Eisen und Mangan in Pflanzen und Böden bestimmt J. E. ALLAN¹ mit der Atom-Absorptionsmethode. Grundlage des Verfahrens ist bekanntlich die Absorption emittierter Linien von Elementen durch einen Brenner, in dem dieselben Elemente versprüht werden. Als Lichtquelle wird für die Eisenbestimmung eine Hohlkathode mit einer Eisenkathode nach Hilger & Watt, für Mangan entsprechend eine Mangan-Kupferkathode benutzt. Als Brenner dient ein gewöhnlicher Luft-Acetylenbrenner. Für die Eisenbestimmung haben sich in Absorption die Linie bei 2483,3 Å, für Mangan die Linie bei 2794,8 Å aus der Vielzahl der untersuchten Linien als besonders empfindlich und störungsfrei erwiesen. Die aufgestellten Eichreihen von 2,5–125 ppm Eisen bzw. 0,5–25 ppm Mangan sind gut reproduzierbar. Bei 10 ppm Eisen und Mangan in Gegenwart von 3000 ppm Kalium und Calcium, 1000 ppm Natrium und Magnesium und 500 ppm Phosphor treten keine Abweichungen von der Absorption reiner Eisen- und Manganlösungen ein. Ein Spektrograph mittlerer Dispersion ist ausreichend (Hilger-Medium). Als Empfänger dient ein Photomultiplier oder eine Photoplatte. Die beschriebene Methode ist der Flammenspektrometrie wegen des fehlenden Untergrundes an Empfindlichkeit und Genauigkeit überlegen und ist weniger störempfindlich durch dritte Partner.

¹ Spectrochim. Acta (London) **1959**, 800–806. Rukuhia Soil Res. Station Hamilton (Neuseeland). H. SPECKER

Ein verkürztes Verfahren zur quantitativen Analyse von Zuckern durch Ionenaustauschchromatographie unter Zusatz von Boraten¹ in Pflanzenextrakten² geben M. NAKAMURA und K. MORI³ an. Das Pflanzenmaterial wird 3mal mit heißem 80%igem Äthanol in Gegenwart von wenig CaCO₃ extrahiert. Die vereinigten Extrakte werden mit Wasser auf 50% Äthanol verdünnt. Die Lösung wird in einem Eisbad abgekühlt und 20 min mit Amberlite IR-120 (H⁺) und IR-4B (OH⁻) (je 5 ml auf 100 ml des verd. Extraktes) unter gelegentlichem Umschütteln stehen gelassen. Man filtriert ab und wäscht mit 50%igem Äthanol nach. Die Konzentration an Zuckern soll jetzt 0,3 mg/ml betragen. Dann gibt man Natriumtetraborat zu und beendet die Analyse wie beschrieben². An Extrakten von *Kartoffeln*, *Sojabohnenkeimlingen* und *Äpfeln* werden gute Ergebnisse erhalten.

¹ KHYM, J. X., u. L. P. ZILL: J. Amer. chem. Soc. **74**, 2090 (1952); vgl. diese Z. **145**, 316 (1954). — ² MORI, K., u. M. NAKAMURA: Bull. agric. chem. Soc. Japan **23**, 389 (1959); vgl. diese Z. **175**, 122 (1960). — ³ Biochim. biophysica Acta (Amsterdam) **34**, 546–548 (1959). Univ. Tokyo (Japan). MARGOT ZIMMERMANN

Zur Bestimmung von Öl in Kokskohle erarbeiten E. FRIEHMELT und F. STEINBRECHER¹ eine geeignete Methode. Die Ölzusätze, die aus verschiedenen Gründen in *Kokereien* und *Gaswerken* gemacht werden müssen, können am besten durch Extraktion mit organischen Lösungsmitteln und anschließende gravimetrische Bestimmung ermittelt werden. Die von G. BRACHT² angegebene Methode (20 g Kohle etwa 3 Std im Soxhlet mit Benzol extrahiert, Extrakt abdestilliert, 30 min bei 105° C getrocknet, gewogen) liefert bei Ölmengen von 0,5–3% Werte zwischen 90 und 110% des Sollwertes. Eine Blindwertbestimmung ist stets erforderlich, da Bitumen mit herausgelöst wird. Dieser Nachteil kann durch die Anwendung von Petroläther vermieden werden. Die Kohle wird mit 200 ml Petroläther 30 min im Soxhlet extrahiert. Der Kolben wird nach dem Abdestillieren des Petroläthers und kurzem Nachtrocknen mit Druckluft zurückgewogen. Die Versuchsdauer beträgt nur noch 1 Std. Es werden bei 0,2–3% Öl (*leichtes Heizöl*, *schweres Heizöl*, *Convertöl*) 95–100% wiedergefunden. Die notwendige Zeit kann noch auf 35 min verkürzt werden, wenn man die Extraktion bei Raumtemperatur vornimmt (50 g Kohle werden in einem Erlenmeyer-Kolben 3–4 mal mit je 50 ml Petroläther

ausgeschüttelt, die Auszüge jeweils abfiltriert). Die Analysenwerte streuen dann zwischen 98 und 100% des Sollwertes (*schweres Heizöl, Convertöl*).

¹ Brennstoff-Chem. **41**, 18–20 (1960). Hauptlab. Essener Steinkohlenbergwerke AG. — ² Vortrag Gaschemiker-Erfahrungsaustausch, Trier, September 1957.

MARGOT ZIMMERMANN

Die gaschromatographische Bestimmung von gelösten Gasen, besonders von Sauerstoff und Stickstoff, in Petroleumfraktionen beschreiben J. A. PETROCELLI und D. H. LICHTENFELS¹. Es wurden reine Kohlenwasserstoffe (C_5 – C_{10}), Gasolin und Schmieröle verschiedener Viscositäten untersucht. Bis zu 2 mg/l Gas konnten so nachgewiesen werden. Die Ergebnisse wurden mit den durch Polarographie gewonnenen verglichen; es zeigte sich befriedigende Übereinstimmung. Es ergaben sich Standardabweichungen von 0,7–2,6%. — *Apparatur und Arbeitsweise*. Es wurde ein selbstgebauter Gaschromatograph für die Messungen verwendet, wobei Gow-Mac (Nr. 9285)-Wärmeleitfähigkeitszellen benutzt wurden. Als Trägergas diente Helium mit einer Strömungsgeschwindigkeit von 65 ml/min. Es wurde nur bei Zimmertemperatur gearbeitet. Die benutzte Vorsäule war 30 cm lang und bestand aus einem Glasrohr ($\varnothing$ 1,9 cm). Für die meisten Proben, besonders bei Gasolinen, war sie mit Silicagel (28–200 mesh, S-157, Fischer, Scientific Co.) gefüllt. Bei Schmierölen wurde Johns-Manville C-22 Firebrick (18–40 mesh) als Füllung bevorzugt. Diese Vorsäule konnte ebenso erhitzt werden. Die Trennsäule hatte eine Länge von 3 m (0,6 cm $\varnothing$, Kupferrohr) und war mit Molekularsieb 5 Å (Linde) in Form von Kügelchen (20–30 mesh) gefüllt. Um das Eindringen von Luft zu verhindern, wurde der Probenahme besondere Aufmerksamkeit gewidmet. Etwa 1 ml Probe wurde verwendet. Nach 10–20 ml Probenaufgabe mußte die Vorsäule erneuert werden, während die Trennsäule bei täglicher Benutzung eine Lebensdauer von 4 Monaten hatte.

¹ Analyt. Chemistry **31**, 2017–2019 (1959). Gulf Res. & Develop. Co., Pittsburgh, Pa. (USA).
D. JENTZSCH

Zur Isolierung von Adamantan ($C_{10}H_{16}$) ziehen B. J. MAIR, M. SHAMATENGAR, N. C. KROUSKOP und F. D. ROSSINI¹ die *Erdölfraktion* mit Siedepunkt 190–195°C heran. Adamantan wird durch Abkühlen kristallin abgetrennt. Das IR-Spektrum der erhaltenen Kristalle wird mit dem einer Testprobe verglichen. — *Arbeitsweise*. Ein Konzentrat an Cycloparaffinen mit Siedepunkt um 190°C wird mit der Perfluorverbindung $(C_4F_9)_3N$ versetzt und das Azeotrop abdestilliert. Kristalle von Adamantan, die sich im Kühler absetzen, werden durch Erhitzen übergetrieben. Das Destillat wird auf –30°C abgekühlt, und die erhaltenen Kristalle werden aus Aceton umgelöst (FP 269°C). Das IR-Spektrum ist im Original abgebildet.

¹ Analyt. Chemistry **31**, 2082–2083 (1959). Carnegie Inst. Technol., Pittsburgh, Pa. (USA).
G. KAINZ

Zur Gruppenanalyse der Asphalte empfiehlt O. GESCHWIND¹ folgende *Arbeitsweise*: Man wägt 3 g Asphalt mit einer Genauigkeit von 0,0002 g in einem gewogenen 200 ml-Erlenmeyer-Kolben ab, löst unter Rückfluß in 5 ml (= 4,4 g) Benzol und wägt nach dem Auskühlen. Den Benzolverlust ersetzt man und fügt aus einer Bürette tropfenweise 50 ml Aceton unter ständigem Umschütteln zu. Das Gemisch läßt man 10–12 Std bei Raumtemperatur stehen. Es fallen Asphaltene und Harze aus. Hierauf saugt man durch einen 1 G4-Sintertiegel und wäscht diesen und den Kolben mit 100 ml Aceton. Das Filtrat überträgt man in einen gewogenen 100 ml-Kolben, destilliert das Lösungsmittel ab und trocknet den öligen Rückstand im Vakuum bei 100°C bis zur Gewichtskonstanz. Den Filtretiegelinhalt gibt man in den Kolben zurück, in dem er gefällt worden ist, trocknet ihn darin