

Ein einfaches Verfahren zur Bestimmung des Ammoniaks im Harn.

Von
Otto Folin.

(Aus dem chemischen Laboratorium des „Mc. Lean Hospital“ für Irrenkranke,
Waverley, Mass. U. S. A.)

(Der Redaction zugegangen am 4. Mai 1901.)

Nach der Methode von Schlösing sind mehrere Tage nöthig, um eine Ammoniakbestimmung im Harn zu machen. Die Methode ist wohl auch etwas unsicher, denn erstens weiss man nicht, wie lange die Harnprobe stehen muss, um alles Ammoniak abdunsten zu lassen, und zweitens wird Harnstoff in wässriger Lösung, wenn auch sehr langsam, zersetzt.

Das folgende einfache Verfahren scheint nun ganz zuverlässige Werthe für den Ammoniakgehalt in Harnstofflösungen bezw. in Harnen zu geben:

Die Harnstofflösung, bezw. der Harn, wird mit 400 bis 500 ccm. Wasser verdünnt und mit gebrannter Magnesia bezw. mit Kalkwasser eine bestimmte Zeit gekocht, um alles präformirte Ammoniak abzutreiben. 45 Minuten, die Zeit des Anwärmens nicht mitberechnet, genügen, um dieses Ziel zu erreichen. Darauf öffnet man (während die zum Kochen benutzte Gasflamme unverändert bleibt) den Destillationskolben und fügt eine dem ersten Destillat annähernd gleiche Menge kochendes Wasser hinzu. Das Kochen wird darauf noch 45 Minuten fortgesetzt und dieses zweite Destillat wie das erste in einer mit Zehntelnormalsäure beschickten Vorlage aufgefangen.

Die Bestimmung des präformirten Ammoniaks durch Titrirung dieser beiden Destillate beruht auf der Annahme, dass die Zersetzung des Harnstoffs (die jedenfalls ganz klein ist) gleichmässig vor sich geht und dass daher das erste Destillat eine aus zersetztem Harnstoff stammende Menge Ammoniak enthält, die dem Ammoniakgehalt des zweiten Destillates gleich ist. Ist diese Annahme aber erlaubt, so

braucht man nur die Ammoniakmenge des zweiten Destillates von dem gesamteten Ammoniak des ersten Destillates abzuziehen, um die Menge des präformirten Ammoniaks zu finden. Folgender Versuch zeigt die Richtigkeit dieser Voraussetzung.

10 ccm. Harnstofflösung (1,538%) und 5 ccm. einer Ammonchloridlösung wurden in einem Literkolben auf etwa 450 ccm. verdünnt. Es wurde gebrannte Magnesia (0,5 g) zugesetzt und die Mischung zweimal in oben genannter Weise destillirt. Das erste Destillat enthielt 9,9 ccm. $n/10$ NH_3 , das zweite 1,7 ccm. $n/10$ NH_3 . Das aus dem Ammonchlorid stammende Ammoniak sollte demnach 8,2 ccm. $n/10$ NH_3 gleich sein. 5 ccm. Ammonchloridlösung wurden darauf ohne Harnstoffzusatz bis auf etwa 450 ccm. verdünnt und dessen Ammoniak durch Kochen mit Magnesia abgetrieben. Das in dieser Weise erhaltene Ammoniak entsprach 8,1 ccm. $n/10$ NH_3 .

Ein weiterer Beweis für die principielle Richtigkeit dieses Verfahrens der Ammoniakbestimmung ist die Thatsache, dass der Ammoniakgehalt einer dritten und vierten Destillation bei genauem Arbeiten dem Ammoniakgehalt des zweiten Destillates gleich ist. Dieser Befund, wie das ganze Princip dieser Ammoniakbestimmungsmethode ist übrigens schon vor 14 Jahren von Berthelot, der die Methode in ähnlicher Weise anwandte, beschrieben worden. Doch waren mir die Angaben Berthelot's nicht bekannt. Ich habe sie erst nachher zufälliger Weise gefunden, als ich Gelegenheit hatte, Berthelot's Angaben über die Zersetzlichkeit des Harnstoffs durch verdünnte Salzsäure nachzusehen.¹⁾ Uebrigens ist meines Wissens das Princip noch nie benutzt worden, um Ammoniakbestimmungen im Harne zu machen.

Ein weiterer Versuch, um die Zuverlässigkeit der Methode zu prüfen, wurde in folgender Weise angestellt:

10 ccm. Harn, auf 450 ccm. verdünnt, wurden zweimal 45 Minuten lang, wie oben, destillirt. Das erste Destillat enthielt 4,5 ccm. $n/10$ NH_3 , das zweite 2,2 ccm. $n/10$ NH_3 . Das präformirte Ammoniak entsprach demnach 4,5 ccm. weniger,

1) Siehe meine vorhergehende Abhandlung über «Eine neue Methode zur Bestimmung des Harnstoffs im Harne».

2,2 ccm. oder 2,3 ccm. n_{10} NH_3 . 10 ccm. desselben Harns und 5 ccm. des obigen Ammonchlorids wurden zweimal 45 Minuten lang destillirt. Das erste Destillat enthielt 12,6 ccm. n_{10} NH_3 , das zweite 2,35 ccm. n_{10} NH_3 . Das aus dem Ammonchlorid herkommende Ammoniak ist demnach die Differenz zwischen 12,6 ccm. n_{10} NH_3 und der Summe von 2,35 ccm. + 2,3 ccm. n_{10} NH_3 (das im Harn präexistirende + das aus zersetzten Harnstoff erhaltene Ammoniak). Also wurden wiedergefunden 7,95 ccm. n_{10} NH_3 anstatt 8,1 ccm. n_{10} NH_3 , die thatsächlich dem Harn zugesetzt worden waren. Der in obigen Versuchen benutzte Harn wurde auf seinen Ammoniakgehalt auch nach Schlösing untersucht. Nach 6 tägigem Stehen fanden sich darin 2,4 ccm. n_{10} NH_3 , also nur 0,1 ccm. n_{10} NH_3 mehr, als nach dem obigen Destillationsversuch. Ein anderer Versuch nach Schlösing ergab aber nach 10 tägigem Stehen 2,95 ccm. n_{10} NH_3 .

Ein eiweisshaltiger Harn, der auch zu Harnstoffbestimmungen angewandt wurde (siehe vorstehende Abhandlung Harn V), wurde auf seinen Ammoniakgehalt in folgender Weise geprüft:

In einer Probe wurde das Eiweiss durch kurzes Erhitzen mit etwas Essigsäure entfernt. 20 ccm. des Filtrates wurden zweimal destillirt. Es ergaben sich 17,3 ccm. und 7,8 ccm. n_{10} NH_3 , entsprechend einem Ammoniakgehalt von 9,5 ccm., n_{10} NH_3 . Ein zweites Filtrat (20 ccm.) wurde viermal je 45 Minuten lang destillirt. Es wurden erhalten: 18,1 ccm., 8,8 ccm., 8,85 ccm. und 8,8 ccm. n_{10} NH_3 . Dieser Versuch ergab also einen Ammoniakgehalt des Harns von 9,3 ccm. n_{10} NH_3 . Derselbe Harn wurde auch nach vorheriger Abtrennung des Eiweisses zu Ammoniakbestimmungen benutzt. Aus 20 ccm. Harn wurden dabei erhalten 16,9 ccm., 7,8 ccm., 7,65 ccm. und 7,7 ccm. n_{10} NH_3 , entsprechend einem Ammoniakgehalt von 9,2 ccm. n_{10} NH_3 . Nach Schlösing (7 tägigem Stehen) wurden aber 11,7 ccm. n_{10} NH_3 aus 20 ccm. Harn erhalten. Ein Theil dieses Ammoniaks ist wohl aus dem bei diesem Versuche nicht entfernten Eiweiss entstanden.

Waverley Mass. U. S. A., April 1901.