

The swift production of the final facets is possible owing to the fact that the bevel angle is altered previous to the lapping against glass. Owing to this only a fraction of the cast iron lapped facets must be smoothed out. The pre-requisite for such an altering of the bevel angle is, on the other hand, that the cast iron lapped facets are very even.

Using the described steel and technique it is simple to sharpen knives of any kind, provided that the fixture is fitted to the knife. In our laboratory we use knives of the same size as ordinary microtome knives as well as of razor blade shape.

The most important advantages of our method seem to be:

(1) A cutting facet of a small but uniform width along the whole knife.

(2) The glass lapping is performed without any kind of abrasive (as no significant removal of material is required) and so scratches in the facets are avoided.

(3) Due to the rather extensive mechanization of the technique it requires no special dexterity or long practice and gives an almost 100% yield.

(4) The special, stainless steel is very suitable for the sharpening procedure and makes it possible to section with the same knife for several days without re-sharpening.

R. EKHOLM, O. HALLÉN, and
T. ZELANDER

Departments of Anatomy and Histology, University of Gothenburg, April 27, 1955.

Zusammenfassung

Die Verfasser beschreiben eine Methode zur Herstellung von Messerschneiden zum Ultramikrotomgebrauch. Das Material des Messers besteht aus rostfreiem Stahl, der aus fast reinem Martensit aufgebaut ist. Das Schärfen wird auf einer speziellen Läppmaschine ausgeführt und umfasst zwei Phasen. Die erste, das Läppen gegen Gusseisen, gibt dem Messer einen Schneidenwinkel von 30°. Die zweite und letzte Schärfungsphase wird mit Spiegelglas ausgeführt und gibt einen Schneidenwinkel von 50°.

PRO EXPERIMENTIS

Die Bestimmung von Dibenamin im biologischen Material

Für die Bestimmung von Dibenamin (N,N-Dibenzyl- β -chloräthylamin) und dibenaminähnliche Verbindungen benutzten wir bisher die von BRODIE und Mitarbeitern¹ angegebene Methode, nach der Dibenaminalkohol (N,N-Dibenzyl- β -hydroxyäthylamin) mit Methylorange ein Molekülkomplex bildet, dessen Konzentration kolorimetrisch bestimmt werden kann. Dibenamin selbst geht keine Molekülverbindung mit Methylorange ein und muss deshalb durch alkalische Hydrolyse zum Alkohol umgesetzt werden. Abgesehen davon erweist sich das Verfahren als umständlich und nicht sehr empfindlich. Die ungenügende Genauigkeit dieser Methode dürfte im wesentlichen darauf zurückzuführen sein, dass einfache Azofarbstoffe eine zu geringe Neigung zur Adduktbildung aufweisen. Es wurde deshalb eine neue Nachweismethode für Dibenamin und dibenaminartige Verbindungen entwickelt, die nicht nur methodisch wesent-

lich einfacher ist, sondern auch genauere Bestimmungen zulässt.

Für die neue Methode verwenden wir Bromkresolpurpur, 5,5'-Dibromo-o-kresolsulphthalein, als Adduktbildner. Dieser Farbindikator bildet mit vielen aromatischen Basen benzollösliche Farbstoffadditionsverbindungen, die analytisch folgendermassen angewendet werden: Die vom organischen Lösungsmittel (Benzol) aufgenommenen Addukte werden mit NaOH zersetzt. Die Base verbleibt im Lösungsmittel, der Farbstoff geht in die wässrige Phase und kann dort kolorimetrisch bestimmt werden.

Die zu untersuchende wässrige Dibenaminlösung (10 ml) wird in einem Scheidetrichter nach Zusatz von 5 ml Phosphatpuffer nach SÖRENSEN (pH 5,2) und 5 ml Bromkresolpurpurlösung¹ mit 50 ml Benzol 2 min geschüttelt. Die wässrige Phase wird abgetrennt und nochmals mit 50 ml Benzol ausgeschüttelt. Die beiden Benzolauszüge werden vereint, filtriert und zweimal mit je 10 ml n/20 NaOH ausgeschüttelt. Die blau-violetten Natronlaugenextrakte werden vereinigt und mit n/20 NaOH nach Filtration auf 25 ml aufgefüllt. Mit dem Pulfrich-Photometer (Filter S 59², 2-cm-Küvette, Vergleichslösung *Aqua dest.*) erfolgt die Messung der Extinktion. Die Eichkurve entspricht im Bereich von 25 bis 400 γ pro 10 ml dem Lambert-Beerschen Gesetz.

Die Bildung der Farbstoffadditionsverbindung mit Bromkresolpurpur ist stark pH-abhängig. Die Kontrolle erfolgte mit der Jenaer Glaselektrode in Verbindung mit dem Nüsslein-Messverstärker (Typ 140).

Bestimmung von Dibenamin im Urin: Zur Einhaltung des optimalen pH-Wertes von 5,2 wird zweckmässig der Urin mit verdünnter Phosphorsäure auf ein pH von etwa 5,3 gebracht, damit die Einstellung durch den Phosphatpuffer gesichert ist. Die Bestimmung erfolgt, wie oben beschrieben. Die Blindwerte einer Reihe normaler Urine lagen bei dem eingehaltenen optimalen pH-Wert sehr niedrig und konstant.

Bestimmung von Dibenamin im Serum: 1 ml Schweineserum wird mit 1–2 Tropfen 1 n HCl versetzt und 14 ml Phosphatpuffer zugegeben (pH 5,2). Bei dieser Bestimmung wird 4 min mit 2mal 50 ml Benzol ausgeschüttelt.

Bestimmung von Dibenaminalkohol: Die Additionsverbindung entsteht im stärker sauren pH. Die wässrige Dibenaminlösung bzw. der dibenaminhaltige Urin werden durch Alkalisierung und zweistündige Erwärmung auf 40° hydrolysiert. Danach wird mit 2 n HCl auf pH 4,5 eingestellt und wie oben ausgeschüttelt. Als Vergleichslösung dient *Aqua dest.* bzw. Leerurin.

Die neue Methode ermöglicht die Bestimmung von Dibenamin (Hydrochlorid) mit einer Empfindlichkeit von 2,5 γ /cm³ Urin bzw. von Dibenaminalkohol 5,0 γ /cm³ Urin.

Neben der grösseren Empfindlichkeit hat sich die Bromkresolpurpurmethode als wesentlich einfacher erwiesen. Sie hat sich für die Bestimmung von Dibenamin und dibenaminartigen Verbindungen in Urin und Serum für Reihenuntersuchungen bewährt.

H. HOFMANN, K.-H. BOLTZE und
D. WEYLAND

Pharmakologisches Institut der Friedrich-Schiller-Universität Jena, den 15. Mai 1955.

¹ Zur Bereitung der Bromkresolpurpur-Farblösung löst man 0,2 g Bromkresolpurpur in 50 cm³ *Aqua dest.* unter Zusatz von 3,2 cm³ n/10 NaOH und füllt mit *Aqua dest.* auf 250 cm³ auf.

² Für Dibenamin-Hydrochlorid wurde ein Absorptionsmaximum (100 γ /10 ml *Aqua dest.*, Schichtdicke $s = 2$ cm; Filter S = 59) von 5820 Å bestimmt.

¹ B. B. BRODIE und Mitarbeiter, J. Pharmacol. exp. Ther. 106, 166 (1952).

Summary

In order to identify the presence of dibenamine and dibenamine-like compounds in biological substances (urine, sera) bromine cresol purple was used as a formative element in the adduction of dyestuff (i.e. as "Farbstoffadduktbildner"). This method permits a more simplified and more sensitive process of work than that suggested by BRODIE and his collaborators.

PRO LABORATORIO

A Generator for Homogeneous Aerosols

A simple generator has been constructed, giving a continuous supply of between 3.7 to 10 lit/min of homogeneous aerosol. Like other generators¹, it is based on successive evaporation and recondensation of the aerosol-producing substance. This generator uses a nebulizer for primary formation of an aerosol, the aerosol being subsequently evaporated on passing through a heated tube. On recondensation of the vapour, an homogeneous aerosol is produced. This procedure eliminates the need for prolonged heating of the substance in bulk and permits high mass-concentrations to be obtained.

Construction (see Figure 1). The generator consists of A) a nebulizer, B) an evaporator, and C) a recondensing chimney.

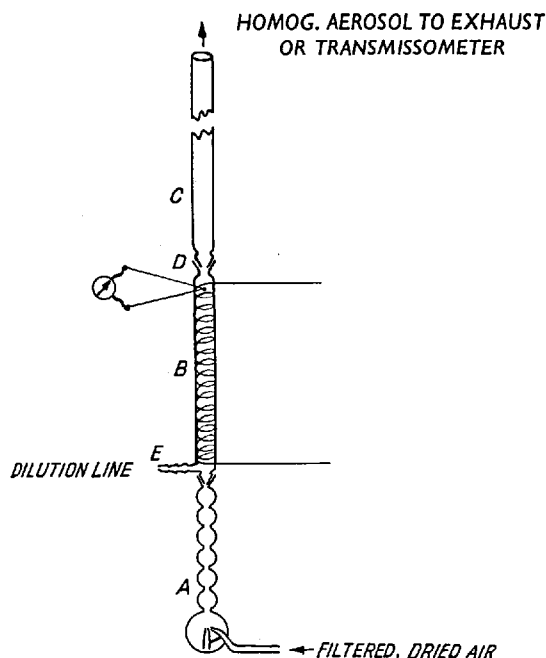


Fig. 1.

(A) is a Dautrebande nebulizer², giving an aerosol with a sharp upper limit of radius (~ 1.2 micron) and standard deviation of 20–30%. The model used in the present investigation produces at least 3.7 l/min of a heterogeneous aerosol, with a particle concentration of 5×10^4 – 10^5

per cm^3 . Above the nebulizer is an inlet E for air, as it is occasionally necessary to dilute the aerosol in order to obtain optimum results (see Table I).

Table I

Air through nebulizer (in l/min)	Air for dilution (in l/min)	Mean radius (in microns)	Standard deviation	Number concentration (in particles/ cm^3)
3.7	2.0	0.508	7 1/2 %	8.5×10^4
3.7	2.0	0.462	9 %	8.5×10^4
5.2	2.3	0.539	8 1/2 %	6×10^5
5.2	2.3	0.554	9 1/2 %	6×10^5
4.7	4.3	0.608	9 1/2 %	4×10^5
4.7	4.3	0.540	9 1/2 %	3.5×10^5

(B) The evaporator consists of a pyrex tube 25 cm long, with internal diameter of about 20 mm. It is heated by a resistance wire wound on the outside. The wire is connected to a variable transformer, enabling changes in the temperature to be made. The optimum temperature, measured by a copper-constantan thermocouple D, was found to be about 180°C for dioctyl phthalate (D.O.P.).

(C) The chimney consists of a glass tube, 120 cm long and with internal diameter of about 25 mm.

The aerosol produced in the nebulizer is evaporated completely (no discernible Tyndall effect) in the evaporator and recondensed in the chimney, without addition of condensation nuclei. Dried and filtered air is used throughout.

Homogeneous aerosols of diethyl, dibutyl and dioctyl phthalates, stearic acid, oleic acid, tri-*o*-cresyl phosphate and menthol were prepared. The aerosols showed distinct higher order Tyndall spectra.

By way of example, some results with dioctyl phthalate are given in Table I. Table II summarizes the experiments with the same substance but using a slightly modified generator, which gave an aerosol of at least equal homogeneity, without the need for dilution. An elongated bulb of about 200 ml capacity, heated in a similar manner to the evaporator, was inserted between the evaporator and the chimney.

Table II

Air through nebulizer (in l/min)	Air for dilution (in l/min)	Mean radius (in microns)	Standard deviation	Number concentration (in particles/ cm^3)
4.7	—	0.553	9 1/2 %	4.5×10^5
5.7	—	0.573	8 1/2 %	1.5×10^6
6.7	—	0.557	9 1/2 %	2×10^6
7.7	—	0.579	9 %	4×10^6
8.7	—	0.558	9 1/2 %	$\sim 10^7$

The particle radii were measured in a convection-free ultramicroscope cell. The concentration of the particles was determined in a BECKMAN spectrophotometer¹, the aerosol streaming through the quartz gas-cells, or preferably in an especially constructed transmissometer (optical length: 50 cm) using the 5460 Å line of an A-H-4 lamp. The concentrations were calculated by the usual method².

¹ D. SINCLAIR and V. K. LAMER, Chem. Rev. 44, 245 (1949).

² L. DAUTREBANDE, Z. Aerosol-Forschung (Okt. 1953); p. 585 ff.; "L'Aerosologie" (Paris, 1951), pp. 6–21.

¹ E. C. Y. INN, J. Coll. Sci. 6, 368 (1951).

² V. K. LAMER, E. C. Y. INN, and I. WILSON, J. Coll. Sci. 5, 482 (1950).