Arbeitsvorschrift: 1 g getrocknetes Material wird wie üblich mit 10 ml 10 m Chromsäurelösung und 50 ml konzentrierter Schwefelsäure verbrannt, die Lösung nach dem Erkalten mit 50 ml destilliertem Wasser, 5 ml 30%iger phosphoriger Säure sowie einigen Siedesteinchen versetzt und 35 ml Flüssigkeit abdestilliert. Das Destillat fängt man in einem 50 ml Becherglas, in dem sich 1 ml 0,2 n Natronlauge befindet, auf und dampft es dann auf 5–10 ml ein. In einem zweiten Becherglas verdünnt man als Blindversuch 1 ml 0,2 n Natronlauge mit 5–10 ml Wasser. Den Inhalt beider Bechergläser oxydiert man nach GROSS u. Mitarb., verwendet aber 1–2 Tropfen 0,2 n Kaliumpermanganatlösung und 3 Tropfen 28%iger Phosphorsäure und dampft auf 2–3 ml ein. Man bringt in kleine, bei 5 ml mit einer Marke versehene Zylinder oder Reagensgläser, kühlt darin durch 2 min langes Eintauchen in Eiswasser ab, gibt 1 Tropfen 5%ige Kaliumjodidlösung zu und, nach Mischen, 10 Tropfen 0,25%ige Stärkelösung. Nach nochmaligem Durchmischen bringt man auf 5 ml, mischt und läßt mindestens 2 min in Eiswasser stehen, worauf die Messung erfolgt. Auf diese Weise lassen sich 0,10–5,00 μg Jod auf $\pm 0,02 \mu\text{g}$ genau bestimmen. Es sei noch bemerkt, daß sich Kartoffelstärke wegen der geringeren Opaleszenz ihrer Lösung besser eignet als Arrowrootstärke. A. EICHLER.

Die colorimetrische Bestimmung von p-Aminophenol in p-Methylaminophenolsulfat (Metol) wird von C. W. BALLARD¹ nach zwei Methoden durchgeführt. Die erste beruht auf der Diazotierung des Amins und Kupplung mit Resorcin in Gegenwart von Natriumcarbonat, die zweite auf der Reaktion mit p-Dimethylaminobenzaldehyd in Citratpuffer. Das letzte Verfahren ist einfacher, rascher ausführbar und genauer, erfordert jedoch photoelektrische Messung wegen der gelben Färbung und das Reagens besitzt hohen Blindwert. Die bei der Diazotierungsmethode erhaltene Rotfärbung läßt sich hingegen visuell vergleichen, wobei die Lösung im Blindversuch fast farblos ist.

1. *Diazotierungsverfahren:* 0,05 g Probe löst man in 50 ml n Salzsäure und verdünnt auf 100 ml mit Wasser. 10 ml hiervon kühlt man auf etwa 5° C ab, versetzt mit 1 ml frisch bereiteter 0,5%iger NaNO_2 -Lösung, mischt und beläßt 10 min bei 5° C. Dann fügt man 1 ml 5%ige Aminosulfon-Lösung zu, schüttelt und gibt 10 ml stets frisch hergestellter Resorcinlösung (1 g Resorcin in 20 ml 2 n Na_2CO_3 -Lösung gelöst, nach 10 min im Verhältnis 1 : 50 mit gleicher Lösung verdünnt) zu, mischt und stellt bei Raumtemperatur zur Seite. Gleichzeitig bereitet man eine Blindlösung (ohne Metol) und mißt nach genau 10 min die Differenz der Extinktionen beider Lösungen, worauf die Metolmenge der Eichkurve entnommen wird. Es wurde eine 1 cm-Zelle und LIFORD-Filter Nr. 602 verwendet.

2. *p-Dimethylaminobenzaldehyd-Verfahren:* 0,05 g Probe löst man in 50 ml n Salzsäure. Zu 3 ml dieser Lösung fügt man 5 ml 95%igen Alkohol, 10 ml 5%ige Aldehydlösung (der nach Umfällung in 95%igen Alkohol gelöst wird) und 2 ml Citratpuffer (39,4 g Citronensäure in 188 ml 2 n Natronlauge gelöst und auf 250 ml mit Wasser verdünnt) zu. Man mischt und füllt zu 25 ml auf. Dann hält man die Lösung bei 20° C im Wasserbad, worauf das Volumen korrigiert wird. In gleicher Weise richtet man einen Blindversuch her. Die Extinktionsdifferenzen mißt man genau 15 min nach erfolgtem Aldehyd-Zusatz. Weitere Behandlung wie vor, LIFORD-Filter Nr. 601.

Die zweite Methode gibt besser übereinstimmende Resultate als die erste und diese gab um 0,11–0,14% zu hohe Werte, unabhängig vom p-Aminophenol-Gehalt. Hervorgerufen wird diese konstante Differenz durch Spuren einer Substanz, die sich im Untersuchungsmaterial, nicht aber in der reinen Eichsubstanz befindet und die bei der Diazotierungsmethode nicht aber bei dem anderen Verfahren zu einer Färbung führt.

H. FREYTAG.

¹ Analyst. (Lond.) 75, 430 (1950).