

Vervollständigt werden die Geräte durch den Breitband-Verstärker und Diskriminator Type 652 (vor allem verwendet beim Szintillationszähler) und durch den Impuls-Analysator Type 670 — „Kick-Sorter“ — mit dem sich Impuls-Amplituden zwischen 5 und 40 Volt in Stufen von  $\frac{1}{2}$  oder 1 Volt auswählen lassen.

Für die Verwendung von Szintillationszählern wurde das Gehäuse Type 653 entwickelt, in dem die Elektronen-Vervielfacher-Röhre und der Spannungsteiler für die Elektroden untergebracht sind. Seine Leuchtphosphor-Halterung ist für Phosphore von  $\frac{1}{16}$  inch Dicke bei 1 inch Durchmesser eingerichtet. Ein Satz plastischer (Tetraphenyl-butadien) und kristalliner (Stilben, Anthracen, Natriumjodid) Phosphore gestattet die jeweils günstigste Form und Art einzusetzen.

Siemens & Halske A.G., Wernerwerk für Meßtechnik, Karlsruhe

Das ausgestellte Strahlungsmeßgerät ist durch seine Baukastenform gekennzeichnet. Die einzelnen Bauteile können durch Zusammenstecken und Verschrauben verbunden werden. Teile, die nicht aneinander gehören, lassen sich nicht zusammenstecken. Diese Bauweise ermöglicht es, die einfacheren Ausführungen nachträglich zu erweitern und dabei Neuerungen nutzbar zu machen. Zum Selbsteinbau von Spezialschaltungen (z. B. Koinzidenz-Schaltungen und dgl.) sind leere Gehäuseteile lieferbar.

Aus den Bauteilen des Siemens-Strahlungsmeßgerätes können fünf verschiedene Geräte, angefangen vom einfachen Mittelwertmeßgerät (in Impulsen/s), über das hochauflösende Einzelimpulszählgerät bis zur Kombination beider zusammengestellt werden.

Mit den Gerätetypen, die die Einzelimpulszählung mit der Mittelwertmessung vereinen, ist durch einen einzigen Versuch die Totzeit des benutzten Zählrohrs bestimmbar.

Daten: Hochspannungsbereich mit Anzeigeelement: grob und fein einstellbar, bis 2000 V; Mittelwertmeßbereich überlappend, 10, 30 bis 10000 Imp/sec; Auflösungsvermögen der Einzeldekaden 8  $\mu$ s; Auflösungsvermögen der Geräte mit Einzelimpulszählung: bis 20000 period. Imp/sec; Auflösungsvermögen des elektromechanischen Zählers bis 200 period. Imp/sec; Anschlußmöglichkeit für Schaltuhr, Schreiber und Signalkreis; akustische Impulswiedergabe.

Zählrohre: Glockenzählrohre (mit Glimmerfenster bis zu einer Massenbeladung  $< 1 \text{ g/cm}^2$ ), Becher- und Eintauch-Flüssigkeitszählrohre, Durchlaufzählrohre in allen üblichen Größen.

Meßkammer: eingerichtet zum Einstecken von Glockenzählrohren für Arbeiten mit festen radioaktiven Substanzen auf Meßregal, sowie mit einem Stecksockel für Flüssigkeitszählrohre. Die Meßkammer setzt den Nulleffekt auf  $\frac{1}{2}$  herab.

Isotopenbehälter: (fahrbar) zum Transportieren radioaktiver Substanzen.

Auf dem Lieferprogramm stehen weitere Spezial-Strahlungsnachweisgeräte wie Ionisationskammern, Cadmiumsulfid-Indikatoren und Szintillationsvorsätze.

Zentralkonstruktionswerk Göttingen, Göttingen

Neben den schon lange gebauten Strahlungsmeßgeräten „U 8“ und „U 10“ wurde das „U 10 spezial“ zum wahlweisen Anschluß von Geiger-Zählrohren oder dem Vorsatzgerät „V-U 10“ gezeigt. Das Vorsatzgerät enthält einen Verstärker mit einstellbaren Verstärkungsfaktoren und einen Impuls-Integral-Diskriminator. Das Vorsatzgerät kann zum Anschluß von Proportionalzählrohren oder Multipliern verwendet werden. Für Multiplier werden Gehäuse in gewünschter Form hergestellt.

Bei dem tragbaren Strahlungsmeßgerät „UB“ handelt es sich um ein Gerät, das wahlweise mit Batterien oder mit einem Netzteil betrieben werden kann. Es enthält einen 10-fach-Untersetzer mit Glimmlämpchenanzeige und ein mechanisches Zählwerk vom Auflösungsvermögen 10 msec. Das Hochspannungsvoltmeter ist umschaltbar auf integrierende Meßanzeige.

Zum direkten Nachweis des %-Gehaltes an  $\text{K}_2\text{O}$  in Kalisalzen konnte das Kali-Nachweisgerät vorgeführt werden. Mit einem Potentiometer ist der Nulleffekt zu kompensieren, so daß die Skala direkt von 0 bis etwa 63 %  $\text{K}_2\text{O}$  anzeigt.

Für besondere Ansprüche sind zu nennen: Integral-Diskriminatoren mit mehreren Kanälen und Spezial-Impuls-Oszillographen.

Im Zählrohrprogramm finden sich neben Flüssigkeits- und Glockenzählrohren noch Spezial-Typen:

Kali-Zählrohre aus Aluminium mit einer Wandstärke von 0,1 mm und einer effektiven Zählänge von 150 mm. Die Rohre sind mit einem wasserdichten Kabelanschluß und einem Schutzkorb versehen und im Aufbau so schlank gehalten, daß sie mühelos in Bohrlöcher üblicher Abmessungen eingeführt werden können.

Höhenstrahl-Zählrohre und  $\gamma$ -Zählrohre für Unterwassermessungen in verschiedensten Ausführungen (Längen bis 1000 mm und Durchmesser bis 70 mm, Wandstärken 0,5 oder 1 mm). Die Rohre werden für Unterwassermessungen mit wasserdichtem Kabelanschluß geliefert, der ein leichtes Auswechseln der Rohre gestattet. Auf Wunsch werden besondere Füllungen zu Messungen um den Gefrierpunkt verwandt.

Gas-Zählrohre für  $^{14}\text{C}$ -Messungen als Durchflußrohre für radioaktive Gase aus Messing oder V 2 A-Stahl.

4  $\pi$ -Zählrohre zur Messung sehr schwacher Strahlen. Das Präparat wird innerhalb des Zählvolumens aufgenommen. Mit Hilfe zweier Drähte wird auf diese Weise die gesamte vom Präparat ausgehende und durch keine Folie geschwächte Strahlung über den ganzen Raumwinkel erfaßt. [VB 533]

## Rundschau

**Neues chemisches Element.** Es soll nach einer Mitteilung der amerikanischen Atomenergie-Kommission gelungen sein, das Element der Ordnungszahl 99, also das auf das Element Californium folgende, künstlich herzustellen. Das Element wurde aus Uran erhalten. Das Isotopengewicht ist 247, die Halbwertszeit sehr gering; in wenigen Minuten wandelt sich das Element 99 in Element 97, Berkelium, um. Rechnet man die künstlich hergestellten Elemente Neptunium und Plutonium, die erst später in der Natur gefunden worden sind, hinzu, so ist das Element 99 das neunte künstlich hergestellte Element. Ein Name für Element 99 ist bisher nicht bekannt geworden.

**Kernumwandlungen.** Es ist beobachtet worden, daß Stickstoff-Kerne, die im Cyclotron auf 25 MeV beschleunigt wurden, sich mit Sauerstoff- oder Kohlenstoff-Kernen verbinden. Dabei entstehen schwerere Kerne wie Fluor, Natrium oder Aluminium. Bei der Reaktion treten  $\alpha$ -Teilchen aus. (Chem. Engng. News 31, 976 [1953]). —Bo. (906)

**Die Eigenschaften von  $\alpha$ - und  $\beta$ - $\text{US}_2$**  untersuchten M. Picon und J. Flahaut. Beide Formen des Sulfids weisen eine grauschwarze Farbe auf, lösen sich leicht in verd. Säuren und werden durch Oxydantien in Uranylsulfat übergeführt. Beim Erhitzen im Vakuum tritt ab 1300 °C bereits beträchtliche Dissoziation ein und bei 1600 °C kondensiert etwas  $\text{U}_2\text{S}_3$ . Durch Reduktion mit reinstem  $\text{H}_2$  wurde bei 1250—1500 °C  $\text{U}_2\text{S}_3$  erhalten. Das Debye-Scherrer-Diagramm der  $\alpha$ -Form, die oberhalb 1350 °C stabil ist, gehört einem neuen Typ an.  $\alpha$ - $\text{US}_2$  ist quadratisch, die Parameter sind  $a = 10,26 \text{ \AA}$  und  $c = 6,30 \text{ \AA}$ . Die berechnete Dichte ist 7,57,

die experimentell bestimmte  $7,60 \pm 0,06$ . Das Pulverdiagramm der bei tiefer Temperatur beständigen  $\beta$ -Form ist orthorhombisch, vom Typ  $\text{PbCl}_2$  und weitgehend mit dem von  $\text{ThS}_2$  identisch;  $a = 4,12 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,11 \text{ \AA}$ ,  $c = 8,46 \text{ \AA}$ ; Dichte ber. 8,09, Dichte exp. 8,03 bis  $8,07 \pm 0,06$ . Die mol. magnetische Suszeptibilitäten sind  $3137 \cdot 10^{-6}$  und  $3470 \cdot 10^{-6}$  CGs. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 237, 808, 1160 [1953]). —Ma. (1178)

**Die gravimetrische Bestimmung des Lithiums als Tri-lithiumphosphat** galt als wenig zuverlässig. Durch Verwendung des Phosphates einer quaternären Ammoniumbase an Stelle von Natriumphosphat und durch Erniedrigung der Löslichkeit des Niederschlages durch Zusatz von 2-Propanol zur Analysenlösung haben E. R. Caley und G. A. Simmons jr. erreicht, daß Werte erhalten werden, die, auch bei Anwesenheit größerer Mengen an Natrium- und Kaliumsalzen, durchaus im Bereich der Genauigkeit üblicher makrochemischer Analysen liegen. Das Fällungsreagenz wird durch Mischen von 4,5 ml 85proz. Phosphorsäure und 100 ml etwa 2 m wässriger Cholin-Lösung hergestellt. Ausführung: Die neutrale wässrige Lösung der Alkalichloride oder -sulfate wird für Lithium-Mengen bis zu 50 mg (50—150 mg) auf etwa 17 ml (34 ml) gebracht und 8 ml (16 ml) des Cholinphosphat-Reagenzes schnell zugegeben. Man erwärmt auf dem Wasserbad. 1 h nach erstem Auftreten eines Niederschlages gibt man das gleiche Volumen 2-Propanol zur Lösung und rührt um. 2 h später wird noch heiß durch einen Filtertiegel filtriert und mit kleinen Anteilen einer gesättigten Lösung von Tri-lithiumphosphat in Wasser: 2-Propanol (1 : 1) gewaschen. War in der Ausgangslösung mehr als 10 mg Natrium enthalten, so löst man den Niederschlag aus

dem Tiegel in 4 m HCl, macht diese Lösung mit 2 m Cholin-Lösung gegen Phenolphthalein alkalisch und fällt wie oben beschrieben. Man glüht  $\frac{1}{2}$  h bei 550–800 °C. Faktor für Li: 0,1798. (Analytic. Chem. 25, 1386–1389 [1953]). —Bd. (1185)

**Sulfosalicylsäure zur kolorimetrischen Bestimmung von Titan** schlagen M. Ziegler und O. Glemser vor. Sie versetzen die etwa 0,1 n schwefelsaure Lösung im 100 ml-Meßkolben mit 5 ml Sulfosalicylsäure-Lösung (20proz. in Wasser), setzen, falls kein Fe(III) anwesend ist, einen Tropfen einer FeCl<sub>3</sub>-Lösung zu und titrieren mit 10proz. Ammoniak-Lösung bis zum Umschlag der Rotfärbung der Fe(III)-Sulfosalicylsäure-Verbindung nach rein gelb. Dann geben sie 20 ml einer Acetatpuffer-Lösung vom p<sub>H</sub> 3,8 und nach Durchmischen in zwei Portionen zur Reduktion des Fe(III) 5 ml einer Thioglykolsäure-Lösung (4proz. in Wasser) zu und messen nach 10 min mit einer Quecksilberlampe als Lichtquelle und Filter 445. Die Farbintensität der erhaltenen Verbindung ist in diesem Bereich etwa doppelt so groß, wie die einer Peroxytitan-schwefelsäure-Lösung gleicher Konzentration. Die Färbung ist mindestens 24 h beständig. Das Verfahren ist möglich bei Anwesenheit von Eisen, Mangan, Calcium, Magnesium, Aluminium, Kupfer, Vanadin und Zink. (Z. analyt. Chem. 139, 92–96 [1953]). —Bd. (1205)

**Die Analyse von Mineralbestandteilen von Gesteinen durch Infrarotspektroskopie** schlagen J. M. Hunt und D. S. Turner vor. Sie bringen einige Milligramme der auf eine Teilchengröße < 5 µ zerkleinerten Probe als Paste mit Isopropanol auf eine Steinsalplatte und nehmen nach Verdunsten des Alkohols die Absorptionskurve der anhaftenden Pulverschicht auf. Die Absorptionsmaxima für Quarz, Opal, Orthoklas, Muskovit, Siderit, Dolomit, Calcit, Aragonit, Gips, Talk, Baryt, Montmorillonit, Kaolinit, Illit im Bereich 2–16 µ werden mitgeteilt und der qualitative Nachweis dieser Minerale beschrieben. Die Nachweissensitivität schwankt zwischen 1–20 %. U. U. sind quantitative Bestimmungen mit etwa 10 % Genauigkeit möglich. (Analytic. Chem. 25, 1169 [1953]). —Bd. (1203)

**Eine Methode zur Darstellung sehr reinen Samarium-Metall** beschreibt E. J. Onstott. Durch Erhitzen einer Mischung aus wasserfreiem Sm<sup>III</sup>-Bromid mit überschüssigem Barium in einem Tantal-Tiegel auf 1650 bis 1700 °C (ca. 20 min) in einer Argon-Atmosphäre wird in 50proz. Ausbeute Samarium-Metall erhalten, dessen Reinheitsgrad 99,5 % ist. Überschüssiges Barium wird abdestilliert. Der Gehalt an Li, Na, Mg, Ca, Mn, Fe und Cu beträgt < 0,001 %, an Ba, Si und Sn < 0,01 %, an Bi 0,001 bis 0,1 %, an Eu < 0,08 %. Andere Seltene Erden sind nicht nachweisbar. Das Metall ist relativ flüchtig. Dichte 7,499 g/cm<sup>3</sup>, umgeschmolzen 7,509, destilliert 7,795 ± 0,005. (J. Amer. chem. Soc. 75, 5128 [1953]). —Ma. (1179)

**Ein neues Analoges vom Kupferron**, das Ammoniumsalz des Nitroso-2-fluorenyl-hydroxylamins (I) wurde von R. E. Oesper und R. E. Fulmer hergestellt. Das aus 2-Nitro-fluoren durch Reduktion mit Zn-Staub und anschließende Nitrosierung mit n-Butylnitrit dargestellte Reagenz wird in gesättigter methanolischer Lösung angewandt. Es gibt im wesentlichen die Reaktionen des Kupferrons; seine Verbindungen mit Eisen, Antimon, Kobalt und Blei sind in Chloroform leicht löslich. Der von I mit Eisen gebildete Niederschlag ist schwerer löslich als das Eisenkupferronat. Bei der Fällung von 5 mg Eisen aus 1 l salz- oder essigsaurer Lösung (nicht aus schwefelsaurer Lösung) wurden nach Verglühen des Niederschlags zu Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> innerhalb der Wägenauigkeit richtige Werte für Eisen gefunden. (Analytic. Chem. 25, 908–909 [1953]). —Bd. (1204)

**Ein Gerät zur laufenden Registrierung des Ozon-Gehaltes der Luft** wird von F. E. Littman und R. W. Benoliel beschrieben. Die Luft und die Absorptionslösung, gepufferte neutrale 10proz. Kaliumjodid-Lösung, werden in einer Absorptionskolonne im Gegenstrom geführt, wobei die jeweils konstanten Geschwindigkeiten beider nach der zu erwartenden Ozon-Konzentration variiert werden können. Die durch Jod-Ausscheidung entstehende Gelbfärbung wird in einer Durchflußküvette gemessen. Als Lichtquelle dient eine Quecksilberdampfampe, aus deren Licht die Wellenlängen unter- und oberhalb des Bereiches 3200–3800 Å herausgefiltert werden. Die Meß-Photozelle ist derart gegen eine Bezugs-Photozelle geschaltet, daß nur der Differenzstrom in einen Verstärker eingeht und von dort einen Tintenschreiber betätigt. Durch ein Aktivkohlefilter wird das ausgeschiedene Jod aus der Reagenzlösung beseitigt, die dann im Kreis zurückgeführt wird. Geräte dieser Bauart bewährten sich im Dauereinsatz über eineinhalb Jahre bei der Erforschung des Ozon-Gehaltes der normalen Außenluft, der hier zwischen etwa 2 und 30 Teilen je 100 000 000 Teilen Luft lag. (Analytic. Chem. 25, 1080–1083 [1953]). —Bd. (1187)

**Fraktionierte Kristallisation auf Filtrierpapier**, eine neue Methode zur Trennung organischer Stoffgemische entwickelten R. C. Vasisht und M. S. Muthana. Sie benutzen dabei den Effekt der Kapillarität, der schon seit langem in der Kapillaranalyse zu Trennungen herangezogen wird. Das zu trennende Gemisch wird in einem flüchtigen Lösungsmittel gelöst. In die Lösung, die sich in einem offenen Schälchen befindet, taucht das untere Ende eines senkrechten Streifens Filtrierpapier ein. Man läßt das Lösungsmittel verdunsten, bis sich ca. 0,5 g der Mischung auf dem unteren Ende des Streifens abgeschieden haben. Die Lösung wird dann durch reines Lösungsmittel ersetzt und das Ganze unter eine Glasglocke gebracht. Diese besitzt eine regelbare Öffnung, mit deren Hilfe man eine bestimmte Verdunstungsgeschwindigkeit einstellen kann. Im Laufe einiger Stunden wandert nun eine Komponente der Mischung nach oben und kristallisiert in einer abgegrenzten Zone. Die Kristalle können im allgemeinen direkt vom Filtrierpapier gesammelt werden. Getrennt wurden Anthracen und Phenanthren, Naphthalin und Diphenyl, α- und β-Naphtol, Resorcin und Hydrochinon. Durch Verwendung von breiteren Streifen ist es möglich, auch größere Substanzmengen in kurzer Zeit zu trennen. (Nature [London] 172, 862 [1953]). —Ro. (1194)

**Über Thermochrome** berichten J. E. Cowling, P. King und A. L. Alexander. Von einem guten Thermochrom wird verlangt, daß die Farbänderung deutlich ist, nur oberhalb einer ganz bestimmten Temperatur eintritt und nach dem Abkühlen bestehen bleibt. Aus einer großen Zahl untersuchter Verbindungen geben die Autoren eine Aufstellung von ca. 20 der geeignetsten Substanzen die im Bereich zwischen 50 und 275 °C irreversibel ihre Farbe ändern. Es sind dies für die Temperaturen bis 120 °C fast ausschließlich Kobalt-Salze, häufig Kobaltkomplexe mit Pyridin oder Hexamethylenetetramin, für die höheren Temperaturen Vanadate, Uranate, Kupfer- und Chrom-Komplexe. Als Lackkomponente haben sich weichgemachte Methacrylate bewährt. Gelegentlich empfiehlt sich der Zusatz eines inerten weißen Pigments, am besten Titandioxyd. (Ind. Engng. Chem. 45, 2317 [1953]). —Be. (1201)

**Zur Benzoylbestimmung im Halbmikromaßstab** verfeinern E. v. Schiviahoffen und H. Danz 50–100 mg der Substanz, je nach deren Verhalten, entweder mit a) 5 ml Schwefelsäure (1:2) oder b) mit 5 ml 5 n Natronlauge + 1 ml Pyridin oder c) mit 5 ml Natriumäthylat-Lösung (2 g blankes Natriummetall werden in Stickstoff-Atmosphäre unter Kühlen in 100 ml absolutem Äthanol gelöst) + 1 ml Pyridin. Bei Anwendung von a) oder b) wird das Phosphorsäure-Bad des mit Rückflußkühler versehenen Verseifungskolbens auf 140–150 °C, bei c) auf 110–120 °C gebracht und 5 h auf dieser Temperatur gehalten. Bei unvollständiger Verseifung werden Verseifungsmittel und Erhitzungsdauer variiert, notfalls wird die Substanz in der Burgess-Parr-Bombe mit 10 ml 50proz. Kalilauge 10–15 h auf 150 °C erhitzt. Die, im Falle einer alkalischen Verseifung, mit Schwefelsäure (1:2) gut angesäuerte Aufschlußlösung wird in einer besonderen Extraktionsapparatur mit 75 ml Chloroform extrahiert. Vor der Titration der im Extrakt gelösten Benzoesäure setzt man 10 ml carbonatfreies Dimethylformamid zu und titriert unter strömendem Stickstoff mit 0,05 n Natriummethylat-Lösung, die Methanol und Benzol im Verhältnis 1:6 enthält. Als Indikator dient Thymolblau (0,3proz. Lösung in Dimethylformamid). Die Analysenfehler betragen bei Benzoyl-Gehalten von 25–50 % maximal 0,35 %. (Z. analyt. Chem. 140, 81–88 [1953]). —Bd. (1186)

**Der Nachweis mehrkerniger Kohlenwasserstoffe im Zigarettenrauch** wurde von R. L. Cooper und A. J. Lindsey geführt. Eine kürzlich entwickelte Methode (Analyst. 78, 170 [1953]) ermöglicht den Nachweis und die Bestimmung von γ-Mengen mehrkerniger Kohlenwasserstoffe durch Chromatographie und anschließende Absorptionsspektrophotometrie. Analyse von Zigarettenrauch, der mittels eines der normalen Bedingungen imitierenden Apparates gewonnen worden war, ergab in einer Neutralfraktion des in Cyclohexan löslichen Rauches die Anwesenheit von Anthracen und Pyren. Weiterhin waren spurenweise in UV-Licht stark fluoreszierende Substanzen vorhanden. Die Befunde sind im Hinblick auf einen etwa bestehenden Zusammenhang zwischen starkem Rauchen und Häufigkeit von Lungen- und Bronchialkrebs interessant und wichtig. (Chem. & Ind. 1953, 1205). —Ma. (1172)

**Phenol-Bestimmungen im Zigarettenrauch** unternahmen C. H. Rayburn, W. R. Harlan und H. R. Hanmer. Dabei ist es schwierig, die einzelnen Phenole zu trennen, da stets nur geringe Substanzmengen vorliegen. Die durch Kupplung mit diazotiertem p-Nitranilin entstehenden Azoverbindungen von Phenol, Guajakol, m-Kresol und p-Kresol lassen sich papierchromatographisch trennen. Quantitativ sind sie — nach Eluieren der einzelnen Zonen des

Chromatogramms — spektrophotisch bestimmbar. Von vier untersuchten Tabaksorten (Bright-, Burley-, Maryland- und türkischer Tabak) enthält der Rauch des türkischen Tabaks den kleinsten Prozentsatz an Phenolen, der des Bright-Tabaks den größten. In allen Fällen überwiegt Phenol gegenüber den anderen Bestandteilen um das 5—8fache. Seine Menge schwankt zwischen 0,337 und 0,508 mg/l Rauch. (Analytic. Chem. 25, 1419 [1953]). —Ro. (1180)

Ein Lumineszenznachweis für Ascorbinsäure und einige Mercapto-Verbindungen wurde von H. Freytag gefunden. Die zu prüfende Flüssigkeit wird mit wäßriger Monoäthanolamin-Lösung (5,7 g Amin/100 ml) auf  $p_H$  7,5 eingestellt. Verfahren A: Ein Tropfen der zu prüfenden Lösung wird auf Filterpapier gebracht, getrocknet und sofort ein Tropfen einer frisch bereiteten 0,1 proz. Lösung von 1,2-Napththochinolin-4-sulfonsäure daraufgegeben. Nach erneutem Eintrocknen zeigt sich unter der Analysenlampe eine weißblaue Fluoreszenz, wenn Ascorbinsäure (I), Cystein (II), Thioglykolsäure (III),  $\alpha$ -Mercaptopropionsäure (IV) und Na-Mercaptobutansulfonat (V) vorhanden sind. Verfahren B: 1 ml der Prüflösung,  $p_H$  7,5, wird im Reagenzglas mit einem Tropfen Reagenzlösung versetzt. Die Reaktion ist wesentlich empfindlicher als nach A. An der weißblauen Fluoreszenz im UV lassen sich noch 0,5  $\mu$ g I, 33  $\mu$ g II, 0,33  $\mu$ g III, 11  $\mu$ g IV, 2  $\mu$ g V erkennen. Aminoessigsäure, Essigsäure, Na-Thiosulfat, Na-Sulfit, Na-Sulfid, Schwefelwasserstoff, Thioharnstoff und Disulfide wie Cystein liefern keine Reaktion, doch sollten Blindproben keinesfalls unterlassen werden. (Z. analyt. Chem. 139, 263—267 [1953]). —Bd. (1206)

Ein qualitativer Nachweis für Polyvinylchlorid (PVC) wird von H. Wechsler beschrieben; die empfindliche und gegenüber anderen Polymerisaten recht spezifische Reaktion wird in Pyridin-Lösung unter Zusatz von Alkalihydroxyd in Methylalkohol in der Hitze ausgeführt. Schon geringe Mengen PVC ergeben eine dunkelbraune Färbung; andere halogenhaltige Polymere, wie Neopren und chlorierter Kautschuk, liefern nur eine schwache, gelbliche Reaktion. Der Verf. prüfte außer einer Reihe von Polymerisaten auch niedermolekulare Verbindungen, vor allem Alkyl- und Arylhalogenide. Abgesehen von Allylchlorid, Benzalchlorid und  $\beta$ -Bromäthyl-äthyläther sind nur geringfügige Reaktionen festzustellen. Auf Grund verschiedener Überlegungen wird angenommen, daß der bei der Reaktion gebildete Farbstoff in die Isocyanin-Reihe gehört. (J. Polymer Sci. 11, 233—242 [1953]). —Tr. (1184)

Mischpolymerisate aus drei Komponenten (Terpolymere) stellten Aggarwal und Long dar. Die kinetischen Daten der Produkte aus 2-Vinylpyridin, Acrylsäuremethylester und Dichlorstyrol wurden verglichen mit denen aus den drei möglichen Dipolymeren, wobei Berechnung und Experiment nur teilweise übereinstimmen. Lichtstreuungs- und Viscositätsmessungen eines Terpolymers in verschiedenen Lösungsmitteln hatten abweichende Ergebnisse, was die Verfasser auf die unterschiedliche Molekelgestalt des Terpolymers in den einzelnen Lösungen zurückführen. (J. Polymer Sci. 11, 127—138 [1953]). —Tr. (1182)

Kautschuk mit definierten Querbrücken erhielten Melz und Mesrobian, indem sie gereinigten Naturkautschuk mit steigenden Mengen Dekamethylen-dimethyl-azodicarboxylat in Benzol-Lösung in der Kälte „vulkanisierten“. An Hand von Messungen der Elastizität und des Sauerstoff-Verbrauchs zeigten die Verfasser die starke Verschlechterung von Gummi durch Hitze (die ja bei der Schwefel-Vulkanisation unumgänglich ist) und die unterschiedlichen Wirkungen von handelsüblichen Kautschukzusätzen. (J. Polymer Sci. 11, 83—92 [1953]). —Tr. (1183)

Prim. und sek. Hydroxyl-Gruppen im oxyäthylerten Polyvinylalkohol sind nach Cohen, Haas und Slotnick durch Tosylierung nicht zu unterscheiden. Jedoch kann man aus der Beständigkeit der Tosylate feststellen, daß alles aufgenommene Äthylenoxyd in Form von individuellen Oxyäthyl-Gruppen am PVA-Gerüst verteilt vorliegt und somit keine Polyäthylenglycol-Seitenketten eingebaut sind. Daß PVA durch Oxyäthylierung ein stärkeres Quellungsvermögen in Pyridin zeigt, wird mit der Aufspaltung von Wasserstoff-Brückenbindungen durch das eingeführte Äthylenoxyd erklärt. Auch werden die Röntgenogramme mit steigendem Oxyäthylierungsgrad diffuser. (J. Polymer Sci. 11, 193—201 [1953]). —Tr. (1181)

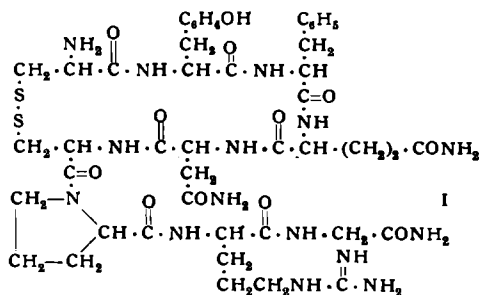
Eine Methode zur selektiven Reduktion aromatischer Nitro-Gruppen zu Aminogruppen mittels Hydrazinhydrats in Gegenwart von Raney-Ni geben D. Balcom und A. Furst an. Unter gewöhnlichen Bedingungen reduziert Hydrazin aromatische  $NO_2$ -Gruppen nur sehr langsam, unter verschärften alle funktionellen Gruppen.

Bei Zusatz kleiner Mengen von Raney-Ni findet bei Raum- bis Wasserbadtemperatur eine Reduktion zur Amino-Gruppe mit 80—99 % Ausbeute statt, wobei andere funktionelle Gruppen, z. B. Carbonyl, nicht angegriffen werden. Die Reduktion wird in alkoholischer Lösung mit 2—3 Mol. Hydrazinhydrat (100 %) vorgenommen. Nebenprodukte entstehen aus dem Reduktionsmittel nicht. Es wurden dargestellt: p-Aminobiphenyläther (96,5 %), m-Aminobenzophenon, 2-Methyl-4'-aminobiphenyl, 4,4'-Diaminodiphenyläther, Anilin. (J. Amer. chem. Soc. 75, 4334 [1953]). —Ma. (1176)

Die Existenz von 4-Amino-5-imidazolcarbonsäureamid-ribosid (oder-ribotid) als Nucleotidvorstufen in *B. coli* wurde von Gots sichergestellt. Daß weder Purine, noch 4-Amino-5-imidazolcarbonsäure selbst die eigentlichen Zwischenprodukte der Nucleotid-Synthese sind, ist durch die letzten Ergebnisse verschiedener Autoren immer deutlicher geworden. Gots konnte jetzt zeigen, daß durch eine Purin-Mutante von *B. coli* oder durch in Gegenwart von Sulfonamiden gezüchtete *Coli*-Wildstämme zwei Substanzen angereichert werden, die beide auf ein Mol Carbonsäureamid ein Mol Pentose enthalten, und die papierchromatographisch als diazotierbare, aber nicht acetylierbare Amine abgetrennt werden konnten. Damit ist vor allem die Ansicht Greenbergs bestätigt, daß die Ribosid-Bildung im Zuge der Nucleotid-Synthese bereits vor Schließung des Purin-Rings eintritt. (Nature [London] 172, 256 [1953]). —Mö. (1197)

Interessante Abbauprodukte des Antimycins A, eines Antibiotiums aus einem nicht näher identifizierten *Streptomyces*-Stamm, das besonders in seiner Eigenschaft als der stärkste bisher bekannte Hemmstoff des Bernsteinsäure-Oxydase-Systems auffällt, sind im Verlauf der Konstitutionsaufklärung durch Tener, Bumpus, Dunshee und Strong gefunden worden. Schwach alkalische Hydrolyse spaltet Antimycin A in einen Neutralkörper und 'antimycic acid'. Während der Neutralkörper durch stärkere alkalische Hydrolyse in eine noch nicht identifizierte Ketosäure und  $l(+)$ -Methyläthyl-essigsäure zerfällt, führt längeres Autoklavieren von 'antimycic acid' mit starker Salzsäure zu 3-Aminosalicylsäure und  $l$ -Threonin. Tener, Tamelen und Strong nehmen deshalb an, daß 'antimycic acid' 3-Amino-salicyl- $l$ -threonin ist. (J. Amer. chem. Soc. 75, 1100, 3623 [1953]). —Mö. (1198)

Eine Konstitutionsformel für Vasopressin, das pressorisch-antidiuretische Hormon des Hypophysenhinterlappens, geben V. Du Vigneaud, H. C. Lawler und E. A. Popenoe an. Auf Grund einer Reihe von Abbaureaktionen, wie partieller Hydrolyse mit Perameisensäure oxydierten Arginin-Vasopressins und Bestimmung



der resultierenden Peptidstrukturen, Edmanschem Abbau und enzymatischem Abbau mit Trypsin, wird Arginin-Vasopressin die Struktur I erteilt. Im Lysin-Vasopressin tritt an Stelle von Arginin der Lysin-Rest. Es gelang die Synthese eines die Lysin-Vasopressin-Struktur aufweisenden Octapeptids nach dem für die Oxytocin-Synthese beschriebenen Prinzip. Das rohe Umsetzungsprodukt besaß blutdrucksteigernde und antidiuretische Aktivität. (J. Amer. chem. Soc. 75, 4890 [1953]). —Ma. (1177)

Castles intrinsic factor — ein Mucoprotein? Die Reinigung des intrinsic factors, jener Substanz, die Vitamin  $B_{12}$  bindet und dadurch schützt, gelang Latner und McEvey-Bowe aus Schweinemagenmucosa (und auch aus menschlichem Magensaft) mit Hilfe der präparativen Papierstreifen-Elektrophorese. Nach Hydrolyse konnten papierchromatographisch neben einer großen Anzahl von Aminosäuren (mit Ausnahme von Histidin, Lysin und Tyrosin) verschiedene Zucker: Fucose, Galactose und 2 Hexosamine nachgewiesen werden. Auf Grund dieser Analysen-Ergebnisse dürfte der Faktor also wahrscheinlich zu den Mucoproteinen gehören. (Biochemic. J. 55, XXIII [1953]). —Mö. (1196)