

(z. B. Au oder Mn), markiert werden; das fertige Gewebe wird dann aktiviert und im Vielkanal- $\gamma$ -Spektrometer gemessen. Die Fehlerrechnung zeigt jedoch, daß zur Erzielung einer genauen Aussage eine recht große Zahl an Analysen notwendig ist. Für die Markierung der Fasern werden die Ionenaustauscheigenschaften der Carboxylgruppen ausgenutzt; die vorher mit Säure gewaschenen Fasern werden dazu in einer neutralen oder schwach alkalischen Lösung des betreffenden Kations digeriert. — 3. Auch die *Bestimmung organischer Additiva*, die im Laufe der Herstellung aufgebracht werden (z. B. Kleber, Appretur) und die selbst nicht aktivierbar sind, kann über zugefügte, gut aktivierbare Kationen (z. B. Au) erfolgen. Ein Vergleich der Ergebnisse der Aktivierungsanalyse mit denen klassischer Verfahren zeigte eine im allgemeinen gute Übereinstimmung.

<sup>1</sup> Textile Res. J. **32**, 728—734 (1962). Dept. Textile Chem., School Textiles, North Carolina State Coll. (USA). K. H. NEEB

**Über die Bestimmung von Kunststoffen mit Hilfe der Pyrolyse und Gas-Chromatographie** berichten D. F. NELSON, J. L. YEE und P. L. KIRK<sup>1</sup>. 14 Thermoplaste und 6 härtbare Harze wurden in Mikromengen (gewöhnlich 0,2—0,5 mg, in einzelnen Fällen 3—4 mg) in einem dem Gas-Chromatographen vorgeschalteten Pyrolysegefäß bei 500—1200°C zersetzt und an 1,20 m langen Kolonnen mit 5% Siliconöl auf Chromosorb W (80—100 mesh) bei einer Temperatur von 150°C und einer Strömungsgeschwindigkeit des Trägergases Argon von 75 ml/min chromatographiert. Traten dabei nur wenige Peaks mit kurzer Retentionszeit auf, wurden die Versuche bei 100°C wiederholt. Die Retentionszeiten variierten von 0,35 min für Tetrafluoräthylen bis zu 40 min für den letzten Peak von Polystyrol. Der regelmäßige Abstand der Pyrolyseprodukte von Polyäthylen bei logarithmischer Darstellung läßt auf die Zersetzung in einzelne Äthylengruppen schließen. 5 verschiedene Methacrylsäureester konnten an Hand der später auftretenden, kleineren Peaks identifiziert werden, während 4 Celluloseacetate an den Peaks mit Retentionszeiten von 3—7 min unterschieden wurden. 4 Polystyrole, ein durch Kautschuk modifiziertes Polystyrol und ein Acrylnitril-Butadien-Styrol-Mischpolymerisat wurden bei 150°C und einer Strömungsgeschwindigkeit von 200 ml/min untersucht. Geringe Änderungen der Pyrolysetemperaturen beeinträchtigten die Reproduzierbarkeit nicht, während starke Änderungen, besonders bei den Polystyrolen, die kleineren Peaks verändern. Für Vergleichsmessungen sollten etwa gleich große Proben verwendet werden, da bei größeren Proben Verzögerungen beim Erhitzen auftreten, die die Peaks verändern.

<sup>1</sup> Microchem J. **6**, 225—231 (1962). School Criminol., Univ. of Calif., Berkeley, Calif. (USA). GISELA PETERS

**Zur schnellen Bestimmung des Gehaltes an monomerem Styrol in Polystyrolharzen** haben E. P. RAGELIS und R. J. GAJAN<sup>1</sup> zwei Methoden ausgearbeitet. — Zur *gas-chromatographischen Bestimmung* werden 0,2—0,3 g Polystyrol mit 7 ml Benzol durch Schütteln (1 Std) gelöst, man füllt auf 10 ml auf, schüttelt abermals 5 min und zentrifugiert die Lösung, falls sie noch getrübt ist, 10 min bei 3400 U/min. 30  $\mu$ l der Lösung werden dann bei 100°C gas-chromatographiert (Barber-Colman Model 10) an einer 6 mm dicken und 20 cm langen Kolonne mit mit Säure gewaschenem Chromosorb W (80—100 mesh), welches mit 25% Dodecylphthalat belegt ist. (Ionisationsdetektor, Ra, 220°C, Injektionstemperatur 160°C.) Argon dient als Trägergas (110 ml/min). Ausgewertet wird mit Eichkurven, die mit Styrol hergestellt sind, welches zuvor an einer präparativen Säule (Fisher Scientific Co.) mit 20% Siliconöl DC-200 auf „Columnpack“ (60 bis 80 mesh) bei 137°C gas-chromatographisch gereinigt wurde. — Für die *polarographische Bestimmung* wurde in Anlehnung an die Vorschrift von J. PASCIAR<sup>2</sup>

mit Benzollösung gearbeitet, jedoch ein Alkoholzusatz empfohlen: 2–4 g Polystyrol werden 2 Std mit 35 ml Benzol geschüttelt und auf 50 ml aufgefüllt. 1 ml dieser Lösung wird mit 1 ml 95%igem Äthylalkohol und 8 ml Elektrolytlösung (0,1 n Tetrabutylammoniumjodid in Dimethylformamid) versetzt, 5 min mit Stickstoff durchperlt und von  $-1,6$  bis  $-2,1$  V gegen eine Silber-Silberchloridelektrode polarographiert. Über Eichpolarogramme, die für Gehalte bis zu 0,1 mg/ml lineares Stufenwachstum für die Stufe bei  $-1,95 \pm 0,02$  V ergeben, wird ausgewertet. — Nach beiden Methoden werden gut übereinstimmende Ergebnisse erhalten.

<sup>1</sup> J. Assoc. off. agric. Chemists **45**, 918–921 (1962). Food a. Drug Admin., Washington, D. C. (USA). — <sup>2</sup> Chem. analit. (Warszawa) **5**, 477 (1960); vgl. diese Z. **180**, 384 (1961).  
K. CRUSE

#### Zur polarographischen Bestimmung anionischer Detergentien verwenden

G. S. BUCHANAN und J. C. GRIFFITH<sup>1</sup> die Fällung mit Methylenblau und die Auswertung des Absinkens der Methylenblaustufe durch diese Reaktion. Wird in Pufferlösung vom pH-Wert 4,5 (0,05 m an Essig-, Phosphor- und Borsäure, mit NaOH eingestellt) und nach Behandeln mit Stickstoff polarographiert, so wird die Methylenblaustufe durch Zusatz von Natriumdodecylsulfat- oder Natriumtetradecylsulfatlösung bis zum Flockungsschwellenwert zwar exponentiell, nach Überschreiten des bis dahin erforderlichen Zusatzes aber linear mit dem Zusatz erniedrigt. So können je nach Vorlage an Methylenblau (z. B. 30 ml  $4 \cdot 10^{-3}$  m oder 25 ml  $4 \cdot 10^{-2}$  m) verschieden große Gehalte (Zugabe von über 6 ml  $10^{-2}$  m bzw. über 4 ml  $10^{-1}$  m Lösung) des Detergens zuverlässig auf  $\pm 3\%$  bestimmt werden, wenn der Verdünnungsfaktor berücksichtigt wird. — Neutralrot an Stelle von Methylenblau liefert infolge sehr langsamer Reaktion schlechte Ergebnisse. — Auf die Möglichkeit der Bestimmung kationischer Detergentien mit entsprechenden sauren Farbstoffen wird hingewiesen.

<sup>1</sup> J. electroanal. Chem. **5**, 204–207 (1963). Dept. Phys. Chem., Univ. of New South Wales, Kensington; Div. Textile Phys., C.S.I.R.O., Ryde, N.S.W. (Australien).  
K. CRUSE

Eine einfache Methode zur gleichzeitigen Bestimmung von Hexachlorcyclohexan (HCH) und DDT in Streupudern beschreibt T. KARTNIG<sup>1</sup>. — *Arbeitsweise.* Ein Allihn'sches Rohr oder ein Adsorptionsrohr, das mit Asbest oder Watte verschlossen ist, füllt man mit 3–4 g „Aluminiumoxid neutral“ und wäscht dieses mit 10 ml Äther oder n-Hexan. Genau 2–3 g der Probe werden mit 2–3 g Aluminiumoxid gut verrieben und in das Rohr gebracht. Man extrahiert quantitativ mit Äther oder n-Hexan und wäscht die zum Verreiben verwendete Reibschale ebenfalls mit dem Elutionsmittel. Im Vakuum wird das Eluat vorsichtig eingedampft, der Rückstand einige Zeit im Vakuumexsiccator getrocknet und dann gewogen. Die Auswaage besteht aus HCH und DDT. — Man sammelt den Rückstand mit einem Spatel am Boden der Abdampfschale, wobei zum Schluß die feinsten Teilchen durch Abspülen mit Äther am Boden gesammelt werden und läßt den Äther verdunsten. Das Schälchen wird mit einem Uhrglas bedeckt und auf einen auf 130°C geheizten Heiztisch gebracht. Das Gemisch schmilzt sofort durch und wird unmittelbar danach auf einem Kühlblock zum Erstarren gebracht. Man zerreibt die erstarrte Schmelze mit einem Glasstab und bestimmt Schmelzpunkt und Brechungsindex des Pulvers. Ist nur eine der beiden Substanzen vorhanden, so beobachtet man bei HCH einen FP von 113,5°C und eine Temperatur von 117–119°C beim Glaspulver 1,5301. Liegt reines DDT vor, so erhält man einen FP von 109°C und eine Temperatur von 131–133°C beim Glaspulver 1,5702. — Zeigt ein niedriger Schmelzbeginn, daß die Substanz nicht einheitlich ist, so bestimmt man mit dem geeigneten Glaspulver die Brechungsindexgleichheitstemperatur und