wendung von getrocknetem standardisiertem Silicagel ergeben zu niedrige Olefinwerte, außerdem tritt eine Schleppenbildung der Olefine in die aromatische Fraktion ein. Diese Nachteile der FIA-Analyse können durch Verwendung von Silicagel, welches 4 Gew.-% Wasser enthält, vermieden werden. Zur Vorbereitung der Säulenfüllung wird Silicagel zunächst durch 3–4stündiges Erhitzen auf 150–200°C nach ASTM D 1319-58 T aktiviert, danach in Flaschen gefüllt und mit einer entsprechenden Menge Wasser, die in die Flaschen einpipettiert wird, innig vermischt bis keine feuchten Klumpen mehr sichtbar sind. Das Silicagel bleibt dann über Nacht stehen. In einer Versuchsreihe wird der Einfluß des Wassergehaltes des Silicagels auf das Ergebnis der FIA-Analyse untersucht. In einer zweiten Versuchsreihe werden die für aktiviertes Silicagel und desaktiviertes Silicagel (+4% Wasser) an einer Reihe von Mischungen aus verschiedenartigen Benzinfraktionen festgestellten Werte für gesätt. Kohlenwasserstoffe, Olefine und Aromaten miteinander verglichen. Die mit desaktiviertem Silicagel erhaltenen Werte sind sehr gut.

¹ Analyt. Chemistry **33**, 1556–1558 (1961). Texaco Res. Center, Beacon, N. Y. (USA). O. ABEL

Über die Identifizierung der in Montanwachs enthaltenen Fettsäuren berichten D. R. HEWETT, P. J. KIPPING und P. G. JEFFERY¹. Die nach Verseifung des Wachses isolierten freien Säuren wurden in die Methyl ester übergeführt und gaschromatographisch an einer 1,20 m langen mit Phosphorsäure vorbehandelten 10% Adipinsäureäthylenglykol-polyester auf Celite (100–200 mesh) enthaltenden Säule² getrennt. In Übereinstimmung mit Arbeiten von W. FUCHS und R. DIEBERG³ wurden nur gesättigte, unverzweigte Fettsäuren nachgewiesen. Die Analyse der Fettsäuren eines Montanwachses ergab folgende Zusammensetzung: 0,25% C₂₂, 0,25% C₂₃, 7,5% C₂₄, 2,0% C₂₅, 22,0% C₂₆, 3,5% C₂₇, 27,5% C₂₈, 3,0% C₂₉, 24,0% C₃₀, 2,0% C₃₁, 8,0% C₃₂.

¹ Nature (London) **192**, 65 (1961). Warren Spring Lab., Stevenage, Herts. (England). — ² METCALFE, L. D.: Nature (London) **188**, 142 (1960); vgl. diese Z. **183**, 208 (1961). — ³ Fette, Seifen, Anstrichmittel **58**, 826 (1956). H. GARSCHAGEN

Zur Bestimmung von Ammoniumrhodanidgehalten von über 1% im technischen Thioharnstoff geben K. SEIFFARTH und H. W. ARDELT¹ folgende Arbeitsvorschrift an: Die Einwaage, die 100–150 mg Ammoniumrhodanid enthalten soll, wird in 50 ml Wasser gelöst und mit 5 ml 20%iger Phosphorsäure versetzt. Dann gibt man unter Eiskühlung gesätt. Bromwasser tropfenweise bis zur bleibenden Gelbfärbung zu und läßt 30 min bei Zimmertemperatur stehen. Dabei wird Ammoniumrhodanid in Bromcyan umgewandelt und Thioharnstoff in Harnstoff. Das überschüssige Brom wird durch tropfenweisen Zusatz von Methacrylsäure entfernt. Nach 45 min gibt man etwa 1 g Kaliumjodid zu und läßt 30 min verschlossen stehen. Das gebildete Jod titriert man mit 0,1 n Natriumthiosulfatlösung. — Die Standardabweichung beträgt $\pm 0,3\%$. — Rhodanidgehalte unter 1% bis zu 0,003% können photometrisch bestimmt werden. Man überführt die Rhodanidionen wie oben in Bromcyan und versetzt dann mit Pyridin und Benzidin. Die entstehende Rotfärbung wird photometriert.

¹ Z. Chem. **1**, 372 (1962). Hauptlaboratorium des VEB Stickstoffwerk Piesteritz. A. DORNEMANN

Eine einfache Methode zur gleichzeitigen Bestimmung von Hydrochinon (HC), Benzochinon (BC) und dem Monomethyläther des Hydrochinons (MMHC), die sich als Inhibitoren in Acrylsäureestern und Acrylnitrilen befinden, haben D. P. JOHNSON und F. E. CRITCHFIELD¹ entwickelt. BC wird in das Bis-(2,4-dinitro-