(20%) of standard in 250 ml distilled water. The working solutions were prepared by suitable dilution with water. An alkaline hypobromite solution was prepared by adding 10 g of sodium hydroxide into 500 ml of water followed by 2.75 ml of bromine. A 20% (w/w) of cetrimide solution was also made up by dissolving 20 g cetrimide into 80 g distilled water.

Procedure. A schematic flow diagram of the system used is shown in Fig. 1. The sample was injected manually and the flow rates were:

- i. carrier stream (distilled water) = 3.6 ml/min
 - ii. sodium hypobromite solution = 0.8 ml/min
 - iii. cetrimide = 0.8 ml/min
- Detection Wavelength = 475 nm

Results and discussion

The proposed system (Fig. 1) was designed in order to optimise the sampling rate, reagent composition and consumption of sample and reagents. In order to obtain a desirable speed of analysis with a satisfactory degree of sample dispersion, the flow rate of the carrier stream was chosen at 3.6 ml/min.

Chlorhexidine digluconate standard sample solutions of 100, 200, 300, 400 and 500 ppm were made up using the stock solution. These samples were injected and a linear calibration graph was obtained (Fig. 2). The 500 ppm solution was injected three times at 30 s, 45 s and 60 s intervals. It was found that the highest possible sample injection frequency without any overlapping of peaks was at 60 s intervals.

In conclusion, this study shows the feasibility of employing flow injection analysis with spectrophotometric technique for chlorhexidine analysis. This method is fast, sensitive, reproducible and is suitable for routine determination.

References

1. British Pharmacopoeia, 1980, Volume 1, P100
2. Holbrook A (1958) *J Pharm Pharmacol* 10:370
3. Rose FL, Swaim G (1956) *J Chem Soc* 4422

Received April 26, 1988

Fresenius Z Anal Chem (1988) 332:371 — © Springer-Verlag 1988

Silbernitratimprägnierte Sorptionsschichten zur Trennung von mehrwertigen Phenolverbindungen

Horst Thielemann

Großstrasse 8, DDR-1702 Treuenbrietzen,
Deutsche Demokratische Republik

Sorption layers impregnated with silver nitrate for the separation of polyhydric phenolic compounds

Die drei isomeren Dihydroxybenzene (1,4-, 1,2- und 1,3-Dihydroxybenzen) lassen sich auch bei gleichzeitiger Anwesenheit von beispielsweise 1,2,3-Trihydroxybenzen, 1,3,5-Trihydroxybenzen und auch Phenol an silbernitratimprägnierten Kieselgel-G-Schichten (Merck, BRD) trennen und identifizieren. Diese Trennung wird dadurch möglich, daß in Anwesenheit von Silbernitrat 1,2- und 1,4-Dihydroxybenzen zu 1,2- bzw. 1,4-Benzochinon oxidiert werden, beim 1,3-Dihydroxybenzen diese Oxidation jedoch nicht eintritt.

Experimentelles

Zur Beschichtung von fünf Platten (20 × 20 cm) mit einer Schichtdicke von 0,25 mm werden 25 g Kieselgel-G (Merck) mit

50 ml dest. Wasser und 1 g Silbernitrat vermischt und anschließend mit dem Streichgerät ausgezogen. Es empfiehlt sich, die Platten an der Luft zu trocknen, anschließend 1 h zu aktivieren und dann an einem dunklen Ort aufzubewahren. Bei Verwendung eines Laufmittelsystems von Benzen/Methanol/Essigsäure (80 + 10 + 10) kann man nach dem Entwickeln mit einer 0,02%igen ethanolischen Lösung Rhodamin B und anschließender 5-min-UV-Behandlung (verwendet wurde eine Thelta-Sonne, Typ Q 63/1, 600 W, VEB Thelta-Mehlis) für die aufgetragenen Phenol-(Chinon)-verbindungen recht beständige rosa bis violette Farbflecke erkennen.

Zur Identifizierung von 1,2- und 1,4-Benzochinon eignet sich auch eine 2%ige wäßrige Lösung von 4-Aminoantipyrin [1-Phenyl-2,3-dimethyl-4-aminopyrazolon-(5)].

hRf-Werte: 1,2-Benzochinon 64; 1,3-Dihydroxybenzen 33; 1,4-Benzochinon 89; 1,2,3-Trihydroxybenzen Startpunkt; 1,3,5-Trihydroxybenzen 4; Phenol 70.

Unter analogen Bedingungen ergaben sich für die sechs isomeren Dimethylphenole (Xylenole) folgende hRf-Werte:

2,4-Dimethylphenol 80; 3,4-Dimethylphenol 75; 2,6-Dimethylphenol 90; 2,3-Dimethylphenol 80; 3,5-Dimethylphenol 77; 2,5-Dimethylphenol 81.

Eingegangen am 18. Juli 1988