

dampfrückstand eines Tropfens der salzsauren Lösung der Salze der Guanidinverbindungen (Chloride oder Sulfate) im Mikrogefäß, welches mit einem mit 10% iger ätherischer 8-Oxychinolinlösung getränkten, an der Luft getrockneten und mit 25% iger wäßriger Kaliumcyanidlösung betüpfelten Rundfilter bedeckt ist, bis zur beginnenden Verkohlung in der Mikroflamme erhitzt. Die pyrolytische Dicyanabspaltung ist spezifisch für Guanidin (150  $\mu\text{g}$  Guanidincarbonat), Glycoeyamin, Melamin, Aceto- sowie Benzoguanamin und Oxamid (in Gegenwart von Phosphorperoxyd). Dicyan gibt hierbei einen roten oder rosa Ring auf dem Oxinpapier. — Verbindungen mit einer freien  $-\text{NH}-\text{C}(=\text{NH})-\text{NH}_2$ -Gruppe sind auch durch bei der Pyrolyse abgespaltenen Ammoniak selektiv nachweisbar. Nach 10 min Trocknung im Glycerinbad von etwa 180° C wird das Mikrogefäß (mit der getrockneten Substanzprobe oder dem Eindampfrückstand der salzsauren Lösung) mit einer Filterscheibe, welche mit einem Tropfen NESSLER-Reagens angefeuchtet ist, bedeckt und einige Minuten im Glycerinbad auf 250° C erhitzt. Ammoniak gibt die bekannte Braun- oder Gelbfärbung. Auf diese Weise waren 2  $\mu\text{g}$  Guanidincarbonat bzw. Chlorid, 5  $\mu\text{g}$  Nitroguanidinchlorid, 1  $\mu\text{g}$  Dicyandiamidsulfat, 5  $\mu\text{g}$  Argininchlorid, 100  $\mu\text{g}$  Streptomycinsulfat und 0,3  $\mu\text{g}$  Dicyandiamid nachweisbar. Amine und Aminosäuren, außer Argininchlorid, spalten unter den Versuchsbedingungen kein Ammoniak ab. Harnstoff, Harnstoffderivate und Biuret stören den Nachweis, da sie bei 250° C Ammoniak entwickeln.

H. CARLS

**Cerimetrische Bestimmung von Glycerin und Glykol.** Nach Untersuchungen von N. N. SHARMA und R. C. MEHROTRA<sup>1</sup> werden beide Stoffe beim Erhitzen mit überschüssigem Cer(IV)-sulfat in etwa 2 n schwefelsaurer Lösung quantitativ zu Ameisensäure oxydiert. Erhitzt man dagegen mit Cer(IV)-sulfat in sehr stark schwefelsaurer Lösung bei Gegenwart einer kleinen Chrom(III)-menge, die als Katalysator wirkt, so erfolgt quantitative Oxydation zu  $\text{CO}_2$ . (N. N. SHARMA und R. C. MEHROTRA<sup>2</sup> glaubten früher festgestellt zu haben, daß viele organische Säuren, darunter auch Ameisensäure, mit Cer(IV)-sulfat in stark schwefelsaurer Lösung vollständig zu  $\text{CO}_2$  oxydiert würden. Wie die Verff. jetzt fanden, enthielt das früher verwendete  $\text{Ce}^{\text{IV}}$ -Präparat kleine Beimengungen von Chrom. Von reinem  $\text{Ce}^{\text{IV}}$ -Sulfat wird Ameisensäure nicht merklich angegriffen.) Die Oxydation von Glycerin vollzieht sich entgegen Literaturangaben nicht über Tartronsäure als Zwischenprodukt. — *Bestimmung von Glycerin und Glykol nebeneinander.* Je 2 ml der zu untersuchenden Lösung werden in 2 Kölbchen mit überschüssiger, etwa 2 n schwefelsaurer 0,13 n  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ -Lösung versetzt und 30 min am Rückflußkühler gekocht. In der 1. Probe wird hierauf der  $\text{Ce}^{\text{IV}}$ -Überschuß wie früher<sup>2</sup> angegeben bestimmt. Zu der 2. Probe gibt man einen Tropfen 1% ige  $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ -Lösung und etwa 7 ml konz. Schwefelsäure, setzt das Erhitzen unter Rückfluß fort und titriert anschließend wieder den Cer(IV)-überschuß zurück. Aus den Titrationsergebnissen können die Gehalte an Glycerin und Glykol berechnet werden. Die Analysengenauigkeit beträgt nach den mitgeteilten Zahlen etwa  $\pm 1\%$ .

K. BRODERSEN

**Papierelektrophorese von Polyalkoholen.** D. GROSS<sup>3</sup> hat über die papier-elektrophoretische Trennung von Polyalkoholen mit einer früher beschriebenen

<sup>1</sup> Anal. chim. Acta (Amsterdam) **13**, 419—423 (1955). Univ. Allahabad und Lucknow (Indien).

<sup>2</sup> Anal. chim. Acta (Amsterdam) **11**, 417 (1954); vgl. diese Z. **147**, 201 (1955).

<sup>3</sup> Nature (London) **176**, 362—363 (1955). Tate and Lyle Ltd., Ravensbourne, Keston, Kent (England).