

Naphthalin in Leuchtgas bestimmten J. KNIPSCHILD und G. PAGNIER¹ *gaschromatographisch*. Das Gas wurde zur Kondensation des Naphthalins durch ein U-Rohr geleitet, das mit Äthanol-Trockeneis gekühlt wurde. Die Menge des durchgeleiteten Gases hing von seinem Naphthalingehalt ab und lag zwischen 1 und 10 l. Das U-Rohr (4 mm \varnothing , Inhalt 1,5 ml) war so bemessen, daß es an den Gasprobeneinlaß des Gaschromatographen (Perkin Elmer, Typ 116) angeschlossen werden konnte. Das Rohr wurde auf etwa 200°C erwärmt, bevor es mit der Trennsäule verbunden wurde. Die Trennung wurde an einer 1 m-Didecylphthalatsäule bei 160°C durchgeführt (Trägergas: Helium; Strömungsgeschwindigkeit: 5,5 l/Std). Die Bestimmung dauerte etwa 15 min, bei gleichzeitiger Bestimmung der Methyl-naphthaline etwa 35 min. Die Peakfläche wurde zur quantitativen Bestimmung mit einem Planimeter ausgemessen.

¹ Brennstoff-Chem. 44, 8—10 (1963). Lab. Kokerei Maurits, Staatsmijnen Limburg, Geleen (Niederlande). H. ENGELHARDT

Die colorimetrische Bestimmung von Diäthylentriamin im technischen Äthylendiamin mit zweiwertigem Kupfer beschreiben P. KUBA und T. BANIČ¹. Der blaue Komplex von Diäthylentriamin mit zweiwertigem Kupfer (Absorptionsmaximum bei 620 nm) ist stabiler als die violette Komplexverbindung von Äthylendiamin (Absorptionsmaximum bei 550 nm), die sich nur bei Überschuß von Kupfer bildet. Bei Zusatz von 2,5 ml 1%iger Kupfersulfatlösung zu 100 ml der Probelösung, die 1—10 mg Diäthylentriamin und 100—1000 mg Äthylendiamin enthält, entsteht nur der blaue Komplex des erstgenannten Amins. Unter diesen Bedingungen ist das Lambert-Beersche Gesetz für Diäthylentriamin erfüllt. Bei der Analyse der Testgemische mit 0,1—10% Diäthylentriamin betrug der Bestimmungsfehler weniger als 4%.

¹ Chem. Zvesti 17, 445—448 (1963) [Slowakisch]. (Mit dtsh. und russ. Zus.fass.) Chemische Werke Dimitrov, Bratislava (Tschechoslowakei). M. PŘIBYL

Die spektrophotometrische Bestimmung von Methyläthylketon in Aceton beschreiben A. S. MASLENNIKOV und G. N. PORYVAEVA¹. Die Analyse ist dadurch ermöglicht, daß die Absorption der Azoverbindung von Methyläthylketon mit diazotierter p-Aminobenzoesäure im Absorptionsmaximum bei 540 nm bei steigendem pH der Lösung einen Höchstwert durchläuft, während die Farbintensität der analogen Acetonverbindung sinkt. — *Arbeitsweise*. 5 ml der wäßrigen Probelösung, die nicht mehr als 0,25 g an Ketonen enthält, werden in einem Probierglas mit 5 ml 70%iger Kalilauge und 1 ml der diazotierten p-Aminobenzoesäure versetzt. Die Farbe der Lösung wird nach 20 min (die Farbintensität ist stark zeitabhängig) mit einer Reihe von frisch hergestellten Standards verglichen. Zur Bereitung dieser *Standards* werden 0—0,25—0,5—0,75—1,0—1,25—1,5 ml einer Methyläthylketonlösung von 1 mg/ml in 5%iger wäßriger Acetonlösung abgemessen, mit 5%iger wäßriger Acetonlösung auf 5 ml gebracht und die Farbe auf die beschriebene Weise entwickelt. — *Reagenslösung*. 10 ml 1%ige p-Aminobenzoesäurelösung in verd. Salzsäure (1:20) werden mit 1 ml 10%iger Natriumnitritlösung versetzt. — In einem Konzentrationsbereich von 0,05—1% Methyläthylketon in Aceton ist der relative Fehler kleiner als 10%. Methylacetat stört nicht, Aldehyde erhöhen die Resultate.

¹ Ž. anal. Chim. 18, 1401—1403 (1963) [Russisch]. (Mit engl. Zus.fass.) Zentr. wiss. Forschungs- u. Projektions-Inst. f. holzchem. Ind., Gorkij (UdSSR).

M. PŘIBYL