purificação.

Nos casos de pequenas quantidades de producto, pode-se dissolver o composto

argentico na agua quente, fazendo-se a separação pelo resfriamento.

Constitui isso uma propriedade caracteristica que apresenta vantagens, mas, com grandes quantidades, o emprego deste metodo está sujeito ao perigo de carrear decomposição.

Fazendo-se preparação a partir dos órgãos animais, começa-se por picar finamente o tecido.

Submete-se para extração a um volume de agua igual a seu peso, a 40°, durante duas ou tres horas.

Espreme-se o primeiro extrato através de pano fino.

Submete-se o residuo á mesma operação.

Mixturam-se os extractos.

Filtram-se na trompa.

Precipitam-se os filtrados pelo acetato neutro de chumbo.

Opera-se em seguida como no caso da levedura.

Pode-se tambem deixar o orgam em contacto com o acido sulfurico N/10 (1 litro por Kgr.) durante uma noite.

Neutraliza-se quasi o acido por adição de soda caustica a 20% ajuntada em pequena quantidade de uma vez.

Aquece-se a mixtura. Neutraliza-se cuidadosamente na ocasião em que atinge a fervura.

Filtra-se com trompa.

Extrai-se de novo o residuo por ebulição com agua.

Emprega-se geralmente este metodo para o musculo.

Tendo-se recorrido a este metodo, é de vantagem precipitar pelo acetato de uranio no primeiro tempo do manipular, em vez de o fazer no fim.

Ajunta-se o reativo em solução saturada aos extractos mixturados até cessação do precipitado.

Filtra-se o precipitado. Ajunta-se então o acetato de chumbo.

Precipita-se pela **barita só** o extracto do precipitado plumbico pelo acido sulfurico.

O rendimento obtido pela levedura é de 0gr.,1 a 0gr.,15 por kgr.

Para o musculo, o rendimento é quasi o mesmo.

O figado é o órgão mais vantajoso.

Bem que os metodos descritos não sejam quantitativos, as cifras dadas representam certamente a ordem da quantidade presente.

MARIO BERND.