

Das Original enthält auch einige Werte von L. W. DAASCH¹ und in Übereinstimmung mit K. B. KAUER² die Hauptlinien des Röntgenpulverdiagramms. Eine Zeichnung veranschaulicht die genaueren Winkelbeziehungen an einem typischen Krystall von γ -Hexachlor-cyclohexan. O. SAUTER.

Chlordan (Octachlor), eines der neuen, für höhere Lebewesen unschädlichen Insektizide, ist ein halogener Kohlenwasserstoff, Octachlor-Endomethylen-Tetrahydrohydrinden ($C_{10}H_6Cl_8$). Es wird wegen seines Molekulargewichtes auch als M 410 bezeichnet. In der ersten Zeit wurde es unter dem Namen „Velsicol 1068“ geführt.

Nach J. S. ARD³ gibt Chlordan mit Cellosolve (Äthylenglykolmono-äthyläther) — Pyridingemisch in alkalischer Lösung eine intensiv rote Farbe, die man zum spezifischen Nachweis und auch zur colorimetrischen Bestimmung verwenden kann. Andere Insektizide stören wenig.

Zum Nachweis mischt man 1 ml Probe mit 2 ml eines Gemisches von 10 ml Pyridin und 40 ml Cellosolve, fügt 1 ml alkoholische n Kalilauge zu und erhitzt unter gelegentlichem Schütteln 5 min lang im siedenden Wasserbad. 0,2% Chlordan geben noch eine weinrote Färbung von beträchtlicher Farbtiefe. 1% Chlordan färbt intensiv schwarzrot. Sehr schwache Färbungen können durch andere Stoffe verursacht werden und werden daher nicht beachtet.

Das Reagens Cellosolve kann durch Äthylenglykol, Diäthylenglykol oder Äthylenglykolmonomethyläther ersetzt werden; die auftretenden Färbungen sind allerdings etwas weniger intensiv. Glycerin, Dioxan, weitere Glykolderivate geben keine Färbung. Pyridin ist nicht unbedingt notwendig, es vertieft die Farbe aber beträchtlich.

M. E. ALESSANDRINI und V. AMORMINO⁴ empfehlen das colorimetrische Verfahren von ARD neben der Bestimmung des mit alkoholischer Kalilauge verseifbaren Chlors sowie des Gesamtchlors zur Prüfung von chlordanhaltigen Handelsprodukten.

Zur Bestimmung wird soviel Substanz eingewogen, daß die Probe etwa 2 g pro 100 ml Chlordan enthält. Als Lösungsmittel wird Benzin benutzt, und aliquote Teile werden für die einzelnen Bestimmungen angewendet.

Zur Bestimmung des labilen Chlors wendet man 5 ml der Lösung (= 0,1 g Chlordan) an. Die Lösung wird in einen Kolben gebracht, der mit einem Rückflußkühler verbunden ist, zusammen mit 50 ml einer etwa n alkoholischen Kalilauge und einigen Siedesteinchen genau $\frac{1}{2}$ Std auf einem Asbestdrahtnetz im Sieden gehalten. Nach Abkühlen werden 50 ml Wasser und 50 ml einer etwa 2 n Salpetersäure zugegeben. Der Kolbeninhalt wird quantitativ in einen Scheidetrichter übergeführt, die wäßrige Schicht abgelassen und filtriert. Die ölige Lösung im Scheidetrichter wird wiederholt mit Wasser gewaschen bis zum Verschwinden der Chloridreaktion. In den vereinigten wäßrigen Extrakten wird das Chlor mit 0,1 n $AgNO_3$ -Lösung nach VOLHARD titriert. Aus dem Verbrauch an $AgNO_3$ kann der Gehalt an ver-

¹ Analytic. Chemistry **19**, 779 (1947); vgl. diese Z. **129**, 454 (1949).

² Ind. Eng. Chem. **39**, 1335 (1947).

³ Analytic Chemistry **20**, 858 (1948).

⁴ Ann. chim. applicata **39**, 199 (1949).

seifbarem Chlor bestimmt werden. Da bei der Behandlung mit alkoholischer Kalilauge unter den angegebenen Bedingungen aus einem Molekül Octachlor 3 Moleküle HCl in Freiheit gesetzt werden, kann man auch aus dem Verbrauch an Silbernitrat den Gehalt der Handelsprodukte an reinem Octachlor berechnen.

Zur Gesamtchlorbestimmung wendet man 1 ml der obigen Lösung an. Im Kolben mit Rückflußkühler wird diese Lösung mit 25 ml Isopropylalkohol und mit 2,5 g metallischem Natrium versetzt. Nach Umschütteln hält man die Mischung auf einem Asbestdrahtnetz wenigstens 3 Std lang in leichtem Sieden. Nach dem Abkühlen wird das überschüssige Natrium sehr vorsichtig durch tropfenweise Zugabe von Wasser zersetzt, dann werden 60 ml Wasser zugegeben und der Inhalt wird quantitativ in einen Erlenmeyer überführt. Nach Zugabe von 1—2 Tropfen einer alkoholischen Phenolphthalein-Lösung wird mit Salpetersäure (1:1) neutralisiert und darüber hinaus werden noch weitere 10 ml Säure hinzugegeben. Man titriert dann nach VOLHARD mit 0,1 n AgNO_3 -Lösung.

Zur colorimetrischen Bestimmung versetzt man 0,1 ml der obigen 2%igen Lösung in einem Reagensglas mit 2 ml Pyridinreagens (10 ml Pyridin + 40 ml Äthylenglykol) und 1 ml einer etwa n alkoholischen Kalilauge. Man taucht das Reagensglas genau 5 min in ein siedendes Wasserbad, schüttelt gut um und beobachtet nach dieser Zeit die entstandene Farbe. Trotz des Ersatzes des Cello-solve durch das leichter zu beschaffende Äthylenglykol ist die Methode noch genügend empfindlich. Noch 0,0003 g sind unter diesen Bedingungen zu erkennen. Erwärmt man im Wasserbad 10 min lang, kann man noch 0,0002 g des raffinierten Handelsproduktes feststellen.

Mit Hilfe dieser Bestimmungen ist man in der Lage, ein Urteil abzugeben über die Qualität der Handelsprodukte und kann vergleichend mit genügender Genauigkeit den Gehalt an aktiver Substanz in den Handelsprodukten angeben.

K. GAEDE.

Norm-Prüfungsvorschriften für Pflanzenschutzmittel veröffentlicht H. ZEUMER¹; nachstehend ein Auszug aus diesen Vorschriften. Wegen näherer Einzelheiten sei auf das Original verwiesen.

A. Flüssiger Kolloidschwefel. 1. Zur *Schwefelbestimmung* werden 10 ml der 250fach verdünnten Kolloidlösung mit 20 ml 0,1 n Natronlauge auf dem Wasserbad zur Lösung gebracht, mit 1 ml 30%igem Perhydrol bis zum Aufhören der Gasentwicklung erhitzt, 20 ml 0,1 n Salzsäure zugegeben und mit 0,1 n Natronlauge und Phenolphthalein zurücktitriert; Verbrauch a ml. % Schwefel = $a \cdot 4,008$.

2. Die *Schwebefähigkeit* wird im 250-ml-Schüttelzylinder ermittelt, in dem 10 ml der 5fachen Ausgangsverdünnung auf 250 ml gebracht und kräftig durchgeschüttelt werden. Nach 30 bzw. 120 min werden die oberen $\frac{9}{10}$ abgehebert und verworfen. Der Rest wird eingedampft, bei 90° getrocknet und gewogen (Gewicht a Gramm). Wenn dieselben 10 ml der Ausgangsverdünnung unbehandelt nach sofortigem Trocknen wie oben die Menge b g ergeben, so ist die Schwebefähigkeit = $100 \cdot \left(1 - \frac{a}{b}\right)$ %.

B. Netzschwefel. 1. 5,0 g werden mit Schwefelkohlenstoff extrahiert, 10 ml vom Gesamtvolumen 250 ml vorsichtig abgedampft, 30 min bei 90° getrocknet, mit 10 ml Alkohol aufgenommen und mit 10 ml 30%iger Natronlauge 1 Std zur Lösung des Schwefels erwärmt, mit 3 ml Perhydrol gekocht und als BaSO_4 bestimmt (a g BaSO_4). Schwefelgehalt daraus = $a \cdot 68,7\%$.

¹ Nachr.-Bl. Biolog. Zentralamt Braunschweig 1, 107 (1949).