

säuren wird eine Kombination der drei Säulen empfohlen, wobei darüber hinaus die Ketoester leicht in Hydroxy- oder Acetoxysäureester und umgekehrt übergeführt werden können. Die quantitative Trennung wurde nicht untersucht. Die Darstellung der verschiedenen isomeren Verbindungen wird beschrieben oder dazu auf frühere Darstellungsmethoden verwiesen.

¹ J. Amer. Oil Chemists Soc. **41**, 833—836 (1964). National Res. Council Canada, Prairie Regional Lab., Saskatoon, Saskatchewan (Canada). G. BITTNER

Zur gaschromatographischen Trennung von alkylsubstituierten Harnstoffen eignet sich nach R. W. REISER¹ am besten eine 60 cm lange Säule mit 0,5% Carbowax 20-M auf Mikrogaskugeln (60—80 mesh), eine Säulentemperatur von 175°C, eine Einlaßtemperatur von 290°C und eine Trägergasgeschwindigkeit von 100 ml/min. Bezogen auf n-Butylharnstoff = 1 ergeben sich folgende relative Retentionsvolumina: n-Butylharnstoff 1,00, Isobutylharnstoff 0,75, n-Propylharnstoff 0,70, Methylharnstoff 0,53, Äthylharnstoff 0,53, sek. Butylharnstoff 0,55, 1,3-Dimethylharnstoff 0,30, tert. Butylharnstoff 0,28, 1,1-Dimethylharnstoff 0,16, Trimethylharnstoff 0,091. Bei einigen Kombinationen ist die programmierte Arbeitsweise (80—180°C bei einer Anstiegsrate von 10°C/min) zu empfehlen. Quantitative Untersuchungen ergaben, daß bei allen Verbindungen die Flächenprozentage gut mit den vorhandenen Gewichtsprozentagen übereinstimmen.

¹ Anal. Chem. **36**, 96—98 (1964). Ind. Biochem. Dept., E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del. (USA). H. GARSCHAGEN

Zur chelatometrischen Bestimmung von Oxalat schlagen E. PAP und L. SZEKERES¹ folgende Arbeitsweise vor. Man gibt zu 5—50 ml einer nahezu neutralen Probelösung (10—60 mg Oxalat) in einem 100 ml-Meßkölbchen 10 ml 10%iger wäßriger Essigsäurelösung und 20 ml Calcium-Magnesiumlösung [980 ml 0,1 m Ca(NO₃)₂-Lösung + 20 ml 0,1 m MgCl₂-Lösung] und läßt den Niederschlag einige Stunden absetzen. Dann füllt man zur Marke auf, mischt und filtriert durch ein trockenes Papierfilter ab. Man verwirft die ersten 10—15 ml des Filtrats, gibt zu den folgenden 40 ml 10 ml Ammoniakpuffer (50 g Ammoniumchlorid und 400 ml konz. Ammoniaklösung verdünnt man mit dest. Wasser auf 1000 ml) und titriert den Überschuß Ca/Mg-Lösung mit 0,1 m ÄDTA-Lösung gegen Eriochromschwarz T zurück. — Bei Gehalten von 12—62 mg Natriumoxalat stören weder 1 g Essigsäure, 175—350 mg Citronensäure, 750—1500 mg Weinsäure noch 34—68 mg Ameisensaures Natrium. — Zugegebenes Oxalat konnte unter den beschriebenen Bedingungen zu 98% wiedergefunden werden. Die Verwendung von *Methylthymolblau*, *Thymolphthalexon* oder *Fluorexon* ergibt im wesentlichen ähnliche Resultate.

¹ Chemist-Analyst **53**, 108 (1964). Chem. Inst., Vet. Univ., Budapest (Ungarn).

W. CZYSZ

Zur Bestimmung von Invertzucker in Saccharose schlagen T. MOMOSE, J. TOMITA und Y. YANO¹ die Verwendung von 3,6-Dinitrophthalsäure als colorimetrisches Reagens vor. — Arbeitsweise. Man erhitzt 2 ml Saccharoselösung mit 1 ml 0,3%iger Dinitrophthalsäure und 1 ml einer alkalischen Lösung von 25% Kaliumcarbonat und 5% Natriumthiosulfat 10 min im siedenden Wasserbad, kühlt ab, verdünnt mit dest. Wasser auf 20 ml und mißt die Absorption bei 450 nm gegen die Reagentienblindlösung. Die Eichkurve stellt man mit reinen Glucoselösungen von 1,0—100 µg/ml auf. Ein besonderer Vorteil dieses Verfahrens ist die gute Reproduzierbarkeit und die Eignung zu Routineanalysen.

¹ Jap. Analyst **13**, 877—879 (1964) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Fac. Pharmac. Sci., Kyushu Univ., Fukuoka (Japan). W. CZYSZ