

Tabelle 2. Vergleich des Kaliumpermanganatverbrauches mit dem biochemischen Sauerstoffbedarf ( $BSB_5$ )

Substanz	KMnO <sub>4</sub> -Verbrauch mg/g	BSB <sub>5</sub> -Substanz mg/g
	Substanz	Substanz
Phenol	9290	1780
o-Kresol	6765	1640
m-Kresol	6730	1700
p-Kresol	6770	—
1,3,5-Dimethylphenol	5212	824
1,2-Dihydroxybenzol	6510	689
1,3-Dihydroxybenzol	6700	1150
1,4-Dihydroxybenzol	6575	468
1,2,3-Trihydroxybenzol	4934	16
Guajacol	3900	1400

usw.) wissen, ob überhaupt nachweisbare Mengen organischer Substanz darin enthalten sind, so wird man den Kaliumpermanganatverbrauch, der bedeutend weniger Zeit in Anspruch nimmt, mit Vorteil zur Beurteilung heranziehen. Aus gezielten wasserchemischen bzw. hygienischen Motiven, insbesondere unter Berücksichtigung einiger analytischer Gesichtspunkte, die in Zusammenhang mit Fragen der Beurteilung der Oxydierbarkeit phenolhaltiger Ammoniakwasserproben kohleverarbeitender Industriebetriebe standen, wurden eine Reihe Testsubstanzen (einzelne und auch im Gemisch) nach genau festgelegten Bedingungen der maßanalytischen Bestimmung der Oxydierbarkeit mit Kaliumpermanganat unterworfen. Die experimentell ermittelten Untersuchungsergebnisse sind in Tab. 1 übersichtlich zusammengestellt. Gearbeitet wurde nach der in den Deutschen Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung verankerten Analysenmethode [1]. In der Tab. 2 wird der Kaliumpermanganatverbrauch einer Reihe von Mono- und Polyphenoltestsubstanzen dem biochemischen Sauerstoffbedarf ( $BSB_5$ ) gegenübergestellt [2].

#### Literatur

- Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlammuntersuchung, 5. Aufl., H. 4. Weinheim/Bergstr.: Verlag Chemie 1968.
- Lorenz, K.: Abwasserprobleme der Braunkohlenchemie, S. 7. Berlin: Akademie-Verlag 1957.

Dr. rer. nat. H. Thielemann  
DDR-36 Halberstadt  
Wasserturmstr. 10  
Deutsche Demokratische Republik

#### Volumetric Microdetermination of Antipyrine by Means of Oxidation with Hexacyanoferate(III)

Volumetrische Mikrobestimmung von Antipyrin durch Oxydation mit Hexacyanoferat(III)

Best. von Antipyrin; Volumetrie; Oxydation mit Hexacyanoferat(III)

S. Saxena and J. D. Pandey

Chem. Labs., University of Allahabad, Allahabad, India

Received June 26, 1972; revised September 14, 1972

Antipyrine can be oxidized by 14 equivalents of hexacyanoferate(III) resulting in the formation of phenol, acetic, oxalic and formic acids. This reaction has been utilized for a volumetric procedure for the determination of antipyrine. Hexacyanoferate(II) formed during the reaction was titrated with ceric sulphate. It has been found that the reaction is dependant on time and  $[OH^-]$  concentration. Optimum conditions have been incorporated in the working procedure. It is important that the refluxing should be performed in constant heat. A set of blanks should be run.

Amounts of 0.4–1.0 ml of 0.002 M antipyrine solution have been analyzed with a maximum error of  $\pm 1.63\%$ .

*Procedure.* 0.4 to 1.0 ml of the sample solution ( $\sim 0.002$  M antipyrine) are placed in a conical flask with ground joint and air condenser. Add a known excess of 0.02 N hexacyanoferate and 4 N sodium hydroxide solutions maintaining the total volume in the flask to 50 ml. Mix thoroughly, attach an air-tight condenser and reflux the solution for 2 h. Cool to room temperature, acidify with 4 N  $H_2SO_4$  and cool again. Titrate with 0.004 N ceric sulphate solution (in 4 N  $H_2SO_4$ ) using N-phenyl anthranilic acid as indicator. A reddish brown colour appears at the end-point. The indicator is prepared by mixing 0.01 g of the compound with 0.2 g of sodium carbonate and dissolving in a small volume of water.

Dr. J. D. Pandey  
Dept. of Chemistry  
University of Allahabad  
Allahabad  
India