

Innehaltung der vorgeschriebenen Temperatur ist bei diesem Verfahren sehr wesentlich.

**Ein mit Rosanilinblau gefärbter Veilchensyrup** gibt nach A. G a w a l o v s k i \*) mit dem doppelten Volumen Wasser verdünnt an farbloses Fuselöl den sattblauen Farbstoff ab, echter Veilchensyrup nicht. Mit dem gleichen Theile Wasser und einigen Tropfen Essigsäure versetzter echter Syrup wirdponceauroth gefärbt, Anilinblau enthaltender bleibt unverändert oder geht noch in tieferes blau, meist grünblau über. Versetzt man 1 Theil Syrup mit  $\frac{1}{2}$  Theil Wasser und 2—3 Tropfen Ammoniak, so färbt sich echter Veilchensyrup eichengrün, später zeisigrün bis gelbgrün, bei einem mit Anilinblau gefärbten Syrup wird die Mischung entfärbt.

## 2. Auf Physiologie und Pathologie bezügliche Methoden.

Von

**F. Hofmeister.**

**Die Bestimmung des Stickstoffs im menschlichen Harn** haben E. Pflüger und K. Bohland\*\*) neuerdings zum Gegenstand einer ausführlichen Untersuchung gemacht, bei welcher einerseits die Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl\*\*\*), andererseits die Titrirung mit Quecksilbernitrat nach Liebig-Pflüger in Verwendung kam. Dabei fanden die Verfasser das von ihnen früher über das Kjeldahl'sche Verfahren abgegebene günstige Urtheil im Ganzen bestätigt, machen jedoch auf einige scheinbar nebensächliche Momente aufmerksam, deren Beachtung für die Genauigkeit der Resultate von Bedeutung sein kann. Mit Kjeldahl finden sie, dass die Verwendung von Natriumsulfit, Jodkalium und jodsaurem Kali als Indicator der Anwendung des Lackmus bei weitem vorzuziehen sei, heben jedoch hervor, dass die letzten kleinen Mengen freier Säure, namentlich wenn es sich um sehr verdünnte Lösungen handelt, einige Zeit benöthigen, um das Gemenge von Jodkalium und jodsaurem Kali vollständig zu zersetzen. Führt man die Titration in 1—2 Stunden zu Ende, so beträgt der Fehler höchstens 0,1—0,2 cc der Zehntel-Hyposulfitlösung; zur völligen Zersetzung bedarf es etwa 24 Stunden. Die längere Dauer der Titration macht sonst nicht in Betracht kommende

\*) Rundschau **10**, 29; Chem. Central-Bl. [3 F.] **15**, 497; von den Verfassern eingesandt.

\*\*) Archiv für die gesammte Physiologie von E. Pflüger **36**, 102.

\*\*\*) Vgl. diese Zeitschrift **22**, 366 und **24**, 299.

Vorsichtsmaassregeln nöthig. So darf sie nur in völlig säurefreien Räumen vorgenommen werden. Auch die Reinigung der verwendeten Glasgefässe muss mit besonderer Sorgfalt geschehen, da dieselben, wenn sie mit Säure gewaschen wurden, trotz wiederholten Ausspülens mit destillirtem Wasser noch Tage lang kleine Mengen Säure an die in ihnen enthaltene Flüssigkeit abgeben. Die Anwendung von Stärke bei der Titrirung vermeiden Pflüger und Bohland ganz, nachdem sie sich überzeugt haben, dass die Anwesenheit von freiem Jod an der gelblich-grünen Färbung der Flüssigkeit mit einer für die Titrirung hinreichenden Schärfe zu erkennen ist.

Weitere Bemerkungen der Verfasser betreffen die Art, wie das bei der Destillation gebildete Ammoniak ohne Verlust aufzufangen ist. Sie finden es gleich Kjeldahl überflüssig, das Ammoniak zuführende Rohr in die vorgelegte Säure eintauchen zu lassen. Es kann eine Hand breit über derselben frei ausmünden, ohne dass Verluste zu befürchten wären. Allerdings setzt dies ruhiges Kochen der Flüssigkeit voraus, wie es sich jedoch durch Zusatz von Zinkspänen leicht erreichen lässt. Ist keine Säure vorgelegt, so sind kleine Verluste unvermeidlich.

Von weiteren Fehlerquellen machen Pflüger und Bohland noch besonders auf den Ammoniakgehalt der käuflichen concentrirten und rauchenden Schwefelsäure aufmerksam, welcher öftere Bestimmung nöthig macht.

Bei Beachtung aller Vorsichtsmaassregeln gab das Kjeldahl'sche Verfahren bei Untersuchung von Harnstofflösungen von bekanntem Gehalt sehr gut stimmende Zahlen. Bei Anwendung auf den Harn erhielten Pflüger und Bohland gleich gute Resultate nur dann, wenn sie 5 cc Harn mit 40 cc rauchender Schwefelsäure durch 10—12 Stunden lebhaft kochen liessen und dann erst die Bestimmung durch Abdestilliren des gebildeten Ammoniaks und Titriren zu Ende führten. Nimmt man weniger Säure oder unterbricht das Kochen früher, so läuft man Gefahr, dass ein Theil des Harnstickstoffs der Umwandlung in Ammoniak entgeht. Um bei dem langdauernden und lebhaften Kochen mit Säure Verluste durch Verspritzen zu vermeiden, setzen Pflüger und Bohland auf die Oeffnung des benutzten Erlenmeyer'schen Kölbchens einen Vorstoss, der sich nach oben verjüngt, dann seitlich abbiegt und in einem vorgesetzten Reagensglas frei mündet.

Eindampfen des Harns vor der Bestimmung bietet nach den Versuchen der Verfasser nicht bloss keinen Vortheil, sondern hat regelmässig einen kleinen Verlust zur Folge.

Mit Hilfe des so modificirten Verfahrens untersuchten Pflüger und Bohland eine Reihe Harnen, in denen gleichzeitig der Stickstoff durch Titration mit Quecksilbernitrat bestimmt wurde. Im Gegensatz zu einer früheren Untersuchung von K. Bohland\*) stellte sich dabei eine sehr annähernde Uebereinstimmung in den Resultaten beider Methoden heraus. Die Differenz betrug in 46 Bestimmungen zwischen  $- 2,7$  und  $+ 2,5$  %, im Mittel  $- 0,2$  % des Stickstoffgehaltes. Betreffs der Ausführung der Titrirung geben Pflüger und Bohland neuerdings sehr eingehende, zum Theil von den früheren Angaben Pflüger's abweichende Vorschriften. Da dieselben keine kurze Wiedergabe gestatten, so muss ich in dieser Beziehung auf das Original verweisen.

**Ueber die Bestimmung des Schwefels in Proteinstoffen.** Nach Hammarsten\*\*) erleidet man bei Ausführung der von O. Löw zum angeführten Zwecke gegebenen Vorschrift leicht Verluste. Wie O. Löw\*\*\*) hingegen bemerkt, geschieht dies nur dann, wenn das Verbrennungsgemisch in den Platintiegel fest eingedrückt wird, nicht aber bei lockerer Beschaffenheit desselben.

**Ueber die Bestimmung der Harnsäure.** Die von E. Salkowski †) vor einiger Zeit angegebene Methode der Harnsäurebestimmung, bei welcher die Vollständigkeit der Ausfällung durch Ueberführung der Harnsäure in schwerlösliche Silberdoppelsalze erreicht wird, hat seitdem durch Salkowski selbst und durch E. Ludwig eine wesentliche Vereinfachung erfahren. Salkowski ††) umgeht nunmehr die Fällung mit Salzsäure, indem er aus der abgemessenen Harnprobe erst die Phosphate mit Magnesiamixtur abscheidet, und nun in einer bestimmten Menge des Filtrates sämtliche Harnsäure mit Silberlösung in Form des Magnesia-Silberdoppelsalzes niederschlägt. Der mit Wasser ausgewaschene Niederschlag liefert nach Zerlegung mit Schwefelwasserstoff und Einengen des mit Salzsäure angesäuerten Filtrates krystallinische Harnsäure, welche auf gewogenem Filter gesammelt, gewaschen, getrocknet und gewogen wird.

Ueber ein ähnliches abgekürztes Verfahren hat E. Ludwig bereits

---

\*) Diese Zeitschrift **24**, 298.

\*\*) Diese Zeitschrift **24**, 474.

\*\*\*) Archiv für die gesammte Physiologie von E. Pflüger **36**, 169.

†) Diese Zeitschrift **11**, 234.

††) E. Salkowski und Leube: Die Lehre vom Harn pag. 96.