

Ueber die quantitative Bestimmung der Harnsäure im Harn.

Von

Adolf Jolles.

(Aus dem chemisch-mikroskopischen Laboratorium von Dr. M. und Dr. Ad. Jolles in Wien.)

(Der Redaction zugegangen am 3. Juli 1902.)

In Band XXIX dieser Zeitschrift habe ich zur quantitativen Bestimmung der Harnsäure im Harn statt der gewichtsanalytischen oder der titrimetrischen Methode die Messung des aus diesen Körpern nach vorangegangener Oxydation durch unterbromigsaures Natron entwickelten Stickstoffes vorgeschlagen. Da für diese Zwecke der Zerfall eines grösseren oder kleineren Antheiles des entstehenden Harnstoffes in Ammoniak ganz gleichgültig ist, nachdem bekanntlich Ammoniaksalze ihren N durch unterbromigsaures Natron quantitativ in Gasform abgeben, habe ich das Oxydationsprodukt für die volumetrische Bestimmung derart eingeengt, dass das Gesamtvolumen im Schüttelgefäss nach erfolgter Neutralisation inclusive 25 cem Bromlauge¹⁾ circa 110 bis 120 cem betrug. Die wesentlichen Momente, welche bei der volumetrischen Methode zu berücksichtigen sind, bestehen in der Oxydation in schwach-

1) 25 cem. der frisch zu bereitlebenden Natriumhypobromitlösung reichen für Harnsäuremengen bis zu 0.1 g pro 100 cem. Harn vollkommen aus. Nachdem in reinen Harnsäurelösungen die exactesten Resultate bei einem Harnsäuregehalt von 0.03 bis 0.08 g erhalten werden, empfiehlt es sich, von concentrirten Harnen 50 cem. Harn zur volumetrischen Bestimmung zu verwenden.

saurer Lösung,¹⁾ in der vorsichtigen Neutralisation des sauren Oxydationsproduktes durch cubikcentimeterweisen Zusatz von concentrirter Natronlauge bei beständigem Kühlen und in der Einhaltung der Cautelen, welche bei der Gasanalyse erforderlich sind. (Gleiche Temperaturen während des Versuches etc.)

Bei Einhaltung der vorgeschriebenen Bedingungen liefert die Methode vollkommen exacte Resultate. Thatsächlich ist O. Makowka, welcher die volumetrische Methode sowohl in reinen Harnsäurelösungen, als in Harnen einer eingehenden Nachprüfung unterzogen hat (*Chemiker-Zeitung*, Nr. 103, 1901), zu dem Ergebnisse gelangt, dass dieselbe als eine vollkommen zuverlässige und exacte bezeichnet werden kann, die wegen der relativen Einfachheit ihrer Ausführung vollste Beachtung in der Praxis verdient. Hingegen hat G. Matrai in dieser Zeitschrift (Bd. XXXV, S. 205) einige Versuche publicirt, die ganz unbrauchbare Resultate ergeben haben. Leider geht aus der Matrai'schen Arbeit nicht hervor, wie und unter welchen Bedingungen er die Versuche durchgeführt hat. Nur am Schlusse seiner Abhandlung berichtet Matrai über einen Versuch, demzufolge 0.0436 g Harnstoff, mit 5 ccm. concentrirter Schwefelsäure und 10 ccm. n_{10} Permanganat versetzt, nach 1 1/2 stündigem Kochen circa 4% Permanganat verbraucht haben. Ich weiss zwar nicht, was Matrai mit der Publication dieses Versuches, der mit der volumetrischen Harnsäurebestimmung in gar keinem Zusammenhange steht, bezweckt hat, jedenfalls ist aus diesem Versuche zu entnehmen, dass Matrai die Oxydationsversuche mit reiner Harnsäure in stark saurer Lösung durchgeführt hat, in welchem Falle zur Zerlegung der abgewogenen Harnsäuremengen erheblich weniger Permanganat verbraucht wird, als thatsächlich bis zum Endpunkte der Reaction erforderlich ist. Ueberdies ist zu berücksichtigen, dass Matrai die stark saure Lösung mit concentrirter Lauge

1) Die abgewogenen Harnsäuremengen werden mit circa 3—400 ccm. destillirtem Wasser und 10 ccm. Schwefelsäure (1—4 Dichte) versetzt und oxydirt. (*Diese Zeitschrift*, Bd. XXIX, S. 241.)

neutralisirt hat. Ob diese Neutralisation unter den nöthigen Vorsichtsmassregeln geschehen ist, entzieht sich meiner Beurtheilung. Jedenfalls hatte Matrai die Aufgabe, eine stark saure Lösung unter Köhlen ohne N-Verluste zu neutralisiren, was eine ganz ausserordentliche Vorsicht beansprucht hätte. Unter diesen Umständen leuchtet es mir ein, wenn Matrai in seiner Arbeit von «Nitrogen- resp. Harnsäureverlusten beim Alkalischemachen der Oxydationslösung» spricht.

Herr Matrai hatte inzwischen Gelegenheit gehabt, die Ausführung der volumetrischen Methode genau kennen zu lernen, und ich zweifle nicht, dass er bei Einhaltung der vorgeschriebenen Bedingungen zu richtigen Resultaten gelangen wird.

Anmerkung: Dr. Wogrinz berichtet in Nr. 14 der «Oester. Chemiker-Zeitung» über seine Versuche mit Harnsäure, die er im I. chem. Universitäts-Laboratorium in Wien durchgeführt hat und bestätigt, dass meine volumetrische Methode «durchaus brauchbare und richtige Resultate liefert».