

Zur Elementaranalyse phosphorhaltiger Eiweißverbindungen.

Von

M. Dennstedt.

(Mitteilung aus dem chemischen Staatslaboratorium in Hamburg.)

(Der Redaktion zugegangen am 22. Mai 1907.)

In Heft 1—2 des laufenden Jahrgangs dieser Zeitschrift, S. 86, berichtet A. Erlandsen über seine Erfahrungen bei der Verbrennung lecithinartiger Substanzen nach der Methode der vereinfachten Elementaranalyse (Kontaktverfahren). Er kommt dabei zu dem Resultate, daß sich die Verbrennung nicht derart abstimmen ließ, daß beständig Sauerstoffüberschuß vorhanden war, und daß ferner eine phosphorsäurehaltige Kohle hinterblieb, die selbst bei langwierigem Glühen im Sauerstoffstrom nicht vollständig verbrannt wurde.

Was den ersten Punkt anbetrifft, so verlangt allerdings die ältere Methode (Anleitung vom Jahre 1903), wonach Erlandsen gearbeitet hat, zur richtigen Einstellung des Sauerstoffstroms einige Übung, benutzt man jedoch die doppelte Sauerstoffzuführung,¹⁾ die jetzt allgemein bevorzugt wird, so ist es ganz ausgeschlossen, daß zu irgend einer Zeit der Verbrennung Sauerstoffmangel eintritt, wenn man sich nur streng nach der Vorschrift richtet; auf jeden Fall ist es gänzlich überflüssig, wie Erlandsen getan hat, vor und hinter der Platinquarzschiicht oxydierte Kupferdrahtrollen anzubringen und diese stark zu glühen.

Zur Vermeidung des zweiten Übelstandes, d. h. zur Verbrennung der zurückbleibenden Kohle ist Erlandsen zur Verwendung von Bleichromat in Kupferschiffchen zurückgekehrt.

¹⁾ S. Anleitung zur vereinfachten Elementaranalyse von M. Dennstedt, Hamburg 1906, 2. Auflage, Otto Meissners Verlag.

Diese Komplikation im Verein mit der Anwendung von Kupferoxyddrahtrollen bedeutet nach meiner Meinung einen Rückschritt in der Elementaranalyse und entkleidet die vereinfachte Methode eines großen Teils ihrer Vorzüge.

Wie ich über die Verwendung des Bleichromats bei der Elementaranalyse denke, darüber habe ich mich in meiner «Entwicklung der organischen Elementaranalyse»¹⁾ deutlich ausgesprochen, ich habe es damals, und diese Meinung hege ich heute noch, als barbarisches Verbrennungsmittel bezeichnet.

Glücklicherweise sind die von Erlandsen vorgeschlagenen Maßnahmen gänzlich überflüssig, wenn es auch zutrifft, daß die sich bildende Phosphorsäure Kohle umschließt und sie so vor Verbrennung schützt. Unterbricht man die Operation nach stattgehabter Verkohlung, um den Rückstand mit verdünnter Salzsäure zu extrahieren und dann die Verbrennung fortzusetzen, so löst sich dabei die Kohle vom Schiffchen los, schwimmt in der Flüssigkeit umher und muß erst durch Filtrieren auf einem Asbestfilter wieder gesammelt werden; man sieht, es wäre das ein Verfahren noch umständlicher, als das von Erlandsen angegebene.

Aber der Übelstand läßt sich sehr einfach vermeiden, wenn man an Stelle gewöhnlicher glasierter Porzellanschiffchen unglasierter verwendet, wie ich sie, allerdings aus einem andern Grunde, schon in der zweiten Auflage der Anleitung S. 51 beschrieben und empfohlen habe. Die bei der Verbrennung gebildete Phosphorsäure wird von der porösen Masse des Schiffchens aufgesaugt, während die abgeschiedene Kohle zurückbleibt und nun genügend mit dem Sauerstoff in Berührung kommt, um leicht und vollständig verbrannt zu werden. Manchmal bleibt ein schwärzlicher Anflug zurück, er enthält aber, wie man sich leicht überzeugen kann, so wenig Kohlenstoff, daß er das Resultat nicht beeinflußt.

In dieser einfachen Weise kann man jedoch nur verfahren, wenn der Phosphorgehalt einige Prozent nicht übersteigt. Wird er größer, dann muß nach vollständiger Verkohlung der Substanz

¹⁾ Stuttgart, Ferdinand Enke, 1899.

die Verbrennung unterbrochen werden. Man nimmt dann das Schiffchen heraus, stellt es in eine flache Glasschale mit ebenem Boden und gießt in diese, nicht in das Schiffchen, stark verdünnte Salzsäure und erwärmt einige Zeit auf dem Wasserbade. Die Flüssigkeit dringt von außen nach innen in das Schiffchen, laugt die Phosphorsäure vollständig aus, während die Kohle fest im Schiffchen liegen bleibt. Man gießt die Säure ab, wiederholt das Verfahren einigemale mit reinem Wasser, trocknet das herausgenommene Schiffchen bei 120° und schiebt es dann wieder in das bis dahin verschlossen gehaltene Verbrennungsrohr und setzt die Verbrennung fort. Die Menge der zurückgebliebenen Kohle beträgt bei phosphorreichen Körpern 0,5—2 %.

Wir haben uns mit verschiedenen Substanzen wie Lecithin, Nucleinsäure, Kephalin, Weizenkleber usw. überzeugt, daß so vollständige Verbrennung eintritt und daß man zu absolut übereinstimmenden Resultaten gelangt. Man braucht daher keinen der Vorteile aufzugeben, die die vereinfachte Elementaranalyse auszeichnen und die gerade darauf beruhen, daß man außer der Kontaksubstanz, Platinblech oder Platinquarz, die zu verbrennende Substanz mit nichts anderem in Berührung bringt.

Auch hier wiederhole ich, daß wir immer, sobald jemand bei der Verbrennung solcher Stoffe irgendwie auf Schwierigkeiten stößt, zu jeder Zeit mit Vergnügen bereit sind, die Analyse auszuführen und ich kann hinzufügen, daß wir, obgleich schon viele Fachgenossen von dieser oft gemachten Aufforderung Gebrauch gemacht haben, noch nie auf eine Substanz gestoßen sind, bei der die Methode der vereinfachten Elementaranalyse versagt hat.
