

Dosage du p-chloro m-crésol

Autor(en): **Deshusses, Jean / Valencien, Charles**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Mitteilungen aus dem Gebiete der Lebensmitteluntersuchung und Hygiene = Travaux de chimie alimentaire et d'hygiène**

Band (Jahr): **32 (1941)**

Heft 5

PDF erstellt am: **22.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-983681>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

DOSAGE DU p-CHLORO m-CRÉSOL

Par Dr *Jean Deshusses*, chimiste au Laboratoire cantonal de Genève
(Chef du laboratoire: Dr. Charles Valencien, Chimiste cantonal)

Le Manuel Suisse des Denrées Alimentaires (4^{me} édition française, p. 404) énumère un certain nombre d'agents conservateurs chlorés, entre autres le p-chloro m-crésol, sans fournir sur eux d'autres précisions que le fait que ces corps donnent la réaction du chlore après leur désagrégation par la potasse et le nitrate de potassium. Le Manuel ne cite qu'une réaction colorée d'identification, celle que développe le réactif mercure-nitrite en présence de p-chloro m-crésol.

Il est vrai que le p-chloro m-crésol ne pouvant être utilisé pour la conservation des denrées alimentaires à cause de son odeur prononcée, moins forte cependant que celle des crésols, sa recherche dans les aliments ne se justifie pas.

Il ne semble d'ailleurs pas que le p-chloro m-crésol ait suscité beaucoup d'intérêt en Suisse. Je n'ai en effet trouvé aucun travail se rapportant à lui. Il n'en est pas de même en Allemagne où ce désinfectant a fait l'objet de maintes études. L'encyclopédie d'Ullmann cite deux spécialités à base de p-chlorométa-crésol: le Phobrol et le Grotan.

Les travaux que j'ai consultés se rapportent presque tous au Sagrotan. Résumons les très brièvement.

Laubenheimer a le premier, je crois, fait connaître le haut pouvoir désinfectant du p-chloro m-crésol.

Dans son mémoire, Laubenheimer¹⁾ affirme que ce dérivé est particulièrement actif pour la désinfection des crachats tuberculeux et qu'un lavage des mains avec une solution alcoolique de p-chloro m-crésol à 1 % les rend aseptiques. Dans la pratique de la désinfection, une concentration de 0,25 % lui paraît suffisante pour tous les besoins.

Etinger-Tulczinska et Ulrich²⁾ ont plus récemment montré que les dérivés chlorés du crésol, du xylénol et du thymol ou le mélange de ces corps sont beau-

coup plus actifs que le phénol à l'égard du *B. coli*, *B. typhi*, *Staph. pyogenes aureus*. La même conclusion découle du travail de Lockenmann et Ulrich³).

L'unanimité des opinions ne s'est toutefois pas encore faite sur la valeur du Sagrotan. Tandis que les uns prônent ce désinfectant, les autres mettent en doute son efficacité dans des cas spéciaux. C'est ainsi que Wolff⁴) obtient des gants de caoutchouc aseptiques en les trempant dans une solution de Sagrotan à 2 ‰ puis en les poudrant avec du Vasoform. Les conclusions de ce mémoire ont été infirmées par Hailer et Totzeck.

La comparaison de l'activité bactéricide du Sagrotan avec celle d'autres désinfectants plus anciennement connus ont fait l'objet de quelques travaux dont les résultats sont parfois contradictoires. A ce propos, on ne consultera pas sans intérêt les notes de Laubenheimer et celles de Pels Leusden⁵).

Jacobsthal⁶) en comparant le pouvoir désinfectant du Sagrotan et du Lysoform constate une nette supériorité du Sagrotan.

Le Sagrotan paraît à Schreiber⁷) le meilleur produit pour désinfecter la lingerie souillée de bacilles tuberculeux. Un trempage des tissus dans une solution à 1,5 ‰ pendant 4 heures ou dans une solution à 0,5 ‰ pendant 12 heures lui paraît suffisant.

Le p-chloro m-crésol a trouvé également un emploi en médecine dentaire⁸). Certaines fabriques ont lancé dans le commerce des désinfectants à base de chlorocrésol et de chloroxylénol destinés à remplacer les produits couramment utilisés. Albermann et Wüttke⁹) ont fait quelques expériences pour fixer le comportement du Sagrotan à l'égard des germes anaérobies isolés de la bouche et des cavités dentaires. Ces germes sont tués en une minute en présence de 0,5 ‰ de Sagrotan et en quatre à vingt minutes lorsque la concentration est de 0,25 ‰.

Les divergences que l'on constate dans les résultats expérimentaux obtenus par divers savants peuvent s'expliquer par des techniques différentes, elles peuvent l'être également par le fait que la concentration des corps actifs d'un désinfectant est sujette à des variations. Il était donc intéressant de trouver une méthode de dosage du p-chloro m-crésol. J'ai constaté que la méthode bromométrique convient très bien au dosage de ce corps.

La bromuration fournit un dérivé dibromé le chloro 4 dibromo 2,6 métacrésol qui cristallise en longues et fines aiguilles se feutrant sur le filtre. Ce dérivé bromé peut servir à identifier le p-chloro m-crésol. Il suffit de dissoudre le chlorocrésol dans la quantité minimum de soude caustique puis d'ajouter quelques gouttes de la solution de «bromate». L'addition d'acide chlorhydrique concentré détermine la formation d'un trouble blanc. L'éprouvette est abandonnée quelque temps dans un frigo. Le précipité est filtré puis redissous dans de l'alcool à 95° chaud. On ajoute de l'eau distillée goutte à goutte jusqu'à formation d'un trouble. Par refroidissement, le dérivé bromé précipite sous forme de fines aiguilles fusibles à 71° (selon Walther et Zipper, le chloro 4 dibromo 2,6 métacrésol fond à 70—70,5°).

Dosage de p-chloro m-crésol.

Le dérivé chloré du métacrésol dont je me suis servi fond à 66°. La technique du dosage est identique à celle que j'ai exposée dans le précédent mémoire. Je n'y reviens donc pas. A partir du brome entré en réaction, j'ai calculé le facteur de transformation suivant: 0,4457.

Solution: 0,2 g p-chloro m-crésol dans 500 cm³ eau.

cm ³ solution chlorocrésol	cm ³ solution bromate	cm ³ eau	cm ³ HCl conc.	V 1	V-V 1	mg brome entré en réaction	mg chlorocrésol
5,0 (=2,0 mg)	5	25	5	8,30	1,15	4,552	2,028
5,0 (=2,0 mg)	10	20	5	17,75	1,15	4,552	2,028
10,0 (=4,0 mg)	5	20	5	7,17	2,28	9,026	4,022
10,0 (=4,0 mg)	10	15	5	16,60	2,30	9,105	4,058

Solution: 0,4 g p-chloro m-crésol dans 500 cm³ eau.

cm ³ solution chlorocrésol	cm ³ solution bromate	cm ³ eau	cm ³ HCl conc.	V 1	V-V 1	mg brome entré en réaction	mg chlorocrésol
5,0 (= 4,0 mg)	5	25	5	7,12	2,33	9,224	4,11
10,0 (= 8,0 mg)	8	17	5	10,55	4,57	18,092	8,06
15,0 (=12,0 mg)	10	10	5	12,00	6,90	27,317	12,17
20,0 (=16,0 mg)	10	5	5	9,75	9,15	36,224	16,14

Solution: 0,8 g p-chloro m-crésol dans 500 cm³ eau.

cm ³ solution chlorocrésol	cm ³ solution bromate	cm ³ eau	cm ³ HCl conc.	V 1	V-V 1	mg brome entré en réaction	mg chlorocrésol
10,0 (=16,0 mg)	10	30	5	10,81	8,980	36,792	16,39
20,0 (=32,0 mg)	13	17	5	7,86	17,867	73,203	32,62
30,0 (=48,0 mg)	15	5	5	2,85	26,835	109,945	49,00
10,0 (=16,0 mg)	10	25	10	10,99	8,800	36,054	16,06
20,0 (=32,0 mg)	13	12	10	7,83	17,897	73,325	32,68
30,05 (=48,08 mg)	15	—	10	2,80	26,885	110,150	49,09

Les résultats des expériences que j'ai consignés plus haut montrent que la précision des dosages est plus grande si l'on opère sur des quantités de p-chloro m-crésol allant de 4 à 10 mg.

J'ai vérifié ensuite que le p-chloro m-crésol est volatil dans un courant de vapeur d'eau. Cette propriété permet de le séparer aisément des autres corps non volatils.

1^o J'ai distillé 40 mg de chlorocrésol dans un courant de vapeur d'eau. J'ai recueilli le distillat dans deux ballons de 110 cm³ chargés tous deux de 10 cm³ de soude caustique 0,1 N. J'ai dosé dans le premier ballon 31,3 mg et dans le second 7,0 mg de p-chloro m-crésol soit au total 38,3 mg.

2^o J'ai distillé 40,0 mg de p-chloro m-crésol dans un courant de vapeur d'eau. Le distillat est récolté dans un ballon de 250 cm³. Le dosage du chlorocrésol dans le distillat révèle la présence de 39,6 mg.

3^o 100 mg de p-chloro m-crésol sont distillés dans un courant de vapeur d'eau. 400 cm³ de distillat sont recueillis. J'ai dosé 100,0 mg de p-chloro m-crésol dans le distillat.

La distillation du p-chloro m-crésol dans un courant de vapeur d'eau est donc quantitative.

Pour appliquer la méthode bromométrique au dosage du p-chloro m-crésol dans un désinfectant, je n'ai pas eu à ma disposition un désinfectant commercial. J'ai donc préparé un produit en dissolvant un gramme de p-chloro m-crésol dans la quantité calculée de soude caustique puis en additionnant cette solution de 0,6 g de savon ordinaire. Certes les spécialités commerciales contiennent d'autres émulseurs que le savon ordinaire, du ricinolate de potassium ou une huile sulfonée par exemple. La présence de ces émulseurs ne doit certainement pas être un obstacle insurmontable au dosage bromométrique du p-chloro m-crésol moyennant quelques modifications à la technique que je vais décrire et qui n'est valable que pour un désinfectant dont l'émulseur est le savon ordinaire.

A la solution de savon au p-chloro m-crésol, j'ai ajouté du chlorure de baryum jusqu'à précipitation complète des acides gras, puis de l'eau distillée pour porter le volume à 200 cm³. Après filtration, j'ai distillé 100 cm³ du filtrat dans un courant de vapeur d'eau et recueilli le distillat dans un ballon de 500 cm³ dans lequel j'avais mis au préalable 10 cm³ de soude caustique N. Voici les résultats des dosages:

cm ³ distillat	cm ³ solution bromate	cm ³ eau	cm ³ HCl conc.	V 1	V-V 1	mg brome entré en réaction	mg chlorocrésol	g p-chloro m-crésol dans désinfectant
5,0	5	25	5	7,15	2,748	11,259	5,018	1,004
10,0	5	25	5	4,35	2,548	22,731	10,131	1,013

L'erreur due à des substances du savon qui sont volatiles dans un courant de vapeur d'eau semble négligeable car dans un essai à blanc fait dans les mêmes conditions que précédemment, j'ai constaté qu'1 mg de brome était consommé pour 1,25 g de savon.

Il reste encore à vérifier si le chloroxylénol et le chlorothymol peuvent être dosés par bromométrie. J'espère le faire sous peu.

Résumé

- 1^o J'ai identifié le p-chloro m-crésol par son dérivé dibromé.
- 2^o J'ai dosé le p-chloro m-crésol par la méthode bromométrique.
- 3^o J'ai appliqué la méthode bromométrique au dosage de p-chloro m-crésol dans un désinfectant.

Littérature

- 1) Laubenheimer, Phénol und seine Derivate als Desinfektionsmittel. Thèse Méd. Giessen 1909.
- 2) Etinger-Tulczinska et Ulrich, Ueber die keimtötende Wirkung von Gemischen verschiedener Monochloroderivate von Phenolhomologen. Zeit. für Hyg. und Infektionskrankh. T. 113, p. 437 (1932).
- 3) Lockenmann et Ulrich, Wertbestimmung von Phenolderivaten nach verschiedenen Verfahren. Zeit. für Hyg. T. 113, p. 475 (1932).
- 4) Wolff, Sterilisation der Gummihandschuhe mit der Sagrotan-Vasoform Methode. Münch. Med. Woch. T. 84, p. 110 (1937); Hailer et Totzeck, id. T. 86, p. 331 (1939).
- 5) Laubenheimer, Vergleichende Untersuchungen über Chloramin Heyden und Sagrotan. Archiv für Hyg. T. 107, p. 386 et 391 (1931); Pels Leusden, id. p. 389.
- 6) Jacobsthal, Vergleichende bakteriologische Untersuchungen über die Anwendung von Lysoform und Sagrotan in der Geburtshilfe. Zeit. für Hyg. T. 113, p. 781 (1932).
- 7) Schreiber, Wäschedesinfektion bei Tuberkulose, ein Rückblick und neue Versuche mit Sagrotan. Zeit. Immunitätf. T. 74, p. 78 (1932), id. T. 80, p. 471 (1933).
- 8) Aka, Klinische und bakteriologische Untersuchungen mit dem Wurzelkanal-desinfiziens «chlorkresol». Thèse Méd. Halle 1937.
- 9) Albermann et Wüttke, Zur Kenntnis der Wirkung von Desinfektionsmitteln auf anaerobe Keime, besonders der Mundhöhle und der Zähne. Archiv für Hyg. T. 111, p. 278 (1933).