

Beimengungen im Reinäthylen für die Polyäthylen-Herstellung bestimmen A. V. ALEKSEJEVA und K. A. GOLBERT¹ durch Gaschromatographie. Eine Analyse dauert etwa 25 min, dabei beträgt der relative Fehler 10–15%. Die Autoren verwenden für ihre Untersuchungen einen Gaschromatographen ChT-2M. Als Säulenfüllung dient aktives Aluminiumoxid (0,25–0,50 mm), das mit einer verdünnten Natronlauge getränkt (auf 100 g Al₂O₃ 3 g NaOH in 80 ml dest. Wasser) und anschließend bei 150°C getrocknet worden ist. Ebenfalls benutzt wird Diatomenerde (0,25–0,50 mm), die zu 30% mit Dibutylphthalat getränkt ist. Die Untersuchungen ergeben, daß eine 5 m-Säule, mit Aluminiumoxid gefüllt, Äthylen, Wasserstoff, Kohlenoxid, Methan, Propan und Propylen voneinander trennt, während der Äthanpeak vom Äthylen überdeckt wird. *n*-Butan und Acetylen werden vom Propylen abgetrennt, sie selbst werden erst in einer nachgeschalteten Dibutylphthalatsäule (30–100 cm) aufgetrennt. Als Trägergas dient Luft (22 ml/min). Die Al₂O₃-Säule ist stufenweise bis auf 130°C aufheizbar.

¹ Zavodskaja Laborat. 27, 972–975 (1961) [Russisch]. Forsch. inst. synthet. Alkohole u. organische Produkte. H.-J. DREWITZ

Zur Bestimmung von Verunreinigungen in Mononatriumglutamat hat J. SETO¹ die *Rechteckwellen-Polarographie* verwendet. Für die Pb-Analyse wird die Polarographie in (1 m HClO₄ + 0,125 m NaCl)-Leitsalzlösung empfohlen, eventuell nach Dithizonextraktion oder Veraschung. L-Cystin stört dabei nicht. Bei der Zn-Analyse wird am besten über die Dithizonmethode in einer Salzsäurelösung angereichert die Lösung neutralisiert und in (0,1 m CH₃COONH₄ + 0,025 m KSCN)-Leitsalzlösung polarographiert. Nach der Methode von R. PŘIBIL und Z. ROUBAL² kann Ca auch polarographisch gut bestimmt werden. Die analysierten Gehalte lagen bei 1,1–2,4 ppm für Pb, bei weniger als 2 ppm für Zn und bei 220–240 ppm für Ca.

¹ Jap. Analyst 10, 401–406 (1961) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Ajinomoto Co., Kawasaki Factory (Japan). — ² Collect. czechoslov. chem. Commun. 19, 252 (1954); vgl. diese Z. 141, 125 (1954). K. CRUSE

Die polarographische Bestimmung von Divinylbenzol (DVB) in Produkten der Diäthylbenzoldehydrierung war Gegenstand eingehender Untersuchungen von J. PAŠČIAK¹. Danach werden DVB-Isomere an der Quecksilbertropfenelektrode zweistufig reduziert, während die Diäthylvinylbenzole (DÄVB) nur einstufige Reduktion erfahren. Als Leitelektrolyt wurde Tetrabutylammoniumjodid in Dimethylformamid verwendet. Es wurden für p-DVB die Halbstufenpotentiale –2,15 und –2,48 V, für m-DVB –2,26 und –2,43 V gefunden. Das DÄVB-Gemisch zeigte ein Halbstufenpotential von –2,45 V. In Gegenwart von Protondonatoren (Methanol, Äthanol, Phenol) erfolgt ausreichende Trennung der polarographischen Stufen, wodurch eine Bestimmung der Dehydrierungsprodukte ermöglicht wird. — *Polarographie*. Zu 2 ml der 0,1 m Lösung von Tetrabutylammoniumjodid in Dimethylformamid fügt man 0,50 ml etwa 0,50%ige Lösung der Probe in Äthanol oder Methanol. Nach Beseitigung des Sauerstoffs im Flüssigkeitgemisch durch Stickstoff polarographiert man mit einem Anfangspotential von –1,4 V. Den Gehalt an DVB liest man aus einer Eichkurve ab, die die lineare Abhängigkeit der Halbstufenpotentiale von der Konzentration wiedergibt. Styrol und Naphthalin sind ohne Einfluß, die Bestimmung erfordert etwa 15–20 min. — *Chromatographische Trennung der Bestandteile des handelsüblichen DVB*. Man wäscht eine Aluminiumoxidsäule (285 mm Höhe und 10 mm Ø, 8,5 g Füllmenge) zuerst mit 35 ml reinem n-Heptan und bringt dann 1 ml einer 1,09%igen Lösung des Handelsproduktes in n-Heptan auf. Man chromatographiert mit 10 ml reinem n-Heptan und wäscht anschließend mit einer 6%igen Lösung von Benzol in n-Heptan. Sobald 25 ml