(Aus dem pharmakol. Institut der Universität Greifswald.)

Die quantitative Bestimmung des Gesamtschwefels im Harn.

Von

Hugo Schulz.

Im Jahre 1894 habe ich im 57. Bande dieses Archivs auf S. 57 ff. eine Methode angegeben, die es ermöglicht, den gesamten Schwefelgehalt des Harns in zuverlässiger Weise festzustellen. Mit Hilfe von rauchender Salpetersäure wird in einem retortenförmigen Glasgefässe der Harn erhitzt und schliesslich bis zum Übrigbleiben eines weissen Salzurückstandes eingedampft. Die dabei sich entwickelnden Dämpfe werden in einer mit Wasser gefüllten Vorlage aufgefangen. Nach dem Abkühlen des Zersetzungsgefässes wird der weisse Salzurückstand in verdünnter Salzsäure gelöst, das Gefäss sorgfältig mit destilliertem Wasser ausgespült, das Spülwasser mit dem Inhalt der Vorlage vereint und in der ganzen Flüssigkeitsmenge die Schwefelsäure in bekannter Weise als Baryumsalz bestimmt.

Wie ich in letzter Zeit erfahren habe, lässt sich aber die Bestimmung des Gesamtschwefels im Harn mit derselben Genauigkeit viel einfacher ausführen. Meine Voraussetzung, dass beim Zerstören des Harns mit rauchender Salpetersäure möglicherweise Schwefelsäure aus irgendeinem Grunde entweichen könnte und deshalb die mit Wasser gefüllte Vorlage notwendig sei, hat sich als irrig erwiesen. Wenn bei den zur Klärung dieser Angelegenheit angestellten Versuchen der Inhalt der Vorlage für sich auf Schwefelsäure geprüft wurde, fiel die Reaktion negativ aus. Diese Erfahrung legte den Gedanken nahe, zu versuchen, das ganze Verfahren zu vereinfachen. Ich werde im folgenden die neue Methode mitteilen und zum Beleg ihrer Brauchbarkeit eine Reihe analytischer Zahlen bringen.

5—10 ccm Harn werden mit dem gleichen Quantum rauchender Schwefelsäure in einen Kjeldahlkolben von 300 ccm Inhalt gefüllt. Der Kolben wird sodann in schräger Stellung über einer kräftigen

Gasflamme erhitzt. In meinem Laboratorium wird zu dem Zweck, eine ganze Reihe derart beschickter Kolben auf einmal in Arbeit nehmen zu können, ein gewöhnlicher Gasofen, wie man ihn zur Elementaranalyse braucht, benutzt, über dessen Brenneröffnungen ein Drahtnetz gespannt ist. Der Kolbeninhalt gerät schnell ins Kochen, rote Dämpfe entweichen reichlich. Dann tritt die Bildung eines undurchsichtigen rotbraunen Qualmes ein, und nachdem auch dieser entwichen ist, zeigt sich das Innere des Kolbens völlig durchsichtig, nur von den Dämpfen der Stickstoffoxyde rotbraun gefärbt. Auf dem Boden des Kolbens erkennt man einen weissen Rückstand. Man erhitzt noch so lange, bis sich am Halse des Kolbens keine Flüssigkeitstropfen mehr zeigen. Diese können andernfalls zurückfliessen und den Kolben in seiner am stärksten erhitzten Bodenpartie zum Springen bringen. Der ganze bisher geschilderte Vorgang spielt sich im Verlauf einer Viertelstunde ab. Nachdem der Kolben hinlänglich abgekühlt ist, füllt man etwas Salzsäure und destilliertes Wasser in denselben, erhitzt nochmals bis zum Kochen und spült dann die völlig klare und farblose Lösung des von dem Harn zurückgebliebenen unorganischen Rückstandes in ein Becherglas. Der Kolben wird dann noch einige Male mit destilliertem Wasser nachgespült, die Spülwasser mit der ersterwähnten Lösung vereinigt und aus dem Ganzen die Schwefelsäure mit Chlorbaryum ausgefällt.

Diese eben geschilderte Methode ist ebenso bequem wie zuverlässig. Sie gestattet das Ansetzen einer ganzen Reihe von Harnproben zur selben Zeit. Die Zersetzung vollzieht sich rasch und gründlich. Das Ausspülen der Kjeldahlkolben geht viel leichter und auch noch zuverlässiger, wie das etwas umständliche Ausspülen der früher von mir angewandten Apparate. Man kann mithin bei ausgedehnteren Untersuchungen über die Ausscheidung des Schwefels durch den Harn mit Bequemlichkeit die dazu notwendige Vorarbeit der Zerstörung der organischen Bestandteile ausführen und spart ebenso an Zeit wie an Material.

Ich habe nun die analytischen Belege zu erbringen. Die nachfolgenden Zahlen für Schwefelsäure sind durchweg aus dickem, trübem Kaninchenharn erhalten. Die mit „A“ bezeichneten Analysen sind nach der früher von mir angegebenen Methode ausgeführt, die mit „B“ bezeichneten nach dem neuen Verfahren.

I.

A. 5 ccm Harn lieferten 0,03313 g $\text{BaSO}_4 = 0,0045$ S.

B₁. 5 ccm „ „ 0,03383 g $\text{BaSO}_4 = 0,0046$ S.

B₂. 5 ccm „ „ 0,03513 g $\text{BaSO}_4 = 0,0048$ S.

Auf Prozent berechnet:

A. 0,0900 %. B₁. 0,0920 %. B₂. 0,0960 %.

II.

A. 5 ccm Harn lieferten 0,04243 g $\text{BaSO}_4 = 0,0058$ S.

B₁. 5 ccm „ „ 0,04269 g $\text{BaSO}_4 = 0,0058$ S.

B₂. 5 ccm „ „ 0,04169 g $\text{BaSO}_4 = 0,0057$ S.

B₃. 5 ccm „ „ 0,04309 g $\text{BaSO}_4 = 0,0059$ S.

Auf Prozent berechnet:

A. 0,1160 %. B₁. 0,1160 %. B₂. 0,1140 %. B₃. 0,1180 %.

III.

A. 5 ccm Harn lieferten 0,01823 g $\text{BaSO}_4 = 0,0025$ S.

B₁. 5 ccm „ „ 0,01829 g $\text{BaSO}_4 = 0,0025$ S.

B₂. 5 ccm „ „ 0,01819 g $\text{BaSO}_4 = 0,0025$ S.

B₃. 5 ccm „ „ 0,01859 g $\text{BaSO}_4 = 0,0025$ S.

Auf Prozent berechnet:

A. 0,0500 %. B₁. 0,0500 %. B₂. 0,0500 %. B₃. 0,0500 %.

Wie aus den mitgeteilten Zahlen ersichtlich, stimmen bei den einzelnen Analysen die Werte, welche nach meiner früheren Methode erzielt wurden, gut mit den nach dem neuen Verfahren gewonnenen überein. Wenn Differenzen auftreten, so liegen dieselben durchweg in den Milligrammen. Nur in einem Falle erreicht die Differenz den Wert von 0,006 %.

(Periode 4-15) und N° 3 (Periode 16-22).

Taf. 1.

Vorlag von Martin Hager, Bonn.