

Bestimmung des Bremsstrahlenuntergrundes bei Zählrohrdiagrammen

Von Dr. KONRAD HOFFMANN, Farbwerke Hoechst AG.

Die direkte Aufnahme von Röntgenstreudiagrammen mittels der Zählrohrmethode ist für die Untersuchung von Kunststoffen zur Bestimmung des amorphen Anteils geeignet, da 1.) keine Umrechnung von Schwärzungen in Intensitäten notwendig ist und 2.) die Nachweisgrenze für schwache Intensitäten direkt proportional der Wurzel der Zahl der in der Registrierzeit einfallenden Impulse ist. Dabei ist der Streuuntergrund, aus dem sich die Interferenzen hervorheben, zusammengesetzt aus Streuung des amorphen Anteils und dem Bremsstrahlenuntergrund der nichtmonochromatischen Röntgenstrahlung.

Es ist relativ einfach, die monochromatische Strahlung von dem Bremsstrahlenuntergrund ohne Verwendung von Kristallmonochromatoren zu trennen, wenn man nach der Filterdifferenzmethode arbeitet, die für photographische Verfahren bereits früher von P. A. Ross¹⁾ angegeben und vom Verfasser²⁾ für die Trennung von kohärenter und inkohärenter Streustrahlung an Gasinterferenzen benutzt worden ist. Hierzu wird zusätzlich zu dem Filter, dessen Absorptionskante kurzwelliger liegt als die verwendete Linienstrahlung, und das neben der gewünschten Linie noch einen Teil des Bremsstrahlenuntergrundes durchläßt, ein weiteres Filter aus einem Element mit der nächstniedrigen Ordnungszahl im Periodensystem eingeschaltet. Dieses Filter läßt dann bei passendem Abgleich den Untergrund in derselben Intensität durch, absorbiert aber die Linienstrahlung noch so stark, daß die Differenz beider Filter dann die Intensität der monochromatischen Strahlung allein angibt. Die Monochromatisierung ist umso besser, je weniger sich die Absorptionskurven der beiden Filter unterscheiden. Für die beiden Filter Kobalt und Nickel kann gegen Cu-K α -Strahlung praktisch ein völliger Abgleich erreicht werden, wie an Hand von Bild 1 gezeigt sei.

Die Kobalt-Folien wurden elektrolytisch hergestellt. Als Unterlage dienten 0,2 mm dicke Kupfer-Folien, die auf einer Seite blank poliert und während der Elektrolyse auf der Rückseite abgedeckt waren. Als Elektrolytlösung diente ein Bad³⁾ mit 312 g CoSO₄, 20 g NaCl und 30 g H₃BO₃ je Liter. Nach etwa 20 min bei 50 mA Stromstärke auf einer Fläche von 1,3 cm² konnten die Folien abgezogen werden. Sie wurden anschließend noch etwa 15–20 min unter gleichen Stromverhältnissen im selben Bad nachbehandelt. Durch Bestimmung der Röntgenabsorption bei etwa 0,8 bis 0,9 Å wurde das Co-Filter gegen ein 20 μ dickes Ni-Filter abgeglichen. Die erreichbare Genauigkeit des Abgleichs war lediglich durch die Konstanz der Röntgenanlage bedingt, bei der beide Filter nacheinander den gleichen Ausschlag geben mußten.

Beide Filter ergaben bei einer Vergleichs-Registrierung übereinstimmende Kurven, die nur im Bereich um 1,5 Å auseinanderliefen. Für die Messung wurde ein Berthold-Zählrohr-Goniometer und Leeds & Northrup-Schreiber in Verbindung mit einem NaCl-Kristall verwendet. Da die Konstanz des an unserer Anlage verwendeten Spannungsstabilisators (regelbarer Transformator, der über einen Stellmotor die Netzspannung konstant hielt) nicht ausreichte, wurde noch der Röhrenstrom über ein kleines Siemens-Telegraphen-Relais zusätzlich stabilisiert, so daß eine Konstanz der Stromstärke auf weniger als ½ % erreicht wurde.

Bild 2 zeigt ein Streudiagramm eines relativ kristallinen Kunststoffs, bei dem die untere Kurve die Bremsstreuung, die mit Co-Filter erhalten wurde, wiedergibt. Der kurzwelligere Begleiter der

110-Reflexion tritt in der Untergrundkurve mit gleicher Stärke auf und ist der K β -Reflex der 110-Linie. Außerdem erkennt man in der Untergrundkurve noch einen geringen Anteil der 110-Reflexion, während die 210-Reflexion zu schwach wird und im Untergrund nicht mehr herauskommt.

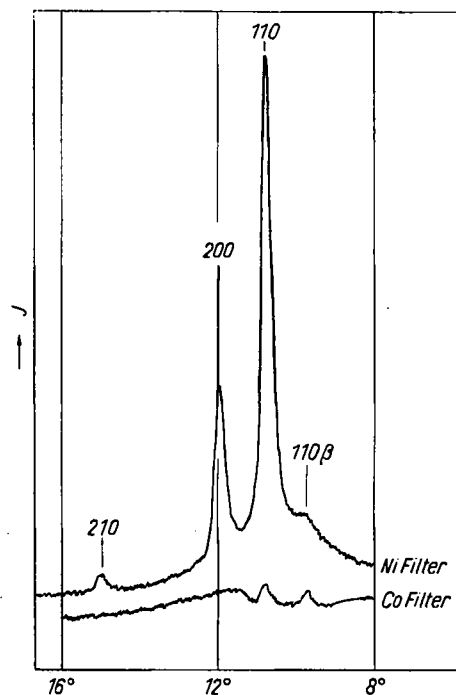


Bild 2
Streudiagramm eines Kunststoffs

Die Differenzbildung ergibt also eine viel genauere Erfassung der amorphen Untergrundstrahlung. Die Schwierigkeiten bei der Zerlegung des Untergrundes in den Anteil der Bremsstrahlung und den amorphen Anteil sind damit beseitigt, ohne daß man auf Kristall-Monochromatoren zurückzugreifen braucht.

Eingeg. am 27. Sept. 1954 [Z 132]

Papierchromatographischer Nachweis des Aldosterons

Von Dipl.-Chem. HELGA SCHMIDT und
Doz. Dr. HJ. STAUDINGER

Aus dem Zentrallaboratorium der Städt. Krankenanstalten Mannheim

Vor kurzem haben wir in einer Arbeit über das Vorkommen von drei höherpolaren Verbindungen in den von uns untersuchten Nebennierenextrakten berichtet¹⁾ (vgl. Bild 1). Diese Substanzen haben ein UV-Spektrum mit einem ausgeprägtem Maximum bei 240 m μ . Sie besitzen somit vermutlich die Δ^4 -3-Keto-Gruppe. Zwei dieser Verbindungen, wovon eine relativ nahe beim 17-Oxycorticosteron liegt, haben außerdem gegenüber TTC stark reduzierende Eigenschaften, was für das Vorhandensein einer α -Ketol-Gruppe spricht. Nach dem Bekanntwerden der Arbeiten über das „Elektrocortin“ bzw. Aldosteron^{2–4)} haben wir vermutet, daß eine der unbekannten höherpolaren Substanzen mit diesem Steroid identisch sei.

Durch das freundliche Entgegenkommen von Herrn Dr. Wettstein⁵⁾ wurden uns zur Prüfung dieser Frage 400 γ reines Aldosteron als Vergleichssubstanz zur Verfügung gestellt.

¹⁾ Herrn Dir. Dr. Dr. A. Wettstein, Ciba Aktiengesellschaft Basel, danken wir für das freundliche Entgegenkommen auch an dieser Stelle sehr herzlich.

- ²⁾ H. Schmidt u. H. Staudinger, Biochem. Z. 325, 288 [1954].
- ³⁾ S. A. Simpson, J. F. Tait, A. Wettstein, R. Neher, J. v. Euw, O. Schindler u. T. Reichstein, Experientia [Basel] 10, 132 [1954].
- ⁴⁾ S. A. Simpson, J. F. Tait, A. Wettstein, R. Neher, J. v. Euw, O. Schindler u. T. Reichstein, Helv. chim. Acta 37, 1163 [1954].
- ⁵⁾ S. A. Simpson, J. F. Tait, A. Wettstein, R. Neher, J. v. Euw, O. Schindler u. T. Reichstein, Helv. chim. Acta 37, 1200 [1954].
- ⁶⁾ S. A. Simpson, J. F. Tait, A. Wettstein, R. Neher, J. v. Euw, T. Reichstein, Experientia [Basel] 9, 333 [1953].
- ⁷⁾ H. M. Grundy, S. A. Simpson, J. F. Tait u. M. Woodford, Acta endocrinol. 11, 199 [1952].

¹⁾ P. A. Ross, Physic. Rev. 28, 425 [1928].

²⁾ K. Hoffmann, Physik. Z. 39, 695 [1938].

³⁾ W. Machu: Metallische Überzüge, 2. Aufl. Leipzig 1943