Jodlösung für CS_2 -Gehalte von 0,005–0,12%. Bei CS_2 -Konzentrationen von 0,001 bis 0,004% muß man vorher CS_2 in Xanthogenat überführen, das katalytisch wirksamer ist. In einem Probierglas wird 1 ml der Probe mit 2 ml einer 5%igen alkoholischen Kaliumhydroxidlösung versetzt und nach 2–3 min mit 0,3 ml 40%iger Essigsäure angesäuert. Anschließend wird 1 ml 0,005 n Jod-Azidreagens zugegeben und die Zeit zur Entfärbung gemessen.

¹ Zavodskaja Laborat. 28, 1437–1438 (1962) [Russisch]. Wiss. Forsch. Inst. f. Arbeitshygiene u. Berufskrankheiten, Leningrad. M. PŘIBYL

Die coulometrische Bestimmung von Furan in Tetrahydrofuran durch die bromometrische Titration mit amperometrischer Indikation beschreiben A. P. ZOZULJA und E. V. NOVIKOVA¹. — *Arbeitsweise*. In das Titriergefäß der früher beschriebenen Apparatur^{2,3} werden etwa 100 ml 0,1 n Kaliumbromidlösung in 1 n Salzsäure, in den Kathodenraum 0,5–1,0 n Salzsäure gegeben. Das Potential der Indicatorelektroden wird auf 240–300 mV gestellt, und unter energischem Rühren mit einem magnetischen Rührer wird die Tetrahydrofuranprobe, die 0,3–5,3 mg Furan enthält, zugegeben. Dann wird mit einem Strom von 10–30 mA titriert, und der Indicatorstrom wird in kurzen Zeitintervallen gemessen. Der Titrationsstrom wird so gewählt, daß die Titrationsdauer nicht mehr als 8–10 min beträgt. Der Endpunkt wird in einer bei amperometrischen Titrationsen üblichen Weise graphisch ermittelt. In demselben Elektrolyt können 4–5 Titrationsen durchgeführt werden, es ist nur nötig, den Bromüberschuß aus der vorhergehenden Titration zu berücksichtigen. Dieses Verfahren ermöglicht die Bestimmung von 0,3–5,3 mg Furan mit einem relativen Fehler von 1,5%. Peroxide in Konzentrationen unter 1% stören nicht.

¹ Ž. anal. Chim. 18, 1380–1383 (1963) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Staatsinst. f. angew. Chem., Leningrad. — ² DOBYČIN, S. L., u. A. P. ZOZULJA: Ž. anal. Chim. 17, 148 (1962); vgl. diese Z. 196, 373 (1963). — ³ ZOZULJA, A. P., u. E. V. NOVIKOVA: Zavodskaja Laborat. 29, 543 (1963). M. PŘIBYL

Zur colorimetrischen Bestimmung von γ -Picolin in der technischen β -Picolinfraktion wurde die Methode nach BALLARD und SCOTT¹ von E. M. GEPRŠTEJN² modifiziert. — *Arbeitsweise*. 0,01–0,02 g der mit Kaliumhydroxid getrockneten und redestillierten Probe wird in einem 100 ml-Meßkolben mit Äthanol aufgefüllt. 1 ml der Probelösung wird mit 0,25 g 2,4-Dinitrochlorbenzol, 5 ml abs. Äthanol und 0,1 g Borax versetzt, 1 Std auf siedendem Wasserbad unter einem Rückflußkühler erhitzt und nach Erkalten mit 25 ml Methanol verdünnt. Die filtrierte Lösung wird dann in 10 mm Schichtdicke in einem geeigneten Photometer mit einem grünen Filter gemessen. In zwei untersuchten Proben wurden 32,5 und 31,1% γ -Picolin gefunden; der absolute Fehler der Bestimmung betrug $\pm 2,5\%$.

¹ BALLARD, C., and P. SCOTT: Chem. and Ind. 1952, 715. — ² Zavodskaja Laborat. 28, 1438 (1962) [Russisch]. Östliches wiss. Forschungsinst. f. Kohlenchemie. M. PŘIBYL

Zur Bestimmung von ϵ -Caprolactam in technischen Lösungen verwenden Z. ZIÓLKOWSKI, J. RESPONDEK und J. PRZONDO¹ die Titration der durch Hydrolyse und Kondensation mit Formaldehyd gebildeten Schiffschen Base mit Natriumhydroxid. — *Arbeitsweise*. 0,5–1 g der Probe und 100 ml 10%iger Natriumhydroxidlösung wird 1 Std gekocht, 30 min davon unter einem Rückflußkühler. Nach der Neutralisation mit 20%iger Salzsäure und 0,2 n Natronlauge gegen Phenolphthalein gibt man 10 ml 20%iger Bariumchloridlösung und 5 ml einer gesätt. Bariumhydroxidlösung zu und filtriert die Lösung nach 15 min in einen 250 ml-Meßkolben. 100 ml der Lösung werden dann mit 0,2 n Salzsäure neutralisiert, mit 50 ml einer