

ZB MED - Informationszentrum Lebenswissenschaften

Ernährung und Stoffwechselkrankheiten

Umber, Friedrich

Berlin [u.a.], 1925

ZB MED - Informationszentrum Lebenswissenschaften

Shelf Mark: Ui VI 1900

G. Harnsäurebestimmung nach Salkowski¹).

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

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.

Salz in Lösung gehende Harnsäure in der eingeeengten Flüssigkeit durch Salzsäure gefällt und gewogen oder durch Bestimmung ihres N-Gehaltes nach Kjeldahl berechnet.

Erforderliche Reagenzien:

1. 3% ige Silbernitratlösung.
2. Magnesiamischung: 100 g krystallisiertes Magnesiumchlorid und 200 g Ammoniumchlorid werden in etwa 500 cm³ Wasser gelöst und mit Ammoniak versetzt, bis die Lösung stark darnach riecht. Mit Wasser auf 1 l auffüllen.

3. Konzentrierte Salzsäure.

4. Kippscher Apparat zur Bildung von Schwefelwasserstoff.

Ausführung: 200 cm³ Harn (Harn mit spec. Gew. über 1020 sind vorher zu verdünnen!) werden mit 50 cm³ Magnesiamischung in einem Meßcylinder von 300 cm³ versetzt, bis zur Marke mit Wasser aufgefüllt, umgeschüttelt und in einen Meßkolben von 200 cm³ bis zur Marke filtriert. Das Filtrat wird dann in ein etwa 500 cm³ fassendes Becherglas gegossen, 15 cm³ Silbernitratlösung zugefügt, verrührt, und von der Seite her so viel Ammoniak hinzugefügt, bis sich ein feiner gelatinöser Niederschlag bildet. (Ein vorher entstehender weißer, großflockiger Niederschlag von Chlorsilber löst sich bei weiterem Ammoniakzusatz). Man läßt nun die Lösung einige Zeit im Dunkeln stehen, bis der Niederschlag ganz zu Boden gesunken ist, und filtriert dann durch ein Filter von 9 cm Durchmesser (Schleicher u. Schüll Nr. 597), indem man zunächst nur die überstehende klare Flüssigkeit und erst zum Schluß den Niederschlag auf das Filter bringt. Das Becherglas wird wiederholt mit Wasser nachgespült und der Filtrerrückstand so lange mit Wasser gewaschen, bis das Waschwasser chlorfrei ist (d. h. keine Trübung mit Silbernitrat mehr gibt). Dann setzt man das Filter auf ein Erlenmeyer-Kölbchen, stößt das Filter durch und spült durch die entstandene Öffnung den Filtrerrückstand mit Wasser quantitativ in das Kölbchen hinein, setzt einige Tropfen Salzsäure bis zur deutlichen sauren Reaktion (Lackmuspapier) hinzu und leitet Schwefelwasserstoff in die Lösung ein, bis eine schwarze Färbung auftritt. Nun erhitzt man auf dem Wasserbad, filtriert heiß schnell durch ein Faltenfilter mit etwas Kieselgur in eine Abdampfschale aus Porzellan und spült das Filter mit etwas heißem Wasser nach. Das Filtrat muß völlig wasserklar sein, andernfalls ist die Filtration heiß noch einmal zu wiederholen. Das Filtrat wird nun auf dem Wasserbad bis auf etwa 20 cm³ eingeeengt und dann 2,5 cm³ konzentrierte Salzsäure hinzugefügt; die Schale bleibt nun bedeckt 24 Stunden stehen. Es wird dann in einem Wiegegläschen ein kleines Filter im Wärmeschrank bei 90° 1 Stunde getrocknet, gewogen und im Exsikkator aufgehoben.

Auf dieses Filter wird der nach Salzsäurezusatz in 24 Stunden entstandene Harnsäureniederschlag gebracht, das Filter mit Wasser bis zum Verschwinden der Chlorreaktion im Waschwasser und zum Trocknen mit Alkohol und Äther gespült, wiederum 1 Stunde bei 90° getrocknet, im Exsikkator erkalten gelassen und gewogen. Die Gewichts Differenz ergibt die Harnsäuremenge in der verarbeiteten Harnportion.

Statt den Niederschlag zu wägen, kann man ihn auch in einen Kjeldahl-Kolben überspülen und seinen N-Gehalt bestimmen. Der gefundene N-Wert multipliziert mit 3 ergibt die Harnsäuremenge.

Berechnung: Die durch Wägung oder Bestimmung des N-Gehaltes gefundene Harnsäuremenge multipliziert mit 0.75 ergibt den prozentualen Harnsäuregehalt des Urins.

H. Purinbasenbestimmung nach Camerer¹⁾-Arnstein²⁾.

Prinzip: Nach Ausfällung der Phosphate werden Harnsäure + Purinbasen als Silberverbindungen gefällt und der N im Niederschlag bestimmt.

Erforderliche Reagenzien:

1. Ammoniakalische Silberlösung: 26 g salpetersaures Silber werden in Wasser gelöst und die Lösung mit so viel Ammoniak versetzt, daß der anfangs entstehende braune Niederschlag von Silberoxyd wieder in Lösung geht. Dann mit Wasser auf 1 l auffüllen.

2. Magnesiamischung (s. voraufgehende Harnsäurebestimmung nach Salkowski).

3. 20 % iges Ammoniak.

4. Magnesia usta.

5. Reagenzien zum Kjeldahl.

Ausführung: 240 cm³ Harn werden in einem 300 cm³ Meßcylinder mit 30 cm³ Magnesiamischung und 30 cm³ 20 % igem Ammoniak aufgefüllt, durchgeschüttelt und gleich filtriert. Vom Filtrat werden 125 cm³ abgemessen und mit 10 cm³ ammoniakalischer Silberlösung versetzt. Nun wird durchgerührt, der entstehende Niederschlag etwas absitzen gelassen und durch ein aschefreies Filter filtriert; das Filtrat muß ganz klar sein. Der Filterrückstand wird mit Wasser so lange gewaschen, bis das Waschwasser ammoniakfrei ist (Lackmus nicht mehr rot färbt). Filter und Niederschlag werden nun in einen Kjeldahl-Kolben gebracht, mit etwas Wasser und einer Messerspitze Magnesia usta 15 Minuten gekocht, abgekühlt, mit 15 cm³ konzentrierter Schwefelsäure und etwas Kupfer-

¹⁾ Camerer, Zeitschr. f. Biol. 1890, Bd. 8 (neue Folge), S. 84. — ²⁾ Arnstein, ebenda 1891, Bd. 10, S. 72.