

betreibenden Säule von $15 \times 0,9$ cm, die als stationäre Phase 1 n Natriumcarbonatlösung auf „Celite 535“ (Kieselgur) enthält (1 ml Natriumcarbonatlösung wird mit 3,25 g des über Nacht mit konz. Salzsäure behandelten, bis zur Neutralität gewaschenen und bei 140°C getrockneten Trägermaterials 4 min lang verrührt, mit Cyclohexan zu einem Brei angemacht und in die Säule gefüllt). Man löst eine Probe mit 7—23 mg Phenol in Cyclohexan zu 100 ml, gibt davon 0,3 ml auf die Säule, wäscht mit zweimal 0,3 ml Cyclohexan nach und gibt dann etwa 30 ml Cyclohexan auf; die Elutionsgeschwindigkeit wird durch Druckregulierung auf 1 ml/min eingestellt. Die Eluatfraktion von 14—24 ml wird zur Analyse verwendet: Je 4 ml dieser Fraktion werden in zwei verschließbare Zylinder gegeben, in einen dritten gibt man ebensoviel Cyclohexan (Blindprobe). In jedes Gefäß gibt man 10 ml McIlvaine-Pufferlösung (pH 7) und vermischt unter Umschwenken. Danach versetzt man mit je 10 ml einer frisch bereiteten Lösung von 0,02 g 2-Chlor-4-nitrobenzolazonaphthalinsulfonat-2 in 250 ml Wasser, schüttelt 1 min, gibt nach 10 min 2 ml 1 n Natronlauge hinzu, schüttelt noch einmal 1 min lang und mißt nach weiteren 10 min die Extinktionen der abgetrennten wäßrigen Phasen (Iford-Filter 603). — Zur Bestimmung von *o*-, *m*- und *p*-Kresol benutzt man eine 25 cm lange Säule mit Natriumsilicat als stationärer Phase (5 g Natriumsilicatlösung [D 1,7] mit Wasser zu 100 g verdünnen, davon 2,5 ml mit 6,5 g Celite 535 verrühren). Eine Probe mit einem Gehalt von etwa 0,03 g *m*-Kresol wird in Cyclohexan zu 100 ml gelöst; davon werden 0,3 ml auf die Säule gegeben und mit Cyclohexan eluiert (0,5 ml/min). Das Eluat wird mit dem o. a. Reagens und Natronlauge getüpfelt. *o*- und *m*-Kresol geben rote, *p*-Kresol Purpurfarbe. Die Kresolgehalte der getrennten Fraktionen werden UV-spektralphotometrisch bestimmt. Die mit anderen Verfahren verglichenen und die an synthetischen Mischungen gewonnenen Resultate sind befriedigend genau.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) 16, 439—449 (1957). Coal Tar Res. Assoc., Gomersal, Leeds (England).
H. HARTKAMP

Eine volumetrische Methode zur Schnellbestimmung von Hydrochinon mit Eisen(III)-chloridlösung beschreibt CH. B. JORDAN¹. Man bringt den pH -Wert der Probelösung mit verdünnter Salzsäure oder Natronlauge auf 3,8—5 und titriert mit einer eingestellten, etwa 4%igen Eisen(III)-chloridlösung (Hexahydrat) mit einer Tropfgeschwindigkeit von 10—20 Tropfen in der Minute unter Verwendung eines gelben Hintergrundes. Beim Zufügen der Eisen(III)-chloridlösung entsteht eine Grünfärbung, die wieder verschwindet. Der Endpunkt der Titration ist erreicht, wenn die Grünfärbung nicht mehr erscheint. Unter den Reaktionsbedingungen, die hier vorliegen, reagieren genau 2 Mol Eisen(III)-chlorid mit 3 Mol Hydrochinon. Die Temperatur soll zwischen 35 und 95°C gehalten werden. Die Genauigkeit beträgt 3% bei Proben, die 0,02—1 g Hydrochinon enthalten.

¹ Analyt. Chemistry 29, 1097—1098 (1957). Coating Chem. Lab., Aberdeen Proving Ground, Md., (USA).
KLAUS BRODERSEN

Einen für *p*-Nitranilin spezifischen Tüpfelnachweis mit *p*-Dimethylaminobenzaldehyd geben F. FEIGL und C. STARK-MAYER¹ an. Mit Hilfe dieses Tests läßt sich noch $0,5\ \mu\text{g}$ *p*-Nitranilin neben $500\ \mu\text{g}$ der isomeren *m*- und *o*-Verbindungen nachweisen. Der Nachweis wird allerdings gestört durch *p*-Nitrosoanilin und andere, an der Aminogruppe substituierte *p*-Nitrosoaniline. Auch stören Verbindungen mit reaktiven Amino- oder Methylengruppen, die mit *p*-Dimethylaminobenzaldehyd reagieren. — *Ausführung*. Man läßt einen Tropfen der alkoholischen Untersuchungslösung auf Whatman-Filterpapier Nr. 120 eintrocknen und gibt einen Tropfen der frischbereiteten Reagenslösung auf dieselbe Stelle des Papiers.