

mit einem höheren Molekulargewicht gewinnt man leichter aus dem Polysalz als durch die direkte Polymerisation der monomeren Base.

P. Kratochvíl (Praha)

Sostakovskij, M. F., K. V. Zapunnaja, G. G. Skvorcova, S. M. Tyrina, Z. V. Stepanova u. M. A. Andrianov (Inst. für organ. Chem., Sibir. Abteil. der Akad. der Wissensch. der UdSSR, Irkutsk, UdSSR). **Untersuchungen auf dem Gebiet der Synthese und Eigenschaften der zinnhaltigen polymeren Vinyloxyanilinkomplexe.** (Vysokomolekuljarnye soedinenija **10 A**, 678–684, 1968.)

Durch Wechselwirkung der Vinyloxyaniline mit Zinntrichlorid wurden zinnhaltige Polymere synthetisiert und ihre Zusammensetzung, Struktur und Eigenschaften untersucht. Der polymere Komplex des o-Vinyloxyanilins mit Zinntetrachlorid weist eine hohe bakteriostatische Aktivität auf. Auch die elektrophysikalischen Eigenschaften der Komplexe wurden studiert.

P. Kratochvíl (Praha)

Štilman, M. I., O. Ja. Fedotova u. G. S. Kolesnikov (D. I. Mendeleev-Chem.-technolog. Inst., Moskva, UdSSR). **Poly-1-acylsemicarbazide.** (Vysokomolekuljarnye soedinenija **10 A**, 283–287, 1968.)

Durch Reaktion der Dicarboxysäuren mit Diisocyanaten wurden mehrere aliphatische, arylaliphatische und aromatische Poly-1-acylsemicarbazide synthetisiert. Löslichkeit, thermomechanische Eigenschaften und Viskosität verdünnter Lösungen der Polymeren wurden untersucht.

P. Kratochvíl (Praha)

6. Experimentelle Methodik

a) Methoden und Geräte

Arthur, E. P. (Fullerton, Calif. USA). **Ein Glas-Standard für Fluoreszenz.** (Amer. Ceram. Soc. Bull. **47**, 183–185, 1968.)

Eine Reihe von Gläsern auf der Grundlage von 56 SiO₂, 16 ZnO, 28 BaO (Mol%), aus reichsten Materialien, mit Zusätzen von Uranyl-nitrat in der Größenordnung von ppm erschmolzen, entsprechen im UV-Licht der Fluoreszenz wässriger Chininsulfatlösungen in der Größenordnung von 1 Teil per Milliarde. Die Fluoreszenz, für Probleme der analytischen und klinischen Chemie gedacht, ist sehr schwach und besitzt ein Maximum im Gelbgrün bei 5400 Å. Mit steigender Temperatur des Glases vermindert sich die Intensität, metallische Verunreinigungen (Pt, Rh, Nb) erhöhen sie.

E. Gruner (Mettlach/Saar)

Jahanbagloo, I. C. u. T. Zoltai (Materials Res. Labor., The Pennsylvania State Univ., University Park, Pa. 16802 und Dept. of Geol. and Geophys., Univ. of Minnesota, Minneapolis, Minn., USA). **Quantitative Analyse mit Hilfe berechneter Röntgen-Pulverdiagramme.** (Anal. Chem. **40**, 1739–1741, 1968.)

Durch Vergleich der Linienintensitäten von Pulveraufnahmen mit den berechneten absoluten Intensitäten von Substanzen bekannter Struktur können aus den Aufnahmen die Gehalte verschiedener Mineralien quantitativ bestimmt werden. Die Methode ist selbstverständlich auf Substanzen genau bekannter Kristallstruktur beschränkt, außerdem dürfen sich Linien verschiedener Komponenten nicht überlagern. Immerhin sind bemerkenswert gute Analysenergebnisse für viele Mineraliengemische erhalten worden, z. B.:

Quarz	vorgegeben 29,2 Gew.-%	gefunden 27,4 und 28,3 Gew.-%
Fluorit	vorgegeben 54,3 Gew.-%	gefunden 57,8 und 56,4 Gew.-%
Calcit	vorgegeben 16,5 Gew.-%	gefunden 14,8 und 15,3 Gew.-%

ferner:

Halit	gegeben 50,0	gefunden 48,7 Gew.-%
Fluorit	gegeben 30,0	gefunden 28,8 Gew.-%
Rutil	gegeben 20,0	gefunden 22,5 Gew.-%

Ergebnisse mit etwa gleicher Genauigkeit werden bei binären Gemischen von Quarz-Pyrit, Calcit-Hämatit und Niter (NaHSO₄) – Sylvit erhalten.

E. Best (Neu-Isenburg)

Karayannis, N. M., A. H. Corwin, E. W. Baker, E. Klesper u. J. A. Walter (Dept. of Chem., The John Hopkins Univ., Baltimore, Md., USA). **Apparatur und Material für die Überdruck-Gaschromatographie nichtflüchtiger Verbindungen.** (Anal. Chem. **40**, 1736–1739, 1968.)

Es wird eine Apparatur zur Gaschromatographie mit Gasen unter Drucken bis ca. 3000 psi bei überkritischer Temperatur beschrieben. Als Detektor dient eine Refraktometerzelle. Mit CCl₂F₂ als Trägergas bzw. Laufmittel lassen sich z. B. Porphyrine trennen. Für diese Substanzgruppe und für Metallchelate dient Chromosorb W und Chromosorb P als fester Träger, wobei die Peaks nach Waschen der Chromosorb-Typen mit Säure und anschließendem Silanieren schärfer werden. Ebenfalls gute Auflösung gibt KCl als fester Träger mit 5% stationärer Phase (untersucht werden Carbowax 20 M, Versamid 900, Ucon 50-HB-2000, Apiezon M, KEL-F-Wax und viele andere, die zum Teil jedoch vom Trägergas gelöst und ausgewaschen werden).

Mit der Apparatur können Metall-Porphyrin- und Metall-Acetylaceton-Komplexe, Salicylaldoximate und Thenoyltrifluoracetate getrennt werden.

So werden auf säuregewaschenem, mit Hexamethyldisilazan behandeltem Chromosorb P mit Epon 1001 bei 160 °C und Drucken von 1500 bis 2000 psi die Chelate von CoII, NiII mit 8-Chinolinol, von CoII, NiII, CuII mit Salicylaldehyd, NiII, CuII mit Salicylaldimin, MnII, FeII, CoII, CdII, VV, VOIV, PdII, BiIII mit Salicylaldoxim, NiII, PdII mit Dimethylglyoxim, MnII, CoII, NiII, NdIV mit Thenoyltrifluoraceton und NiII, CdII mit Dithizon auf ihre Trennbarkeit untersucht und die Retentionszeiten für die Salicylaldoximate von NiII, CuII und ZnII zu 1,00, 1,11 und 1,03 (relative Werte, Bezugsgröße NiII, relative Retentionszeit = 1,00, entspricht 3,75 min) gefunden.

Relative Retentionszeiten der Thenoyltrifluoracetate:

SeIII	YIII	EuIII	AlIII	ZnIV	VOIII	FeIII	CoIII	NiII	PdII	CuII	ZnII	ThII	UO ₂
1.12	1.15	1.18	0.97	0.98	1.29	1.03	1.16	1.31	1.08	1.00	0.97	1.04	1.21

E. Best (Neu-Isenburg)

b) Analyse

Wolen, R. L. u. C. M. Gruber (Lilly Labor. for Clin. Res., Marion County General Hospital, Indianapolis, Ind. 46202, USA). **Bestimmung von Propoxyphen in menschlichem Plasma mittels Gaschromatographie.** (Anal. Chem. **40**, 1243–1246, 1968.)

Es wird eine Bestimmungsmethode für α-d-Dimethylamino-1,2-diphenyl-3-methyl-2-propion-

oxybuten („Propoxyphen“) in Plasma angegeben. Die Methode beruht auf der Solventextraktion bei pH -Werten nahe dem Neutralpunkt mit anschließender Reinigung und Konzentration des Extrakts. Der so aufbereitete Extrakt wird in einer kurzen Kolonne mit Silicongummi als flüssiger Phase gaschromatographisch analysiert. Eine quantitative Bestimmung ist bei Verwendung von α -*d*-2-Acetoxy-1,2-diphenyl-3-methyl-4-pyrrolidinobutan-Hydrochlorid (*d*-Pyrroliphen-Hydrochlorid) als innerem Standard möglich, diese Substanz begleitet das Propoxyphen durch den gesamten Extraktionsvorgang. Der Quotient der Peakhöhen von Propoxyphen zu Pyrroliphen wird mit dem aus in Plasma dargestellten Standardproben abgeleiteten Quotienten verglichen, nachdem diese Standardproben in gleicher Weise wie das zu untersuchende Material bearbeitet wurden.

Als Extraktionsmittel dient spektralreines Chloroform in der Endstufe, sonst p.a.-Reagenzien. Das Propoxyphen für die Standards ist mit ^{14}C markiert. Als Kolonnenfüllung dient Diatoport S, 80 bis 100 mesh mit 3,8% Silicongummi W 98, das nachfolgend noch mit 0,25% Dichlordimethylsilan behandelt wurde. Die Chromatographie wird bei 205 °C am Kolonneneingang, 172 °C Kolonnen-temperatur und 195 °C Detektortemperatur vorgenommen. Als Trägergas dient He mit 60 ml/min bei 40 psi, dem zum Betrieb des Flammenionisationsdetektors je 25 ml/min (20 psi) H_2 und O_2 zugesetzt werden.

Alle Extraktionsvorgänge werden in silicon-behandelten Gefäßen mit Teflonverschluß vorgenommen. *E. Best* (Neu-Isenburg)

Zinkel, D. F. u. L. C. Zank (Forest Product Labor., Forest Service, U. S. Dept. of Agriculture, Madison, Wis. 53705, USA). **Trennung von Harz und Fettsäuremethylestern durch Gelpermeations-Chromatographie.** (Anal. Chem. **40**, 1144–1146, 1968.)

Die vollständige Analyse komplexer Harz- und Fettsäuregemische durch Gas-Flüssig-Verteilungs-chromatographie wird durch die Überschneidung von 2 Systemen an gelösten Stoffen erschwert. Es wird nur eine Trennung mittels Gelpermeations-chromatographie versucht. Es werden die Elutionsvolumina für folgende Methylester gegeben: Lignocerat, Behenat, Arachidat, Stearat, Palmitat, Oleat, Myristat, Linoleat, Laurat, Linolenat, Caprat, Nonanoat, Tetrahydroabietat (8 β , 9 α , 13 α -H), Pimarat, Tetrahydroabietat (8 α , 9 α , 13 α -H), Palustrat, Isopimarat, Abietat, Lävopimarat, Dehydroabietat, Neoabietat.

E. Best (Neu-Isenburg)

7. Kunststoffe und Kautschuk

a) Polyplaste

Kubens, R. (Anwendungstechn. Abt. der Farbenfabriken Bayer AG, Leverkusen). **Cycloaliphatische Glycidylester. Eine neue Gruppe von Epoxidharzen.** (Kunststoffe **58**, 565–571, 1968.)

Aus Epichlorhydrin und cycloaliphatischen Carbonsäuren bzw. sauren Estern lassen sich die cycloaliphatischen Glycidylester leicht darstellen. Die Verarbeitung dieses neuen Epoxydharz-Typs kann analog wie die der Bisphenol-Epoxidharze erfolgen, wobei ähnlich gute mechanische und thermische Eigenschaften erzielt werden. Dagegen ist die Lichtechtheit, Wetterfestigkeit, Kriechstrom-

beständigkeit und Lichtbogenfestigkeit besser als bei den Bisphenol-Epoxidharzen. Anhand zahlreicher Beispiele werden die Änderungen insbesondere mechanischer aber auch elektrischer Eigenschaften in Abhängigkeit von der Zeit und der Temperatur aufgezeigt.

H. Bergmann (Neu-Isenburg)

Kuroda, R., K. Ishida u. T. Kiriya (Labor. for Anal. Chem. Faculty of Eng., Univ. of Chiba, Yayoi-cho, Chiba, Japan). **Adsorptionsverhalten einiger Metalle in Salzsäure an einem schwach basischen Anionenaustauscher.** (Anal. Chem. **40**, 1502–1506, 1968.)

Es werden die Verteilungskoeffizienten von rund 40 Elementen in salzsaurer Lösung an einem schwach basischen Phenolkondensationsharz (Amberlite CG 4 B) festgestellt. Der Konzentrationsbereich der HCl liegt zwischen 1 und 11 m. Dabei können die Seltenen Erden von Th, TeIV von BiIII und SnIV von SbIII getrennt werden, was an stark basischen Harzen sehr schwierig ist. Die Trennung von 32 Zweikomponenten- und 4 Vielkomponenten-Gemischen werden vorgelegt. Gefundene Verteilungskoeffizienten:

Yb	11,3 m HCl	1,8 Hg ²⁺	3,0 m HCl	190
Sm	11,3 m HCl	4,0 Hg ²⁺	6,0 m HCl	59
La	11,3 m HCl	4,7 Hg ²⁺	8,9 m HCl	62
Sc	8,9 m HCl	3,3 Zn	1,1 m HCl	20
Sc	11,3 m HCl	10 Zn	3,0 m HCl	67
Ge	8,9 m HCl	5 Zn	6,0 m HCl	63
V ⁴⁺	8,9 m HCl	6 Zn	8,9 m HCl	40
Mn ²⁺	8,9 m HCl	8 Cd	1,1 m HCl	81
Ti ⁴⁺	8,9 m HCl	27 Cd	3,0 m HCl	130
Ti ³⁺	6,0 m HCl	3 Cd	6,0 m HCl	110
Ti ³⁺	8,9 m HCl	25 Cd	8,9 m HCl	87
Th	6,0 m HCl	3,3 Au	1,1 m HCl	220
Th	8,9 m HCl	13 Au	3,0 m HCl	130
Th	11,3 m HCl	41 Au	6,0 m HCl	120
Co	6,0 m HCl	6 Au	8,9 m HCl	75
Co	8,9 m HCl	40 In	3,0 m HCl	11
As ³⁺	6,0 m HCl	7 Sn ⁴⁺	6,0 m HCl	150
As ³⁺	8,9 m HCl	17 Sn ⁴⁺	8,9 m HCl	210
Fe ²⁺	3,0 m HCl	2 Sn ⁴⁺	1,1 m HCl	120
Fe ²⁺	6,0 m HCl	8 Te ⁴⁺	3,0 m HCl	130
Fe ²⁺	8,9 m HCl	85 Te ⁴⁺	6,0 m HCl	180
Fe ³⁺	1,1 m HCl	3 Te ⁴⁺	8,9 m HCl	190
Fe ³⁺	3,0 m HCl	2 Te ⁴⁺	1,1 m HCl	1400
Fe ³⁺	6,0 m HCl	13 Pt ⁴⁺	3,0 m HCl	330
Fe ³⁺	8,9 m HCl	82 Pt ⁴⁺	6,0 m HCl	230
Cu ²⁺	6,0 m HCl	21 Pt ⁴⁺	8,9 m HCl	200
Cu ²⁺	8,9 m HCl	30 Pt ⁴⁺	1,1 m HCl	110
Zr	1,1 m HCl	9 Bi ³⁺	3,0 m HCl	420
Zr	3,0 m HCl	6 Bi ³⁺	6,0 m HCl	290
Zr	6,0 m HCl	21 Bi ³⁺	8,9 m HCl	140
Zr	8,9 m HCl	150 Bi ³⁺	1,1 m HCl	22
Re ⁷⁺	1,1 m HCl	74 In	3,0 m HCl	72
Re ⁷⁺	3,0 m HCl	36 In	6,0 m HCl	390
Re ⁷⁺	6,0 m HCl	23 Ir	8,9 m HCl	390
Re ⁷⁺	8,9 m HCl	31 Ir	1,1 m HCl	4
U ⁶⁺	3,0 m HCl	2 Ir	3,0 m HCl	47
U ⁶⁺	6,0 m HCl	33 Ir	6,0 m HCl	520
U ⁶⁺	8,9 m HCl	100 Pd ²⁺	8,9 m HCl	880
U ⁶⁺	11,3 m HCl	120 Pd ²⁺	1,1 m HCl	1800
Ga	6,0 m HCl	39 Pd ²⁺	3,0 m HCl	810
Ga	8,9 m HCl	87 Pd ²⁺	6,0 m HCl	750
Mo ⁶⁺	1,1 m HCl	8 Sb ³⁺	8,9 m HCl	640
Mo ⁶⁺	3,0 m HCl	18 Sb ³⁺	1,1 m HCl	7900
Mo ⁶⁺	6,0 m HCl	43 Sb ³⁺	3,0 m HCl	6600
Mo ⁶⁺	8,9 m HCl	59 Sb ³⁺	6,0 m HCl	1400
Hg ²⁺	1,1 m HCl	850 Sn ⁴⁺	8,9 m HCl	560

E. Best (Neu-Isenburg)