

Zeitschrift: Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène

Herausgeber: Bundesamt für Gesundheit

Band: 51 (1960)

Heft: 5

Artikel: Ueber ein Verfahren zur Bestimmung des Stickstoffs organischer Verbindungen

Autor: Rosenthaler, L.

DOI: <https://doi.org/10.5169/seals-982930>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist die Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Zeitschriften und ist nicht verantwortlich für deren Inhalte. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern beziehungsweise den externen Rechteinhabern. [Siehe Rechtliche Hinweise.](#)

Conditions d'utilisation

L'ETH Library est le fournisseur des revues numérisées. Elle ne détient aucun droit d'auteur sur les revues et n'est pas responsable de leur contenu. En règle générale, les droits sont détenus par les éditeurs ou les détenteurs de droits externes. [Voir Informations légales.](#)

Terms of use

The ETH Library is the provider of the digitised journals. It does not own any copyrights to the journals and is not responsible for their content. The rights usually lie with the publishers or the external rights holders. [See Legal notice.](#)

Download PDF: 08.02.2025

ETH-Bibliothek Zürich, E-Periodica, <https://www.e-periodica.ch>

Ueber ein Verfahren zur Bestimmung des Stickstoffs organischer Verbindungen

Von *L. Rosenthaler*, Bern

Früher wurde einmal darüber berichtet ¹⁾, dass es möglich ist, den Stickstoff organischer Verbindungen dadurch nachzuweisen, dass man sie mit Ferrosulfat und Wasserstoffperoxyd behandelt und dadurch den Stickstoff in Ammoniak überführt. Die daraufhin durchgeführten und in einer Zeitschrift der Türkei ²⁾, der damaligen Wirkungsstätte des Verfassers, veröffentlichten Versuche zur quantitativen Bestimmung des Stickstoffs zeigten, dass mit einer grossen Anzahl von Stoffen richtige oder wenigstens annähernd richtige Ergebnisse erzielt werden konnten, nämlich mit:

Acetanilid, Adrenalin, Alanin, Albumin, p-Aminobenzoesäure, Anaesthesin, Anilin, Arecolinhydrobromid, Asparagin, Asparaginsäure, Atophan, Benzidin, Brucinhydrochlorid, Casein, Chininbisulfat, Chinolin, Cystin, p-Dimethylaminobenzaldehyd, Dimethylanilin, Dimethylglyoxim, Diphenylamin, Ephedrinhydrochlorid, Gerstenmehl, Glutaminsäure, Glykokoll, Hämoglobin, Harnsäure, Hippursäure, Jodol, Kakao, Kotarninhydrochlorid, Kreatinin, Kryogenin, Leucin, Linsenmehl, Maismehl, Methionin, Milch, Narcein, Orthoform, Papaverinsulfat, Pepton, Phenacetin, Pilocarpin, Pyridin, Sulfanilsäure, Toluidin, Tyrosin, Valin, Weizenmehl, Xylidin.

Unbrauchbare Ergebnisse wurden erhalten mit:

Antipyrin, Coffein, Diphenylthiocarbazon, Harnstoff, Kichererbsenmehl, Nitron, o- und p-Nitrophenol, α -Nitroso- β -naphthol, Phenylhydrazinhydrochlorid, Theobromin, Tryptophan. In allen diesen Verbindungen wurde zu wenig Stickstoff gefunden.

Um weitere Anhaltspunkte über den Geltungsbereich dieses, wie es genannt sei, Eisen-Peroxyd-Verfahrens zu erhalten, wurden solche Versuche nochmals aufgenommen. Sie wurden – mit kleinen Abänderungen gegen früher – folgendermassen durchgeführt:

Man bereitet sich eine Lösung von – je nach dem N-Gehalt – etwa 0,05 g bis 0,1 g der Substanz in einigen ml verdünnter Schwefelsäure. Ist dies nicht möglich, so löst man die Substanz durch Erhitzen in ein wenig konz. Schwefelsäure und verdünnt mit Wasser. In diese Lösung, die man – zur Vermeidung von Spritzverlusten – in einem hohen Becherglas ^{*)} zum Sieden erhitzt, lässt man aus zwei Scheidetrichtern langsam, tropfenweise und ungefähr in gleichem Tempo eine Lösung von 0,5 g Eisen(II)-sulfat in 20 g Wasser und 20 g 30%oiges reinstes Wasserstoffperoxyd ^{**)} einfliessen. Nach Beendigung dieser Operation entfernt man die Flamme, wartet das Ende der Gasentwicklung ab, führt dann die Flüss-

^{*)} Das von mir benutzte Becherglas hatte eine Höhe von 12,5 cm.

^{**)} Man überzeuge sich davon, dass das Wasserstoffperoxyd frei von – etwa zur Konservierung zugesetzten – N-Verbindungen ist; evtl. entsprechende Korrektur der Ergebnisse.

sigkeit in einen Kolben über, wo man sie noch – zur möglichsten Vermeidung des Stossens – mit 10 g reinstem Glycerin versetzt und verfährt dann weiter wie bei dem Verfahren von *Kjeldahl*.

Die mit diesem Verfahren erhaltenen Ergebnisse gehen aus folgender Tabelle hervor:

| Substanz | Angewandt cg | Verbraucht n/10 HCl ml | Gefunden % N | Theoretisch % N |
|--------------------------|-----------------|------------------------------|-----------------|--------------------|
| Alloxan | 7,20 | 3,0 | 5,80 | 18,93 |
| Anthranilsäure | 8,29 | 5,75 | 9,72 | 10,22 |
| Barbitursäure | 12,47 | 3,60 | 9,72 | 21,88 |
| Chinaldin | 12,39 | 8,60 | 4,04 | 9,80 |
| Dulzin | 10,56 | 8,75 | 11,60 | 15,55 |
| Harnstoff | 11,74 | 13,35 | 15,94 | 46,60 |
| Isoniacid | 5,57 | 4,40 | 11,07 | 30,66 |
| Lactophenin | 10,53 | 5,10 | 6,79 | 6,79 |
| α -Naphthylamin | 10,89 | 7,40 | 9,52 | 9,79 |
| β -Naphthylamin | 10,45 | 7,15 | 9,59 | 9,79 |
| Nikotinsäure | 11,61 | 9,25 | 11,10 | 11,38 |
| o-Oxychinolin | 10,36 | 7,25 | 9,80 | 9,66 |
| Salizylamid | 9,65 | 7,10 | 10,31 | 10,22 |
| Semicarbacidhydrochlorid | 5,12 | 4,40 | 12,04 | 12,56 |
| Semioxamazid | 5,17 | 5,55 | 15,04 | 40,78 |
| Theophyllin | 4,00 | 5,90 | 20,66 | 31,11 |
| Tolidinhydrochlorid | 12,65 | 8,30 | 9,20 | 9,83 |
| Urethan | 11,60 | 12,50 | 15,10 | 15,73 |
| Veronal | 5,30 | 1,85 | 4,89 | 15,21 |
| Saccharin | 10,27 | 5,70 | 7,77 | 7,65 |
| Sulfanilamid | 5,91 | 6,60 | 15,64 | 16,27 |
| Glutaminsäure | 8,71 | 6,0 | 9,65 | 9,53 |

Diese Ergebnisse zeigen dasselbe Bild wie diejenigen der vorhergehenden Untersuchung: Neben richtigen oder angenähert richtigen Ergebnissen finden sich völlig unbrauchbare. Da letztere u.a. bei solchen Stoffen auftreten, die reich an Stickstoff sind, so wurde versucht, die Ergebnisse durch Anwendung von mehr Wasserstoffperoxyd zu verbessern. Dies gelang auch in mehreren Fällen, so bei Coffein und Harnstoff. Bei ersterem wurde durch Anwendung von 40 g Wasserstoffperoxyd ein angenähert richtiges Ergebnis erzielt, bei letzterem konnte die Ausbeute an Stickstoff, die mit 20 g Wasserstoffperoxyd 15,94 % betrug, auf 30,3 % gesteigert werden. Vermutlich würde man durch Anwendung von noch mehr Wasserstoffperoxyd noch bessere, vielleicht sogar richtige Ergebnisse erzielen können, doch empfiehlt sich ein solches Vorgehen nicht, da es höchst unrationell wäre, zur Analyse von einigen Zentigramm Substanz so grosse Mengen von Wasserstoffperoxyd zu verwenden. In solchen Fällen kommt also nach wie vor nur das *Kjeldahl*-Verfahren in Betracht.

In denjenigen Fällen, in denen die Ergebnisse die übliche Fehlergrenze nur wenig überschreiten, war zu erwägen, ob nicht eine Minderausbeute an Ammoniak dadurch zustande kommt, dass dieses durch das Eisen-Peroxyd-Verfahren zu salpetriger Säure oder Salpetersäure oxydiert werden kann. Doch hat sich dies nicht nachweisen lassen und es mögen die Minderwerte in diesen Fällen darauf zurückzuführen sein, dass die Beschaffenheit der angewandten Stoffe ein wenig von der theoretisch zu fordernden abwich.

Immerhin konnten mit dem Eisen-Peroxyd-Verfahren eine erhebliche Anzahl richtiger oder annähernd richtiger Ergebnisse erzielt werden. In denjenigen Fällen, in welchen es anwendbar ist, hat es gegenüber dem *Kjeldahl*-Verfahren den Vorzug, dass bei ihm keine lästigen Dämpfe auftreten, es also nicht nötig ist, im Abzug zu arbeiten, und dass es bei manchen heterocyclischen Verbindungen angewandt werden kann, bei denen das *Kjeldahl*-Verfahren versagt.

Zusammenfassung

In dieser Mitteilung wird ein Verfahren zur Bestimmung des Stickstoffs organischer Verbindungen beschrieben; es beruht darauf, dass der Stickstoff dieser Verbindungen durch Wasserstoffperoxyd und Eisen(II)-sulfat in Ammoniak übergeführt werden kann.

Résumé

Dans cette communication on décrit un procédé de dosage de l'azote des substances organiques basé sur le fait, qu'on peut transformer l'azote de ces substances en ammoniaque sous l'action de l'eau oxygénée et du sulfate ferreux.

Summary

In this communication there is described a procedure for the determination of Nitrogen in organic compounds based on the fact that it is possible to transform the nitrogen of these substances to ammonia by means hydrogenperoxyde and ferrous sulphate.

Literatur

¹⁾ Pharm. Act. Helv. **19**, 81 (1944)

²⁾ Revue de la faculté des sciences de l'Université d'Istanbul IX, 126 (1944)