kator, woraus sich der Ammoniakstickstoff ergibt. Zur Bestimmung des Gesamtstickstoffs verdünnt man nach der Titration die Flüssigkeit stark mit Wasser, säuert mit Salzsäure an und dampft über freier Flamme auf ein Drittel des Volumens ein. Dann versetzt man mit Natronlauge und destilliert in vorgelegte Säure.

Die Bestimmung des Ammoniaks beruht auf seiner Überführung in Hexamethylentetramin. Hexamethylentetramin gibt bei der Destillation mit Alkali in Gegenwart von Formol Trimethylamin. — Die Umsetzung

verläuft in neutralem, beziehungsweise alkalischem Medium bei grossem Formaldehydüberschuss quantitativ von links nach rechts; der umgekehrte Verlauf der Reaktion, welcher ebenfalls quantitativ ist, tritt beim Kochen der wässerigen Lösung des Hexamethylentetramins mit verdünnter Säure ein.

Eine schnelle volumetrische Bestimmungsmethode für o-, m- und p-Kresol, Thymol und Phenol haben L. V. Redman, A. J. Weith und F. P. Brock¹⁾ durch Modifikation des Wilkie'schen Verfahrens²⁾ ausgearbeitet.

Von der auf etwa $\frac{1}{10}$ -normal verdünnten Phenollösung fügt man 15 *ccm* zu einem Gemisch von 15 *ccm* Wasser und 15 *ccm* Normal-Natriumbikarbonatlösung, welches sich in einer Glasstöpselflasche von 500 *ccm* Inhalt befindet. Man versetzt mit überschüssiger 0,03-Normal-Jodlösung, schüttelt eine Minute lang und titriert nach dem Ansäuern mit 50 *ccm* Doppeltnormal-Schwefelsäure den Überschuss an Jod mit $\frac{1}{10}$ -Normal-Thiosulfatlösung unter Zusatz von Stärkelösung zurück. Tritt nach der ersten Entfärbung die Blaufärbung rasch wieder auf, so kann man noch 5 *ccm* 20-prozentige Jodkaliumlösung hinzufügen. Auf diese Weise kann man o-, m- und p-Kresol, Phenol und Thymol allein bestimmen, indem man berücksichtigt, dass o-, p-Kresol und Thymol, Dijodprodukte, m-Kresol und Phenol Trijodprodukte bilden.

Handelt es sich um ein Gemisch von Phenol und den drei Kresolen, so lässt sich die Menge des Phenols (a) und m-Kresols (b) und die Summe von o- und p-Kresol (y) berechnen aus dem Jodverbrauch (n Moleküle), wenn das Gesamtgewicht (m) von Phenol und Kresol

¹⁾ Journ. Ind. Eng. Chem. 5, 831; durch Journ. of the Soc. of chem. Industry 32, 1002.

²⁾ Vergl. diese Zeitschrift 52, 57 (1913).

bekannt ist, nach folgenden Gleichungen, in denen e das Molekulargewicht von Phenol und m -Kresol bedeutet:

$$1. a + b = x; \quad 2. x + y = m;$$

$$3. \frac{3x}{e} + \frac{2y}{108,064} = \frac{n}{2};$$

$$4. \frac{a}{94,048} + \frac{b}{108,064} = \frac{x}{e};$$

$$5. \frac{108,064 - e}{e - 94,048} = \frac{108,064 a}{94,048 b}.$$

Die Wirkung von Temperatur, Säurekonzentration und Zeit auf das Bromieren von Phenol für quantitative Bestimmungen haben L. V. Redman, A. J. Weith und F. P. Brock¹⁾ näher untersucht und sind zu folgenden Resultaten gelangt.

Zum vollständigen Bromieren von Phenol in saurer Lösung bei 22° innerhalb einer Minute genügt ein Überschuss von 2% Brom bei einer Säurekonzentration von 0,8-normal. Jodkalium muss in grossem Überschuss (über 50%) zugesetzt werden, dann erfolgt die Umsetzung mit Brom unter häufigem Schütteln in längstens einer Minute. Die Säurekonzentration soll nicht unter 0,48-normal, die Temperatur nicht unter 20° sinken.

Kaliumpermanganat zur Bestimmung einiger organischer Verbindungen benutzt C. M. Pence²⁾.

Phenol, Brenzkatechin, Resorzin, Hydrochinon, Salizylsäure (aber nicht Benzoësäure) und Salol werden durch Kaliumpermanganat in alkalischer Lösung vollständig oxydiert zu Kohlensäure und Wasser. Zur Ausführung der Bestimmung gibt man zu einer entsprechenden Menge der zu prüfenden Substanz, welche man vorher, wenn nötig, mittels $\frac{1}{2}$ -Normal-Natronlauge in Lösung bringt, 50 ccm $\frac{1}{10}$ -Normal-Kaliumpermanganatlösung und 3 oder 4 g Natriumbikarbonat.

Die Mischung kocht man 5 bis 10 Minuten, säuert bei etwa 60° mit verdünnter Schwefelsäure an und kühlt nach zwei Minuten langem Stehen weiter auf Zimmertemperatur ab. Nun fügt man 1 g Jodkalium hinzu und titriert das ausgeschiedene Jod mit $\frac{1}{10}$ -Normal-Thiosulfatlösung, deren Verbrauch dem überschüssigen Permanganat entspricht.

¹⁾ Journ. Ind. Eng. Chem. 5, 389; Chem. Zentralblatt 84, II. 87; vergl. hierzu diese Zeitschrift 53, 200 (1914).

²⁾ Journ. Ind. and Eng. Chem. 5, 218; durch The Analyst 38, 215.