

mit Wasser verdünnen) zugegeben. Nach 5 min werden der Mischung 1 ml 3,4-Xylenol (1%ig in Aceton) und 50 ml Schwefelsäure (710 ml konz. Schwefelsäure und 250 ml Wasser) zugefügt, geschüttelt und 15 min stehengelassen; dann wird mit Wasser bis zum Kolbenhals verdünnt und abgekühlt. Das nitrierte Xylenol wird zweimal mit Petroläther (KP 35–37°C) extrahiert, der Petroläther (75 ml) mit 10 ml 10%iger Natronlauge geschüttelt. Die gefärbte Schicht wird gegen Wasser bei 430 nm gemessen. Die Nitratvergleichslösungen zur Eichkurve enthalten 10, 25, 50, 100, 150 und 200 µg Nitrat in 1 ml; sie werden aus einer Standardlösung hergestellt, die 8,50 g KNO₃/1000 ml Wasser enthält. Leider gelang es nicht, das Aluminiumoxid restlos von Nitrat, Nitrit und Chlorid zu befreien, ohne die für seine Verwendung erforderlichen Eigenschaften irreversibel zu schädigen.

[1] J. Assoc. Offic. Agr. Chemists 48, 648–653 (1965). Dept. Biochem., Purdue Univ., Lafayette, Ind. (USA).
K. PHILIPPI

Ein spektralphotometrisches Verfahren zur Bestimmung von 2-(4'-Thiazolybenzimidazol) (Thiabendazol) in Futtermitteln beschreiben C. R. SZALKOWSKI und J. KANORA [1]. Man extrahiert mit methanolischer Salzsäure, entfernt störende Substanzen, indem man die alkalische Lösung mit Chloroform behandelt und führt durch Zink in Gegenwart von p-Phenylendiamin in einen Sulfidkomplex über, der oxydiert wird. — *Arbeitsweise.* Eine bestimmte Menge der im Mixer gut zerklüfterten (30 mesh) Probe, die ungefähr 500 µg Thiabendazol enthalten sollte, wird mit 100 ml 0,2 n Salzsäure in Methanol (1:1) versetzt, 1 Std mechanisch gerührt oder geschüttelt und dann zentrifugiert oder filtriert. Bei Proben, die 0,1% oder mehr Thiabendazol enthalten, geht man von 1 g des Materials aus und versetzt ebenfalls mit 100 ml der alkoholischen Salzsäure und verdünnt dann einen aliquoten Teil des klaren Zentrifugats mit der alkoholischen Salzsäure auf eine Konzentration von 100 µg Thiabendazol in 20 ml. Von den klaren Extraktlösungen werden 20 ml in einem 50 ml-Zentrifugenglas mit 5 ml einer 5%igen Natronlauge und ferner mit 3 g Natriumchlorid versetzt, umgeschüttelt, 15 ml Chloroform hinzugefügt und dann 5 min lang kräftig geschüttelt. Nachdem man 5 min zentrifugiert hat, wird die untere Chloroformschicht vorsichtig in einen 50 ml-Meßkolben abpipettiert und die Extraktion mit 15 und 10 ml Chloroform wiederholt. Die vereinigten Extrakte werden mit Chloroform zu 50 ml ergänzt und zu 10 ml davon in einem 50 ml-Zentrifugenglas 20 ml einer verd. Salzsäure (9 ml zu 100 ml verdünnt) hinzugefügt, 5 min kräftig geschüttelt und dann 2 min zentrifugiert. 15 ml des klaren Zentrifugats werden 20 min ins siedende Wasserbad gestellt, auf 25°C (± 3°C) abgekühlt und dann 5 ml einer 0,05%igen wäßrigen p-Phenylendiamindihydrochloridlösung hinzugegeben, umgeschüttelt und sofort noch 0,1 g (± 5 mg) Zinkstaub zugefügt. Nach 2 min gibt man noch 5 ml Eisensulfatlösung zu (25 g Eisen(III)-ammoniumsulfat in 100 ml Wasser + 3 ml konz. Schwefelsäure) und stellt noch 15 min bis zur vollständigen Lösung des Zinks ins Wasserbad. Zur abgekühlten Probe gibt man weitere 2 ml Eisensulfatlösung und nach 30 min schließlich noch 5 g wasserfreies Natriumsulfat und 5 ml n-Butanol. Man schüttelt kräftig, zentrifugiert und mißt die Farbintensität unter Verwendung einer 1 cm-Küvette bei 605 nm gegen n-Butanol im Spektrophotometer. Entsprechend werden Blindprobe und Standardlösungen hergestellt. Bei den letzteren geht man von einer Grundlösung aus, die 50 mg Thiabendazol in 100 ml der alkoholischen Salzsäure enthält, und verdünnt weiter 1:10. 10 ml dieser Lösung werden mit der alkoholischen Salzsäure zu 100 ml ergänzt. Nithiazid, Enheptin und Sulfathiazol stören die Bestimmung. Die Genauigkeit wird zwischen 97,6–106,6%, die Standardabweichung zu 2,44% angegeben.

[1] J. Assoc. Offic. Agr. Chemists 48, 288–295 (1965). Merck Chem. Div., Merck & Co., Inc., Rahway, N.J. (USA).
D. RITTWEGGER-HELLIGMANN