

Új módszer ammónia koloriméteres mennyiségi meghatározására

KORPÁCZY ISTVÁN

Országos Elemezés- és Táplálkozástudományi Intézet, Budapest

Erkezett: 1957. január 4.

Élelmiszerek fehérje és szerves nitrogénanyag tartalmának meghatározására legáltalánosabban Kjeldahl módszerét használják, amely szerint a szerves nitrogén tartalmú anyagokat tömény kénsavval elroncsolva ammónsókká alakítják, az ammónszulfátot lúggal megbontva az ammóniát ismert mennyiségű mérő savoldatba ledesztillálják. A nehézkesen kivihető és időt rabló desztillálás elkerülésére sok próbálkozás történt, azonban elmondhatjuk, hogy eddig nem túlságos sikerrel.

Az egyik ilyen használatos módszer a *formoltitrálás*, amelynek alapján a következő egyenlet: $2/H_4N/2SO_4 + 6HCHO \rightarrow (CH_2)_6 \cdot N_4 + 2 H_2SO_4 + 6H_2O$. A roncsolmány egy részlegét fenoltalein indikátorra pontosan semlegesítjük, semlegesített formalinoldatot adunk hozzá és a keletkezett savat titráljuk. Az eredetileg *Soerensen*-től bevezetett módszer legkorszerűbb kiviteli módját *Bradstreet* (1) írta le. Hasonló eljárás *Köller*-é (2), még újabb *Adams és Spaulding*-é (3). Közös hátrányuk az, hogy csak makroméretekből alkalmazhatók.

Másik módszer a *jodométeres titrálási* eljárást alkalmazza a következő egyenletek alapján $3NaOBr + 2NH_3 \rightarrow N_2 + 3H_2O + 3NaBr$ és $NaOBr + 2KJ + 2HCl \rightarrow 2KCl + NaBr + H_2O + J_2$, a kiváló jódot ismert módon nátriumtioszulfátoldattal határozzuk meg. Ilyen eljárást közölt *Levy és Palmer* (4), amelynek használatát én is megpróbáltam, de az eljárást megbízhatatlannak találtam és ezért hosszas kísérletezés révén megfelelő módosításokkal használhatóvá alakítottam át. E módszeremet honvédségünk egészségügyi laboratóriumai használják is, de irodalmi közlésétől el kellett tekintenem, mert közben megjelent *Harvey* cikke (5), aki majdnem teljesen ugyanolyan előírást adott, tehát prioritásomat nem tudtam volna bizonyítani.

Prosz János (6) érzékeny és pontos *polárográfias* ammónia meghatározási módszert közölt, de ez, sajnos, csak desztillátumokban alkalmazható.

A desztillálás elkerülésére, ily módon sok meghatározás egyidejű keresztülvitelére *Sobel* és munkatársai *levegőztetési* (7), *Tompkins és Kirk* (8), valamint *Conway diffúziós* eljárást

írtak le. *Conway* eljárását jól közli *Borsook* és *Dubnoff* nagyon alapos cikke (9).

Sok szerző *koloriméteres* módszereket alkalmaz. Az egyik lehetőség a *Nessler-kémszer* alkalmazása. Ez a kémszer nagyon érzékeny, az ammónia mikrogrammnyi mennyiségei határozhatók meg vele, de nagy hátránya, hogy a keletkezett színes komplexvegyület ($\text{NH}_2\text{—Hg}_2\text{J}_3$) vízben csupán nagyon kis mértékben oldható, úgyhogy kolloidális oldata nagyon könnyen csap át a szol-állapotból gél-állapotba. Ezért a *Nessler-kémszerrel* való ammónia meghatározás *Kjeldahl* roncsolmányokban nagyon nehezen vihető keresztül, a legtöbb vele foglalkozó szerző a reakció kivételét a desztillátumban ajánlja. Megemlíthetem *Jendrassik* (10), *Polley* (11), *Thompson* és *Morrison* (12) módszerét.

Másik *koloriméteres* eljárás a *hipokloritoknak* és *hipobromitoknak* ammóniával és *fenolhomológokkal* képezett *sínreakcióját* használja fel. *Russel* (13) biológiai anyagok ammónia tartalmának 0,5 mikrogrammnyi mennyiségekben való pontos meghatározására a *nátriumhipoklorit*, *fenol* és *ammónia* reakciójánál keletkező *kék színt* méri ki *fotométerben*, de önmaga megjegyzi, hogy módszerének keresztülvitele *Kjeldahl-roncsolmányokban* nehézségekkel jár. *Scheurer* és *Smith* (14) *klórvizet* használ *fenollal* együtt az ammónia *koloriméteres meghatározására*; eljárásukat a *nesszlerezésnél* tízszerre érzékenyebbnek, *pontosságát* ± 2 *százaléknak* mondják, de az ammónia *kidesztillálása* szükséges. Épp így *Riley* (15) módszerénél is szükséges az *előzetes desztillálás*. A *hipobromitnak* *timollal* és *ammóniával* képezett *sínreakcióját* *Hansen* és *Nielsen* (16) és *Kulen* (17) ajánlották *Kjeldahl-roncsolmányok* ammónia tartalmának meghatározására. E módszerekkel nagyon sokat foglalkoztam, de végül is le kellett mondanom használatukról, mert a reakció annyira *kényes* a legkülönbözőbb befolyásoló tényezőkre, hogy megbízható eredményeket vele elérni nem lehetett.

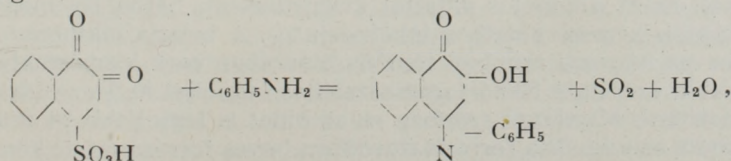
Fischer és *Bohn* (18) *fehérjehidrolizátumokban* az ammóniát *mikrométerekben* *ninhidrin*nel határozza meg oly módon, hogy 1 *százalékos* *fehérjehidrolizátumból* az ammóniát *magnéziumhidroxiddal* *felszabadítja*, ezt *diffúzió útján* *hígított kén-savban* *nyeleti el* és *javított ninhidrin kémszeroldattal* *reagáltatás* után *spektrofotométerben* *kiméri*. Minden alkalommal ismert *töménységű ammónklorid oldatot* is *reagáltat* a *ninhidrin kémszerrel*. Ez a módszer *kétségen kívül átvihető lenne* *Kjeldahl-roncsolmányok* ammónia tartalmának meghatározására is,

amit a két szerző kifejezetten fenn is tartott magának, de eddig újabb közlést róla nem tett. Azonkívül súlyosan esik a mérlegbe a ninhidrin drágasága is. Ezért elhatároztam, hogy további kutatásokat végzek megfelelő koloriméteres módszer után.

Reménnyel kecsegtetett a diazovegyületek és ammónia közt létrejövő színes termékek felhasználása koloriméteres meghatározásokra. Ammónia minőleges kimutatására számos diazovegyületet használnak, amik *Welcher* könyvében megtalálhatók (19). Ezek közül kipróbáltam a p-diazoszulfonsavat, a diazotált szulfanilsavat, benzidint, p-dimetilaminobenzaldehydet, fenilhidrazinkloridot, p-feniléndiamint, p-amidobenzaldehydet. Ezek közül csak a szulfanilsav és a fenilhidrazinhydroklorid voltak némileg használhatók. Azonban ezek érzékenysége olyan csekélynek bizonyult, hogy csak 1 mg-nál nagyobb nitrogénmennyiségeknél kezdődött a mérhető extinkció tartomány, azonkívül az egyes meghatározások nagy szórásokat mutattak.

Ezek után áttértem a *Folin*-féle (20) aminónitrogén kémszerrel történő kísérletekre. A *Folin*-kémszer: 1,2-naftokinon-4-szulfonsavas nátrium megfelelő tisztaságban a kereskedelemben is kapható, de *Folin* előírása alapján magunk is könnyen előállíthatjuk béta-naftolból salétromsavval és kénsavval. Már *Folin* (21) említi, hogy az aminónitrogén meghatározásánál az ammónia jelenléte zavar, úgy hogy ezt előbb permutittal el kell távolítani. Ugyanezt közli *Danielson* (22) is. Ez adta nekem a gondolatot, hogy a *Folin*-kémszer felhasználható az ammónia meghatározására Kjeldahl-roncsolmányokban, amelyekben ammonsulfáton kívül egyéb nitrogén tartalmú vegyület nincs már jelen.

Kiindulásul *Frame—Russel—Wilhelmi* (23) eljárását választottam, amellyel vérszérumokban 4—40 mikrogramm aminónitrogén 1—2 százalékos pontossággal meghatározható és amelyet ilyen célra magam is éveken át használtam. Említett szerzők a reakció lefolyására a következő minta képletet adják meg:



ahol anilin képviseli az aminosavakat.

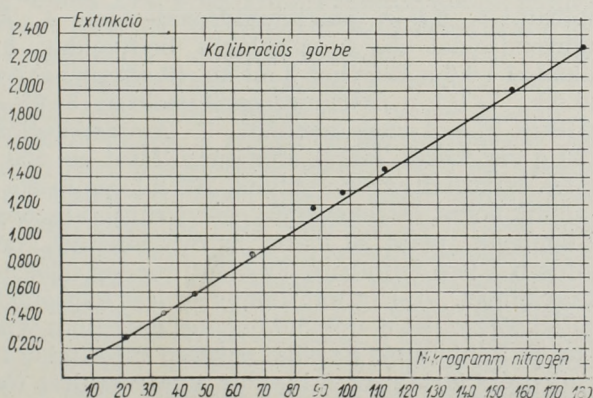
A feladatot két részre bontottam: először kidolgoztam a nitrogén, illetőleg ammónia meghatározásának körülményeit tiszta ammonsóoldatokban, azután kerestem a megfelelő roncsolási eljárást a szerves nitrogéntartalom meghatározására. Jelen cikkemben az ammonsóoldatok nitrogéntartalmának meghatározására szolgáló eljárás kidolgozása céljából végzett kísérleteim eredményét ismertetem, a roncsolás és a roncsolmányokban a nitrogéntartalom meghatározásának kivitelét másik cikkben közlöm.

Tiszta ammonsóoldatok ammónia, illetve nitrogéntartalmának meghatározására *Frame—Russel—Wilhelmi* említett eljárása szerint kezdtem dolgozni, de csakhamar észrevettem, hogy az amino-nitrogén meghatározására kiváló módszer ammónia meghatározására nem válik be, a kémszerek összetételén és a kísérleti körülményeken megfelelő változtatásokat kell keresztülvinni, hogy megbízható és pontos meghatározásokat lehessen végezni.

Sok kísérletsorozatot hajtottam végre, amíg a legmegfelelőbb kémszeroldat töménységét, a közeg pH értékének határait, a hevítési idő tartamát és a kellő hőmérsékletet, a felesleges kinon elszíntelenítésére szükséges savas formalin- és tioszulfátoldat töménységét és mennyiségét, a koloriméterezhető oldat elérésére szükséges alkohol koncentrációt megállapítani sikerült. Úgy gondolom, felesleges e kísérleteket bővebben részleteznem, elegendő, ha az eredmények a módszer kivitelezésének leírásában kifejezésre jutnak.

A kísérleti feltételek tisztázása után a kémszeroldat tartóságának növelése végett végeztem sok kísérletet. Sajnos, a vizes betanaftokinonszulfonsavas nátriumoldat nem tartós, másnapra vörös színű csapadék ülepedik ki belőle, úgyhogy minden alkalommal frissen kell készíteni és 1 órán belül felhasználni. A Folin-kémszer közönséges hőmérsékleten is könnyen oldódik vízben, a kémszeroldat elkészítése így nem kerül fáradságba, de a vegyszerből mindig többet kell használni a valóságos szükségletnél. Ezért alkoholos oldattal kísérleteztem, hátha ily módon tartósabb kémszeroldathoz lehetne jutni. A betanaftokinonszulfonsavas nátrium azonban tömény etanolban csak kismértékben oldódik, ezért kb. 50 térfogatszázalékos etanollal kell az oldatot elkészíteni. Minthogy azonban ez az oldat is legfeljebb 24 óráig állandó, azonkívül a forró vízfürdőben heves forrása miatt könnyen veszteségek állhatnak elő, azért a magasabb forráspontú normál-propanol és glicerin alkalmazásával próbálkoztam meg.

Ezeknél szintén 50 térfogat százalékos töménységet kellett az oldásra használni. Azonban kiderült, hogy ezekben az alkoholokban a kémszer még kevésbé állandó, mint etanos oldatában, a kísérletezést velük fel kellett hagynom. Ekkor a másik irányba fordultam és metanol alkalmazását próbáltam ki. Ennél is 50 térfogatszázalékos töménységet kellett alkalmaznom, hogy a Folin-kémszer tökéletesen oldódjék, a forró vízfürdőben való hevítésről pedig teljesen le kellett mondani. Ezért 60 C-fokos vízfürdőt használtam a szín kifejlesztésére, de e hőmérsékletnél a hevítést 60 percre kellett meghosszabbítani, hogy teljes mértékű szinkifejlődést érthessünk el. A vizes-metanos kémszeroldat elegendően tartósnak bizonyult, hatéképes-



sége 11 nap alatt mindössze 15 százalék csökkenést mutatott.

Az előadottak alapján kétféle megoldás közt választhatunk. Ha a meghatározást gyorsan akarjuk elvégezni, akkor mindig frissen készített vizes bétanaftokinonszulfonsavas nátriumoldatot használunk és a szinkifejlesztést forró vízfürdőben 5 perc alatt végezzük el. Ha pedig inkább a Folin-kémszerrel való takarékoskodás álláspontját választjuk, akkor a kémszert 50 térfogatszázalékos vizes metanolban oldjuk és a szinkifejlesztést 60 fokra beállított vízfürdőben egyórás melegítéssel végezzük. A meghatározás kivitele különben mindkét esetben teljesen egyenlő, csak a kalibrációs görbét, illetőleg, mivel a reakció színintenzitása pontosan követi Beer—Lambert törvényét, az „extinkciós viszonyszámot” (24) kell külön megállapítani a kétféle kémszeroldat használatára. A vizesmetanos kémszeroldat

érzékenysége ugyanis kissé csekélyebb a mindig frissen készített vizes kémszeroldaténál. E helyen közlöm vizes kémszeroldattal készített kalibrációs görbe ábráját.

A) *Szükséges kémszeroldatok.* 1. 1 százalékos vizes Folin-kémszeroldat; használatba vétel előtt 1 órán belül frissen készítjük. Pl. 200 mg bétanaftokinonszulfonsavas nátriumot kis lombikban szobahőmérsékleten 20 ml ammóniamentes vízben 2—3 perces körözéssel oldunk. Vagy: 1 százalékos Folin-kémszeroldat kb. 50 térfogatszázalékos ammóniamentes vizes metanolban. E kémszeroldat legalább 10 napig használható. Készítése hasonlóképpen történik, mint a vizes kémszeréé, csak természetesen nagyobb mennyiséget készítünk el egyszerre. 2. 0,25 százalékos fenolftaleinoldat kb. 50 térfogatszázalékos etanolban. 3. 0,1 n nátriumhidroxid-oldat. 4. Kb 2 n nátriumhidroxid-oldat. 5. 4 százalékos boraxoldat. 6. Savas formalinoldat: 1 l 0,6 n sósavhoz 3 ml kb. 40 százalékos formalinoldatot adunk. 7. 0,1 n nátriumtioszulfát-oldat. 8. 95—96 térfogatszázalékos etanol vagy metanol. 9. Ammonsulfát törzsoldat: 4,720 g vegytiszta, száraz ammonsulfátot kb. 500 ml ammóniamentes desztillált vízben oldunk, 100 ml vegytiszta tömény kénsavat adunk hozzá, összekeverjük, bő vízsugárral szobahőmérsékletűre lehűtjük, majd 20 fokon ammóniamentes desztillált vízzel pontosan 1 l-re feltöltjük. Ez oldat minden ml-e 1,000 mg nitrogént tartalmaz. 10. Hígított ammonsulfát törzsoldat: 10 ml ammonsulfát törzsoldatot ammóniamentes desztillált vízzel pontosan 100 ml-re felhígítunk. Ez oldat minden ml-e tehát 100 mikrogramm nitrogént tartalmaz. A hígított ammonsulfát törzsoldatot gyakrabban készítjük el, nehogy penészek működése következtében nitrogénvesztéség következzen be. 11. Törzsoldat vakpróba. 100 ml vegytiszta tömény kénsavat ammóniamentes desztillált vízzel pontosan 1 l-re hígítunk. 12. Hígított vakpróba törzsoldat. 100 ml vakpróba törzsoldatot ammóniamentes desztillált vízzel pontosan 1 l-re hígítunk. 13. Ammóniamentes desztillált víz. Üveg desztilláló készülékből kénsavval megsavanyított vizet desztillálunk le és oly módon fogjuk fel és tartjuk el, hogy a laboratórium levegőjéből ammónia ne szennyezhesse. Az 1—5. oldatokat is ammóniamentes desztillált vízzel készítjük. Éppígy a meghatározásoknál az esetleges hígításokat csak ammóniamentes desztillált vízzel eszközöljük.

B) *Szükséges felszerelés.* 1. 15 ml-nél jelzett 160 × 16 mm-es kémcsövek. 2. Fém kémcsőállvány. 3. Megfelelő nagyságú vízfürdő gáz vagy elektromos fűtéssel, esetleg hőszabályozóval felszerelve. 4. Hőmérő, 0—100°. 5. Megfelelő nagyságú

hidegvíz-tartály. 6. Gumidugók a kémcsövekbe; használatbavétel előtt ammóniamentes vízben kifőzzük és lecsöpögtetjük őket. 7. Pontos pipetták. 8. Pulfrich-féle Stufenphotometer. 9. 1 cm-es küvettapár.

A meghatározás kivitele. Jelzett kémcsövekbe legalább 0,01 ml-nyi pontossággal bemérjük a vizsgálandó oldatok megfelelő mennyiségét, amelyben 20—180 mikrogramm nitrogén lehet jelen. A bemérés 1,00 ml-t ne haladjon meg, ha pedig kevesebb, desztillált vízzel 1 ml-re egészítjük ki. Ezután beleadunk 1 csepp fenoltalein oldatot, megközelítőleg semlegesítjük 2 n nátriumhidroxid-oldattal és 0,1 n nátriumhidroxid-oldattal gyengén rózsaszínűre állítjuk be. Ekkor 1 ml boraxoldatot adunk hozzájuk, utána 2 ml vizes Folin-kémszeroldatot, gumidugóval a kémcsöveket lezárjuk, tartalmukat 2—3 ízben lassú felfordítással elegyítjük, majd a dugókat kiszedve, a már élenken forró vízfürdőbe helyezük őket. 5 percig (a) tartó hevítés után a csöveket 10—15 fokos vízbe állítjuk kb. 5 percre. Ezután 2 ml savas formalinoldatot adunk a kémcsövekbe, dugójukkal bedugaszoljuk, 2 ízben lassú felfordítással elegyítjük, 1 ml nátriumtiosulfát-oldatot adunk hozzájuk, újból 2 ízben felfordítással egyenlősítjük, majd etanollal jelig feltöltjük és 3 ízben lassú felfordítással elegyítjük őket. 10 percig szobahőmérsékleten állás után az alkohol hozzáadása következtében beállott térfogatcsökkenést pipettából hozzáadott néhány csepp alkohollal kiegészítjük, a csöveket bedugaszoljuk, tartalmukat 3 ízben felfordítással elegyítjük és lehetőleg azonnal, de legkésőbb a szín keletkezésétől számított 1 órán belül (b) Pulfrich-féle Stufenphotometerben („stufo”), extinkciójukat hasonlóképpen és egyidejűleg kezelt megfelelő hígítású vakpróbával szemben S 47 jelű színszűrő használata mellett megmérjük. Biztosra veszem, hogy elektro-spektrofotométerrel a reakció 5—10-szerte érzékenyebbé válnék, de én magam stufoval dolgoztam, annak eredményeiről számolhatok csak be.

Ha a meghatározásokhoz vizes-metanolos kémszer oldatot használunk, akkor teljesen ugyanakkora mennyiségeket mérünk be a vizsgálandó anyagokból (de 40—220 mikrogramm nitrogéntartalom határok közt) és a szükséges vegyszer oldatokból, mint a vizes kémszer oldat használata esetében; a sorrend sem változik, csupán a hevítés hőmérséklete és időtartama módosul oly-

(a) A hevítés ideje 4—6 perc közt lehet; ez időtartamnál rövidebb, vagy hosszabb hevítés a színintenzitás csökkenését okozza.

(b) 2 óra elteltével a színintenzitás már átlagosan 11,5 százalék csökkenést mutat.

képpen, hogy a vízfürdőt 60 fokra állítjuk be és ezen a hőmérsékleten a csöveket 1 órán át melegítjük. Természetesen ebben az esetben a vakpróbát is és az extinkciós viszonyszám megállapítására szolgáló ammonsulfátos törzsoldat részlegeket is a vizes-metanolos Folin-kémszer oldattal kell elkészíteni. A nátrium-tiosulfát oldat hozzáadása után a jelleg való feltöltésre egyaránt használhatunk metanolt vagy etanolt.

Amint a közölt ábra is igazolja, a színreakció szigorúan követi *Beer-Lambert* törvényét, a kalibrációs görbe egyenes alakját veszi fel. Ilyen természetű reakciónál tehát szükségtelen kalibrációs görbe készítése és annak használata ismeretlen koncentrációjú ammonsóoldatok nitrogén tartalmának meghatározására. Elegendő 1—2 törzsoldat részleggel kapott színreakció extinkcióját megmérni, ezekből az extinkciós viszonyszámot kiszámítani, amelynek segítségével azután a vizsgálandó oldatok nitrogén-, illetve ammóniatartalmát egyszerű szorzással kiszámíthatjuk. Ez a meghatározás olyan könnyen végezhető, hogy ajánlatosnak tartom minden meghatározási sorozatnál egyúttal az extinkciós viszonyszám megállapítását is elvégezni, amivel kiküszöbölhetjük a kémszeroldat állás közben történő csekély mértékű gyengülésének befolyását. Ez a vizes-metanolos kémszeroldat használatánál elengedhetetlen követelmény.

Az extinkciós viszonyszám kiszámítására a bemért törzsoldat vagy hígított törzsoldat ismeretes nitrogéntartalmát mikrogramokban kifejezve elosztjuk a leolvasott extinkció értékével, így megkapjuk egy ezred extinkciónak megfelelő nitrogén mennyiségét mikrogramban, ez az extinkciós viszonyszám. Természetesen több meghatározást végzünk és az átlagértéket használjuk. Így pl. a közölt kalibrációs görbére vonatkozólag az átlagos extinkciós viszonyszám 20 mikrogramtól 180 mikrogramig terjedő nitrogéntartalom esetében 0,0772 mikrogramnak adódott, míg az egyes meghatározások viszonyszámai 0,0757—0,0788 mikrogram határok közt váltakoznak. A vizes-metanolos kémszeroldatnál viszont az átlagos extinkciós viszonyszám 0,0987 mikrogramnak adódott 40 mikrogramtól 220 mikrogramig terjedő nitrogéntartalom mellett, az egyes viszonyszámok pedig 0,0922 és 0,1015 közt váltakoztak. Ebből is látható, hogy a vizes-metanolos kémszeroldat használata a meghatározás érzékenysége és pontosságának rovására megy, amit a kémszer használatánál elérhető megtakarítás alig-alig tud ellensúlyozni.

Összefoglalóan megállapíthatjuk, hogy a Folin-féle aminos-nitrogén kémszert, a bétanaftokinonszulfonsavas nátriumot, amelyet eddig csupán az aminos-nitrogéntartalom koloriméteres mennyiségi meghatározására használtak, ammónia-nitrogén meghatározására is felhasználhatjuk a megfelelő és szükséges változtatások keresztülvitelével. Vizes oldatban a kémszeroldat mindig frissen készíten-dő el, de csökkent érzékenység és kisebb pontosság árán vizes-metanolos oldatban eléggé tartós kémszeroldatot lehet nyerni. A módosítások az aminos-nitrogén meghatározási módszerekhez képest az egyes kémszeroldatok töménységének és mennyiségének, valamint a hevítési időtar-tam megváltozásában állanak. A leglényegesebb követelmény és módosítás azonban az, hogy a szín kifejllesztése után a reak-cióelegyhez alkohol hozzáadása szükséges olyan mértékben, hogy az oldat végső alkohol koncentrációja 40—50 térfogat szá-zalékot érjen el; e határértékeknél kisebb vagy nagyobb alkohol-tartalom a meghatározást lehetetlenné teszi, viszont mellékes az, hogy a használt alkohol metanol vagy etanol-e. A meghatáro-záshoz használt oldatrészleg térfogata legfeljebb 1,00 ml lehet, nitrogéntartalma 20—180 mikrogram (vizes-metanolos kémszer-oldat alkalmazása esetében 40—220 mikrogram) határértékek közt legyen. Kisebb bemérés esetében desztillált vízzel 1 ml-re kell a mennyiséget kiegészíteni, nehogy ammoniaveszteség áll-jon be a hidrogénion koncentrációjának pH 9,2—9,4-re szüksé-ges beállítása következtében. A hevítési hőmérséklet és időtar-tam vizes kémszeroldat esetében 100° és 5 perc, vizes-metanolos kémszeroldat esetében 60° és 1 óra. Az extinkció mérését a szín-kifejllesztéstől számított 1 órán belül el kell végezni, ez időn túl a szín intenzitása csökkenni kezd. A színreakció pontosan kö-veti Beer-Lambert törvényét, ezért kalibrációs görbét készíteni nem szükséges, elegendő a megadott nitrogéntartalom határok közt egy-két ponton az extinkciós viszonyszámot megfelelő törzsoldatból a kísérlettel egyidejűleg meghatározni. A törzs-oldat tartóssátételére 10 térfogat százaléknyi mennyiségben tö-mény kénsavat adunk bele. A meghatározások pontossága jobb ± 2 százaléknál. A módszer érzékenysége miatt nagyon kell vi-gyázni a laboratórium levegőjéből származható ammoniaszenny-yezések elkerülésére a színkifejllesztés befejezéséig.

Ezúton is köszönetet mondok Asbóth Károlyné asszistens-nek a törzsoldatok nitrogéntartalmának desztillálással való meg-határozásánál nyújtott segítségéért.

- (1) Bradstreet, R. B.: Anal. Chem. 26, 185, 1954.
- (2) Köller, E.: D. Lebensm. Rschau, 44, 30, 1948.
- (3) Adams, C. J. és Spaulding, G. H.: Anal. Chem. 27, 1003, 1955.
- (4) Levy, M. és Palmer, A.: J. Biol. Ch. 136, 57, 1940.
- (5) Harvey, H. W.: Analyst, 76, 657, 1951.
- (6) Proszk J. és Major E.: Magy. Kém. F. 58, 282, 1952.
- (7) Sobel, A. E., Mayer, A. M. és Gottfried, S. P.: J. Biol. Ch. 156, 3 5, 1944.
- (8) Tompkins, E. és Kirk, P.: J. Biol. Ch. 142, 977, 1942.
- (9) Borsook, H. és Dubnoff, J.: J. Biol. Ch. 131, 163, 1939.
- (10) Jendrassik módszerének leírása megtalálható: Bólint Péter és Hegedűs András könyvében: Klinikai Laboratóriumi Diagnosztika. II. kiad. Művelt Nép Tudományos és Ismeretterjesztő Kiadó, Budapest, 1955, 290-1.
- (11) Polley, R.: Anal. Chem. 26, 1523, 1954.
- (12) Thompson, J. F. és Morrison, G. R.: Anal. Chem. 23, 1153, 1951.
- (13) Russel, J. A.: J. Biol. Ch. 156, 457, 1944.
- (14) Scheurer, P. G. és Smith, F.: Anal. Chem. 27, 1616, 1955.
- (15) Riley, J. P.: Anal. Chem. Acta. 9, 573, 1953.
- (16) Hansen, P. és Nielsen, V.: J. Biol. Ch. 131, 1939, 1939.
- (17) Kulen, M. J.: Új koloriméteres módszer fehérjék meghatározására élelmiszerekben. (Oroszból fordított cím.) Gigena i Sanit. 1949, 11. sz. 39.
- (18) Fischer, F. G. és Bohn, H.: Zschr. physiol. Ch. 302, 278, 1955.
- (19) Welcher, F. J.: Organic Analytical Reagents, Sec. print. D. Van Nostrand Co. New York, Toronto, London, 1948.
- (20) Folin, O. és Wu, H.: J. Biol. Ch. 51, 377, 1922.
- (21) Folin, O.: J. Biol. Ch. 51, 393, 1922.
- (22) Danielson, J. S.: J. Biol. Ch. 101, 505, 1933.
- (23) Frame, E. G., Russel, J. A. és Wilhelmi, A. E.: J. Biol. Ch. 149, 255, 1943; 156, 467, 1944.
- (24) Korpáczy I.: Formaldehid koloriméteres meghatározása egyes fenolhomológokkal képezett kondenzációs vegyületei segítségével. Kandidátusi disszertáció. Budapest, 1956.

НОВЫЙ МЕТОД ДЛЯ КОЛИЧЕСТВЕННОГО, КОЛОРИМЕТРИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ АММИАКА

I. Korpáczy

Автор применяет раствор соли бетанафтокинн-сульфо-кислотный натрий, то есть реагент амино-азота по Фолину, для количественного определения амино-азота или аммиака растворов аммиака или аммиачных солей. Новый способ представляет собой видоизменение способа Фрем—Руссел—Вилгелми для определения содержания амино-азота кровенной сыворотки. Применением штучно-кolorиметра предел определения 20—180 микрограмм азота, а точность $\leq 2\%$.

EINE NEUE KOLORIMETRISCHE METHODE ZUR QUANTITATIVEN BESTIMMUNG VON AMMONIAK

I. Korpáczy

Verfasser berichtet über seine Methode der quantitativen kolorimetrischen Bestimmung des Nitrogens in Ammonsalzlösungen mit Hilfe des Folinischen Aminonitrogen-Reagens, des Natriumsalzes der Be-

tanaphthochinonsulfonsäure. Zur Erreichung dieses Zieles wurde die Bestimmungsmethode des Aminonitrogens in Blutsera von FRAME-RUSSEL-WILHELMI in mehreren Punkten zweckmässig abgeändert. Die wichtigste Forderung ist, dass sich die Alkoholkonzentration am Ende zwischen 40—50 v. H. bewege, d. h. weder mehr noch weniger betrage. Beim Gebrauch eines Stufenphotometers von Pulfrich liegen die Grenzen der Bestimmung des Nitrogens zwischen 20—180 Mikrogramm, die Genauigkeit ist besser als ± 2 v. H.

A NEW COLORIMETRIC METHOD TO ESTIMATE THE NITROGEN CONTENT OF AMMONIA SALTS

I. Korpáczy

Author describes the use of Folin's amino-nitrogen reagent, the sodium salt of betanaphthoquinone-sulphonic acid for the quantitative colorimetric estimation of nitrogen in ammonia salts. For this purpose the method of FRAME-RUSSEL-WILHELMI for the estimation of the amino-nitrogen content in blood-sera was modified. The essential difference is that the alcohol concentration in the resulting solution must range exactly 40—50%. When a Pulfrich Stufenphotometer is used and the range of nitrogen in the solution to be tested is 20—180 micrograms, the error of estimations is below $\pm 2\%$.

NOUVELLE MÉTHODE POUR LE DOSAGE COLORIMÉTRIQUE DE L'AMMONIAQUE

I. Korpáczy

Pour obtenir le dosage colorimétrique de la teneur en ammoniacque ou en azote dans des solutions soit d'ammoniacque, soit de sels ammoniacques, l'auteur emploie le réactif amino-azotique de Folin, une solution de sodium béta-naphto-quinone sulphurique, en le modifiant convenablement, correspondant à la méthode de Frame-Russel-Wilhelmi dont on se sert au dosage de l'amino-azote dans les séra. En employant le Stufenphotomètre, les résultats se trouvent parmi les limites de 20 à 180 microgrammes de l'azote, l'exactitude de cette détermination étant meilleure de $\pm 2\%$.