

die andere mit Stickstoff beschickt wird. Die Durchflußgeschwindigkeit beträgt 250 ml \pm 2%/Std. Die auftretende Temperaturdifferenz wird thermoelektrisch gemessen. Man kann aber auch die Temperaturdifferenz kompensieren, indem man die zweite Zelle auf die gleiche Temperatur erhitzt und den verbrauchten Strom mißt. Beispiele für die Eichung und Anwendung des Calorimeters werden gegeben.

¹ Chem. analit. (Warszawa) **3**, 683—692 (1958) [Polnisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Central Inst. of Mining Industry, Mikołów (Polen). H. ZIMMER

III. Analyse organischer Stoffe

1. Elementaranalyse

Über eine neue Methode zur Bestimmung von ¹⁸O in Aldehyden, Ketonen, Säuren und Amiden berichten H. DAHN und H. MOLL¹. Die Verf. erhitzen die Probe mit o-Phenylendiaminmonohydrochlorid (I) auf 300° C, wobei die Schiffschen Basen bzw. Benzimidazole und Wasser entstehen. Der in I enthaltene Chlorwasserstoff verursacht sogar eine Reaktion mit Alkoholen, die durch Eliminierung oder durch Substitution ebenfalls eine äquivalente Menge Wasser in Freiheit setzen. Das bei der Reaktion entstandene ¹⁸O-haltige Wasser wird mit inaktivem Kohlendioxyd stehen gelassen, wobei ein partieller Austausch von ¹⁸O stattfindet. — *Arbeitsweise.* 20—40 mg der ¹⁸O-haltigen Probe, entsprechend etwa 0,2 m Atomen Sauerstoff, werden in einem Einschlußrohr mit einem Überschuß von I (50—100 mg) und etwa 2 ml inaktivem Kohlendioxyd 3 Std auf 300° C erhitzt und zur Gleichgewichtseinstellung noch 16 Std bei 20° C belassen. Das erhaltene ¹⁸O-haltige Kohlendioxyd wird massenspektrometrisch bestimmt.

¹ Chem. and Ind. **1959**, 399—400. Univ. Basel (Schweiz).

G. KAINZ

Die Mikrobestimmung von Schwefel in organischen Verbindungen wurde von T. SUDO, D. SHIMOE, T. TSUJII und Y. SOEDA¹ bearbeitet. Die Probe wird im Sauerstoff-Strom verbrannt und die entstehenden Schwefeloxyde mit elektrolitisch hergestellter Silberwolfe (vgl. T. MITSUI und H. SATO²) absorbiert. Die Strömungsgeschwindigkeit von Sauerstoff wird zwischen 15 und 25 ml/min variiert. Der Vorschub des beweglichen Brenners beträgt 4,7 mm/min. Die Silberwolfe, die sich in einem Absorptionsröhrchen befindet, wird auf 480—500° C erhitzt. Es werden 2 g Silberwolfe verwendet. Das entstandene Silbersulfat wird 2 min mit heißem Wasser extrahiert und mit 15 ml heißem Wasser in einen 100 ml-Becher gespült. Die Lösung wird mit 2 ml 4 n Salpetersäure und 0,5 ml 40% iger Eisen(III)-ammoniumsulfatlösung als Indicator versetzt und mit 0,01 n Ammoniumrhodanidlösung titriert. Die obere Grenze für die Substanzeinwaage beträgt unter den angegebenen Bedingungen etwa 7 mg.

¹ Jap. Analyst **8**, 42—48 (1959) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Kurosaki Factory, Mitsubishi Chem. Ind. Ltd. (Japan). — ² Mikrochim. Acta (Wien) **1956**, 1603; vgl. diese Z. **158**, 218 (1957). G. KAINZ

2. Qualitative und quantitative Analyse

Über die Anwendung der chemischen Sorption zur Trennung von organischen Isomeren und Homologen berichten J. L. FORSTNER und L. B. ROGERS¹. Es wird die Trennung von 2- und 4-Nitrosonaphthol sowie von einigen aliphatischen und aromatischen Aminen an verschiedenen Adsorptionsmitteln untersucht. Als Adsorbens wurden Silicagel [Hyflo-Super-Cel (Johns-Manville)] bzw. Aluminiumoxyd verwendet, die mit verschiedenen Salzen [Kupfer(II)-chlorid, Kupfer-