

Zur gaschromatographischen Analyse hochmolekularer Fettderivate ohne Anwendung von Vakuum beschreibt V. VASILESCU¹ ein neuentwickeltes Gerät, bei dem es sich um eine Weiterentwicklung des Gaschromatographen Typ GC-011 der Arbeitsgemeinschaft für Gaschromatographie der DDR handelt (maximale Arbeitstemperatur 300° C, Wärmeleitfähigkeitszelle). Unter Verwendung von 20% Apiezon L auf Kieselgur können hochmolekulare Paraffine, Methylester der natürlichen und synthetischen Fettsäuren bis zu etwa 26 Kohlenstoffatomen sowie auch deren Folgeprodukte (Fettalkohole, Amine, Nitrile) in relativ kurzer Zeit analysiert werden.

¹ Fette, Seifen, Anstrichmittel **63**, 132–138 (1961). Physik.-chem. Lab., VEB Deutsches Hydrierwerk, Rodleben. H. GARSCHAGEN

Vinylacetat. Über die gaschromatographische Reinheitsprüfung von Vinylacetat berichtet S. USAMI¹. An einer 2 m langen Säule, die als flüssige Phase 85% Siliconöl DC-510 und 15% Stearinsäure auf dem Träger DM-13 A enthält, können bei 50° C im Gemisch bis herab zu 0,006 Vol-% Acetaldehyd, 0,007 Vol-% Methanol, 0,015 Vol-% Aceton und 0,018 Vol-% Methylacetat bestimmt werden. Enthält die Probe vergleichbare Mengen Wasser und Acetaldehyd, so wird der Methanolpeak gestört. In diesem Fall eignet sich zur Methanolbestimmung (bis herab zu 0,013 Vol-%) als stationäre Phase besser Glycerin auf DM-13 A (2 m, 70° C). Mit dieser Säule kann auch Crotonaldehyd bis herab zu 0,031 Vol-% bestimmt werden. Zur Erfassung von kleinsten Mengen Benzol (bis herab zu 0,024 Vol-%) müssen die beiden Säulen hintereinander geschaltet werden.

Die UV-spektrometrische Bestimmung von Acetaldehyd und Aceton in Vinylacetat gelingt nach Y. NISHINO² auf Grund der Absorptionen bei 290 und 300 nm (Schichtdicke 1 cm). 0,002–0,05% der Carbonylverbindungen können nebeneinander mit einer Genauigkeit von $\pm 0,002\%$ bestimmt werden.

Auch zur Bestimmung von Benzol und Toluol in Vinylacetat eignet sich nach Y. NISHINO³ am besten die UV-Spektrophotometrie. Auf Grund der Absorptionsbanden bei 260,2 und 268,2 nm lassen sich Gehalte von 0,01–0,5% mit einer Genauigkeit von $\pm 10\%$ (rel.) bestimmen. Die Nachweisgrenze beträgt bei Anwesenheit beider Verbindungen 0,005%, sonst 0,001–0,002%.

¹ Jap. Analyst **10**, 141–146 (1961) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Kurashiki Rayon Co., Toyama (Japan). — ² Jap. Analyst **10**, 83–86 (1961) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Kurashiki Rayon Co., Ltd., Toyama Plant (Japan). — ³ Jap. Analyst **10**, 86–89 (1961) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.)

H. GARSCHAGEN

Über die Bestimmung von Acetaldehyd und Methylvinylketon in Acrylnitril berichten H. HATA und K. OKADA¹. Geringe Mengen Acetaldehyd (bis zu 0,1%) lassen sich mit Hilfe von Fuchsinreagens bis herab zu 0,001% mit einer Genauigkeit von $\pm 0,002\%$ bestimmen. Zur Bestimmung von Methylvinylketon eignet sich im Bereich von 0,0003–0,02% die m-Phenylendiamin-Methode (Genauigkeit $\pm 0,0006\%$). Diese Methoden sind genauer als die Oximierungsmethode und eignen sich zur Qualitätskontrolle von Acrylnitril, welches zur Herstellung von Synthesefasern verwendet werden soll.

¹ Jap. Analyst **10**, 165–168 (1961) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass.ref.) Nitto Inst. Chem. Res. (Japan). H. GARSCHAGEN

Für die gaschromatographische Trennung des Reaktionsgemisches der Phenol-erzeugung aus Isopropylbenzol wird von A. N. KOROL'¹ eine Apparatur verwendet, die aus einem elektronisch regulierten Thermostaten mit Kolonne und Detektor (mittels Wärmeleitung, Kammer 0,6 ml), einem Steuerungsblock und einem