

Sonderabdruck aus Heft 9, 1956, der

**MIKROCHIMICA ACTA**Schriftleitung: *M. K. Zacherl*, Wien

Springer-Verlag in Wien

Alle Rechte vorbehalten

Aus dem Mikroanalytischen Laboratorium der pharmazeutischen Abteilung  
der Sandoz A. G., Basel, Schweiz, und der Fa. Paul Haack, Wien

**Ein bewährtes Destillationsgerät  
für die mikroanalytische Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl**

Von

**W. Schöniger und A. Haack**

Mit 1 Abbildung

*(Eingelangt am 18. Januar 1956)*

Für die mikroanalytische Stickstoffbestimmung nach *Kjeldahl* ist eine sehr große Zahl von Destillationsgeräten beschrieben worden, so daß demjenigen, der sich mit der Einführung dieser Methode in seinem Laboratorium beschäftigt, die Wahl schwer fällt. Im folgenden soll ein Destillationsgerät\* beschrieben werden, das bei einfachster Ausführung viele Vorteile anderer Apparate in sich vereinigt und das sich bereits in jahrelangem Gebrauch bewährt hat. Auf den Aufschluß der zu analysierenden Substanz soll hier nicht näher eingegangen werden, da darüber erst in letzter Zeit zusammenfassend berichtet wurde<sup>1,2</sup>.

Das in Abb. 1 gezeigte Destillationsgerät hat gegenüber anderen Modellen den Vorteil, daß es aus einem Stück gefertigt, sehr robust gebaut und einfach zu bedienen ist. Es besteht aus einem Dampfentwickler und dem Destillationsgefäß mit Kühler. Der Dampfentwickler ist ein 1-l-Rundkolben, der mittels einer Gasflamme oder einer Heizhaube geheizt werden kann. Bei elektrischer Heizung ist ein vorgeschalteter Regelwiderstand bzw. ein Reguliertransformator vorteilhaft — damit kann die Stromstärke und somit auch die Dampfentwicklung geregelt werden —, aber nicht unbedingt erforderlich. Dieser Kolben ist über einen Glashahn mit kurzen Gummischläuchen mit dem Destilliergefäß verbunden. Dieses ist von einem Mantelgefäß umgeben, in das der Dampf durch einen seitlichen Ansatz einströmt und das Destillationsgut vorwärmt. Dadurch wird eine allzu große Volumvermehrung durch kondensierenden Wasserdampf vermieden. Das Mantelrohr ist unten

\* Bezugsquelle: P. Haack, Wien IX, Garnisongasse 3.

mit einem zweiten Ansatzrohr versehen, auf das ein Gummischlauch mit Quetschhahn aufgeschoben ist. Oben ist dem Destillationsgefäß ein Trichter mit Hahn zum Einbringen des Destillationsgutes aufgesetzt, das Ablaufrohr des Trichters ist gleichzeitig als Dampfleitungsrohr ausgebildet. Über einen Tropfenfänger ist die Verbindung zu einem Schlangenkühler hergestellt.

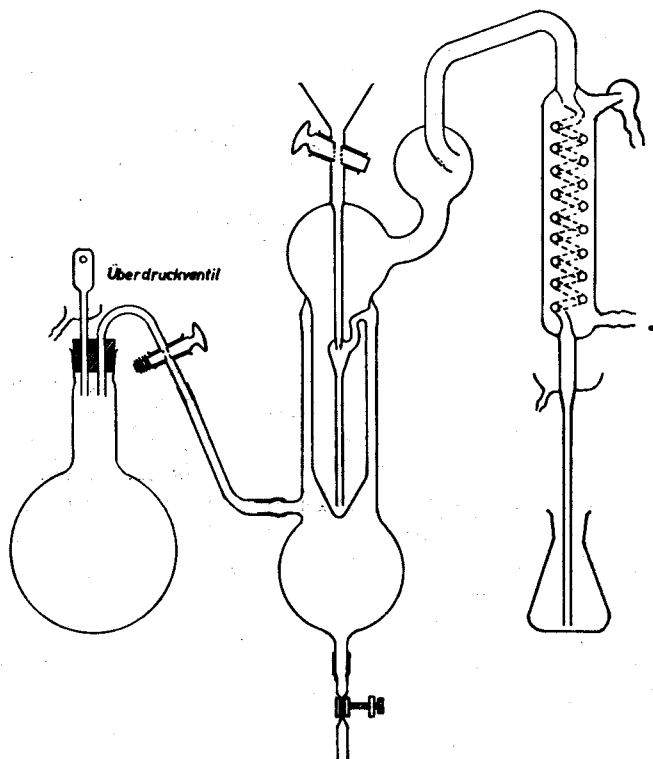


Abb. 1

Der Apparat wird folgendermaßen bedient: Zunächst heizt man den Dampfentwicklungskolben an und dämpft vor Beginn einer Analysenserie den Apparat mindestens  $\frac{1}{2}$  Stunde lang aus. Dann wird der Hahn geschlossen, so daß der Dampf nach außen hin durch das Überdruckventil entweicht. Das im Heizmantel gesammelte Kondenswasser wird durch Öffnen des Quetschhahnes entfernt und dieser offen gelassen. Man öffnet den Hahn am Trichter und spült das Destillationsgut in der üblichen Weise quantitativ in das Destillationsgefäß, wobei darauf zu achten ist, daß möglichst wenig Wasser verwendet wird. Jetzt wird ein

ausgedämpftes Erlenmeyerkölbchen, in dem sich die vorgelegte Normal-salzsäure befindet, so unter den Kühler gestellt, daß dessen Ablaufrohr gerade noch in die Flüssigkeit eintaucht. Man versetzt anschließend das Destillationsgut mit der entsprechenden Menge Lauge, spült mit ganz wenig Wasser nach und schließt den Trichterhahn. Der Dampfentwickler wird jetzt durch Öffnen des Glashahnes mit dem Destillationsgefäß verbunden und der Quetschhahn am Heizmantelablauf geschlossen. Der in den Heizmantel einströmende Wasserdampf erwärmt zunächst das Destillationsgut, nach kürzester Zeit beginnt die Destillation, die normalerweise bei einer Mikrostickstoffbestimmung nach 4 bis 5 Minuten beendet ist. Nun stellt man das Vorlagekölbchen tiefer und destilliert noch 30 Sekunden weiter, um den Kühlerablauf innen auszuspülen. Nachdem man auch dessen Außenseite mit wenig Wasser abgespritzt hat, wird die Vorlage entfernt. Der Dampfstrom wird anschließend sofort durch Schließen des Glashahnes unterbrochen. Der noch im Heizmantel befindliche Wasserdampf erzeugt durch seine Kondensation einen Unterdruck, der genügt, um das Destillationsgut in den Dampfmantel abzusaugen. Man öffnet jetzt den Trichterhahn, spritzt etwas Wasser in das Destillationsgefäß, schließt den Hahn und wartet, bis das Wasser abgesaugt wird. Dieses Auswaschen wird noch zweimal wiederholt. Das Gerät ist dann für die nächste Destillation bereit.

Dieser Apparat kann außer für die mikroanalytische Bestimmung des Stickstoffes nach *Kjeldahl* (Reststickstoffbestimmung im Serum), bei allen anderen Bestimmungen verwendet werden, bei denen mittels einer Wasserdampfdestillation ein Reaktionsprodukt quantitativ erfaßt werden soll<sup>2</sup>. Es ist ferner möglich, das Destillationsgut nach beendeter Destillation für eine eventuelle Weiterverarbeitung aufzufangen, wodurch der Apparat auch für präparatives Arbeiten verwendbar ist.

Der eine von uns (*W. S.*) möchte auch an dieser Stelle Herrn Prof. Dr. *A. Stoll* danken, daß er die Durchführung dieser Arbeit ermöglichte.

### Zusammenfassung

Es wird eine bewährte Form eines Destillationsapparates für die mikroanalytische Bestimmung des Stickstoffes nach *Kjeldahl* beschrieben, die sich durch einfachen Bau und bequeme Handhabung auszeichnet. Das Gerät kann außerdem überall dort verwendet werden, wo Reaktionsprodukte durch eine Wasserdampfdestillation in einem kleinen Destillationsvolumen gesammelt werden sollen.

### Summary

A description is given of a tested form of a distillation apparatus for the microanalytical determination of nitrogen by the *Kjeldahl* method. It

is characterized by its simple design and ease of manipulation. The apparatus can be used wherever reaction products are to be collected in a small volume of distillate by steam distillation.

#### Résumé

Description d'une forme éprouvée d'un appareil de distillation pour le dosage microanalytique de l'azote par la méthode de *Kjeldahl* et caractérisée par sa simplicité de construction et sa manipulation aisée. L'appareil peut en outre être utilisé chaque fois que l'on doit condenser dans un faible volume un produit de réaction entraînable à la vapeur.

#### Literatur

<sup>1</sup> *Houben-Weyl*, Methoden der organischen Chemie, 4. Aufl., Bd. II. Stuttgart: G. Thieme, 1953, S. 191.

<sup>2</sup> *Hoppe-Seyler-Thierfelder*, Handbuch der physiologisch- und pathologisch-chemischen Analyse, 10. Aufl., Bd. III/1. Heidelberg: Springer-Verlag, 1955, S. 239.

<sup>3</sup> Z. B.: *W. Schöniger, H. Lieb und M. G. El Din Ibrahim*, Mikrochim. Acta [Wien] 1954, 96.