

**Zur quantitativen Bestimmung des Phenols** schlägt L. Carré<sup>1)</sup> ein colorimetrisches Verfahren vor. Dasselbe beruht auf der Ueberführung des Phenols in Pikrinsäure durch Salpetersäure und auf der Bestimmung der Farbenintensität der erhaltenen Lösungen von Pikrinsäure, respective von pikrinsauren Alkalien.

Man stellt sich eine Lösung von 10 g reinem Phenol in 1000 cc dar. Durch Verdünnen von aliquoten Theilen dieser Lösung erhält man Normallösungen, die im Liter 5, 4, 3, 2, 1, 0,80, 0,60, 0,40, 0,20, 0,10 g Phenol enthalten. Man erhitzt nun je 25 cc obiger Normallösungen in kleinen Kölbchen unter Zusatz von 5 cc Salpetersäure 1—2 Stunden lang auf demselben Wasserbade. In derselben Weise behandelt man gleichzeitig 25 cc einer zu untersuchenden Phenollösung, unter Zusatz von 5 cc Salpetersäure. Ist die Phenollösung zu concentrirt, so wird sie vorher zweckmässig auf das Zehnfache verdünnt. Vergleicht man nun nach beendeter Reaction die Färbungen, so lässt sich leicht an der Uebereinstimmung der Färbung feststellen, mit welcher der Normallösungen die zu untersuchende Probe gleichen Gehalt hat.

Will man noch einen schärferen Vergleich erzielen, so fügt man nach beendeter Behandlung mit Salpetersäure 20 cc Aetznatronlösung hinzu, verdünnt auf 50 cc, filtrirt eventuell und vergleicht alsdann erst die Färbungen.

Eine Hauptbedingung für das Erhalten von richtigen Resultaten ist die Anwendung von nicht zu concentrirten Phenollösungen.

Ist das Phenol durch eine geringe Menge von Alkohol verunreinigt, so erhitzt man so lange auf dem Wasserbade bis sicher aller Alkohol verflüchtigt ist; den Volumverlust ersetzt man durch Wasser.

Ist dagegen die Phenollösung relativ reich an Alkohol, so verdünnt man dieselbe vor der Behandlung mit Salpetersäure so weit, dass eine Einwirkung auf den Alkohol nicht zu befürchten ist.

Handelt es sich um ein unreines Phenol, so muss die Behandlungsweise mit Salpetersäure auf dem Wasserbade so lange fortgesetzt werden, bis alle vorhandenen theerartigen Bestandtheile zerstört sind. Der Endpunkt der Reaction ist dann anzunehmen, wenn die bei der Einwirkung der Salpetersäure anfänglich auftretende Trübung verschwindet und die Flüssigkeit wieder klar wird.

---

<sup>1)</sup> Comptes rendus **113**, 139.

Zur Bestimmung der Phenole geben J. Messinger und G. Vortmann<sup>1)</sup> ein volumetrisches Verfahren an, das auf der Bildung von jodirten Phenolen beruht, die als Niederschläge bei der Einwirkung von Jod auf Phenole in alkalischer Lösung erhalten werden. Die Verfasser haben in einer früheren Arbeit<sup>2)</sup> die Zusammensetzung der so erhaltenen Niederschläge studirt und gefunden, dass bei dieser Behandlungsweise in der Carbonsäure 3 Atome Wasserstoff durch Jod vertreten werden, während die anderen Phenole Verbindungen von noch nicht genau festgestellter Constitution liefern. Der Verbrauch an Jod ist dabei für die verschiedenen Phenole nicht gleich, für jedes einzelne aber fanden die Verfasser ein bestimmtes Verhältniss zwischen vorhandenem Phenol und verbrauchtem Jod.

Eine Hauptbedingung für das Gelingen des Versuchs ist das Vorhandensein von genügendem Ueberschuss an Alkali. Man verfährt in folgender Weise:

2—3 g des Phenols werden in Natronlauge gelöst, so dass auf 1 Molecül Phenol mindestens 4 Molecüle Natron vorhanden sind<sup>3)</sup>. Man verdünnt die Lösung auf 250 oder 500 cc und bringt von dieser so verdünnten Lösung 5 oder 10 cc (genau gemessen) in ein Kölbchen, erwärmt auf etwa 60° C. und fügt so lange  $\frac{1}{10}$  Normal-Jodlösung hinzu, bis die Flüssigkeit durch überschüssiges Jod stark gelb gefärbt ist, worauf nach dem Umschütteln der Niederschlag entsteht. Nach dem Erkalten wird mit verdünnter Schwefelsäure angesäuert, die Lösung auf 250—500 cc gebracht und in einem aliquoten Theile des Filtrates mittelst auf die  $\frac{1}{10}$  Normal-Jodlösung eingestellter Natriumthiosulfatlösung der Ueberschuss an Jod festgestellt. Aus dem unten angegebenen Verhältniss von Phenol und verbrauchtem Jod berechnet sich alsdann der Phenolgehalt.

	Es verbrauchen:		Farbe des Niederschlags
1 Molecül	Phenol	6 Atome Jod	hochroth
1 "	Thymol	4 " "	braunroth
1 "	$\beta$ -Naphtol	3 " "	schmutzig grün
1 "	Salicylsäure	6 " "	roth

1) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **23**, 2753.

2) Ber. d. deutsch. chem. Gesellsch. zu Berlin **22**, 2312.

3) Bei der Carbonsäure selbst genügen schon 3 Molecüle.

Beim Thymol ist ein Erwärmen auf  $60^{\circ}$  C. nicht nöthig, da schon in der Kälte alles Thymol mittelst Jods ausgefällt wird.

Die Methode lässt sich auch zur Bestimmung der Salicylsäure bei Gegenwart von Benzoësäure benutzen, da letztere keinen Einfluss auf die Reaction ausübt.

Die verwandte Natronlauge muss frei von Nitriten sein, da diese auch einen Jodverbrauch bedingen würden. Am besten wird man in der Natronlauge nach dem Ansäuern durch einen blinden Versuch den Jodverbrauch feststellen, und diesen dann eventuell in Abzug bringen. In letzterem Falle muss man mit abgemessenen Mengen Natronlauge arbeiten.

Die angeführten Beleganalysen sind recht befriedigend.

---

#### IV. Specielle analytische Methoden.

Von

**F. Hofmeister und W. Lenz.**

1. Auf Lebensmittel, Gesundheitspflege, Handel, Industrie, Landwirthschaft und Pharmacie bezügliche.

Von

**W. Lenz.**

**Nachweis pathogener Bacillen.** Zur Entdeckung von Tuberkelbacillen in Milch bringt man nach K. Ilkewitsch<sup>1)</sup> 20 cc des Untersuchungsobjectes durch verdünnte Citronensäure zum Gerinnen, entfernt die Molken und löst das die Bacillen einschliessende Casein in einer Lösung von Natriumphosphat. Die so erhaltene Lösung wird mit 6 cc Aether tüchtig durchgeschüttelt, um die Einwirkung der Fettkügelchen auf die Bacillen aufzuheben, das Gemisch zur Verdunstung des Aethers stehen gelassen, die unter dem Fett befindliche Flüssigkeit abgelassen, bis zum Erscheinen der ersten Zeichen von Gerinnung mit verdünnter Essigsäure versetzt und die Mischung mit Hilfe eines modificirten Laktokrits (3600 Umdrehungen in der Minute) centrifugirt. Das hierbei zur Aufnahme der Milch bestimmte Gefäss besteht aus einer kupfernen Röhre, deren Boden durch ein angeschliffenes Näpfchen ersetzt ist, in welches

---

<sup>1)</sup> Münchener med. Wochenschr.; durch Intern. Pharm. General-Anzeiger 1892, S. 55.