

dessen Boden, die Außenseite von *K* und die Wände von *G* mit kohlenstoffreiem destilliertem Wasser ab. — Mit einem Tropfer spritzt man 1—1,5 ml *n* Bariumchloridlösung in *G* ein, verschließt *G* mit einem Stopfen, der mit einem Stückchen Capillarrohr versehen ist, und stellt das Zentrifugenrohr 3 min in ein siedendes Wasserbad. Den Stopfen ersetzt man durch eine Gummikappe und zentrifugiert bis zur Klärung. *G* wird sodann durch einen doppelt durchbohrten Gummistopfen, durch dessen Bohrungen ein leicht verschiebbarer Saugheber und ein Natronkalkrohr geführt sind, verschlossen, und unter allmählichem Senken des

Hebers wird die Flüssigkeit über dem Niederschlag abgesaugt. Man neutralisiert unter Rühren tropfenweise mit 0,05 *n* Salzsäure gegen Phenolphthalein, setzt weiter etwa 10 Tropfen 1 mol Bariumchloridlösung und 1 Tropfen 1% iges „Aerosol 95“ zu, rührt, entfärbt notfalls mit 0,05 *n* Salzsäure, zentrifugiert und saugt die Lösung mit einem Tropfer ab. Man spült *G* mit 1—2 ml ausgekochtem destilliertem Wasser ab, gibt 1 Tropfen Phenolphthaleinlösung und 3—4 Tropfen mol Bariumchloridlösung zu, entfärbt gegebenenfalls mit 0,05 *n* Salzsäure, versetzt mit 1 Tropfen Methylorange-Lösung und titriert unter Rühren mit 0,2 *n* Salzsäure bis zur Rosafärbung. *G* wird nun in einem Wasserbad erhitzt und der Salzsäurezusatz unter Rühren bis zur bleibenden Rosafärbung und weiter bis zu einem Überschuß von etwa 1 ml fortgesetzt. Die Lösung wird schließlich in einem 50 ml Kolben 1 min gelinde gekocht, abgekühlt und der Säureüberschuß mit 0,05 *n* Natronlauge bis zum Umschlag von Phenolphthalein zurücktitriert. MESECH.

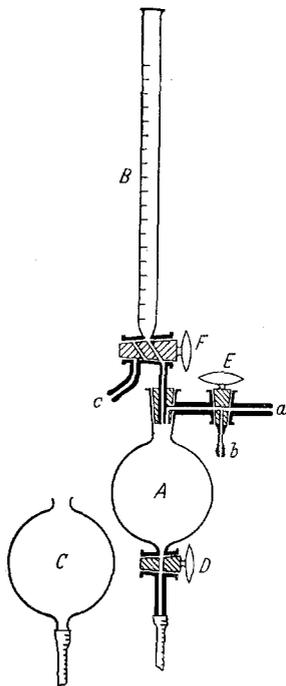


Abb. 1. Apparat zur Bestimmung von Aminogruppen nach G. ILLARI.

zwanzigstel ml eingeteilt) *B* über einen Capillarrohrhahn *F* in Verbindung steht. Alle Capillaren besitzen 1 mm Durchmesser. Über Hahn *D* ist *A* mit *C* verbunden, in dem eine 30% ige NaNO_2 -Lösung enthalten ist. Durch Heben von *C* füllt man *A* mit der Nitritlösung. Die verdrängte Luft entweicht über Hahn *E*, der auch die Verbindung mit einer HEMPEL-Pipette ermöglicht, die mit alkalischer Permanganat-Lösung (50 g KMnO_4 , 25 g KOH in 1000 ml Wasser) gefüllt ist. Die Amin-Lösung (entsprechend 20 mg NH_2 -Stickstoff) ist mit Salzsäure oder Eisessig angesäuert, so daß 5 Mole Säure auf je 1 Mol Aminogruppe kommen. Der entwickelte Stickstoff wird in der HEMPEL-Pipette von nitrosen Gasen befreit und sein Volumen wie üblich gemessen. Ein Leerversuch ist durchzuführen. Die Methode wurde an Alanin, Serin, Arginin, Asparaginsäure, Glutaminsäure, Phenylalanin, Histidin, Tryptophan Glykokoll und Cystin erprobt. Die gefundenen stimmten mit den theoretischen *N*-Werten gut überein. H. FREYTAG.

2. Qualitative und quantitative Analyse.

Zur Bestimmung aliphatischer primärer Aminogruppen auf Grund der Reaktion mit salpetriger Säure gibt GIUSEPPE ILLARI¹ ein Gerät an (vgl. Abb. 1), das aus einem Kolben *A* mit 100 ml Fassungsvermögen besteht, der mit einer 15 ml-Bürette (in

¹ Amer. Chim. applicata 39, 609 (1949).