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 *Erdölfraction* 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