

die nachherige Titration vorgenommen wird. Die Gegenwart der aus-
geschiedenen Gangart wirkt gar nicht störend dabei. Dadurch gestaltet
sich bei dieser Methode, trotz einer gewissen Umständlichkeit der dabei
vorkommenden Tüpfelprobe, der Aufwand an Apparaten und Mühe so
gering, dass sie an schneller Ausführbarkeit und Einfachheit von keiner
der bis jetzt bekannten Manganbestimmungsmethoden erreicht wird.

Esch a. d. Elz, Februar 1891.

Qualitativer und quantitativer Nachweis von Jodsalzen in dem Harn.

Von

Dr. Adolf F. Jolles in Wien.

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

Nach innerlicher Darreichung von Jodoform oder Jodkalium, sowie
nach Application auf die Haut als Jodtinctur erscheint das Jod in dem
Harn und kann als solches nachgewiesen werden. Der gebräuchlichste
qualitative Jodnachweis geschieht in der Weise, dass man den Harn mit
Chlorwasser versetzt und das Gemenge mit Chloroform oder Schwefel-
kohlenstoff ausschüttelt. Falls Jodsalze vorhanden sind, wird Jod frei
und löst sich in Chloroform mit rother Farbe.

Diese allgemein übliche Methode besitzt nun einige Nachtheile.
Durch Behandlung der Harne mit Chlorwasser wird in der Regel Indigo-
farbstoff erzeugt, welcher durch Chloroform ebenfalls ausschüttelbar ist,
wodurch die eventuelle Jodreaction verdeckt wird. — Entsteht aber auf
Zusatz von Chlorwasser, wie dies häufig der Fall ist, neben Indigblau
noch Indigroth, dann erscheint das Chloroform auch bei Abwesenheit
von Jod röthlich gefärbt. Ein zweiter Uebelstand liegt in der Concen-
tration und der Menge des zugesetzten Chlorwassers.

Ein Ueberschuss von Chlorwasser bewirkt die Ueberführung des
frei gewordenen Jods in JCl und JCl_3 , zwei gelbbraun gefärbte Ver-
bindungen, welche durch Chloroform nicht ausschüttelbar sind. — Ent-
hält nun der Harn geringe Jodmengen, dann dürfen nur wenige Tropfen
einer verdünnten Chlorlösung verwendet werden, wobei man aber immer

noch Gefahr läuft, das Jod chlorirt zu haben. Handelt es sich um die quantitative Bestimmung des Jods, so kommt nur das Verfahren von E. Harnack*) in Betracht, bei welchem das Jod als Palladiumjodür bestimmt wird. Diese Methode hat aber einerseits den Nachtheil, dass sie bei Gegenwart von geringen Jodmengen ungenaue Resultate liefert, andererseits in ihrer Ausführung für klinische Zwecke zu umständlich ist.

Ich erlaube mir nun zum Nachweise von Jodsalzen im Harne nachfolgende im Vereine mit meinem Assistenten Herrn Heller gearbeitete Methode zu empfehlen, welche Zuverlässigkeit und Genauigkeit mit der Einfachheit in der Ausführung vereinigt.

A. Qualitativer Nachweis.

Etwa 10 cc Harn werden mit dem gleichen Volumen concentrirter Salzsäure versetzt, hierauf fügt man mittelst einer Pipette 2—3 Tropfen einer schwachen Chlorlösung in der Weise hinzu, dass sie längs der Eprouvette herablaufen. Bei Anwesenheit selbst sehr geringer Jodmengen entsteht an der Ueberschichtungsstelle ein braungelber Ring, welcher sich nach Zusatz einer Stärkelösung intensiv blau färbt.***) Nun wird bekanntlich nach diesem Verfahren der Indicangehalt des Harnes, respective das aus der zersetzten Indoxylschwefelsäure gebildete Chromogen zu Indigoblau oxydirt.***)

Dennoch vermag ein noch so hoher Indicangehalt obige Reaction nicht zu verdecken, indem 1) der Jodring eine viel intensivere Färbung besitzt und 2) sich etwas höher als der Indicanring, also getrennt von letzterem, ansetzt.

Der Zusatz eines Chlorüberschusses wird auch hier insofern störend wirken, als das entstehende Jodtrichlorid bekanntlich Stärkekleister nicht färbt. Hingegen wird in jedem Falle der braungelbe Ring zu constatiren sein, da die Jodchloride dieselbe Farbe besitzen wie das ausgeschiedene Jod. Entsteht also nach obiger Reaction ein braungelber Ring, welcher nach Zusatz von Stärkekleister sich nicht blau färbt, dann genügt eine entsprechende Verdünnung der Chlorlösung, um die tiefblaue Farbe zu erhalten.

*) Berl. klin. Wochenschrift **22**, 98 (1885).

**) Die Stärkelösung stellt man sich mit Vortheil in der Weise her, dass man Stärke in wenig kaltem Wasser vertheilt, dann etwa das hundertfache Gewicht kochenden Wassers zufügt, kurze Zeit aufkocht und schliesslich filtrirt.

***) Pflüger's Archiv **3**, 448 (1870).

Diese Probe ist sehr zuverlässig, wird durch die Gegenwart von Indican nicht beeinflusst, und ist sehr empfindlich — ihre unterste Grenze liegt für Harn bei $\frac{1}{500}\%$.

B. Quantitative Bestimmung.

50 cc Harn werden eingedampft, der Abdampfrückstand über dem Bunsen-Brenner verkohlt (ein Veraschen ist nicht nothwendig), die Kohle mit heissem Wasser ausgelaugt, eine Lösung von Silbernitrat hinzugefügt und die Lösung mit verdünnter Salpetersäure angesäuert. Es sei hier darauf hingewiesen, dass es nicht nöthig ist, so lange salpetersaures Silber hinzuzufügen, bis kein Niederschlag mehr entsteht, da das Chlorsilber erst dann ausfällt, wenn alles Jod schon ausgefällt ist, und die Chlormenge des Harnes für vorliegende Methode irrelevant ist.

Das ausgeschiedene Gemenge von Silberchlorid und Silberjodid wird dann abfiltrirt, mit salpetersäurehaltigem Wasser gewaschen, getrocknet, im Tiegel bis zum Schmelzen schwach erhitzt, erkalten gelassen und gewogen.

Die Trennung des Jodsilbers vom Chlorsilber geschieht nun nach der indirecten Bestimmung.

Zu diesem Zwecke bringt man einen Theil des Gemenges in ein vorher ausgeglühtes und gewogenes Porzellanschiffchen, wägt dieses mit seinem Inhalte, erhitzt letzteren zum Schmelzen und leitet einige Zeit Chlorgas darüber, um auch das Jodsilber in Chlorsilber zu verwandeln.

Hierauf lässt man im Chlorstrome erkalten und wägt das Schiffchen.

Zur Controle lässt man nochmals durch die erhitzte Röhre Chlorgas streichen, und überzeugt sich, ob hierbei keine weitere Gewichtsabnahme mehr stattfindet. Ergibt sich hierbei ein Gewichtsverlust von D g, so findet man die Menge J des Jods wie folgt:

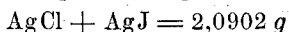
Die Gewichts Differenz ist proportional den Atomgewichtsdifferenzen, wenn also aus Jodsilber Chlorsilber wird, so wird es um so viel leichter, als das Chlor leichter ist als das Jod. Bei 127 Theilen Jod würde die Gewichtsabnahme 91,5 betragen ($J - Cl = 127 - 35,5 = 91,5$), folglich lässt sich umgekehrt schliessen, dass wenn wir zur Differenz von 91,5 gelangen, ursprünglich 127 Theile Jod vorhanden waren. Da aber die Differenz nicht 91,5 sondern D beträgt, so ist klar, dass man die Jodmenge aus der Formel $J = \frac{127 \cdot D}{91,5}$ erhält.

Die Anwesenheit pathologischer Bestandtheile im Harn hat auf die Genauigkeit der Jodbestimmung keinen Einfluss.

Ich lasse einige Beleganalysen folgen:

A. Normale Harn.

1) 1,49 g reines Jodkalium wurden in 500 cc destillirten Wassers gelöst, von dieser Lösung 50 cc, entsprechend 0,1138 g J, zu 50 cc Harn hinzugefügt und die Jodmenge nach obiger Methode quantitativ bestimmt.



$$D = 0,0656 \text{ g.}$$

Zur Chlorirung wurden verwendet: 1,6828 g, daher sind in:

$$1,6828 \text{ g AgCl} + \text{AgJ} \quad . \quad . \quad 0,0910 \text{ g J}$$

$$2,0902 \text{ g AgCl} + \text{AgJ} \quad . \quad . \quad 0,1130 \text{ g J}$$

enthalten.

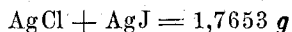
Gefundene Jodmenge

$$0,1130 \text{ g}$$

Zugefügte Jodmenge

$$0,1138 \text{ g.}$$

2) 0,4380 g reines Jodkalium wurden in 100 cc Wasser gelöst, von dieser Lösung 25 cc, entsprechend 0,0836 g J, zu 50 cc Harn hinzugefügt und die Jodmenge quantitativ bestimmt.



$$D = 0,0332 \text{ g.}$$

Zur Chlorirung wurden verwendet: 1,0181 g, daher sind in:

$$1,0181 \text{ g AgCl} + \text{AgJ} \quad . \quad . \quad 0,04608 \text{ g J}$$

$$1,7653 \text{ g AgCl} + \text{AgJ} \quad . \quad . \quad 0,0799 \text{ g J}$$

enthalten.

Gefundene Jodmenge

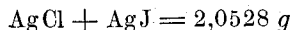
$$0,0799 \text{ g}$$

Berechnete Jodmenge

$$0,0836 \text{ g.}$$

B. Pathologische Harn.

3) Zu 50 cc eines diabetischen Harnes (enthaltend 3,72 % Zucker, Spuren Aceton und Acetessigsäure) wurden in Lösung 0,0876 g Jodkalium = 0,0669 g Jod hinzugefügt.



$$D = 0,0199 \text{ g.}$$

Zur Chlorirung wurden verwendet: 0,9264 g, daher sind in:

$$0,9264 \text{ g AgCl} + \text{AgJ} \quad . \quad . \quad 0,02762 \text{ g J}$$

$$2,0528 \text{ g AgCl} + \text{AgJ} \quad . \quad . \quad 0,0612 \text{ g J}$$

enthalten.

Gefundene Jodmenge

$$0,0612 \text{ g}$$

Zugefügte Jodmenge

$$0,0669 \text{ g.}$$

4) Zu 50 cc eines Harnes, der Albumin, Pepton, sowie zahlreiche renale Elemente enthielt, wurden in Lösung 0,04 g Jodkalium = 0,0305 g Jod hinzugefügt.

$$\text{AgCl} + \text{AgJ} = 0,9591 \text{ g}$$

$$D = 0,012 \text{ g.}$$

Zur Chlorirung wurden verwendet: 0,5396 g, daher sind in:

$$0,5396 \text{ g AgCl} + \text{AgJ} \quad . \quad . \quad 0,0166 \text{ g J}$$

$$0,9591 \text{ g AgCl} + \text{AgJ} \quad . \quad . \quad 0,0296 \text{ g J}$$

enthalten.

Gefundene Jodmenge

0,0296 g

Zugefügte Jodmenge

0,0305 g.

5) Zu 50 cc eines Harnes, der Gallenfarbstoffe, Blutfarbstoff, Albumin und renale Elemente enthielt, wurden in Lösung 0,04 g Jodkalium = 0,0305 g Jod hinzugefügt.

$$\text{AgCl} + \text{AgJ} = 1,0069 \text{ g}$$

$$D = 0,0170 \text{ g.}$$

Zur Chlorirung wurden verwendet: 0,8545 g, daher sind in:

$$0,8545 \text{ g AgCl} + \text{AgJ} \quad . \quad . \quad 0,02359 \text{ g J}$$

$$1,0069 \text{ g AgCl} + \text{AgJ} \quad . \quad . \quad 0,0278 \text{ g J}$$

enthalten.

Gefundene Jodmenge

0,0278 g

Zugefügte Jodmenge

0,0305 g.

Ein neues Verfahren zur Untersuchung der Butter und der Fette.

Von

J. König und F. Hart.

Die Unterscheidung des Kuhbutterfettes von anderen Fetten und die genaue Bestimmung des Antheils an Kuhbutterfett in einem Gemisch von Fetten hat nach dem Reichsgesetz vom 12. Juli 1887, betreffend den Handel mit Margarine, ein doppeltes Interesse, da es jetzt nicht allein darauf ankommt, die Menge fremder Fette in der Kuhbutter, sondern auch umgekehrt die Menge des Kuhbutterfettes in der Kunstbutter festzustellen. Denn nach genanntem Gesetz dürfen bei der Herstellung von Margarine auf 100 Gewichtstheile der nicht der Milch entstammenden Fette nur 100 Gewichtstheile Milch oder 10 Gewichtstheile Rahm verwendet werden.