

nachfolgenden Mikrobestimmung der Zucker ca. 0,1 mg benötigt werden, ist es zweckmäßig, die Zucker aus drei Chromatogrammen gleichzeitig auszuschneiden und auszuwaschen. Letzteres macht man am besten mit einer von C. E. Dent<sup>14)</sup> angegebenen Methode (Bild 5). Die erhaltenen Zucker werden entweder mit Somogyis Kupferreagens<sup>15)</sup>, einer unter besonderen Bedingungen

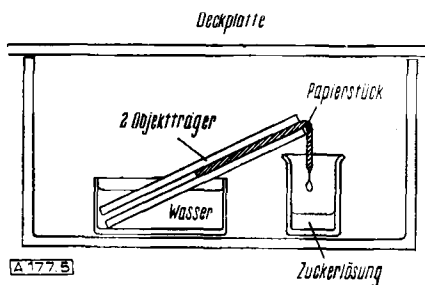


Bild 5

Auswaschen eines aus dem Chromatogramm ausgeschnittenen Papierstückchens zur nachfolgenden quantitativen Mikrobestimmung (nach C. E. Dent). Das Papier wird zwischen zwei Objektträger gelegt. Das sich hochsaugende Wasser wäscht den Zucker aus.

durchgeführten Fehlingschen Reaktion, oder durch colorimetrische Bestimmung des bei der Oxydation mit Perjodat gebildeten Formaldehyds<sup>16)</sup>, bzw. Titration der gebildeten Ameisensäure<sup>16a)</sup> bestimmt. Auch die Anwendung der Titration nach Willstätter-Schudel im Mikromaßstab ist hier sehr geeignet<sup>17,18)</sup>.

Ebenso die Bestimmung nach Folin-Wu<sup>18a)</sup> oder Hagedorn-Jensen<sup>18b)</sup>. Bei der Zuckerbestimmung muß der Blindwert des Papiers aus einem gleichgroßen, gleichartig behandelten Stück ermittelt und abgezogen werden.

Beim Austesten der Methode wurden mit Somogyis Reagens 96–100%, mit Titration nach Willstätter-Schudel 90–104% wiedergefunden. Als Beispiel ergab die Analyse des Arabans aus *Opuntia julgida*:

6 l-Arabinose	3 d-Galaktose
2 d-Xylose	1 Glucuronsäure.

Es ist klar, daß die Flecken auf dem Papier um so größer sind, je mehr Zucker zum Chromatogramm verwendet wurde. Zwischen der Größe des Fleckes und dem Logarithmus der Konzentration besteht nach R. B. Fisher eine Proportionalität, so daß man aus der Fleckengröße die Konzentration an Zucker bestimmen kann<sup>19)</sup>. Die Genauigkeit des Verfahrens ist durch die Unschärfe der Fleckenränder jedoch begrenzt.

Ein Verfahren zur Bestimmung von Zuckern mit radioaktivem C-Atom oder von radioaktiven Zuckerderivaten ist in Amerika ausgearbeitet worden<sup>20)</sup>. Der getrocknete Papierstreifen wird auf einen Film aufgelegt und aus der photometrisch ermittelten Intensität der Schwärzung die Zuckermenge bestimmt. Ein eindimensionales Chromatogramm kann auch noch einfacher mit dem Geiger-Zähler ausgewertet werden<sup>21)</sup>. Zum Studium der

Kohlensäureassimilation ließ man radioaktives CO<sub>2</sub> auf Grünalgen einwirken und untersuchte nach einiger Zeit die von der Pflanze gebildeten radioaktiven Zucker im Papierchromatogramm.

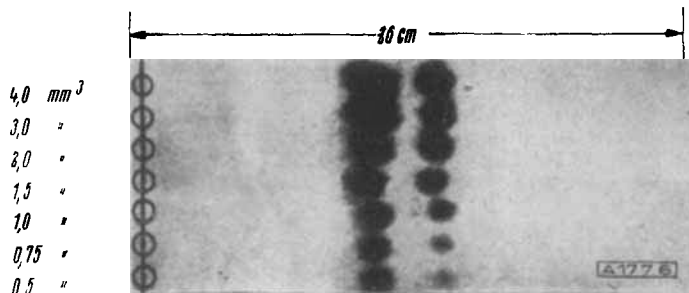


Bild 6

Papierchromatogramm einer 1proz. Lösung von Glucose und Xylose, die in abnehmender Menge aufgebracht wurde. Die Fleckengröße nimmt mit fallender Konzentration ab. Das beste Chromatogramm erhält man mit 1–2 mm<sup>3</sup> einer 1proz. Lösung, entsprechend 10–20 γ (nach Partridge).

## Bisherige Ergebnisse

Die Untersuchung der Polypeptid- und Polysaccharidhydrolysate ist zur Zeit das Hauptanwendungsgebiet der Papierchromatographie. Darüber hinaus sind bereits eine Anzahl weiterer Verbindungsklassen nach dieser Methode getrennt worden, die hier nur aufgezählt werden sollen. Säuren, wie Äpfelsäure, Citronensäure, Weinsäure<sup>22)</sup>, Fettsäuren<sup>23)</sup>, Tropa- und Atropasäure<sup>24)</sup> werden mit Indikatoren sichtbar gemacht und nach dem Auswaschen acidimetrisch bestimmt. Flavinnucleotide, Purine, Xanthopterin und Leucopterin werden an ihrer Fluoreszenz erkannt<sup>25)</sup>. Kreatin, Kreatinin, Colamin, Cholin, Spermin und Spermidin können ebenfalls außer der Bestimmung der R<sub>F</sub>-Werte durch bestimmte Farbreaktionen erkannt werden<sup>26)</sup>. Primäre aromatische Amine werden auf dem Papier diazotiert und zu Farbstoffen gekuppelt<sup>27)</sup>. Ketosterine lassen sich ebenfalls trennen<sup>28)</sup>. Sehr empfindlich ist die Trennung und der Nachweis der jodhaltigen Bestandteile aus mit <sup>131</sup>I indizierter Schilddrüsensubstanz<sup>29)</sup>. Auch die Anthocyane sind im Papierchromatogramm trennbar<sup>30)</sup>. Die Trennung von Hemm- und Wirkstoffen hat Winsten ausgearbeitet<sup>31–33)</sup>. In letzter Zeit ist es sogar gelungen, fast alle anorganischen Kationen zu trennen<sup>34,35)</sup>.

Der Anwendungsbereich der Papierchromatographie ist in rascher Ausbreitung begriffen.

Eingeg. am 13. Dezember 1948. Ergänzt b. d. Korr. 21. X. 49. [A 177]

- <sup>14)</sup> Blochemic. J. 41, 240 [1947].
- <sup>15)</sup> M. Somogyi, J. biol. Chemistry 160, 61 [1945].
- <sup>16)</sup> P. Desnuelle, u. M. Naudet, Bull. Soc. Chim. 12, 871 [1945].
- <sup>16a)</sup> E. Hirst, J. Jones, J. chem. Soc. [London] 1949, 1659.
- <sup>17)</sup> J. R. Hawthorn, Nature [London] 160, 714 [1947].
- <sup>18)</sup> K. Linderstrom-Lang u. H. Holter: Baumann u. Myrbäck, Methoden der Fermentforschung, G. Thieme, Leipzig.
- <sup>18a)</sup> J. biol. Chemistry 67, 357 [1926]; 82, 83 [1929].
- <sup>18b)</sup> Biochem. Z. 135, 46 [1923]; 137, 92 [1923]; H. Sobotka, M. Reiner, Biochemic. J. 24, 394 [1930].
- <sup>19)</sup> R. B. Fisher, D. S. Parson u. G. A. Morrison, Nature [London] 161, 764 [1948].
- <sup>20)</sup> M. Calvin, Chem. Engng. News 26, 2880 [1948]; A. Benson, M. Calvin, Science [New York] 108, 304 [1948]; R. M. Fink u. K. Fink, ebenda, 107, 253 [1948].
- <sup>21)</sup> R. M. Tomarelli u. K. Florey, Science 107, 630 [1948].

- <sup>22)</sup> J. W. H. Lugg u. B. T. Overell, Nature [London] 160, 87 [1947].
- <sup>23)</sup> J. Boldingh, Experientia IV, 7, 270 [1948].
- <sup>24)</sup> G. Sidney, J. Amer. Chem. Soc. 70, 423 [1948].
- <sup>25)</sup> J. L. Crammer, Nature [London] 161, 349 [1948]; E. Vischer, E. Chargaff, J. biol. Chemistry 176, 715 [1948]; E. Chargaff, R. Doninger, E. Vischer, B. Magasanik, J. Amer. Chem. Soc. 71, 1513 [1949]; P. M. Good, A. W. Johnson, Nature [London] 163, 31 [1949].
- <sup>26)</sup> G. A. Maw, Nature [London] 160, 261 [1947].
- <sup>27)</sup> Birger Ekman, Acta Chem. Scand. 2, 383 [1948].
- <sup>28)</sup> R. Burton, E. H. Keutmann, J. biol. Chemistry 177, 109 [1949].
- <sup>29)</sup> A. Taurag, W. Tong, J. Chalkoff, Nature [London] 164, 181 [1949].
- <sup>30)</sup> E. C. Bate-Smith, Nature [London] 161, 835 [1948].
- <sup>31)</sup> W. A. Winsten u. E. Eigen, Proc. Soc. exptl. Biol. Med. 67, 513 [1948].
- <sup>32)</sup> W. A. Winsten u. E. Eigen, J. Amer. Chem. Soc. 70, 33 [1948].
- <sup>33)</sup> R. G. Kluener, J. Bacteriol. 57, 101 [1949].
- <sup>34)</sup> M. Lederer, Nature [London] 162, 776 [1948].
- <sup>35)</sup> G. M. Osborn, A. Jewsbury, ebenda 164, 443 [1949].

## Versammlungsberichte

### Symposium über die Physik der Pulvermetallurgie

Die Tagung wurde veranstaltet von der Sylvania Electric Products Inc. auf Fort Totten, Bayside, L. I., New York, vom 24. bis 26. August 1949.

Diese Tagung, welche an die vorjährige Internationale Tagung in Graz anknüpfte, wurde eingeleitet von G. F. Hüttig (Graz) durch einen gemeinsam mit W. E. Kingston (Bayside) abgefaßten Vortrag über die grundlegenden Probleme des Sinter-Prozesses, worin die Zustände der Sinterstoffe und die Thermodynamik und Kinetik ihrer Wandlungen dargestellt wurden. Im besonderen behandelte hierauf A. Smekal (Darmstadt) den Mechanismus des Kristallwachstums, A. J. Shaler (Boston) das Schrumpfen von Poren und B. H. Alexander und G. C. Kuczynski (Bayside) die Beziehungen zwischen Diffusion und Fließen in Metallen. Die Erscheinungen der Selbstdiffusion, Keimbildung, Oberflächenspannung und Rekristallisation waren Gegenstand der Vorträge von M. Cohen (Boston), J. E. Hollomon (General Electric Co.) und C. Herring

(Bell Telephone Laboratories), R. Smoluchowski, P. Beck, M. Balicki und L. Delisle. Vorwiegende technologische Fragen wie die Pulverherstellung und das Heißpressen wurden von C. G. Goetzal, P. Duwez, G. Comstock und F. V. Lenel behandelt. Einen breiten Raum beanspruchten die für die Hartmetalle wichtigen Carbide; hier wurden die Vorträge der am persönlichen Erscheinen verhinderten R. Kieffer (Reutte, Tirol) und V. Fattinger (Stübing ob Graz) verlesen und diskutiert. Ihnen folgten die Berichte von H. H. Hausner (New York) über die Verfolgung des Sinterungsverlaufes durch Messungen von elektrischen Eigenschaften und von Kopelman (Bayside) über die Herstellung von Metallpulvern durch Reduktion von Oxyden. Die Vorträge von A. D. Power über das Elektronen-Mikroskop, von R. P. Seelig über das Pressen von Metallpulvern und von E. F. Lowry über den Mechanismus des Kristallwachstums bechlossen die Tagung. Ähnlich wie bei der Grazer Veranstaltung werden sämtliche Vorträge und Diskussionen in Buchform erscheinen.

H.

[VB 141]