

Zur Methode Kjeldahls.

Von

M. Siegfried und O. Weidenhaupt.

(Der Redaktion zugegangen am 18. November 1911.)

(Aus der chem. Abteilung des physiologischen Institutes der Universität Leipzig.)

Rona¹⁾ gibt an, daß der eine von uns nach brieflicher Mitteilung beim Aufschlusse der Substanz nach dem letzten Zusatze von Permanganat 3 Minuten weiter erhitzt. Auf diese Weise wird im hiesigen Laboratorium regelmäßig verfahren und stets mit gutem Erfolge. Werden Lösungen von unkontrollierbarem N-Gehalte analysiert, so werden zwischendurch Analysen reiner Substanzen, gewöhnlich von Glykokoll, ausgeführt, sodaß das Auftreten irgendwelcher Fehlerquellen bemerkt werden würde.

Kürzlich hat C. A. Andersen²⁾ hervorgehoben, man dürfe nach dem Zusatze von Permanganat nicht wieder kochen. Er beruft sich auf Kjeldahl,³⁾ welcher sagt: «Bei Eintritt der grünen Farbe ist die Oxydation beendet; gewöhnlich habe ich danach die Kochflasche 5–10 Minuten über sehr schwacher Flamme stehen lassen, ohne jedoch dieser Prozedur weitere Bedeutung zuzuschreiben. Dagegen darf man die grüne Flüssigkeit durchaus nicht stark erwärmen, wodurch unter starker Sauerstoffentwicklung eine Reduktion des Manganoxysalzes eintritt; hierdurch wird die Flüssigkeit wieder hell, und, wie

¹⁾ Handbuch der biochem. Arbeitsmethoden von E. Abderhalden. Berlin 1909, Bd. 1, S. 355.

²⁾ Der Harn usw. von C. Neuberg, Berlin 1911, S. 530.

³⁾ Zeitschr. f. analytische Chemie, Bd. 22, S. 375.

ich öfters zu beobachten Gelegenheit hatte, ist damit ein deutlicher Ammoniakverlust verbunden.

Nach unseren Erfahrungen halten wir es nicht nur für erlaubt, nach dem Zusatze von Permanganat zu erhitzen bzw. zu kochen, sondern bei vielen Substanzen sogar für notwendig. Unterläßt man das Erhitzen bzw. Kochen, so ist der Aufschluß bei schwer verbrennlichen Substanzen wie Tryptophan oft unvollkommen, weil man nicht das Kriterium für die genügende Menge Permanganat hat. Man hat den Kolben vom Feuer herunterzunehmen oder die Flamme auszulöschen, Permanganat hinzuzufügen, zu erhitzen bzw. zu kochen, und wenn die Farbe des Permanganates rasch verschwindet, wieder abseits vom Feuer Permanganat hinzuzufügen und zu erhitzen bzw. zu kochen und eventuell so fort, bis nach 3 Minuten langem Erhitzen die Farbe des Permanganats noch erkennbar ist. Natürlich darf man das Permanganat nicht in die siedende Flüssigkeit oder auf einmal in größeren Mengen eintragen. Dann entsteht eine lebhafte Reaktion, bei der mechanische Verluste eintreten. Vielleicht erklären sich so die Befunde Kjeldahls, daß Verluste an Ammoniak eintreten sollen, wenn man nach dem Permanganatzusatze erhitzt; sie treten nur ein, wenn man beim Permanganatzusatze stark erhitzt oder kocht.

Wir haben ad hoc eine Anzahl Bestimmungen ausgeführt, bei welchen bis zu mehreren Stunden nach dem Permanganatzusatze gekocht wurde, und welche, wie man sieht, sehr genaue Werte gaben.

Wir bemerken, daß diese Bestimmungen hintereinander, meist je 2 parallel ausgeführt wurden, und daß außer den hier mitzuteilenden keine andere dazwischen ausgeführt wurde.

Zur Nachprüfung der Angabe Kjeldahls hätten wir Ammonsulfat analysieren können, denn es handelt sich ja darum, ob bei der Reduktion des Manganisalzes Ammoniak verloren geht. Wir haben, um alle Bedingungen wie bei dem Kjeldahlaufschluß zu haben, Glykokoll verbrannt.

In den Bestimmungen 2—11 wurde eine Lösung von 2 g Glykokoll zu 200 ccm verwendet, je 10 bzw. 20 ccm.

	Angewandte Substanz	Dauer des Kochens nach letztem Permanganatzusatz Minuten	Erfordert ccm n/10-S	Gefunden % N
I.	0,1447	0	19,1	18,48
II.	0,1000	5	13,3	18,62
III.	0,2000	30	26,8	18,76
IV.	0,2000	30	26,7	18,69
V.	0,2000	125	26,5	18,55
VI.	0,2000	125	26,7	18,69
VII.	0,1000	195	13,3	18,62
VIII.	0,1000	195	13,1	18,34
IX.	0,1000	25	13,4	18,76
X.	0,1000	25	13,5	18,90
XI.	0,1000	60	13,3	18,62
XII.	0,1000	60	13,4	18,76

Berechnet: 18,67 % N.