

Ultraviolett-Lampe erkennt man gelbgrüne Fluoreszenz- oder dunkle Absorptionsflecken auf grün fluoreszierendem Grund. Die Nachweisgrenze liegt bei etwa 2 γ /Fleck. Da die Kieselgel-Schicht bei Verwendung von Chloroform-Aceton Gemischen eine Kapazität von über 1 mg/Fleck besitzt, können Verunreinigungen bis zu 0,2% sicher erkannt werden.

Die Ester von N-substituierten Aminosäuren, Di- und Tripeptiden wandern mit charakteristischen R_F -Werten in Chloroform-Aceton (9:1, 8:2) oder Cyclohexan-Essigester (1:1). Höhere Acyl-oligopeptidester sowie Acyl-di- und -tripeptidester mit polaren Gruppen in der Seitenkette (z. B. Histidin-Derivate) benötigen stärkere Elution mit Chloroform-Methanol (9:1). In diesen wasserfreien Medien verbleiben die am Carboxyl- oder Amino-Ende nicht geschützten Verbindungen beim Startpunkt. -- Als Fließmittel für Peptid-Derivate mit freien Carboxyl- oder Amino-Gruppen eignen sich die bei der Dünnschicht-Chromatographie von Aminosäuren [2] verwendeten Lösungsmittel-Systeme.

Untersucht wurden Carboxy-, p-Nitrocarboxy-, Trifluoracetyl-, Trityl-, Tosyl- und Phthalyl-Derivate von Aminosäuren bis Pentapeptiden mit Glycin, Alanin, Leucin, Valin, Glutaminsäure, Tyrosin und Histidin sowie ihre Methyl-, Äthyl-, Benzyl- und Cyanmethylester.

Eingegangen am 28. Dezember 1961 [Z 193]

[1] H. Brockmann u. F. Volpers, Chem. Ber. 80, 77 (1947).

[2] M. Brenner u. A. Niederwieser, Experientia (Basel) 16, 378 (1960).

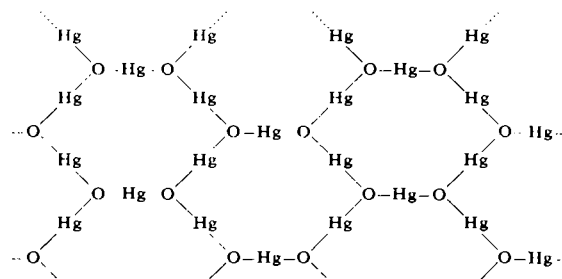
Zur Konstitution von $\text{HgSO}_4 \cdot 2 \text{HgO}$

Von Dr. G. Nagorsen, Dr. S. Lyng, Dr. Alarich Weiss und Prof. Dr. Armin Weiss [1]

Chemisches Institut der Universität Heidelberg und Eduard-Zintl-Institut der T. H. Darmstadt

Das bereits seit 1604 in der Literatur bekannte und medizinisch verwendete „*turpethum minerale*“ $\text{HgSO}_4 \cdot 2 \text{HgO}$ erwies sich bei der röntgenographischen Strukturbestimmung als Quecksilberoxoniumsulfat. Die polymeren Oxonium-

Kationen $(\text{Hg}_3\text{O}_2)^{2+}$ bilden zweidimensional unendliche, leicht gewellte Schichten.



In den Maschen der weiträumigen Kationen-Netze liegen die Sulfat-Ionen. Die Atomabstände Hg O entsprechen mit 2,03 Å sehr gut dem theoretisch für homöopolare Bindung errechneten Wert (2,09 Å). Die Valenzwinkel O Hg-O scheinen für die verschiedenen Quecksilber-Atome unterschiedlich zu sein. Nach den bisherigen Ergebnissen beträgt er an dem einen ca. 180°, an den beiden anderen etwa 170°.

Kristallographische Daten:

Trigonal-Raumgruppe $P 3_1 21 (D_3^+)$

$a = 7,03 \text{ Å}$, $c = 9,98 \text{ Å}$

$d_m = 8,41 \text{ g/cm}^3$, $d_x = 8,52 \text{ g/cm}^3$, $Z = 3$

Atomlagen:

6 Hg in 6c mit $x = 0,307$, $y = 0,807$, $z = -0,019$;

3 Hg in 3a mit $x = 0,693$;

6 O in 6c mit $x = 0,474$, $y = 0,141$, $z = 0,000$ (= Oxonium-Sauerstoff)

3 S in 3a mit $x = 0,220$;

6 O in 6c mit $x = 0,824$, $y = 0,977$, $z = 0,078$ } (= Sulfat-

6 O in 6c mit $x = 0,724$, $y = 0,597$, $z = 0,094$ } Sauerstoff)

Die Parameter sind als vorläufig zu betrachten. Sie sollen mit verfeinerten Intensitätsmessungen unter Berücksichtigung der starken Absorption verbessert werden.

Die Verbindung $\text{HgSeO}_4 \cdot 2 \text{HgO}$ erwies sich als isotyp mit dem Sulfat ($a = 7,12 \text{ Å}$, $c = 10,05 \text{ Å}$).

Eingegangen am 8. Januar 1962 [Z 199]

[1] 16. Mitteilung über die Chemie des Quecksilbers. 15. Mittlg.: A. Weiss u. E. Michel, Z. Naturforsch. 15b, 680 (1960).

VERSAMMLUNGSBERICHTE

Chemikertreffen in Wien

Die vom Verein Österreichischer Chemiker und der Gesellschaft Deutscher Chemiker veranstaltete Tagung fand vom 12. bis 14. Oktober 1961 statt.

Aus den Vorträgen:

Photometrische Nebeneinanderbestimmung von Nicotin und Pyridin

E. Asmus, Berlin-Charlottenburg

Setzt man Pyridin bzw. Nicotin mit einem Mischreagens aus Kaliumcyanid, Chloramin und Barbitursäure um, so entstehen Polymethinfarbstoffe, deren Absorptionsbanden um ca. 80 m μ auseinanderliegen. Durch Studium der maximal erreichbaren Extinktionsmodulwerte und der Farbausbildungszeit in Abhängigkeit vom pH-Wert, der Temperatur, den Konzentrationsverhältnissen usw. gelingt ein Einblick in den Reaktionsmechanismus der Farbbildung. Ist Pyridin die Ausgangssubstanz, so entsteht durch Kondensation von

Glutacondialdehyd mit zwei Barbitursäuremolekeln ein symmetrischer Polymethin-Farbstoff; der sich vom Nicotin ableitende Farbstoff scheint nur eine Barbitursäure-Molekel zu seiner Bildung zu benötigen.

Man kann nicht nur sehr kleine Mengen Pyridin oder Nicotin photometrisch nachweisen, sondern auch beide Basen nebeneinander optisch bestimmen. Dabei wird das Pyridin durch Messung bei der Wellenlänge der Hg-Linie 578, das Nicotin durch Messung mit der Cd-Linie 509 m μ erfaßt. Mit einem Fehler, der 3% des Meßwertes nicht übersteigt, lassen sich Gemische analysieren, deren Zusammensetzung zwischen 1% Pyridin neben 99% Nicotin und 90% Pyridin neben 10% Nicotin liegt. Die im ersteren Falle benötigten Absolutmengen zur Durchführung der Bestimmung betragen 1 μg Pyridin neben 99 μg Nicotin, im zweiten 1 μg Nicotin neben 9 μg Pyridin.

Die Nebeneinanderbestimmung von Nicotin und Pyridin ist von Bedeutung bei der Ermittlung des Nicotiningehaltes im Tabakrauch. Die hohe Empfindlichkeit der Methode erlaubt es, die in einem einzigen Zigarettenzug enthaltene Nicotin-