

BESTIMMUNG EINIGER AROMATISCHER CARBON- UND SULFOSÄUREN
MITTELS PAPIERCHROMATOGRAPHIE UND PAPIERELEKTROPHORESE

JAROSLAV FRANČEK UND MARIE HÁJKOVÁ

Forschungsinstitut für organische Synthesen, Pardubice-Rybitví (Č.S.S.R.)

SUMMARY

Determination of some aromatic carboxylic acids and sulphonic acids by paper chromatography and paper electrophoresis

A method was developed for the determination of isomeric aminobenzenesulphonic acids, as well as of *tert.*-dodecylbenzoic acid, sulphuric acid, alkylmono- and disulphonic acids and *tert.*-dodecylbenzyl alcohol, after separation by paper chromatography or paper electrophoresis. The determination is achieved either by means of colorimetry *in situ*, or by polarography of the heavy metal salts of the acids or by planimetry of the spots. The errors of the determination were established, and the various methods compared.

Über die quantitative Analyse, die in der Papierchromatographie beziehungsweise in der Papierelektrophorese Verwendung findet, wurde schon in einer Reihe von Arbeiten berichtet. Dennoch sind wir der Meinung, dass die Anzahl dieser Arbeiten bei weitem nicht so gross ist wie es diese Methoden verdienen. Ihre Hauptdomäne scheint noch immer die qualitative Analyse zu sein. Ein Grund dafür mag die Tatsache sein, dass zur quantitativen Analyse schon eine kostspieligere Apparatur, wie ein Densitometer, ein Polarograph und dergleichen nötig sind. Ein zweiter Grund sind oft anfängliche Misserfolge, die der Arbeiter hat, falls er nicht alle Faktoren genügend kennt, die die Bestimmung beeinflussen können. Ein grosser Konkurrent ist auch die Gaschromatographie wegen ihrer Schnelle und Einfachheit. Dagegen gibt es eine Reihe von Verbindungen, welche wegen ihrer Eigenschaften zur Bestimmung mittels Gaschromatographie ungeeignet sind. Wenn auch die Bestimmung mittels Papierchromatographie beziehungsweise Papierelektrophorese zeitraubender und komplizierter erscheint, können wir andererseits eine grössere Anzahl von Proben auf einmal analysieren, wobei die Länge der Analyse mehr oder weniger durch "tote" Zeiten, hauptsächlich durch die eigentliche Trennung, verursacht wird. Verwendet man diese "toten" Zeiten zur Auswertung und für andere Operationen, die mit der Bestimmung zusammenhängen, oder wählen wir beispielweise Bedingungen, bei denen die Nachtstunden ausgenutzt werden, so schrumpft das ganze Problem praktisch auf den Vergleich der Fehlergrenze der Bestimmung zusammen. Deshalb versuchten wir in der vorliegenden Arbeit, einen statistischen Vergleich der Genauigkeit verschiedener quantitativer Analysen durchzuführen, die mittels Papier-

chromatographie oder durch Elektrophorese auf Papier getrennt wurden und haben als Material einige Mischungen vorwiegend verschiedener aromatischer Carbon- und Sulfosäuren verwendet, für die bisher keine geeigneten Analysenmethoden ausgearbeitet wurden. Es handelt sich z.B. um isomere Aminobenzolsulfosäuren, Alkylsulfosäuren, um die *tert.*-Dodecylbenzoesäure und den sie begleitenden *tert.*-Dodecylbenzylalkohol. Bei den Säuren wurde vorwiegend ein Verlauf gewählt, bei dem nach der Trennung am Papier die Säuren in wasserunlösliche Salze von Schwermetallen übergeführt wurden. Der Gehalt an Schwermetall wird dann entweder kolorimetrisch oder polarographisch ermittelt.

VERSUCHE

tert.-Dodecylbenzoesäure

Auf chromatographisches Papier Schleicher u. Schüll 2045 b G1 wird eine Lösung der Probe in Petroläther aufgetragen, die *tert.*-Dodecylbenzoesäure entsprechend einer Menge von 150–600 μg Säure enthält. Man trägt gewöhnlich 5 μl mit einer Gorbach-Pipette auf.

Das Chromatogramm wird mit folgender Mischung entwickelt: Äthanol–Ammoniak–Wasser (80:4:16). Die Entwicklung auf dem Schleicher u. Schüll-Papier dauert bei dieser Zusammenstellung 17–18 Std. (über Nacht). Ist es nötig, die Entwicklungsdauer wegen der Arbeitsbedingungen abzukürzen, kann man Whatman No. 1 Papier verwenden, wobei die Entwicklung 5 Std. dauert. Nach Beendigung der Entwicklung und Trocknung bei normaler Temperatur wird das Chromatogramm in eine Lösung von Kupferacetat (10 ml gesättigte Kupferacetatlösung wird mit 240 ml Wasser vermischt) getaucht. In dieser Lösung lässt man das Chromatogramm 45 Min. Nach Herausziehen wird das überschüssige Kupferacetat mit destilliertem Wasser (500 ml, 250 ml, 100 ml nach je 20 Min.) während einer Stunde ausgewaschen. Dann legt man es in eine Lösung von Kaliumferrocyanid (50 ml 7.5%ige Lösung von Kaliumferrocyanid und 250 ml dest. Wasser). In dieser Lösung lässt man es 10 Min. Nach Herausziehen wird es an der Luft getrocknet, und die Intensität der Färbung des rotbraunen Fleckes wird am Densitometer ERI-10 (Zeiss, Jena) unter Verwendung eines blaugrünen Filters (Max. 480 nm) im reflektierten Licht durchgemessen. Die von der Extinktionskurve umgrenzte Fläche wird mit der Eichkurve verglichen. Zur Kontrolle wird jedes Chromatogramm mit einer Standardlösung von bekannter Konzentration versehen.

tert.-Dodecylbenzylalkohol

tert.-Dodecylbenzylalkohol, der in roher *tert.*-Dodecylbenzoesäure enthalten zu sein pflegt, wird als 3,5-Dinitrobenzoylderivat bestimmt.

Es wird 1 g Probe in einen 15 ml Erlenmeyerkolben eingebracht. Dann wird 1 g 3,5-Dinitrobenzoylchlorid und 1.3 g wässrige Sodalösung (18 g wasserfreies Natriumcarbonat in 82 g Wasser) zugegeben. Dann wird der Kolben leicht verstößelt 1 Std. lang im Trockenschrank bei 110° erhitzt. Nach Auskühlen wird 3mal je 1 ml Benzol zugegeben und geschüttelt, absitzen gelassen und quantitativ in einen 10 ml Messkolben gefüllt. Diese Lösung wird auf chromatographisches Papier (Whatman No. 1) aufgetragen, welches mit Dimethylformamid (30% äthanolische Lösung) imprägniert ist. Dann tupft man auf das noch feuchte Papier (nach dem Abtropfen)

mit einer Gorbachpipette u. zw. 50–100 μg Alkohol. Nun entwickelt man mit Cyclohexan, lässt an der Luft trocknen, besprüht mit 10% SnCl_2 in 5% HCl und nach dem Trocknen von neuem mit Ehrlichs Reagens. Nach dem Trocknen legt man es zwischen Filtrierpapiere und lässt es bis zum nächsten Tag im Dunkeln.

Die quantitative Auswertung erfolgt am Densitometer ERI-10 unter Verwendung eines blaugrünen Filters in reflektiertem Licht.

Auf dieselbe Art wird die Kalibrationskurve konstruiert, am besten für einen Bereich 0–1% und 1–99%. Zwecks Kontrolle einer Veränderung der Kalibrationskurve wird auf jedes Chromatogramm eine Standardlösung von bekannter Konzentration aufgetragen.

o-, m-, p-Nitrobenzolsulfosäure als o-, m-, p-Aminobenzolsulfosäure

Zur Trennung der *o-, m-, p*-Nitrobenzolsulfosäure als *o-, m-, p*-Aminobenzolsulfosäure hat sich die Elektrophorese auf Papier in 0.5 *N* Essigsäure bewährt.

Soweit ungefähr 20%ige Lösungen von isomeren Nitrobenzolsulfosäuren zur Verfügung stehen, pipettiert man 0.7 ml der Probe in ein Reagenzglas, fügt 2 ml destilliertes Wasser hinzu, erwärmt im kochenden Wasserbad und gibt noch 1 g pulverförmiges Zink und 2 ml konz. Essigsäure dazu. Dann wird alles nochmals im kochenden Wasserbad erwärmt. Nach 10 Min. werden weitere 2 ml Essigsäure hinzugefügt, und es wird weitere 10 Min. gekocht. Nach Abkühlen wird die Lösung quantitativ in einen 25 ml Messkolben abfiltriert und bis zur Markierung mit Wasser aufgefüllt.

Von dieser Lösung werden mittels Gorbachpipette 5 μl auf chromatographisches Papier Whatman No. 1 mit den Massen 40 \times 40 cm in Abständen von 3 cm zum Start aufgetragen und 4 Std. lang der Elektrophorese in 0.5 *N* Essigsäure bei 320 V unterworfen. Das Elektropherogramm lässt man nach dieser Zeit bis zum nächsten Tag an der Luft trocknen, dann legt man es in den Exsiccator, in dem sich ein Schälchen mit 7 g Natriumnitrit befindet, giesst in dieses Schälchen 2 ml konz. Chlorwasserstoff und verschliesst den Exsiccator schnell. Nach 4 Min. nimmt man das Elektropherogramm heraus, besprüht es mit einer 1%igen Lösung von R-Salz (Natriumsalz der 2-Naphtol-3,6-disulfosäure) in 5%iger Natriumcarbonatlösung, und zwar beide Seiten des Papiers. Nach dem Trocknen wird das Elektropherogramm in Streifen zerschnitten, die sich zur Messung im Densitometer ERI-10 eignen. Es wird bei blaugrünem Filter (Max. 480 nm) in reflektiertem Licht kolorimetriert. Die im Densitometer erhaltenen Extinktionskurven werden planimetriert. Die von diesen Kurven begrenzte Fläche entspricht dem Gehalt des entsprechenden Isomeres und wird mit der Fläche der entsprechenden Standardlösung verglichen. Zu jeder Serie der Probe, d.h. auf jedes Elektropherogramm, wird wenigstens zweimal eine Standardmischung, deren Zusammensetzung der Probe entspricht, aufgetragen.

Eine Mischung, die Schwefelsäure, Alkylmonosulfosäure und Alkyldisulfosäure (C_{15}) enthält

Die Trennung dieser Mischung wird mittels Papierchromatographie durchgeführt. Auf chromatographisches Papier (Whatman No. 1) wird mit der Gorbachpipette eine Menge von 250–850 μg aufgetragen und mit einer Mischung von *n*-Propanol-Ammoniak (2:1) 8 Std. lang entwickelt. Man lässt es bis zum folgenden Tag trocknen und bezeichnet dann die Flecke unter der U.V.-Lampe, damit sie beim

Zerschneiden des Chromatogrammes ganz erhalten bleiben. Danach legt man das Chromatogramm in eine flache Schale mit Bleinitrat (5%), worin man es 1 Std. belässt, und wäscht es sodann in dest. Wasser (500 ml, 250 ml und 100 ml) jeweils 20 Min. lang. Nach Trocknung schneidet man rechteckige Felder aus, welche das Bleisalz der Schwefelsäure und der Alkylmonosulfosäure enthalten (das Bleisalz der Alkyldisulfosäure ist in Wasser löslich) und, ohne sie zu zerschneiden, legen wir sie in Reagensgläser mit eingeschliffenen Stöpfeln, fügen 10 ml 5%iges Ammoniumacetat (das 10 Tropfen Ammoniak auf 500 ml enthält) hinzu. Nun lassen wir es in der Schüttelmaschine 2 Std. lang schütteln, und danach bestimmen wir den Gehalt von Pb^{2+} polarographisch (Polarograph LP 60). Zugleich mit der Probe trägt man eine Standardlösung auf, zwecks Kontrolle der Kalibrationskurve. Gleichzeitig stellt man die Grösse eines Blindversuches an einem Streifen des Chromatogrammes fest, das eine bekannte Fläche besitzt.

Man kann auch einen anderen Weg wählen: Nach der Reaktion der Säuren mit dem Bleinitrat und durch Auswaschen des überschüssigen Nitrates in Wasser lässt man das Chromatogramm trocknen, legt es auf 10 Min. in eine Kammer, die Schwefelwasserstoff enthält, und misst die entsprechenden schwarzen Flecken im Densitometer bei blaugrünem Filter (Max. 480 nm) in reflektiertem Licht.

Bei einem anderen Verfahren, das aber nur die Bestimmung der Alkylmonosulfosäure ermöglicht, überführt man diese Säure nach erfolgter chromatographischer Trennung in ein unlösliches Kupfersalz durch Eintauchen in eine Kupferacetatlösung (10 ml gesättigte Kupferacetatlösung wird mit 240 ml Wasser vermischt), worin man sie 1 Std. belässt. Dann wäscht man das Chromatogramm auf gleiche Weise in Wasser wie im Falle der Reaktion mit Bleinitrat. Das nasse Chromatogramm legt man 30 Min. in eine Ferrocyanylösung (50 ml 7.5%iges Kaliumferrocyanid und 250 ml Wasser). Nach dem Trocknen misst man es im Densitometer ERI-10 (siehe *tert.*-Dodecylbenzoesäure).

Die Alkyldisulfosäure kann wegen starker Löslichkeit sowohl der Blei- als auch der Kupfersalze auf diese Weise nicht bestimmt werden. Sie wurde daher aus der Grösse der Flecken bestimmt.

Ein auf gleiche Weise erhaltenes Chromatogramm wird nach dem Trocknen mit Pinakryptolgelb besprüht. Die Flecken werden unter der U.V.-Lampe aufgezeichnet und planimetriert.

Bei allen beschriebenen Vorgängen wird gleichzeitig eine Standardlösung aufgetragen.

DISKUSSION

Als Beispiele der Bestimmung verschiedener aromatischer Stoffe durch Papierchromatographie oder Elektrophorese an Papier wurden solche gewählt, welche sich einerseits durch die Kompliziertheit der ganzen Ausführung unterscheiden, andererseits durch die Art der endgültigen Auswertung.

Zur Bestimmung der *tert.*-Dodecylbenzoesäure wurde ein Verfahren gewählt, das häufig für die Bestimmung von Fettsäuren^{1,2} Anwendung findet, d.h. zunächst die Überführung in ein in Wasser unlösliches Kupfersalz, sodann die Ausfärbung mit Ferrocyanid. Die Färbung misst man am Densitometer ERI-10. Sie ist praktisch stabil.

Der *tert.*-Dodecylbenzylalkohol wurde zuerst in das 3,5-Dinitrobenzoylderivat überführt und zwar deshalb, weil die Reduktion der Nitrogruppen zu Aminogruppen direkt auf dem Papier sehr leicht geht und da letztere mit bekannten Reagentien sehr empfindliche Farbreaktionen ergeben. Auch hier erfolgt die Auswertung densitometrisch. Die Färbung ist aber nicht mehr so stabil, vor allem wenn das Chromatogramm dem Tageslicht ausgesetzt wird.

Komplizierter ist das Verfahren bei der Bestimmung isomerer Nitrobenzolsulfosäuren und zwar deshalb, weil es nötig ist, diese zuerst in die Aminoderivate überzuführen, welche dann leicht durch Papierelektrophorese getrennt werden können. Wie aus dem Versuchsteil ersichtlich ist, ist es nötig, eine ganze Reihe von Operationen vorzunehmen, wobei gewisse Fehler auftreten können. Deshalb wurde jeder Schritt einzeln verfolgt, um festzustellen, an welchen Punkten die Bestimmung am meisten durch Fehler belastet ist. Es wurde z.B. festgestellt, dass nach durchgeführter Reduktion mit Zink der Gehalt an einzelnen Isomeren der Aminobenzolsulfosäuren sich ändert. Nach 24 Std. kommt es zu einer Abnahme um ungefähr 19% des ursprünglichen Gehaltes. Beim Verfolgen der Veränderung der Verfärbung, die nach der Besprühung mit R-Salz auftrat, wurde festgestellt, dass ihre Intensität nach 24 Std. bei *m*-Aminobenzolsulfosäure um 15%, beim *p*-Isomer um 7% und beim *o*-Isomer um 8% abgesunken war. Dabei trat die grösste Schwächung während der ersten beiden Stunden auf. Nach 24 Std. ändert sich die Verfärbung nicht mehr wesentlich. Der eigentliche Trennungsschritt durch Elektrophorese verändert das Resultat praktisch nicht.

Bei der densitometrischen Bestimmung *in situ* wurde in Übereinstimmung mit Angaben in der Literatur festgestellt, dass die Messung im reflektierten Lichte³ genauer ist (in unserem Falle war der Fehler im durchfallenden Lichte $1.7 \times$ grösser). Um in möglichst grossem Masse den Einfluss der einzelnen Vorgänge auszuschalten, ist es nötig, auf jedes Elektropherogramm eine Standardmischung aufzutragen, die in ihrer Zusammensetzung den zu analysierenden Proben nahekommt und die Auswertung durch Vergleich der Standardsubstanz mit der Probe durchzuführen. Ausserdem muss die Reduktion mit Zink zweimal ausgeführt werden, um persönliche Fehler zu vermeiden, und jede Reduktion muss auf ein neues Elektropherogramm aufgetragen werden.

Alkylsulfosäuren (C₁₅) zusammen mit Schwefelsäure wurden in unlösliche Salze von Schwermetallen übergeführt. Es hat sich aber gezeigt, dass das Kupfersalz in Wasser nur bei der Alkylmonosulphosäure unlöslich ist, das Bleisalz nur bei der Schwefelsäure und der Alkylmonosulphosäure. Die Salze der Alkyldisulphosäure sind in Wasser löslich und deshalb musste zu ihrer Bestimmung die Methode der Ausmessung der Fläche der Flecken im U.V.-Lichte nach Bespritzung mit Pinakryptolgelb gewählt werden. Das Kupfersalz der Alkylmonosulphosäure wurde nach der Reaktion mit Ferrocyanid *in situ* kolorimetriert. Die Bleisalze wurden entweder aus dem Papier mittels Ammonacetat extrahiert und dann der Gehalt an Blei polarographisch ermittelt, oder sie wurden mit Schwefelwasserstoff in schwarzes Bleisulfid übergeführt und *in situ* kolorimetriert. Bei dem eigentlichen Verfahren ist es nötig auf einen Umstand hinzuweisen, der in der Literatur nicht erwähnt ist. Beim Auswaschen der überschüssigen löslichen Salze (Cu oder Pb) ist es erforderlich, eine bestimmte Wassermenge zu verwenden, denn, obwohl die gebildeten Salze fast unlöslich sind, löst sich doch ein Teil im Überschuss von Wasser. Wenn es sich auch nur

TABELLE I

PAPIERCHROMATOGRAPHIE UND PAPIERELEKTROPHORESE EINIGER AROMATISCHER VERBINDUNGEN

Verbindung	System der Lösungsmittel	R_F	μ ($\text{cm}^2 \cdot 10^5$ $\text{V}^{-1} \cdot \text{sec}^{-1}$)	Farbe des Fleckes	Menge (μg)	Standardabweichung (%)	Dauer der Analyse ^a	Art der Verarbeitung
<i>tert.</i> -Dodecylbenzoesäure	Äthanol-Ammoniak-Wasser (80:4:16)	0.77	—	rotbraun	0-600	5-3	18 Std. (30 Min.)	als Cu^{2+} Salz + Ferrocyanid
<i>tert.</i> -Dodecylbenzylalkohol	Dimethylformamid Cyclohexan	0.85	—	orangebraun	3-100	3-3	6 Std. (1 Std.)	als 3,5-Dinitrobenzoylderivat
<i>o</i> -Aminobenzol-sulfosäure	0.5 N Essigsäure	—	3.9	rot	6-20	3.6	6 Std. (30 Min.)	Detektion mit R-Salz Kolorimetrie <i>in situ</i>
<i>m</i> -Aminobenzol-sulfosäure		—	0.6	rot	6-20			
<i>p</i> -Aminobenzol-sulfosäure		—	1.7	rot	6-20			
2,4-Aminobenzol-disulfosäure		—	22.6	rot	6-20			
2,5-Aminobenzol-disulfosäure		—	20.7	rot	6-20			
2,6-Aminobenzol-disulfosäure	—	19.3	rot	6-20	—	—	—	—
3,5-Aminobenzol-disulfosäure	—	16.5	rot	6-20	—	—	—	—

Schwefelsäure	0.06	—	weiss	30-100	3-4	12.5 Std. (30 Min.)	als Pb ²⁺ Salz (a) Polarographie; (b) Kolorimetrie <i>in situ</i>
Alkylmonosulfo- säure	0.69	—	weiss	300-850	2.8	12.5 Std. (30 Min.)	als Pb ²⁺ Salz (a) Polarographie; (b) Kolorimetrie
			schwarz	6.0	6.0	11 Std. (30 Min.)	Cu ²⁺ Salz Kolorimetrie <i>in situ</i>
Alkyldisulfo- säure	0.87	—	weiss	100-300	8.5	8 Std. (20 Min.)	Pinakryptolgelb Planimetrieren der Flecke
			rot	6.7 6.8	6.7 6.8	11 Std. (30 Min.)	

^a (Min.) = Aktive Zeit.

um eine kleine Menge handelt, im Verhältnis zu der auf das Chromatogramm aufgetragenen, kann dies doch die Grösse des Fehlers bei der Bestimmung beeinflussen. Beim Ausschütteln ist es wieder nötig, die ganze ausgeschnittene Papierfläche auszusütteln. Wenn man das Papier mit dem Fleck in kleine Streifen zerschneidet, so verkleben sie sich und die Elution verläuft nicht quantitativ, besonders dann nicht, wenn diese Stückchen noch dazu an der Wand des Reagensglases ankleben.

Alle Ergebnisse, die mit den angeführten Methoden erzielt wurden, wurden statistisch verarbeitet (siehe Tabelle I), um ihre Genauigkeit beurteilen zu können. Fassen wir die Erfahrungen zusammen, die bei der Ausarbeitung dieser und älteren Methoden⁴ gewonnen wurden, so ergeben sich einige Folgerungen.

Die Kalibrationskurven dienen praktisch vorallem dazu, um festzustellen, in welchem Konzentrationsbereich das Lambert-Beer'sche Gesetz gilt. Für die eigentliche Bestimmung ist es fast immer erforderlich, gleichzeitig eine Standardprobe aufzutragen und die für die Standardprobe gewonnenen Werte mit dem Ergebnis der analysierten Proben zu vergleichen. Soweit es nötig ist, eine Reihe von Manipulationen vor dem Auftragen auf das chromatographische Papier vorzunehmen, müssen dieselben Manipulationen auch mit der Standardprobe vorgenommen werden.

Wir bemühen uns, sämtliche Versuchsschritte mit grösster Sorgfalt durchzuführen, immer in reproduzierbarer Weise, bezüglich des zeitlichen Abstand der einzelnen Schritte.

Eine Hauptschwäche der quantitativen Papierchromatographie liegt im Auftragen der Probe, was eine erhebliche Fehlerquelle darstellen kann. Darum wählen wir optimale Konzentrationen und Dosen. Zum Auftragen wählen wir nur eine Apparatur, die mit maximaler Genauigkeit arbeitet (Hamilton'sche Injektionsspritzen, Dosiereinrichtungen mit einer Mikrometerschraube, Gorbachpipetten und ähnliches). Die Auswertung, soweit es das Kolorimetrieren *in situ* betrifft, wird im reflektierten Lichte unternommen.

Anstatt des Besprühens wählen wir möglichst ein Durchziehen oder Eintauchen in ein vom Reagens gebildetes Bad¹⁸. Wir ermitteln die Änderung der Verfärbung in Abhängigkeit von der Zeit und wählen die optimalen Zeitintervalle zum Messen.

Werten wir den statischen Fehler einer Bestimmung aus, so zeigt sich, dass bei diesem Vorgang die Fehlergrenze beim Kolorimetrieren ungefähr 3.5–7% beträgt, bei der Polarographie 2.5–5.5% und beim Planimetrieren der Flecken 8.5%. Deswegen ist es nötig, jede Bestimmung wenigstens 4mal zu wiederholen und wenigstens an zwei verschiedenen Chromatogrammen.

Diese Ergebnisse stimmen in wesentlichen mit den in der Literatur angeführten Befunden überein, wo sich die Fehlergrenze der Bestimmung im Durchschnitt um 3–5%^{5–14} bewegt. Der Fehler der Bestimmung ist bei der Analyse mittels Polarographie im Vergleich zur Kolorimetrie *in situ* nach unseren Befunden etwas kleiner. Am wenigsten genau ist die Bestimmung aus den Flächen der Flecken. Bei der Kolorimetrie *in situ* ist die Messung in reflektiertem Lichte genauer als im durchgehenden, wobei sich die Ungleichheit des Papieres bemerkbar macht^{12,15–17}.

Zum Abschluss kann gesagt werden, dass zwar die quantitative Analyse am Papier etwas schwieriger und langwieriger ist als bei der Gaschromatographie, dass sie aber doch, was die Genauigkeit betrifft, mit dieser erfolgreich konkurrieren kann.

ZUSAMMENFASSUNG

Es wurde eine Methode zur Bestimmung von Isomeren der Aminobenzolsulphosäure, der *tert.*-Dodecylbenzoesäure, der Schwefelsäure, der Alkylmono- und Disulphosäure und des *tert.*-Dodecylbenzylalkohols nach vorheriger Trennung mittels Papierchromatographie oder Papierelektrophorese ausgearbeitet. Die Bestimmung erfolgt entweder kolorimetrisch *in situ*, durch polarographische Bestimmung der Schwermetalle oder durch Planimetrieren der Flecken. Es wurden die Fehler der Bestimmung ermittelt und ein Vergleich der einzelnen Methoden durchgeführt.

LITERATUR

- 1 H. P. KAUFMANN UND A. S. AKMAD, *Fette, Seifen, Anstrichmittel*, 66 (1965) 621.
- 2 A. SEHER, *Fette, Seifen, Anstrichmittel*, 67 (1965) 255.
- 3 D. HAL'AMA UND Č. MICHALEC, *J. Chromatog.*, 12 (1963) 374.
- 4 J. FRANC, M. HÁJKOVÁ UND VL. JEHLIČKA, *Chem. Zvesti*, 17 (1963) 542.
- 5 F. H. POLLARD, G. NICKLESS UND D. SPINCER, *J. Chromatog.*, 11 (1963) 542.
- 6 R. B. INGLE UND E. MINSHALL, *J. Chromatog.*, 8 (1962) 386.
- 7 M. R. E. JELLINEK UND R. FRIDMAN, *J. Chromatog.*, 12 (1963) 39.
- 8 H. J. M. HANSEN, *Acta Chem. Scand.*, 17 (1963) 187.
- 9 V. KOPIŠINSKÁ UND A. KOMPIŠOVÁ, *Chem. Průmysl.*, 16 (1966) 39.
- 10 H. BRUNNERT, *J. Chromatog.*, 17 (1965) 620.
- 11 A. WOLLMANN UND R. POHLOUDEK-FABINI, *Pharmazie*, 16 (1961) 198.
- 12 R. B. INGLE UND E. MINSHALL, *J. Chromatog.*, 8 (1962) 369.
- 13 J. E. JEFFERY, E. V. PARTLOW UND W. J. POLGLASE, *Anal. Chem.*, 32 (1960) 1774.
- 14 T. W. BELENKAYA, A. I. SKRYGAN UND N. M. SJALITZKAYA, *Izv. Akad. Nauk Belorusk SSR, Ser. Fiz.-Tekhn. Nauk*, No. 2 (1961) 76.
- 15 J. PAVLŮ, *Chem. Listy*, 53 (1959) 638.
- 16 L. STRAUCH, *Chem. Anal. (Warsaw)*, 3 (1958) 619.
- 17 F. FRANĚK UND J. MASTNER, *Collection Czech. Chem. Commun.*, 24 (1959) 2646.
- 18 W. LOUWERSF, *Analyst*, 91 (1966) 56.

J. Chromatog., 33 (1968) 319-327