

Chloroformlösung mit verd. Ammoniak entfernt werden. Danach wird das Nickel aus der Chloroformphase mit Salzsäure extrahiert. In dieser Lösung wird das Nickel-(II) mit Bromwasser zu Nickel(IV) oxydiert und anschließend das überschüssige Brom mit Ammoniak (1:1) genau neutralisiert. Durch Zugabe von 1 ml Ammoniak stellt man einen pH-Wert von 10,4 ein, gibt die Dimethylglyoximlösung hinzu und mißt nach 60 min die Absorption bei 442 nm. Trägt man die Absorption in Abhängigkeit vom Nickelgehalt auf, so zeigt es sich, daß die Steigung der Geraden mit zunehmendem Salzgehalt der Lösung steiler wird. Die Eichkurve muß deshalb mit Seewasser gleichen Salzgehaltes aufgenommen werden.

[1] Anal. Chim. Acta **35**, 42—53 (1966). Dept. Chem. Hawaii Inst. Geophys., Univ. Honolulu, Hawaii (USA). E. SCHUSTER

Zur Bestimmung der substituierten Harnstoff-Herbicide Linuron, Monuron, Diuron, Neburon und Fenuron in Oberflächengewässern hydrolysierte S. E. KATZ [1] die Herbicide im sauren Medium, diazotierte die entstehenden Anilinderivate und bestimmte die Konzentration nach Kuppeln zu einem Farbstoff colorimetrisch bei 555 nm. — *Arbeitsvorschrift*. 100 ml Wasser werden mit 5 × 50 ml Chloroform extrahiert; den Abdampfrückstand mit 15 ml 6 N Salzsäure versetzen und 1 Std am Rückfluß kochen, abkühlen lassen und mit 75 ml Wasser verdünnen. Mit 1 ml 2%iger NaNO₂-Lösung wird diazotiert, der Nitrit-Überschuß wird mit 1 ml 10%iger Ammoniumsulfamat-Lösung zerstört (10 min). Danach setzt man 2 ml 1%ige N-(1-Naphthyl)-äthylendiamin-dihydrochlorid-Lösung zu und läßt 15 min stehen. Mit 10 ml n-Butanol und 25 g Kochsalz schüttelt man die Farblösung kräftig durch und zentrifugiert anschließend ab. Von der Butanolschicht pipettiert man genügend in eine 1 cm-Zelle eines Spektrophotometers und mißt die Farbintensität bei 555 nm. — Für die Eichkurven verwendet man entweder die reinen Herbicide oder man führt dieselbe Prozedur mit den entsprechenden Anilinderivaten durch. Die Korrekturfaktoren bei 3,4-Dichloranilin als Eichsubstanz betragen für die Mikro-Mengen Diuron 1,44, Neburon 1,69 und Limuron 1,53. Bei p-Chloranilin für Monuron 1,56; bei Anilin für Fenuron 1,76. — Für die qualitative Bestimmung wird die Dünnschicht-Chromatographie herangezogen. Hierzu extrahiert man 1 l Wasser mit 5 × 100 ml Chloroform, den Abdampfrückstand nimmt man mit Aceton auf. Entwickelt wird in Methanol-Methylchloroform-2,2,4-Trimethylpentan (5:35:60) auf Eastman Chromatogram Sheet Nr. K 301 R2. Man färbt an mit Ninhydrin-Reagens. — Die Erfassungsgrenze bei der quantitativen Bestimmung liegt für Limuron, Diuron und Neburon bei 0,02 ppm, für Monuron bei 0,03 ppm und für Fenuron bei 0,04 ppm.

[1] J. Assoc. Offic. Anal. Chemists **49**, 452—456 (1966). New Jersey Agri. Exp. Stat., Rutgers, The State Univ., New Brunswick, N. J. (USA). F. ENZMANN

4. Analyse von biologischem Material

Bestimmung von N-Acetyl-p-aminophenol im Harn. Zum Nachweis einer übermäßigen Anwendung von Analgetica wie *Acetophenetidin*, *N-Acetyl-p-aminophenol* (APAP) oder *Acetanilid* beschreiben R. M. WELCH und A. H. CONNEY [1] eine quantitative Bestimmungsmethode für Urin. — *Arbeitsweise*. Zu 1 ml Urin gibt man 4 ml 4,0 n Salzsäure und 1,0 ml Wasser oder 1 ml einer Standardlösung. Das gut verschlossene Röhrchen wird 1 Std im kochenden Wasserbad erhitzt. Dann wird auf genau 10 ml mit Wasser aufgefüllt, so daß jeder Milliliter 0,1 ml Urin entspricht. 1 ml dieser Lösung gibt man in eine 20 ml-Küvette und setzt eine frisch bereitete Mischung von 80 ml 0,2 n Natronlauge, 10 ml 1%iger Phenollösung