

# Über die Verwendung von *Magnesia usta* zur Bestimmung des Amidstickstoffes.

Von  
**Fritz Müller.**

(Aus der chemischen Abteilung des physiologischen Instituts der Universität Leipzig.  
(Der Redaktion zugegangen am 18. April 1903.)

Außer bei Hausmann findet sich nirgends eine Angabe über die Vorbehandlung der gebrannten *Magnesia*. Hausmanns Angaben lauten: Die *Magnesia* wurde vorher in kleinen Portionen geglüht, dann in einen Destillationskolben mit Wasser gebracht und eine Stunde lang im Sieden erhalten, um jede Spur von etwa vorhandenem Ammoniak zu vertreiben. — Nach meinen Beobachtungen sind diese Vorsichtsmaßregeln für genaue Bestimmungen nicht ausreichend. Schon Rose<sup>1)</sup> hat gefunden, daß aus kohlensaurer *Magnesia* durch den Einfluß siedenden Wasserdampfes reichliche Abspaltung von Kohlensäure eintritt.

Nun ist die stets carbonathaltige *Magnesia* des Handels auch durch heftiges Glühen nicht kohlensäurefrei zu erhalten, wie schon die Untersuchungen von Marchand und Scherer<sup>2)</sup> ergeben haben. Die in der *Magnesia* verbleibende Kohlensäure wird allmählich beim Sieden mit Wasser abgespalten, geht in die Vorlage des Kjeldahl-Apparats, wird dort größtenteils absorbiert und gibt beim Zurücktitrieren zu Fehlern Anlaß.

Die Beobachtung geschah gelegentlich der Prüfung der *Magnesia* auf Ammoniak. Eine Probe des Präparats wurde

1) Rose, Pogg. Ann., Bd. 83, S. 423.

2) Marchand und Scherer, J. f. prakt. Ch., Bd. 50, S. 385 und Jahresbericht Vieweg u. Sohn, 1850, S. 299.

im Kjeldahl-Apparat mit destilliertem Wasser destilliert. Die Vorlage war mit einer gemessenen Menge  $n_{10}$   $H_2SO_4$  beschickt worden: beim Zurücktitrieren fand sich nun, daß mehr als die vorgelegte Anzahl Kubikcentimeter  $n_{10}$  Baryt zur Sättigung erforderlich waren. Die Beobachtung wurde an zwei Präparaten des Handels (von Kahlbaum und von Teuerkauf und Scheibner) weiter verfolgt. Je 3 g Magnesia usta wurden mit destilliertem Wasser im Kjeldahl-Apparat gekocht. Die Vorlagen waren stets mit 10 ccm  $n_{10}$   $H_2SO_4$  beschickt. Das Ende des Kühlrohrs wurde ein wenig in die Vorlage eintauchen gelassen: für die Destillation ammoniakhaltiger Flüssigkeit ist dies ohne Belang, da sich dann Ammoniak und Kohlensäure schon im Kühlrohr binden. Die Schwefelsäure der Vorlage wurde nach jeder Titration erneuert.

10 ccm  $n_{10}$   $H_2SO_4$  sättigten

		Präp. Kahlbaum	Präp. T. u. Sch.
Nach der	1. Stunde . . . . .	11,2	10,2 ccm $n_{10}$ Ba OH <sub>2</sub>
»	» 2. » . . . . .	11,5	10,4 » » »
»	» 3 $\frac{1}{2}$ . » . . . . .	11,6	10,6 » » »
»	» 5. » . . . . .	13,1	10,6 » » »

Wurden die titrierten Vorlagen nun mit weiteren 10 ccm  $n_{10}$   $H_2SO_4$  versetzt und gekocht, so ergab sich nach dem Erkalten beim Titrieren, daß jetzt zur Sättigung 20 ccm  $n_{10}$  Ba(OH)<sub>2</sub> erforderlich waren. Dies war zugleich ein Beweis, daß die Magnesia ammoniakfrei war.

Hierauf wurden die Beobachtungen am ausgeglühten Präparat angestellt. Portionen von ca.  $\frac{1}{2}$  g wurden vor dem Gebläse  $\frac{1}{2}$  bis  $\frac{3}{4}$  Stunde geglüht. Je 3 g so ausgeglühter Magnesia wurden im Kjeldahl-Apparat mit Wasser destilliert.

10 ccm  $n_{10}$   $H_2SO_4$  sättigten

		Präp. Kahlbaum	Präp. T. u. Sch.
Nach der	1. Stunde . . . . .	10,1	10,2 ccm $n_{10}$ Ba OH <sub>2</sub>
»	» 2. » . . . . .	10,3	10,3 » » »
»	» 3 $\frac{1}{2}$ . » . . . . .	10,4	10,5 » » »

Zur 1. und 3. Vorlage wurden wieder nach dem Titrieren weitere 10 ccm  $n_{10}$   $H_2SO_4$  zugesetzt, gekocht und nach dem Erkalten zurücktitriert. Jetzt waren im ganzen 20 ccm  $n_{10}$  Ba(OH)<sub>2</sub> zur Sättigung erforderlich.



Aus den Zahlen ist zu ersehen, daß bei zunehmender Konzentration der Destillationsflüssigkeit die Menge der abgespaltenen Kohlensäure zunimmt. Der längeren Destillationszeit wegen war von vornherein ca. doppelt so viel Wasser in den Kolben gebracht worden, als der ungefähren Flüssigkeitsmenge bei einer Kjeldahl-Destillation entspricht. Diese Konzentration wurde nach zweistündigem Destillieren erreicht, sodaß bei einer angenommenen Destillationszeit von  $1\frac{1}{2}$  Stunde für eine Kjeldahl-Bestimmung aus den Tabellen die Menge der übergegangenen Kohlensäure zwischen der 2. und  $3\frac{1}{2}$  Stunde zu entnehmen ist. Diese ist am ausgeglühten Präparat = 0,4 bzw. 0,5 cem Zehntelnormalsäure.

Für die Destillation von Lösungen der Eiweißsäure-spaltungsprodukte mit ammoniakfreiem Magnesiumoxyd ergibt sich demnach, daß ein vorhergehendes Glühen nicht nötig ist, wohl aber, daß die Vorlage zur Vertreibung der absorbierten Kohlensäure gekocht werden muß.