

543.7  
547: 546.18  
546.22

## De bepaling van zwavel en phosphorus in organische lichamen

DOOR

D. J. HISSINK EN J. G. MASCHHAUPT.

Gewoonlijk worden zwavel en phosphorus in organische lichamen bepaald na voorafgaande verassing in een moffel.

Volgens deze verassingsmethode kunnen vrij aanzienlijke fouten gemaakt worden, die toe te schrijven zijn aan het ontstaan van vluchtige verbindingen.

Toen dan ook eenige monsters erwten, afkomstig van de proefvelden in 1904, op de genoemde bestanddeelen onderzocht zouden worden, besloten wij na te gaan, in hoeverre de verassingsmethode hier te lage uitkomsten gaf.

Volgens het onderzoek van SHERMAN <sup>1)</sup> geeft de verassingsmethode veel te lage resultaten bij zwavel; bij phosphorus was het verschil in vier gevallen nihil, in twee gevallen zeer klein. De verassingsmethode gaf bij zwavel slechts ongeveer 10% van het totaalgehalte.

*De zwavelbepaling.* Volgens SHERMAN is de beste methode die, waarbij gebruik gemaakt wordt van de calorimetrische bom en de stof verbrandt in zuurstof van 25—30 atmosfeeren. Aangezien deze toestellen niet tot onze beschikking stonden, is de tweede methode gevolgd, die van OSBORNE <sup>2)</sup>, welke volgens SHERMAN met de eerste overeenstemmende cijfers geeft:

Ongeveer 14 gr. natriumperoxyd worden gebracht in een nikkelen kroes ( $\pm$  100 cc. inhoud), waarin zich 10 cc. water bevinden. Door verwarmen boven een spirituslamp wordt de overmaat van water verwijderd. Al roerende laat men afkoelen en voegt bij de korrelige massa twee gram stof. De reactie treedt dadelijk in. Na eenige oogenblikken verwarmt men voorzichtig, zoodat de massa na ongeveer een half uur gesmolten is. Na verwarming der gesmolten massa gedurende 30 minuten, op grooter vlam, wordt, ter volledige oxydatie, bij tusschenpoozen van ongeveer 10 minuten, in drie keer nog totaal 1 gram natriumperoxyd toegevoegd, en ten slotte gedurende 15 minuten flink verhit, steeds op de spiritusvlam. Na bekoeling,

<sup>1)</sup> The determination of sulphur and phosphorus in organic materials, by H. C. SHERMAN; The Journal of the American Chemical Society, vol. XXIV, 1902, 1100.

<sup>2)</sup> „Alkali method" van OSBORNE; zie „Sulphur in protein bodies", van THOMAS B. OSBORNE, *ibid*; 140.

oplossen in water en aanzuren met zoutzuur, wordt het zwavelzuur op de bekende wijze als baryumsulfaat bepaald.

SO<sub>2</sub>-gehalte op luchtdroge stof.

Loopend nummer. E.	Verasschingsmethode. I.	Methode OSBORNE. II.	Percentage I van II.
40	0,206	0,499	41,3
41	0,201	0,436	46,1
42	0,180	0,487	37,0
43	0,218	0,485	44,9
44	0,193	0,511	37,8
45	0,184	0,398	46,2
46	0,207	0,418	49,5
47	0,199	0,418	47,6
48	0,204	0,388	52,6
gem.	0,199	0,449	44,8

Het verschil tusschen de cijfers der beide methoden is nogal aanzienlijk, hoewel niet zoo groot als bij SHERMAN.

Het is bepaald noodig gedurende langen tijd te verhitten; anders is de oxydatie niet volledig. Bij uitloogen met water is in dat geval nog kool aanwezig en bij aanzuren met zoutzuur kan een reuk naar zwavelwaterstof waargenomen worden. Op deze wijze vonden wij bijv. 0,048 % in E 40 en 0,305 % in E 41 <sup>1)</sup>.

Volgens eene onlangs verschenen verhandeling van NEUMANN en MEINERTZ <sup>2)</sup> is het gebruik van een spiritusvlam niet noodig. Bij de door hen voorgestelde modificatie <sup>3)</sup> moet zelfs een BUNSEN'sche brander

<sup>1)</sup> Voor mogelijke onvolledige oxydatie verdient het aanbeveling in plaats van zoutzuur te gebruiken broomhoudend zoutzuur.

<sup>2)</sup> Zur Schwefelbestimmung mittels Natriumsuperoxydes von A. NEUMANN und J. MEINERTZ, Z. physiol. Chemie, 1904, **43**; 37; zie ook Ch. Zeitung. Repert., 1904, 352.

<sup>3)</sup> „1 Gr. Substanz (z. B. Caseïn) wird mit 5 Gr. Kaliumnatriumcarbonat und 2½ Gr. Natriumsuperoxyd in einem kleinen Nickeltiegel von etwa 100 ccm. Inhalt innig vermengt und über einer kleinen Gasflamme ungefähr 1 Std. lang erhitzt. Nach kurzer Abkühlung (5 min.) werden wieder 2½ Gr. Peroxyd zugesetzt; dann wird mit kleiner Flamme noch einmal etwa 1 Stunde erwärmt und zwar bis die Hauptmenge sich verflüssigt hat. Hierauf entfernt man den Gasbrenner, gibt noch 2 Gr. Peroxyd hinein und glüht etwa ¼ Std., indem man die Flamme allmählig bis zur vollen Stärke vergrößert. Alsdann ist die völlige Verflüssigung eingetreten. Der Tiegel bleibt dauernd bedeckt“. Verder wordt gehandeld als boven, onder gebruik van broomhoudend zoutzuur.

gebruikt worden. Het is echter de vraag, in hoeverre het gebruik van een gasvlam een bron van fouten oplevert. Wij verkregen bij de methode OSBORNE voor de blinde bepaling bij gebruik van:

- 1) een spiritusvlam . . . . . 1 mgr.  $\text{SO}_3$ ;
- 2) een gasvlam . . . . . 1,8 mgr.  $\text{SO}_3$ .

Deze bedragen zijn wel niet groot, maar geven op 2 gram stof toch verschillen van 0,05 % en 0,09 %.

*De phosphorusbepaling.* Bij vergelijking van de drie methoden (compressed oxygen method, sodium carbonate method, sulphuric acid and ammonium nitrate method) vindt SHERMAN (t. a. p., 1105) goed kloppende cijfers.

De laatste methode is door ons gebruikt:

2 gram stof worden in een Kjeldahl-kolf met 20 cc. geconcentreerd zwavelzuur en 10 gram ammoniumnitraat voorzichtig verwarmd. Is de heftige reactie afgelopen, dan wordt, na bekoeling, opnieuw 10 gram ammoniumnitraat toegevoegd en gekookt, tot de vloeistof kleurloos is. De massa wordt in een bekeerglas gespoeld, nogmaals 15 gram ammoniumnitraat toegevoegd en na neutralisatie met ammoniak het phosphorzuur bepaald volgens de molybdeenmethode.

$\text{P}_2\text{O}_5$ -gehalte op luchtdroge stof.

Loopend nummer. E.	Verasschings- methode. I.	Zwavelzuur-am- moniumnitraat- methode. II.	Percentage I van II.
40	0,873	0,905	96,5
41	0,842	0,880	95,7
42	0,895	0,937	95,5
43	0,737	0,765	96,3
44	0,847	0,893	94,8
45	0,854	0,905	94,4
46	0,857	0,870	98,4
47	0,890	0,931	95,6
48	0,987	1,039	95,0
gem.	<b>0,865</b>	<b>0,902</b>	<b>95,8</b>

De afwijkingen zijn hier, evenals bij SHERMAN, zeer klein.  
 Voor de bepaling van zwavel in voederstoffen, in het algemeen in organische lichamen, mag echter de verassingsmethode niet gebruikt worden.

*Goes, Januari 1935.*

Rijkslandbouwproefstation.

---

### Nederlandsche Chemische Vereeniging.

#### AANGENOMEN ALS LID:

Prof. Dr. A. F. HOLLEMAN, Groningen.  
 C. A. VAN LEDDEN HULSEBOSCH, Ap., Amsterdam.

#### VOOR HET LIDMAATSCHAP HEBBEN BEDANKT:

L. BEKER, Ap., Rotterdam.  
 C. J. BRANDS, Ap., 's-Gravenhage.  
 Dr. M. LANGE, Manchester.  
 F. A. MEIUIZEN, T., Veendam.

*De Secretaris:*  
 D. J. HISSINK, *Goes.*

---

#### ADRESVERANDERING.

TH. STRENGERS, chem. docts., Justus van Effenstraat, No. 34bis  
*Utrecht.*

---

#### L. S.

H.H. Leden wordt beleefd verzocht, brieven enz. niet meer te adresseeren aan den Heer Jan Rutten te 's-Gravenhage, maar aan den nieuwbenoemden Secretaris, Dr. D. J. Hissink, *Goes.*

---

#### Personalia.

Aan de Universiteit te Utrecht is bevorderd tot doctor in de scheikunde op proefschrift „Bijdrage tot de kennis der 2,4 dinitroanilinen”, de heer A. MULDER, geboren te Utrecht.

Tot leeraar in de scheikunde en de nat. historie aan de H. B. school met 5 jarigen cursus, te Zalt-Bommel, is benoemd de heer H. W. WOUDESTRA, te Arnhem.

Aan de Universiteit te Leiden is met gunstig gevolg het candidaats-examen in de scheikunde afgelegd door den Heer D. J. MEYERINGH.

Benoemd tot assistent voor de scheikunde aan te Universiteit te Leiden, buiten bezwaar van 's Rijksschatkist, Dr. J. MOLL VAN CHARANTE.

---