

erhalten bleibt. Man gibt noch 1 ml Bromlösung zu, entfernt nach 2 min den Bromüberschuß mit einigen Tropfen Diisobutylen und setzt zur Erleichterung der nachfolgenden Extraktion 20 ml Iso-Octan zu. Extrahiert wird mit zweimal je 25 ml Phosphorsäure (1 + 4) und zweimal je 25 ml Wasser. Die vereinigten wäßrigen und sauren Auszüge mischt man in einem 250 ml-Becherglas mit 5 ml konz. Salpetersäure und kocht solange bis die dunkle Lösung hell und klar geworden ist. Man kühlt sofort, setzt weitere 40 ml konz. Salpetersäure zu, verdünnt mit Wasser auf 200 ml und erhitzt nach Zugabe von 1 g Kaliumperjodat erneut zum Sieden. Nachdem die Permanganatfarbe erschienen ist, hält man die Lösung noch 5 min kurz unter Siedetemperatur, kühlt und füllt auf 250 ml auf. Man mißt die Absorption bei 525 nm in 5 cm-Küvetten gegen Wasser. Das Analysenergebnis liest man aus Eichkurven ab, die unter Verwendung von Standardlösungen in entsprechender Weise gewonnen werden.

¹ Analyt. Chemistry **33**, 101–102 (1961). Res. Lab., Ethyl Corp., Detroit, Mich. (USA).
H.-J. DREWITZ

Zur qualitativen und quantitativen Bestimmung von Nitromethan in Treibstoffen für Kleindieselmotoren schlägt A. BLUMENTHAL¹ folgende Methoden vor. *Qualitativer Nachweis.* In ein graduiertes Reagensglas gibt man 2 ml 2^o/iges Ammoniak, 5 ml 2^o/ige methanolische Vanillinlösung und 0,1 ml des zu untersuchenden Treibstoffes und füllt mit dest. Wasser auf 10 ml auf. Das Reagensglas wird in ein Wasserbad von 60° C gebracht und unter gelegentlichem Umschütteln 30 min darin belassen. Der Nachweis für Nitromethan ist erbracht, wenn die wäßrig-methanolische Schicht rotviolett gefärbt ist. Die Blindprobe verbleibt blaßgelb. Ist der Treibstoff selbst rot gefärbt, so stört dies nicht, da es sich nur um öllösliche Farbstoffe handelt. Es lassen sich noch 0,1^o/ Nitromethan im Treibstoff erkennen. — *Quantitative Bestimmung.* Man versetzt in einem 500 ml-Meßkolben 0,5 g Treibstoff mit 10 ml Petroläther und 25 ml Wasser und rührt mit Magnetrührer 15 min intensiv. Dann gibt man so lange unter Umschütteln dest. Wasser hinzu, bis die wäßrige Phase 500 ml beträgt. Die überstehende Petroläther-Ölschicht wird abgehoben und verworfen. Graduierte 20 ml-Reagensgläser werden nun mit 2 ml Ammoniak und 5 ml Vanillinlösung beschickt, dazu fügt man 1–3 ml der wäßrigen Phase und schüttelt gut um. Nach 30 min Stehen im Wasserbad von 60° C werden die Reagensgläser rasch gekühlt und mit dest. Wasser auf 20 ml aufgefüllt. Anschließend mißt man die Absorption der Lösung bei 500 nm gegen dest. Wasser und entnimmt die Nitromethanmenge einer Eichkurve. Wenn der Nitromethangehalt der wäßrigen Lösung größer als 15 mg/100 ml ist, muß der Versuch mit einer geringeren Treibstoffmenge wiederholt werden, weil in diesem Falle die Extraktion unvollständig verläuft und der Nitromethangehalt zu niedrig ausfällt. Es werden die Ergebnisse aus der Untersuchung von 14 handelsüblichen Treibstoffproben mitgeteilt.

¹ Mitt. Gebiete Lebensmittelunters. Hyg. [Bern] **51**, 359–365 (1960). Chem. Laboratorium der Stadt Zürich (Schweiz).
O. ABEL

Die Bestimmung von Aminin und Alkylphosphaten in Cerosinlösungen, die Uran und Schwefelsäure enthalten wird nach A. W. ASHBROOK¹ in folgender Weise vorgenommen: Eine Probe von 30 ml wird in einem 125 ml-Scheidetrichter 3 mal mit je 20 ml 20^o/iger Schwefelsäure 1 min lang geschüttelt. Die organischen Phasen werden durch ein doppeltes grobes Filter filtriert. Zu 5 ml des Filtrats in Chloroformlösung werden einige Tropfen einer 5^o/igen alkoholischen Thymolblaulösung gegeben und ungefähr 0,1 n Natriummethoxidlösung (2,5 g metallisches Natrium in 1 l Methanol) bis die Lösung tiefblau wird. Mit 0,1 n Perchlorsäure (8,4 ml 70^o/ige Perchlorsäure in Dioxan zu 1 l gelöst) wird auf Gelb titriert und wei-

ter bis zum Umschlag nach Purpur (Verbrauch A ml). Der Rest des uranfreen Filtrats wird mit 5 g Calciumacetat 1 min geschüttelt. Wieder werden 5 ml der neuerlich filtrierten Probe in Chloroformlösung mit Perchlorsäurelösung und Thymolblau als Indicator bis zum Gelb-Purpur-Endpunkt titriert. (Verbrauch B ml). Bezeichnet man mit N die Normalität der HClO_4 -Maßlösung, so enthält die titrierte Lösung $BN/5$ Mole Amin/l und $(A - B)/5$ Mole Alkylphosphorsäure/l. Tributylphosphat ergibt sich aus der Differenz zwischen Gesamtphosphor und Alkylphosphat-Phosphor. Zur Phosphorbestimmung, die nach jeder geeigneten Methode vorgenommen werden kann, bringt man in kleinen Porzellantiegel, der 1 g gestampftes Magnesiumoxid enthält, eine 2 ml-Probe, überschichtet mit 1 g Magnesiumoxid, erhitzt bis zur Entzündung der organischen Dämpfe und läßt ohne Brenner die Flamme ausbrennen. Das abgekühlte Magnesiumoxid wird in einen Becher mit etwas Wasser geschüttelt, 5 ml Perchlorsäure werden in den Tiegel und 3 ml in den Becher gebracht. Der Tiegel wird stark erhitzt, sein Inhalt durch öfteres Ausspülen mit Wasser in den Becher gebracht. Dieser wird zur Lösung des Magnesiumoxids erhitzt. In dieser Lösung wird dann, etwa nach der Molybdän-Vanadium-Phosphorsäure-Methode, der Phosphor bestimmt.

¹ Anal. chim. Acta (Amsterdam) **24**, 504–508 (1961). Res. Develop. Div., Eldorado Mining and Refining Ltd., Ottawa, Ont. (Kanada). L. EBERTH

Die quantitative Analyse eines Gemisches von Monochloriden auf Grund der Infrarotabsorptionsspektren beschreiben V. I. KOLBASOV, S. B. BARDENŠTEJN und R. V. DŽAGAPANJAN¹. Die Methode findet bei der *Analyse der Produkte der Hochtemperaturchlorierung des Propylens* Verwendung. Der mittlere Gehalt des Reaktionsgemisches an verschiedenen Bestandteilen beträgt ungefähr: Allylchlorid 90–93%; 2-Chlorpropen bis zu 3%; cis-trans-1-Chlorpropen bis zu 1%; Isopropylchlorid bis zu 3%; n-Propylchlorid bis zu 3%. Für die Analyse eines 5-Komponenten-gemisches stellt man 3 *Lösungen* her: 1. 100 mg der Mischung auf 1 ml CCl_4 , für die Bestimmung des 2-Chlorpropens und orientierende Bestimmung des Allylchlorids, 2. 300 mg der Mischung auf 1 ml CCl_4 , für die Bestimmung des cis-1-Chlorpropens und des Isopropylchlorids, 3. 600 mg der Mischung auf 1 ml CCl_4 für die Bestimmung des n-Propylchlorids. — Genauer wird der Gehalt der Mischung an Allylchlorid aus der Differenz der anderen Bestandteile gegen 100 bestimmt. Die Analysen, welche an Mustern bekannten Gehaltes ausgeführt wurden, zeigten einen mittleren quadratischen Fehler von 1% für das Allylchlorid (aus der Differenz) und von 10% für die anderen Bestandteile. Die Analysendauer beträgt 5–6 Std.

¹ Zavodskaja Laborat. **26**, 587–590 (1960) [Russisch]. J. MALINOWSKI

Eine Methode zur quantitativen Bestimmung der Zusammensetzung von rohem Trichloräthan auf infrarotspektroskopischem Wege beschreiben V. I. KOLBASOV, S. B. BARDENŠTEJN und R. V. DŽAGAPANJAN¹. Die untersuchte Substanz enthielt etwa 50–60% 1,2-Dichlor-, 40–50% 1,1,2-Trichlor- und 5% Tetra-chloräthan (1,1,1,2- und 1,1,2,2-Isomere). Der Zeitaufwand für eine Analyse beträgt etwa 1 Std. Die Bezugslinien sind in der angegebenen Reihenfolge 883, 934, 960 und 1017 cm^{-1} . Die Eichung wird mit Testgemischen nach der Methode der kleinsten Fehlerquadrate durchgeführt, zur Auswertung dient ein Gleichungssystem mit vier Unbekannten.

¹ Zavodskaja Laborat. **27**, 295–296 (1961) [Russisch]. H.-J. DREWITZ

Bei der Bestimmung der Oxydierbarkeit von techn. Äthylalkohol nach der Standard-Methode schlagen I. S. MUSTAFIN und N. K. NEMKOVA¹ vor, das Uranyl-nitrat durch *Naphtholgelb* (Natriumsalz der Natrium- α -naphtholat-2,4-dinitro-7-sulfonsäure) als Vergleichssubstanz zu ersetzen. (In der Sowjetunion bestimmt man