

im Soxhlet'schen Extraktionsapparate. Watte, welche 0,1 % Fett enthält, eignet sich nicht für chirurgische Zwecke; eine dunkle Farbe des Ätherauszuges deutet auf ungenügendes Waschen hin. Versetzt man einen Teil dieses Ätherauszuges mit einigen Tropfen Wasser und verjagt den Äther vorsichtig, so darf der wässrige Rückstand Jodkalium-Stärkepapier nicht blau färben und nicht nach Chlor riechen. Um die freie Fettsäuren zu bestimmen, zieht man 5 g der Watte sechs Stunden hindurch mit Äther im Soxhlet'schen Extraktionsapparate aus, den Ätherauszug mischt man mit dem gleichen Volumen von absolutem Alkohol und titriert mit  $\frac{1}{10}$ -Normal-Kalilauge unter Anwendung von Phenolphthalein als Indikator. Ein Kubikzentimeter  $\frac{1}{10}$ -Normal-Kalilauge entspricht 0,284 g Stearinsäure.

### 3. Auf Physiologie und Pathologie bezügliche Methoden.

Von

**K. Spiro.**

**Aromatische Substanzen.** Über die Bestimmung des Phenols im Harn hat Marie Hensel<sup>1)</sup> Angaben gemacht. 500 ccm Harn werden nach Mooser<sup>2)</sup> schwach alkalisch bis auf 100 ccm eingedampft, diese in einen Destillationskolben übergespült und mit 25 ccm Phosphorsäure ( $D = 1,7$ ) unter Nachfüllen von Wasser destilliert, bis die Millon'sche Reaktion im Destillat verschwindet. Das Destillat wird 4-mal mit etwa  $\frac{1}{6} - \frac{1}{4}$  seines Volumens Äther ausgeschüttelt, welcher seinerseits durch 5-maliges Ausschütteln mit Natronlauge von jodbindenden Substanzen befreit ist. Die ätherische Lösung schüttelt man zuerst 4-mal mit 4-prozentiger Natriumbikarbonatlösung, welche kein Phenol aufnimmt, dann 4-mal mit etwa normaler Natronlauge aus. Diese nimmt die Phenole auf, wird bis zum Gehalt von entsprechend etwa 20 ccm  $\frac{n}{10}$ -Lauge neutralisiert und nach Kossler und Penny<sup>3)</sup> titriert. Das Verfahren ist auch in kohlehydratreichen Harnen zu empfehlen.

Die Bestimmung von Hippursäure, beziehungsweise Phenazetursäure im Harn lässt sich nach H. Steenbock<sup>4)</sup> in der Weise

1) Zeitschrift f. physiol. Chemie 78, 373.

2) Vergl. diese Zeitschrift 50, 731 (1911).

3) Vergl. diese Zeitschrift 32, 124 (1893).

4) Journ. of Biol. Chem. 11, 201.

ausführen, dass 100 *ccm* Harn mit 10 *g* Na OH und 25 *ccm* Wasserstoff-superoxyd während 2 Stunden zwecks Verseifung und Farbstoffzerstörung gekocht werden. Man versetzt dann mit Schwefelsäure bis zur sauren Reaktion sowie mit Bromwasser und bringt das Ganze auf 200 *ccm*. Von diesen werden 50 *ccm* filtriert und mit Äther ausgezogen; die nach dem Abdampfen des Äthers zurückbleibende Benzoëssäure wird sublimiert und gewogen. Wenn man das Sublimat noch mit  $\frac{n}{10}$ -Lauge titriert, so kann man berechnen, wie viel Benzoëssäure und wie viel Phenylelessigsäure darin enthalten war.

O. Folin und Fred F. Flanders<sup>1)</sup> dampfen zur Hippursäurebestimmung 100 *ccm* Harn mit 10 *ccm* 5-prozentiger Natronlauge auf dem Wasserbade zur Trockne. Der Rückstand wird mit 25 *ccm* Wasser und 25 *ccm* konzentrierter Salpetersäure unter Zusatz von 0,2 *g* Kupfernitrat und etwas Glaspulver  $4\frac{1}{2}$  Stunden am Rückflusskühler gekocht, im Scheidetrichter mit Ammoniumsulfat gesättigt und mit Chloroform ausgeschüttelt. Die gesammelten und mit schwach salzsaurer Kochsalzlösung gewaschenen Chloroformauszüge werden mit  $\frac{n}{10}$ -Natriumäthylat gegen Phenolphthaleïn titriert und so die gebildete Benzoëssäure bestimmt.

Zur Bestimmung der Hippursäure nach Theodor Hryntschak<sup>2)</sup> werden 100 *ccm* Harn mit 10 *g* NaOH in einem 1 *l* fassenden Kjeldahlkolben  $2\frac{1}{2}$  Stunden am Rückflusskühler über freier Flamme gekocht. Darauf wird Kaliumpermanganat in kleinen Portionen eingetragen und noch 5—7 Minuten gekocht. Für menschlichen Harn genügen 10 *g* Kaliumpermanganat; die Flüssigkeit muss zuletzt rot gefärbt sein. Nach dem Erkalten werden einige Eisstückchen und 15 *g* Natriumbisulfit in Substanz zugegeben, dann durch den wiederaufgesetzten Kühler portionsweise 50-prozentige Schwefelsäure bis zur völligen Auflösung des Braunsteins eingegossen. Nach einigen Stunden wird die wasserhelle Flüssigkeit 5-mal mit Äther ausgeschüttelt. Kühler und Kolben werden mit Äther nachgespült. Nach Verjagen des Äthers wird die Benzoëssäure in wasserfreiem Chloroform aufgenommen und nach Entfernung desselben gewogen.

1) Journ. of Biol. Chem. 11, 257.

2) Biochem. Zeitschrift 43, 315.