

## Bericht über die Fortschritte der analytischen Chemie

### III. Analyse organischer Stoffe

#### 2. Qualitative und quantitative Analyse

Über den Nachweis von organischen Verbindungen berichtet L. ROSENTHALER<sup>1</sup> und behandelt folgende Themen: *Farbreaktionen der Alkohole*; *Nachweis von Fuselöl in Äthylalkohol* durch Farbreaktionen mit p-Hydroxybenzaldehyd und Schwefelsäure; *Jodoformreaktion des Acetons*; *Nachweis der Essigsäure* durch Reduktion mit Magnesiumpulver zu Acetaldehyd und dessen Nachweis nach Destillation auf Grund der Blaufärbung mit Nitroprussidnatrium und Piperazin; *Prüfung von Essigsäure auf Glyoxalsäure* mit Fuchsin-Schwefligsäure; *Farbreaktionen von Aminen* mit Aconitsäure-Essigsäureanhydrid; *Verhalten aromatischer Nitroverbindungen gegenüber Ascorbinsäure*; *Farbreaktionen der o- und p-Aminobenzoesäure sowie des Procains* mit p-Dimethylaminobenzaldehyd; *Farbreaktion von Ephedrin* mit Acetaldehyd und Nitroprussidnatrium; *Farbreaktion von Pyramidon* mit Bleidioxid in Eisessig.

<sup>1</sup> *Pharmac. Acta Helvetiae* **35**, 385—391 (1960). Seftigenstr. 40, Bern (Schweiz).  
H. GARSCHAGEN

Die Reaktionen einer Anzahl funktioneller Gruppen mit Jodwasserstoffreagentien für die Zeisel-Methode werden von W. J. KIRSTEN und S. K. NILSSON<sup>1</sup> untersucht. Nur *normale primäre Alkoxygruppen* geben quantitativ flüchtige Jodide, die in der Reagenslösung bei 100° C stabil sind. Die Isomeren von *Propoxy- und Butoxygruppen*, *Propylenglykolverbindungen* und *Glycerin* geben variable Mengen weniger stabiler Jodide. Die Bildungsreaktionen und Zersetzungsreaktionen dieser Jodide verlaufen parallel miteinander mit verschiedenen Geschwindigkeiten für verschiedene Substanzen unter den Bedingungen der Analyse. Es erscheint deshalb schwierig, allgemein anwendbare Analysenmethoden auszuarbeiten. Methoden mit oder ohne Benützung empirischer Faktoren können jedoch für die analytische Kontrolle bekannter Substanzen oder Substanztypen verwendet werden.

<sup>1</sup> *Mikrochim. Acta (Wien)* **1960**, 983—992. Res. Lab. Pharm., Univ. Uppsala (Schweden).  
H. GARSCHAGEN

Zwei neue stationäre Phasen für die gaschromatographische Trennung von Kohlenwasserstoffen C<sub>2</sub>—C<sub>6</sub> empfiehlt A. VAN DER WIEL<sup>1</sup>. Es sind dies *Dimethylsulfoxid* und *Sulfolan* (Tetramethylsulfon, [CH<sub>2</sub>]<sub>4</sub>SO<sub>2</sub>), die auf Firebrick C 22 (50—80 mesh) im Verhältnis 30 : 70 bei 30,0 ± 0,1° C in 14,4 m bzw. 18 m langen Kolonnen (6 mm ø) angewendet werden. Bei höheren Temperaturen kann wegen der Flüchtigkeit des Dimethylsulfoxids nicht reproduzierbar gearbeitet werden. Diese Füllungen haben eine große Trennwirkung (theoretische Bodenhöhe 1,5 bis 1,7 mm) und eignen sich besonders zur Trennung von Gemischen von Komponenten mit nahe beieinanderliegenden Siedepunkten wie Äthan, Äthylen, NO, CO<sub>2</sub> und Acetylen oder andererseits Isobuten und 1-Buten. Auch kann 2-Methylpentan von 2,3-Dimethylbutan gut abgetrennt werden. Bei einem Wasserstoff-Trägergasstrom von 4—5 l/Std benötigt die Trennung von bis zu 13 Komponenten nur 35 min.

<sup>1</sup> *Nature (London)* **187**, 142—143 (1960). Koninklijke/Shell-Lab., Amsterdam (Niederlande).  
MARGOT ZIMMERMANN