

Zur Einführung.

Die Schöpfung der quantitativen organischen Mikroanalyse durch Fritz Pregl bildete die Grundlage für die Entwicklung eines umfangreichen Zweiges der wissenschaftlichen Tätigkeit, den wir heute unter der Bezeichnung „Quantitative Mikromethoden der organischen Chemie“ zusammenfassen können. Der rasche Aufstieg dieser Arbeitsrichtung war nicht nur durch die Ersparnis an Material und Zeit gegeben, welche die Mikromethodik mit sich bringt, er hängt vielmehr innig zusammen mit den ständig steigenden Anforderungen der physiologischen Chemie, aus deren Entwicklung die Mikroanalyse nicht mehr wegzudenken ist.

So ist auf diesem Gebiete eine umfangreiche Literatur entstanden, die einen zwingenden Beweis erbringt, welche große Bedeutung diesem Arbeitsgebiete zukommt. Es liegt in der Natur der Entwicklung, daß sich die wissenschaftliche Tätigkeit zunächst auf den Ausbau und die Vervollkommnung der bereits bestehenden Methoden gerichtet hat und erst allmählich, jedoch in immer stärker werdendem Maße neue Wege beschritten wurden, zu deren erfolgreichen Erschließung die Erfahrungen mit den bisherigen Methoden die Möglichkeit boten.

Diese Weiterentwicklung der quantitativen organischen Mikroanalyse drängt die Frage auf, in welchem Sinne man dazu Stellung nimmt. Es ist unmöglich, die gesamten Fortschritte auf diesem Gebiete zu umgehen und aus völlig verkannter Pietät für den großen Meister an den ursprünglichen Methoden Fritz Pregls unverändert festzuhalten. Ebenso unmöglich ist es aber auch, im entgegengesetzten Sinne, sich ohne Bedenken sprunghaften Neuerungen anzuschließen und die ursprüngliche Basis zu vergessen. In ersterem Falle würde man das Vertrauen zur ganzen Methodik schmälern, da mit zunehmender Erfahrung die Vor- und Nachteile, die Fehlermöglichkeiten und die Grenzen des Anwendungsbereiches immer klarer hervortreten; im übrigen wäre dies starre Festhalten an den ursprünglichen Methoden gar nicht im Sinne Fritz Pregls, der ständig auf den weiteren Ausbau und die Vervollkommnung der Apparate und Arbeitsvorschriften bedacht war. Von den Verbesserungen und neugeschaffenen Methoden läßt sich hingegen erst nach eingehendster Überprüfung entscheiden, ob sie einen Vorteil gegenüber den bereits bestehenden Methoden bieten oder nicht.

Die Beurteilung einer Methodik muß von einer Reihe verschiedener Gesichtspunkte aus erfolgen, wie Anwendungsbereich, Konstruktion und Kosten der Apparatur, Zeiterfordernis, Fehlermöglichkeiten, Anforderungen an den Analytiker usw. Es ist begreiflich, daß keine Methode allen Anforderungen gerecht werden kann und im Abwägen der Vor- und Nachteile die persönliche Auffassung entscheidend ist. Immerhin sind für die praktische Anwendung einer Methode einige Bedingungen maßgebend. So ist der Anwendungsbereich einer Methode von ausschlaggebender Bedeutung, denn es ist ein großer Unterschied, ob eine Methode zu Lehrzwecken mit bestimmten Testsubstanzen geprüft und geprobt wird oder ob sie zur Analyse von Substanzen dienen soll, deren Verhalten man nicht kennt und für deren Analysenresultate keine direkte Kontrolle vorhanden ist. Ebenso wichtig sind die Fehlermöglichkeiten, die ihrerseits wieder mit dem Prinzip der Methode, der Apparatur und der Arbeitsvorschrift zusammenhängen.

Bei der Prüfung einer Methode nach diesen Gesichtspunkten ist es wesentlich, ob die Mikromethode einer Makromethode nachgebildet wurde, über welche langjährige praktische Erfahrungen vorliegen, bzw. ob wesentliche Punkte wie z. B. die Zerstörung der organischen Substanz aus der Makromethode übernommen wurden, oder ob es sich um eine prinzipielle neue Methode handelt. In diesem letzteren Falle ist unbedingt erforderlich, daß jede einzelne Phase der Bestimmung experimentell überprüft wird. Nur durch Außerachtlassung dieser Richtlinien war es möglich, daß Methoden publiziert wurden, die nach zufälliger Erreichung richtiger Analysenresultate als endgültig ausgearbeitet betrachtet wurden, während diese Resultate nur durch Kompensation von Fehlern zustande kamen. Es ist klar, daß man dadurch schwankende Werte erhalten muß, und solche Methoden für die praktische Anwendung nicht in Frage kommen.

Was Apparatur und Arbeitsvorschrift betrifft, so ist größte Einfachheit das Erstrebenswerteste. Je komplizierter die Apparatur, je größer die Anzahl der aufeinander folgenden Operationen, um so größer die Fehlermöglichkeit.

Aus dieser kurzen Skizze ergibt sich von selbst der weitere Weg, der für die Entwicklung der quantitativen organischen Mikroanalyse, sofern sie als praktische Laboratoriumsmethode und nicht für einzelne Auserwählte angewendet werden soll, vorgezeichnet ist: Systematischer Aufbau der Methoden auf der von Fritz Pregl geschaffenen Grundlage, genaueste experimentelle Überprüfung jeder einzelnen Phase des Arbeitsganges, um von Zufälligkeiten unabhängig zu werden, größtmögliche Einfachheit

in Apparatur und Arbeitsvorschrift, um Fehlermöglichkeiten auszuschalten.

Mit vorliegendem Buche wurde der Versuch unternommen, die Methoden der quantitativen Mikroanalyse von diesem Standpunkte aus für die Praxis wiederzugeben. Eine auf 14 Jahre sich erstreckende Tätigkeit auf diesem Gebiete, Ausführung von Analysen, wissenschaftliche Bearbeitung der Methoden, Unterricht an Chemiker, Biologen und Ärzte, bildete die Grundlage für die Herausgabe des Buches. Dieses ist in erster Linie als Laboratoriumsbuch gedacht, vermeidet daher ebenso eingehende theoretische Überlegungen wie historische Entwicklung. Dem Umstande Rechnung tragend, daß diese Methoden vornehmlich der biochemischen Forschung dienen, wurden verschiedene, dem Analytiker wohl vertraute Einrichtungen und Erfahrungen aufgenommen und eingehender behandelt.

Im allgemeinen wurde darauf Rücksicht genommen, das prinzipiell Wichtige klar hervorzuheben und durch weitgehende Unterteilung des Textes eine gute Gliederung und Übersicht des Stoffes zu erreichen. Der Hauptteil des Buches umfaßt neue, bzw. nach dem Stande der Erfahrung neu bearbeitete Methoden. Bei der Fülle des Materiales konnten nur die unmittelbar für die Praxis in Betracht kommenden Methoden vollständig wiedergegeben werden, während weitere Methoden in bezug auf ihre Anwendbarkeit, ihre Vor- und Nachteile nur besprochen wurden; Halbmikromethoden wurden nicht aufgenommen.

Von neuen Methoden sei zunächst als wichtigste und schwierigste Bestimmung die des Kohlenstoffes und Wasserstoffes erwähnt. Die Umarbeitung der Preglschen Apparatur auf das Prinzip der Dennstedt-Analyse ergab die Vermeidung jener Fehlerquellen, welche bei nur zeitweiser Benützung der Apparatur durch die fixe Rohrfüllung gegeben sind. Da auch die Bedingungen dieser Methode für die Mikroanalyse wesentlich günstiger sind, so war im Verein mit einer verbesserten Verbrennungstechnik das verlässliche Gelingen der Bestimmungen gewährleistet. Vor allem das Entfallen der Blindwerte gibt dem Ungeübten die Möglichkeit, ohne Rücksicht auf eine vorgeschriebene Verbrennungszeit, die gleichmäßige Vergasung der Substanz nach eigenem Ermessen durchzuführen. Um die Ursache eventuell auftretender Störungen rasch aufzufinden, wurde ein Abschnitt über die Ermittlung von Fehlerquellen beigefügt.

Die Mikro-Dumasbestimmung, welche nach dem gegenwärtigen Stande der Erfahrungen in Einzelheiten abgeändert wurde, erfuhr eine weitere Ergänzung durch das Kapitel „Erfah-

rungen aus der Praxis“, das sich vor allem auf das Versagen der Methode bei schwer verbrennbaren Substanzen bezieht.

Eine wesentliche Erweiterung erfuhr die Mikro-Kjeldahl-Bestimmung. In letzter Zeit abgeschlossene Untersuchungen führten zu einer Methode, welche diese Bestimmung für jede Art stickstoffhaltiger Substanz — mit Ausnahme von Nitraten — anwendbar macht. Durch das Entgegenkommen seitens des Verlegers war es möglich, einen Auszug aus diesen noch nicht veröffentlichten Untersuchungen in Form eines Nachtrages in das Buch aufzunehmen.

Den Methoden der Halogen- und Schwefelbestimmung wurde eine allgemeine Besprechung derselben beigelegt, um die richtige Wahl der Methode zu erleichtern. Neu sind hier die maßanalytischen Methoden.

Eingehend bearbeitet wurden ferner sämtliche Methoden der Atomgruppenbestimmungen. Der Methylimidbestimmung wurde ein besonderer Überblick über die Grenzen und Möglichkeit dieser Methodik angefügt; die Carboxylbestimmung wurde durch einen Abschnitt über Titrationsen von Aminosäuren ergänzt. Die maßanalytischen Bestimmungen der Methoxylgruppe, die Bestimmung von Methoxyl neben Äthoxyl, Methoxyl neben Methylimid und schließlich die Acetylbestimmung wurden ausführlich nach den Gesichtspunkten des Anwendungsbereiches, der Fehlermöglichkeiten und praktischen Erfahrungen bearbeitet.

Einen wesentlichen Platz in den heutigen Methoden der Mikroanalyse nimmt die Maßanalyse ein; es gibt fast keine der in Frage kommenden Methoden, die nicht maßanalytisch durchführbar wäre. Das große Interesse, welches gerade von seiten der biochemischen Forscher für solche Methoden vorliegt, war Anlaß, diese Methoden vollzählig aufzunehmen und einen eigenen Abschnitt über die wesentlichsten Gesichtspunkte der Mikro-Maßanalyse vorzusehen.

Die Herausgabe des Buches wurde mir von mehreren Seiten erleichtert: Herr Prof. Dr. Herman Karl Barrenscheen stand mir mit seinen großen Erfahrungen in der Anwendung von Mikromethoden auf physiologisch-chemischem Gebiete beratend zur Seite, mein langjähriger Mitarbeiter Herr Dr. Otto Watzlawek bemühte sich um die experimentelle Nachprüfung einzelner Methoden und Arbeitsvorschriften sowie um die Durchsicht der Korrekturen. Nicht zuletzt möchte ich des Verlegers, Herrn Hans Deuticke gedenken, der mir in großzügiger und liebenswürdiger Weise entgegenkam. All diesen Herren sei an dieser Stelle mein aufrichtiger Dank gesagt.

Wien, im Dezember 1932.

Alfred Friedrich.