neutralen 30%igen Formaldehydlösung versetzt und mit 0,2 n Natronlauge gegen Phenolphthalein titriert. Der Bestimmungsfehler beträgt etwa 1%. — Bei der *Analyse der dunkelbraunen technischen Lösungen* mit 10–20% Caprolactam ist eine potentiometrische Indication vorteilhafter. Aus verdünnten Lösungen mit etwa 1% Caprolactam, die mit Aminocaprinsäure verunreinigt sind, muß man zuerst ε -Caprolactam extrahieren. Die Probelösung (30–50 g) wird mit demselben Volumen 50%iger Ammoniumsulfatlösung versetzt und viermal mit dem 2,32fachen Volumen von Trichloräthylen ausgeschüttelt. Aus den vereinigten Auszügen wird nach Zugabe von 100 ml 10%iger Natriumhydroxidlösung das Lösungsmittel abgedampft und ε -Caprolactam wie oben verseift.

¹ Chem. analit. (Warszawa) 8, 273–278 (1963) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.)
Lehrst. d. chem. Technik, techn. Hochschule, Warszawa (Polen). M. PŘIBYL

Bei der Bestimmung von Sauerstoff in Polymeren durch die Aktivierungsanalyse benützen L. V. ČEPEL', B. A. ČAPYŽNIKOV und V. I. VITING¹ die Reaktion $^{16}\text{O}(\gamma, n)^{15}\text{O}$. (Eine ausführliche Übersicht von anderen Kernreaktionen von Sauerstoff und Kohlenstoff ist in einer Tabelle angeführt.) Bei der Bestrahlung von Sauerstoff mit Bremsstrahlung entsteht durch Kernumwandlung das radioaktive Isotop ^{15}O (Halbwertszeit 127 sec, $E_{\text{max}} = 1,68$ MeV), dessen Positron-Aktivität gemessen wird. Gleichzeitig bildet sich auch aus Kohlenstoff das radioaktive Isotop ^{14}C , das auch Positronen (Halbwertszeit 20,5 min, $E_{\text{max}} = 0,99$) aussendet. Die Probe von 1 mm Schichtdicke wird in der Beschleunigungskammer des Betatrons 2 min mit der Bremsstrahlung von 25 MeV und 50 r/min bestrahlt. Nach 30 sec wird die Aktivität mit einem Scintillationszähler gemessen. Die Strahlungsdosis wird durch Messung der Beta-Aktivität von gleichzeitig bestrahltem B_2O_3 kontrolliert. — Die Methode wurde zur Untersuchung der *Oxydation von Kautschuk* und zur *Sauerstoffbestimmung in Polyäthylen* angewendet. Die Reproduzierbarkeit der Messung bei einem Sauerstoffgehalt von 0,3–3% beträgt 1–2%, der relative Bestimmungsfehler ist kleiner als 2,8%. Mit der beschriebenen Methode läßt sich noch 0,03% Sauerstoff mit dem relativen Fehler von $\pm 50\%$ bestimmen. Bei der Bestrahlung der Proben mit der Bremsstrahlung von $E < 18,6$ MeV, so daß Kohlenstoff nicht aktiviert wird, und mit der anschließenden Messung der induzierten Aktivität mit einem Gamma-Anihilations-Spektrometer ist die Empfindlichkeit etwa 20fach kleiner. Diese Methode ist zur Bestimmung von größeren Sauerstoffgehalten geeignet. Die Empfindlichkeit von $10^{-3}\%$ Sauerstoff läßt sich mit Hilfe eines linearen Beschleunigers mit der Bremsstrahlungsintensität von 10^3 r/min erreichen.

¹ Ž. anal. Chim. 18, 865–872 (1963) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Phys.-chem. Inst. „Karpov“, Moskva (UdSSR). M. PŘIBYL

Die Bestimmung von Hexachlorbutadien (I), Tetrachloräthylen (II), Tetrachlormethan (III) und Hexachloräthan (IV), den Hauptprodukten bei der *Herstellung von Polychlorbutanen durch Chlorieren in der Gasphase*, läßt sich mit Hilfe eines zweistrahligen Infrarot-Spektrophotometers nach G. A. RUDENKO und A. F. VASIL'EV¹ durchführen. Die Probe löst man in Bromoform, das mit einem Gemisch von wasserfreiem Natriumsulfit und Kaliumcarbonat (1:1) als Stabilisator aufbewahrt wird. Man mißt die Absorption bei 980, 850, 1792, 904 und 757 cm^{-1} . Die betreffenden Absorptionskoeffizienten werden mit Standardlösungen bestimmt. Dieses Verfahren ermöglicht die Analyse von Proben mit rund 80% I, 10% II und III und 1–5% IV mit absolutem Fehler 1,2%, auch in Anwesenheit von Chlor und Chlorwasserstoff, die nicht stören. Die numerische Lösung auf Grund des Lambert-Beerschen Gesetzes erfolgt am besten mit Hilfe von Determinanten.

¹ Zavodskaja Laborat. 29, 563–564 (1963) [Russisch]. Forschungsinstitut für Insectofungicide, UdSSR. M. BARTUŠEK