

tyrosine 10,24%

Nous avons dosé l'azote aminé libre dans la soie brute, la sérécine et la fibroïne (dans celle-ci avant et après traitement avec du bromure de lithium à l'ébullition) d'après *van Slyke*, à l'aide d'un appareil modifié pour l'analyse de substances insolubles, et dont on trouvera la description dans la communication suivante.

Cocons (<i>Bombyx mori</i>) non dégomés . . .	trouvé	N_{NH_2}	0,46%
„ „ „ dégomés	„	N_{NH_2}	0,19%
Sérécine des cocons	„	N_{NH_2}	0,53%
Fil de soie (<i>Silkworm</i>)	„	N_{NH_2}	0,26%

La solution de gomme obtenue contenait de l'ammoniaque libre. Evidemment, cette ammoniaque est formée aux dépens des fonctions amide des restes d'acides dicarboxyliques, au cours du dégomage.

Soie brute, dégomée, portée à l'ébullition dans du bromure de lithium durant 14 heures (perte de poids 16%) :

tyrosine 0,071; 0,073%

Copulation de la soie avec l'acide diazobenzène-sulfonique. 1 gr. de fibroïne a été suspendu dans 20 cm³ de bicarbonate de sodium à 8% ; on a ajouté ensuite 0,3 gr. d'acide diazobenzène-sulfonique dans 30 cm³ de bicarbonate de sodium à 8%, puis encore 2 gr. de carbonate de sodium solide. La fibroïne se colore lentement en rouge-brun; la solution se colore également. Après 4 semaines de repos à 4°, la fibroïne a été filtrée, lavée à l'eau, l'alcool et l'éther, pesée. Augmentation de poids 0,1040 gr. (10,4%).

Dans un autre essai, on a constaté une augmentation de poids de 13%.

Avec une teneur en tyrosine de 10,7%, et pour le cas d'une copulation quantitative des restes de tyrosine, l'augmentation de poids calculée est de 12,3%.

Après la copulation, le diagramme aux rayons X est le même qu'avant.

Genève, Laboratoire de Chimie inorganique
et organique de l'Université.

159. Appareil de dosage de l'azote aminé dans des substances solides, d'après *van Slyke*

par O. Klemm et Kurt H. Meyer.

(24. X. 40.)

Lors du dosage de l'azote aminé libre au moyen de l'appareil de *P. P. van Slyke*, on introduit la substance à analyser sous forme d'une solution dans le ballon de désamination, rempli d'acide acétique nitrité, et débarrassé d'air. Sous cette forme, le procédé ne se prête évidemment pas à l'analyse de substances insolubles, notamment de fibres telles que la laine ou la soie. On peut effectuer par contre le dosage dans ces cas en introduisant la substance solide pesée dans le ballon de désamination, en chassant ensuite l'air par du gaz carbonique et en y introduisant finalement l'acide acétique nitrité. Les modifications à apporter à l'appareil ressortent du dessin: la burette d'introduction est remplacée par une tubulure d'introduction inclinée vers le bas et munie d'une fermeture étanche. Le tube d'écoulement est supprimé.

Maniement de l'appareil.

La substance pesée est introduite dans le ballon de désamination *B* au moyen de la tubulure *b*, et bien imbibée d'eau ou du dissolvant adopté. On relie ensuite *B* à l'azotomètre et à la pipette d'absorption, ces deux derniers étant remplis alors de permanganate alcalin. On remplit aussi le tube capillaire du ballon de désamination *B*, jusqu'au robinet à trois voies *c*. Ce dernier est alors placé dans la position indiquée sur le dessin. L'entonnoir *A* est relié à un *Kipp* fournissant de l'anhydride carbonique exempt d'air, à l'aide duquel on chasse l'air de *A* et de *B*. Cette opération s'achève dans *B* en faisant le vide par *C*, le robinet *a* étant fermé; le vide établi, on ferme *c* et ouvre *a* de manière à remplir le ballon évacué *B* de gaz carbonique. En répétant plusieurs fois ces opérations, on élimine aussi l'air contenu dans le dissolvant ou fixé en petites bulles

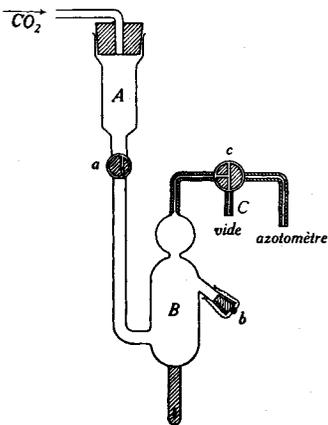


Fig. 1.

sur la substance à analyser. Avant le dosage, on vérifie l'absence d'air du ballon de désamination. A cet effet, on relie *c* à une burette remplie de potasse caustique à 30%. On fait passer ensuite un lent courant de gaz carbonique par l'appareil et vérifie que seules des micro-bulles s'accumulent dans la burette de contrôle. Ceci étant le cas, on ferme *a*, on remplit l'entonnoir à robinet *A* d'un mélange 1 : 4 d'acide acétique glacial et de nitrite de sodium à 30%. Ce mélange séjourne deux minutes dans l'entonnoir de manière que les gaz nitreux se dégagent lentement chassent les bulles d'air éventuellement présentes. Ensuite, on met l'appareil en communication avec l'azotomètre au moyen du robinet à trois voies *c* et introduit la quantité nécessaire de mélange acide de manière à remplir le ballon de désamination. Ce stade étant atteint, on procède comme dans le procédé habituel. Les essais à blanc effectués nous ont fourni, avec un ballon de désamination de 50 cm³, un dégagement à blanc de 0,1 cm³ au maximum.

Quelques résultats:

Cocons de ver à soie: 0,1650 gr. ont donné 1,38 cm³ N₂ (20°, 711 mm); 0,1255 gr. ont donné 1,06 cm³ N₂ (18°, 713 mm); trouvé 0,46; 0,46% N_{NH₂}.

Soie dégommée: 0,1294 gr. ont donné 0,46 cm³ N₂ (22°, 710 mm); 0,1496 gr. ont donné 0,52 cm³ N₂ (25°, 706 mm); trouvé 0,19; 0,19% N_{NH₂}.

Séricine: 0,2581 gr. ont donné 2,5 cm³ N₂ (19°, 716 mm); 0,1882 gr. ont donné 1,84 cm³ N₂ (18°, 708 mm); trouvé 0,53; 0,53% N_{NH₂}.

Genève, Laboratoire de Chimie inorganique
et organique de l'Université.