Über die Trennung von festen und flüssigen Fettsäuren mit Hilfe von sauren Seifen berichten W. O. MUNNS, S. KAIRYS und D. A. MANION¹. Das Verfahren wird benutzt, um aus Talgfettsäuren Fraktionen von gesätt. und ungesätt. Fettsäuren zu gewinnen. Die sauren Seifen der gesätt. Fettsäuren stellen gut charakterisierte Addukte der Zusammensetzung $R \cdot COOMe \cdot RCOOH$ dar, wobei Me Na, K oder NH_4 sein kann. Sie können in kristallisierter Form aus wäßrigen Lösungen abgeschieden werden, während die ungesätt. sauren Seifen in Lösung bleiben. Die optimalen Kristallisationsbedingungen sind: Seifenkonzentration 2–5%, pH 7,0–8,0, anfängliche Kristallisationstemperatur nicht unter 25°C, Kristallisationsperiode mindestens 4 Std (innerhalb welcher Zeit eine gleichmäßige Abkühlung auf 5 bis 10°C erfolgen muß), vorsichtiges Umrühren. — In einer weiteren Arbeit² berichten die gleichen Verf. über Untersuchungen mit einer Versuchsanlage. Zum Ansäuern wird an Stelle von Kohlendioxid Mineralsäure vorgeschlagen und zur Abtrennung der festen sauren Seifen werden Vakuumfilter verwendet. Die Übertragung des Verfahrens auf andere Fette wird untersucht.

¹ J. Amer. Oil chem. Soc. **39**, 189–192 (1962). Canada Packers Ltd. und Univ., Toronto (Canada). — ² J. Amer. Oil chem. Soc. **39**, 192–193 (1962).

H. GARSCHAGEN

Zur gaschromatographischen Analyse von 3-Chlor-2-methylpropen-1 verwenden L. I. VIRIN, L. M. BUŠINSKAJA und R. V. DŽAGACPANJAN¹ eine Trennsäule von 3,6 m Länge und 6 mm Durchmesser mit 20% Trikresylphosphat auf Celite-545 bei 70°C mit Helium als Trägergas. Im technischen Produkt wurden auf dieser Trennsäule folgende Stoffe gefunden: *Isobuten*, *tert.-Butylchlorid*, *Allylchlorid*, ein nicht identifizierter Stoff, *Isocrotylchlorid*, *3-Chlor-2-methylpropen-1* und *Dichlorisobutan*. Die quantitative Auswertung der Chromatogramme erfolgt nach der Methode eines inneren Standards: zu der Probe wird 2–15% Chloroform zugegeben, dessen Peak dem der Hauptkomponente folgt. Der Fehler der Analyse beträgt 5,5%.

¹ Zavodskaja Laborat. **29**, 1301–1302 (1963) [Russisch]. M. PŘIBYL

Thioharnstoff(I) in technischen Produkten bestimmen M. S. ROVINSKIJ, A. E. KRETOV und S. I. ZLOTČENKO¹ durch Titrationen mit 0,05 n Quecksilber(II)-nitrat und amperometrischer Anzeige. Der anodische Oxydationsstrom von (I) fällt während der Bildung von $Hg(SCN_2H_4)_2^{2+}$ ab und die Titrationskurve hat die übliche L-Form. Man arbeitet in 0,5 n Kaliumnitrat als Grundelektrolyt, mit einer glatten Platin- und gesätt. Kalomelektrode. Der Fehler überschreitet nicht $\pm 0,2\%$ rel. für 0,1–0,4g (I), daher sind die Resultate genauer als bei den bisher angewandten titrimetrischen Verfahren. Dicyanamid und Harnstoff, die die wesentlichsten Beimischungen in technischen Produkten von (I) sind, stören die Titration von (I) nicht.

¹ Zavodskaja Laborat. **29**, 154–156 (1963) [Russisch]. Chem. Technolog. Inst., Dnepropetrowsk (UdSSR). L. SOMMER

Eine chronometrische Methode zur Bestimmung von Schwefelkohlenstoff in Benzol und Tetrachlorkohlenstoff wird von E. E. GERŠKOVIĆ¹ beschrieben. Die Geschwindigkeit der Jod-Azidreaktion ist von der Schwefelkohlenstoffkonzentration in der Lösung abhängig, so daß sich an Hand einer Eich-tabelle der Schwefelkohlenstoffgehalt aus der Reaktionszeit ermitteln läßt. — *Arbeitsweise*. 1 ml der Probe wird in einem Probierglas mit 1 ml Äthanol und 2 ml Jod-Azidreagens versetzt und die Zeit zur Entfärbung der gelben Lösung gemessen. Das Jod-Azidreagens enthält 30 g Natriumazid in 1 l 0,1 n Jodlösung für CS_2 -Gehalte von 0,15–1,5% oder in 0,005 n