

ZB MED - Informationszentrum Lebenswissenschaften

Ernährung und Stoffwechselkrankheiten

Umber, Friedrich

Berlin [u.a.], 1925

ZB MED - Informationszentrum Lebenswissenschaften

Shelf Mark: Ui VI 1900

F. Bestimmung des Aminosäurenstickstoffes durch Formoltitration nach
Henriques ¹)-Frey- Gigon ²).

[urn:nbn:de:hbz:38m:1-126153](https://nbn-resolving.org/urn:nbn:de:hbz:38m:1-126153)

Destillationsrohres aus dem Erlenmeyer-Kolben schnell in das Reagensglas, worin es etwa 1–2 Minuten verbleibt; falls die Farbe des Wassers nicht in Rot umschlägt, ist die Destillation beendet; findet hingegen ein Farbumschlag in Rot statt, so wird das Ende des Destillationsrohres schnell wieder in den Erlenmeyer-Kolben gebracht und der Inhalt des Reagensglases unter mehrfachem Nachspülen in die Vorlage gegossen. Sollte die Farbe der Vorlage selbst in Rot umschlagen, so hat man zu wenig Schwefelsäure vorgelegt und muß die Bestimmung wiederholen. Nach beendeter Destillation wird bis zur bleibenden Rotfärbung mit $n/10$ Natronlauge titriert. Die Anzahl der hierfür verbrauchten Kubikzentimeter $n/10$ Lauge wird von den vorgelegten Kubikzentimetern $n/10$ Säure subtrahiert, die Differenz, multipliziert mit 0,0014, ergibt die Zahl des in der verwandten Harnmenge vorhandenen Stickstoffes in Gramm, woraus sich der prozentuale N-Gehalt durch Multiplikation mit 20 ergibt. Umrechnen auf die Gesamttagesharnmenge.

F. Bestimmung des Aminosäurenstickstoffes durch Formoltitration nach Henriques¹⁾–Frey–Gigon²⁾.

Prinzip: Die schwach sauren Aminosäuren werden durch Formolzusatz in ihre stark sauren Methylenverbindungen übergeführt und können als solche acidimetrisch bestimmt werden. Das störende Ammoniak des Harns wird vorher entfernt und kann dabei gleichzeitig bestimmt werden.

Erforderliche Reagenzien:

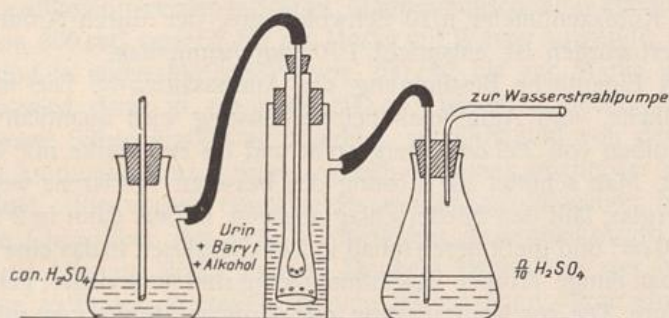
1. Konzentrierte Barythydratlösung.
2. $n/5$ Salzsäure.
3. $n/5$ Natronlauge.
4. $n/10$ Schwefelsäure.
5. $n/10$ Natronlauge.
6. 40 % ige Formollösung (die übliche käufliche Lösung des Formaldehyd ist 40 % = Formalin).
7. 1 % ige alkoholische Rosolsäurelösung.
8. 1 % ige alkoholische Phenolphthaleinlösung.
9. 0,1 % ige wässrige Methylorangelösung.

Ausführung: a) Entfernung des Ammoniaks. 50 cm^3 Harn werden in einem hohen Meßcylinder mit seitlichem Ansatzrohr mit 20 cm^3 der Barythydratlösung und 15 cm^3 absolutem Alkohol versetzt. Die Vorlage, in die das frei werdende Ammoniak übergetrieben werden soll, besteht aus einem Erlenmeyer-Kolben (s. Abb. 52), der mit 25 cm^3 $n/10$ Schwefel-

¹⁾ Henriques, Zeitschr. f. physiol. Chem. 1909, Bd. 60, S. 1. — ²⁾ Frey–Gigon, Biochem. Zeitschr. 1909, Bd. 22, S. 309.

säure, etwas Wasser, so daß das Glasrohr gut eintaucht, und einigen Tropfen Methylorange beschickt ist. Der Erlenmeyer-Kolben wird mit einem doppelt durchbohrten Stopfen verschlossen, durch dessen Bohrungen rechtwinkelig gebogene Glasröhren hindurchgehen. Eine in den Meßcylinder hineinreichende Glasröhre, die unten kolbig aufgetrieben und durchlöchert ist, bis dicht auf des Cylinders Boden hinabreicht und tief in die darin befindliche Flüssigkeit eintaucht, endet an ihrem äußeren Ende frei und wird durch einen Gummischlauch mit einem zweiten Gefäß mit seitlichem Ansatzrohr verbunden, in das durch einen durchbohrten Stopfen eine Glasröhre gesteckt wird; dieses Gefäß wird mit

Abb. 52.



soviel konzentrierter Schwefelsäure gefüllt, daß die Glasröhre etwa 2 cm tief darin eintaucht; die Schwefelsäure dient zum Abfangen des etwa in der Luft enthaltenen Ammoniaks. Das seitliche Ansatzrohr des Cylinders wird durch ein kurzes Stück starken Gummischlauch mit derjenigen Glasröhre verbunden, die durch die eine Bohrung des Stopfens bis dicht auf den Boden des Erlenmeyer-Kolbens hinabreicht, während dessen zweite Glasröhre innen dicht unterhalb des Stopfens endet, außen aber mit einer Wasserstrahlpumpe in Verbindung gesetzt wird. Sobald diese nun in Betrieb gesetzt wird, treibt sie einen ammoniakfreien Luftstrom durch die im Standcylinder enthaltene Flüssigkeit hindurch, der dann weiterhin die Flüssigkeit im Erlenmeyer-Kolben passiert und das im Standcylinder frei werdende Ammoniak in die Flüssigkeit der Vorlage hinübertreibt, wo es an die n/10 Schwefelsäure gebunden wird. Nachdem die Barythydratlösung zu dem Urin hinzugefügt ist, werden die Verbindungen der soeben beschriebenen Apparatur geschlossen und die Wasserstrahlpumpe in Tätigkeit gesetzt. Man läßt 2–3 Stunden einen nicht zu starken Luftstrom durch

das System hindurchgehen, entfernt dann die $n/10$ Schwefelsäure enthaltende Vorlage und ersetzt sie durch eine neue, die nur Wasser und den Indikator enthält. Wird bei neuem Durchleiten eines Luftstromes die Flüssigkeit in der neuen Vorlage nicht mehr rot, so ist alles Ammoniak aus dem Urin entfernt, ist dies aber doch der Fall, so muß schnell der Inhalt der neuen Vorlage unter Nachspülen in die alte überführt und mit dem Durchleiten des Luftstromes noch weiter fortgefahren werden, bis alles Ammoniak aus dem Urin entfernt ist. Die $n/10$ Schwefelsäure enthaltende Vorlage wird dann mit $n/10$ Natronlauge bis zur bleibenden Rotfärbung titriert, die Differenz zwischen vorgelegter Säure und der zum Zurücktitrieren erforderlichen Lauge ergibt die Menge der durch Ammoniak neutralisierten Säure. Jeder Kubikzentimeter $n/10$ Schwefelsäure, der durch Ammoniak neutralisiert worden ist, entspricht 1.703 mg Ammoniak.

b) Eigentliche Bestimmung des Aminosäuren-N. Die im Cylinder befindliche, vom Ammoniak befreite Lösung wird quantitativ in einen Meßkolben von 250 cm^3 übergespült und bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt. Man schüttet die Lösung des besseren Filtrierens wegen in ein Becherglas, läßt den Niederschlag absitzen, filtriert dann in 2 Meßkolben zu 100 cm^3 und gießt deren Inhalt in 2 Bechergläser. In das eine Becherglas fügt man einige Tropfen Rosolsäurelösung und neutralisiert genau mit $n/5$ Salzsäure. Die zur Neutralisation erforderliche Menge von $n/5$ Salzsäure wird nun, genau abgemessen, in das zweite Becherglas gegeben und weiterhin 10 cm^3 gegen Phenolphthalein als Indikator genau neutralisierte Formollösung (s. Ammoniakbestimmung nach Ronchèse-Malfatti, I., D.) hinzugefügt. In dem Gemisch tritt nun eine saure Reaktion auf. Es werden noch einige Tropfen Phenolphthalein hinzugefügt und mit $n/5$ Natronlauge bis zur rotvioletten Farbe neutralisiert. Jeder Kubikzentimeter der hierfür verbrauchten Lauge entspricht 2.8 mg Aminostickstoff. Da der Titration 20 cm^3 Harn zu grunde gelegt sind, ergibt die Multiplikation mit 5 den prozentualen Gehalt des Urins an Amino-N in Milligrammen.

G. Harnsäurebestimmung nach Salkowski¹⁾.

Prinzip: Die Harnsäure wird aus einer verdünnten Lösung durch ammoniakalische Silberlösung bei Anwesenheit von Magnesiasalzen als harnsaure Silbermagnesia gefällt, diese Verbindung durch Schwefelwasserstoff unter Bildung von Schwefelsilber wieder zerlegt, die als

¹⁾ Salkowski, Virchows Arch. 1871, Bd. 52, S. 58. — Pflügers Arch. 1872, Bd. 5, S. 210.