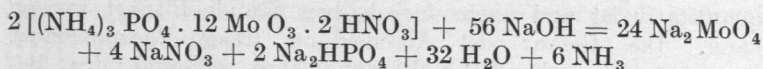


Phenolphthalein oder Thymolphthaleinlösung versetzt, mit n/10 Säure auf saure Reaktion gebracht (einige Kubikzentimeter Überschuß), dann 10 bis 20 Sekunden lang gekocht und schließlich mit n/10 Lauge zurücktitriert.

Berechnung. Nach der Titrationsgleichung von P. Iversen. (Bioch. Ztschr. 104, 25, 1920)



entfallen auf 1 Atom Phosphor 28 äquivalente Lauge. Der Verbrauch an n/10 Lauge multipliziert mit dem Faktor 0,1107 ergibt die Menge Phosphor in Milligrammen.

Erfahrungen aus der Praxis.

Die quantitative Bestimmung des Phosphors nach H. Lieb gibt ausgezeichnete Resultate. Die große Genauigkeit der Bestimmung ist darauf zurückzuführen, daß der zur Wägung gelangende Niederschlag das 68fache Gewicht des gesuchten Elementes aufweist.

Für das Gelingen der Bestimmung ist die strenge Beachtung der vorgeschriebenen Konzentrationen und die vollkommen gleichartige Behandlung des Filtrerröhrchens vor den Wägungen erforderlich.

Die maßanalytische Methode gibt ebenfalls infolge ihres günstigen Umrechnungsfaktors sehr gute Resultate, doch bietet sie wenig praktischen Vorteil. Das Auswaschen des Niederschlages und Zurückspülen der Niederschlagsteilchen vom Filter ist ziemlich langwierig. Da das Wägen der Filtrerröhrchen bzw. ihre Vorbehandlung nicht viel Mühe in Anspruch nimmt, empfiehlt es sich, auch Serienbestimmungen gravimetrisch durchzuführen. Bei Analysen von Substanzen, welche neben Phosphor Arsen enthalten, muß vor der Fällung der Phosphorsäure die Arsensäure entfernt werden. Entweder durch Fällung mit Schwefelwasserstoff als Sulfid oder durch Destillation mit Salzsäure, Hydrazinsulfat und Kaliumbromid.

Methode von Gustav Embden.¹⁾

Diese Methode ist besonders für die *Bestimmung des Phosphors in physiologischem Material* von Vorteil. Sie unterscheidet sich von der Methode nach H. Lieb durch die Fällung der Phos-

¹⁾ Ztschr. f. physiol. Chem. 113, 138 (1921).

phorsäure mit Strychninphosphormolybdat. Das Verhältnis von Phosphor zum Niederschlag ist hier noch günstiger als bei der Ammonmolybdatfällung, es beträgt 1 : 98. Die besondere Eignung für Phosphorsäurebestimmung im physiologischen Material ergibt sich aus dem Umstande, daß die Fällung der Phosphorsäure in der Kälte erfolgen kann, schon nach wenigen Minuten praktisch quantitativ ist und nach einer halben Stunde filtriert werden kann. Die Gefahr der Abscheidung freier Phosphorsäure aus organisch gebundener Phosphorsäure während der Bestimmung ist dadurch auf ein Mindestmaß herabgesetzt.

Die quantitative Bestimmung von Arsen.

Methode von H. Lieb.²⁾

Prinzip: Die organische Substanz wird mit Salpetersäure zerstört, das Arsen zu Arsensäure oxydiert. Die Arsensäure kann entweder gravimetrisch durch Fällung mit Magnesiummischung oder maßanalytisch durch Umsetzung mit Kaliumjodid und Titration des ausgeschiedenen Jods erfolgen.

Ausführung der Bestimmung.

Die Zersetzung der organischen Substanz kann entweder im Mikro-Bombenrohr oder im Kjeldahl-Kölbchen erfolgen.

Oxydation im Bombenrohr. Die Oxydation im Bombenrohr wird nach der auf S. 85 beschriebenen Art durchgeführt. In das Bombenrohr werden 5 bis 10 mg Substanz eingewogen und 0,5 ccm konzentrierte Salpetersäure zugefügt. Der Bombeninhalt wird nach dem Erhitzen in eine 30 bis 40 ccm fassende Glasschale mit rundem Boden überleert, dann auf dem Wasserbade zur Trockene eingedampft.

Nasse Verbrennung. Zur Verbrennung im Kjeldahl-Kölbchen setzt man zur eingewogenen Substanz 1 ccm 30%ige Schwefelsäure und 4 bis 5 Tropfen konzentrierte Salpetersäure. Man erhitzt das in eine Stativklammer gespannte Kölbchen mit dem klein gedrehten Bunsenbrenner bis zum Auftreten der Schwefeltrioxydschwaden. Der Siedering der Schwefelsäure soll eine Minute lang sichtbar sein. Dann gibt man neuerlich einige Tropfen Salpetersäure zu und erhitzt wie vorher. Nach diesem zweiten

²⁾ H. Lieb, F. Pregl, l. c., S. 175. — H. Lieb und O. Wintersteiner, Mikrochemie II, 80 (1924).