

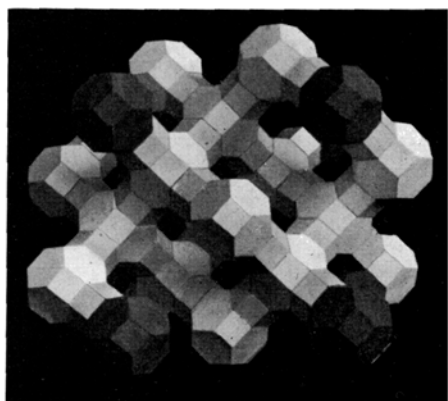


Fig. 1 a. Modell der Si(Al)-Lagen (Ecken der Kubooktaeder) im Faujasit, parallel [100].

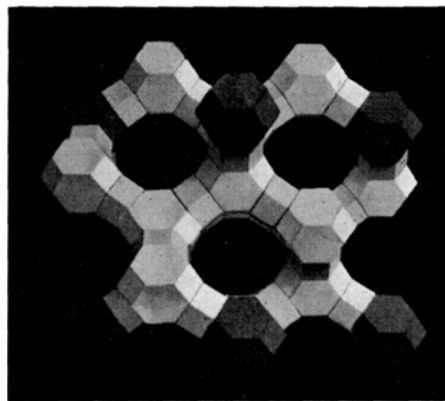


Fig. 1 b. Ibid., parallel [110] die weiten Kanäle.

im Diamantgitter angeordnet und durch gemeinsame O-Atome, welche die Si(Al) tetraedrisch umgeben (in der Zelle sind 192 solcher über Ecken verbundene Tetraeder vorhanden), miteinander verbunden; die Alkali-Ionen und die Wassermoleküle scheinen innerhalb und an der Oberfläche der Käfige und im Innern der weiten Kanäle (von etwa 6–7 Å Durchmesser), welche parallel den Richtungen [110] die Struktur durchziehen und eine Erklärung für die besonderen Ionen-Austausch-Eigenschaften dieser Substanz liefern³, zu sitzen.

2. *Gmelinit* (H. K. und W. N.): Herkunft = Bergen Hill (N. J.), USA. Von den fleischroten Kristallen wurden Pulver-, Schwenk- und Weissenberg-Aufnahmen hergestellt. Diese lieferten die Gitterkonstanten $a = 13,72$ und $c = 10,02$ Å [gegenüber $a = 13,74$ und $c = 14,83$ Å von Chabasit, das heisst c (Gmelinit) $\approx 2/3 c$ (Chabasit)] und die Raumgruppen $D_{6h}^4 - P6_2c, C_6^4 - P6_3mc, D_{6h}^4 - P6_3/mmc$ (Laueklasse = $D_{6h}^4 - 6/mmm$) [gegenüber $D_{3d}^5 - R\bar{3}m$ von Chabasit]. Die Aufnahmen zeigen, dass es sich beim untersuchten Kristall um eine gesetzmässige Verwachsung einer ersten Kristallart (Gmelinit I) mit Chabasit handelt. Dabei ist auffallend, dass die Chabasitreflexe auf kontinuierlichen Verbindungslinien zwischen Gmelinit-I-Reflexen liegen [zum Beispiel zwischen (40 $\bar{4}$ 1) und (40 $\bar{4}$ 1)], was auf eine gewisse Fehlordnung im Gmelinit-I-Gitter schliessen lässt. Im übrigen scheint der Gmelinit – der Ähnlichkeit der Aufnahmen nach zu schliessen – mit dem Chabasit strukturell sehr eng verwandt zu sein.

Wie wir erfahren, werden die Würfelzeolithe auch von H. O'DANIEL (Frankfurt a. M.) bearbeitet; wir sind um eine sinnvolle gegenseitige Abgrenzung der Arbeitsgebiete bemüht.

Der eine von uns (G. B.) dankt der Deutschen Forschungsgemeinschaft für ein Auslandsstipendium bestens; unser verbindlicher Dank gilt ebenso dem Schweizerischen Nationalfonds und der Eidgenössischen Volkswirtschaftsstiftung für Unterstützung.

G. BERGERHOFF, H. KOYAMA und
W. NOWACKI

Mineralogisch-petrographisches Institut der Universität
Bern, den 12. September 1956.

³ R. M. BARRER, W. BUSER und W. F. GRÜTTER, *Helv. chim. Acta* **39**, 518 (1956). — Wie uns Herr Prof. R. M. BARRER (London) freundlicherweise mitteilte, ist er sowie die *Linde Air Products* (USA) für das (Si, Al)-O-Gerüst zum gleichen Resultat gelangt (unpubliziert).

Summary

Preliminary results are given on the structure of faujasite and gmelinite.

Über 1-Halogenderivate des D-Glucosamins

Im Verlaufe von Untersuchungen, über die wir andernorts berichten, benötigten wir Halogenderivate des D-Glucosamins (2-Amino-2-desoxy-D-glucose), um daraus Glucosaminide herzustellen.

KUHN und KIRSCHENLOHR¹ beschreiben eine Methode, um von dem von MOGGRIDGE und NEUBERGER² dargestellten 1-Brom-3,4,6-N-tetraacetyl-D-glucosamin zu β -D-Glucosaminiden zu gelangen. Eigene Versuche, auf diesem Weg das Glucosaminid des *o*-Methoxybenzylalkohols und andere Alkohole darzustellen, führten aber nicht zum Erfolg. BAKER *et al.*³ gelang die Kondensation dieses Bromides mit dem HgCl-Salz des 2-Methylmercapto-6-dimethylaminpurins ebenfalls nicht. Diese Autoren stellten aus β -Pentaacetyl-D-glucosamin mit ätherischer Salzsäure das $\alpha(7)$ -1-Chlor-3,4,6-N-tetraacetyl-D-glucosamin her, dessen Kondensation mit dem Purinderivat zum Erfolg führte. Wir haben dieses Chlorid durch Umkristallisieren aus Essigester gereinigt. Die reine Verbindung schmilzt bei 133–134° unter Zersetzung und hat einen Drehwert von $[\alpha]_D^{20} + 120^\circ$ (in CHCl₃; $c = 2$). Das Chlorid wurde nach der Methode von KUHN und KIRSCHENLOHR¹ mit *o*-Methoxybenzylalkohol in guter Ausbeute zum 1- β -[*o*-Methoxybenzyl]-3,4,6-N-tetraacetyl-D-glucosaminid umgesetzt, Schmelzpunkt 165–166° (aus Essigester), $[\alpha]_D^{20} - 37,5^\circ$ (in CH₃OH; $c = 2$). Verseifung der O-Acetylgruppen mit methanolischem Ammoniak lieferte 1- β -[*o*-Methoxybenzyl]-N-acetyl-D-glucosaminid, $F: 210-211^\circ$ (aus Alkohol), $[\alpha]_D^{20} - 56,6^\circ$ (in H₂O; $c = 1,5$). Mit derselben Methode wurden auch die β -Methyl- und β -Benzyl-Verbindungen dargestellt, deren physikalische Konstanten mit den von KUHN *et al.*¹ gegebenen übereinstimmen.

¹ R. KUHN und W. KIRSCHENLOHR, *Chem. Ber.* **86**, 1331 (1953); **87**, 384 (1954).

² R. C. G. MOGGRIDGE und A. NEUBERGER, *J. chem. Soc.* **1938**, 745.

³ B. R. BAKER, J. P. JOSEPH, R. E. SCHAUB und J. H. WILLIAMS, *J. org. Chem.* **19**, 1786 (1954).

MICHEEL, VAN DE KAMP und WULFF⁴ haben gezeigt, dass die von MOGGIDGE *et al.*² erhaltene Verbindung α -1, 3, 4, 6-Tetraacetyl-D-glucosamin-hydrobromid ist und im IR-Spektrum keine charakteristischen Amidbanden besitzt. Im IR-Spektrum⁵ des von uns erhaltenen Chlorides wurden nun bei $3,10 \mu$ (N-H), $6,07 \mu$ (O = C-N) und $6,48 \mu$ (Amid-II) die zu erwartenden Banden gefunden, was eindeutig für das Vorliegen eines Amides spricht.

Demnach entsteht aus β -Pentaacetyl-D-glucosamin mit HBr in Eisessig das Hydrobromid des 1,3,4,6-Tetraacetyl-D-glucosamins, während mit ätherischer HCl das 1-Chlor-3, 4, 6-N-tetraacetyl-D-glucosamin erhalten wird.

CH. J. MOREL

Pharmakologische Laboratorien der J. R. Geigy AG., Basel, den 17. Juli 1956.

Summary

Treating β -Pentaacetyl-D-glucosamin with ethereal hydrochloric acid leads to 1-Chloro-3, 4, 6-N-tetraacetyl-D-glucosamin, whose structure is proved by infra-red spectra and transformation to known products.

⁴ F. MICHEEL, F. P. VAN DE KAMP und H. WULFF, Chem. Ber. 88, 2011 (1955).

⁵ Die IR-Spektren verdanken wir Herrn Dr. E. GIROD, aufgenommen in Nujol, Perkin-Elmer, Mod. 21.

Fixation et inclusion du matériel nucléaire de *Escherichia coli*

Dans les coupes ultra-minces de bactéries, le noyau se présente soit entièrement rempli par une structure fine¹, soit sous forme de « vacuole nucléaire » contenant une ou plusieurs masses denses disposées au hasard². Des figures de finesse intermédiaire ont été observées³. Dans un travail précédent⁴ nous avons postulé l'hypothèse que ces structures nucléaires internes n'étaient pas significatives, c'est à dire qu'elles ne sont pas en rapport direct avec la constitution du noyau de la cellule vivante mais qu'elles ne sont que des formes de coagulation. Nous avons depuis lors étudié l'influence du pH et de certains cations sur la coagulation du nucléoplasme durant la fixation.

Cette étude a été faite sur des cellules de *Escherichia coli* cultivées en milieu tryptoné, traitées à l'auroéomycine (1 h avec $4 \gamma/\text{ml}$). Ce traitement permet d'obtenir une forme nucléaire simple et identique pour la totalité des cellules de la culture tout en les laissant toutes survivantes.

L'étude de l'influence du pH durant la fixation a été faite en employant de l' OsO_4 dissout à raison de 2%

dans du tampon Michaelis ajusté à des pH allant de 6,0 à 8,0. On ajoute 4 ml d'acide osmique de pH désiré dans 40 ml de culture en tryptone de *E. coli* traitée à l'auroéomycine, ce qui donne une concentration d' OsO_4 de 0,2%

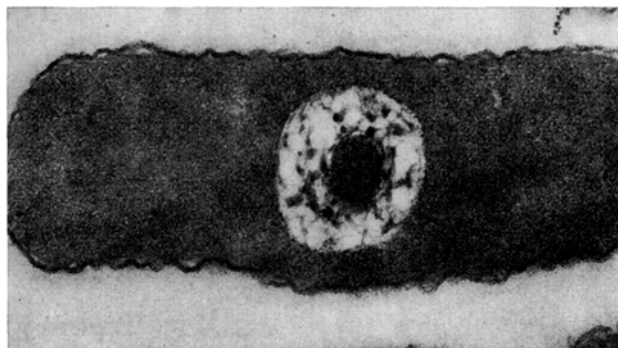


Fig. 1. *E. coli* K 12 S traité à l'auroéomycine; fixé OsO_4 2% pH 7,2; inclus dans le méthacrylate. Le matériel nucléaire est assez grossièrement précipité. Grossissement 50000 $\times$.

et un pH encore très voisin de celui de la culture avant fixation. On centrifuge et l'on reprend le culot dans 1 ml du même fixateur que l'on laisse en contact pendant 16 h à 20°. On lave en tampon du même pH que celui du fixa-

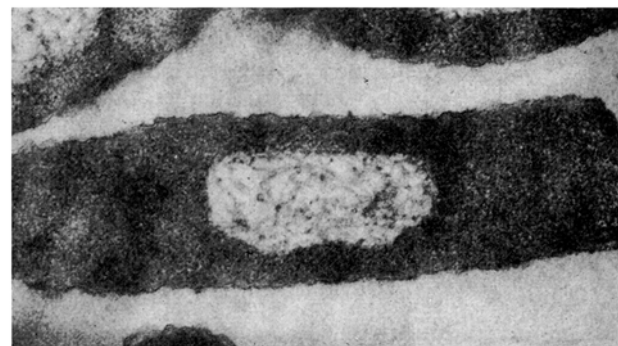


Fig. 2. Mêmes bactéries que celles de la figure 1, mais inclus au polyester. Le nucléoplasme est un peu plus fin. Grossissement 50000 $\times$.

teur et on reprend le culot dans une goutte d'agar 1,5% au même pH. L'agar est déposé sur une lame de verre, refroidi et découpé en petits cubes de 1 mm³. On procède ensuite à la deshydratation dans l'acétone en vue de l'enrobage soit au méthacrylate soit au polyester⁵ (l'alcool n'étant pas miscible au polyester). Nous avons constaté sur des séries comparatives que la deshydratation à l'acétone n'entraîne aucun changement du matériel biologique par rapport à celle à l'alcool.

L'inclusion au méthacrylate produit très souvent des gonflements et des déformations des cellules surtout lorsque le pH du fixateur est supérieur à 6. Ces artefacts ne se produisent jamais avec le polyester.

Les bactéries fixées aux pH 7,2 à 8,0 offrent toujours un nucléoplasme relativement grossier (fig. 1, dans le méthacrylate; fig. 2, dans le polyester). Au pH 6,0 le nucléoplasme est toujours beaucoup plus fin et l'adjonction de cations (0,01 M Mg et 0,0001 M Ca) au fixateur permet d'obtenir des résultats plus constants (fig. 3). Si l'on ajoute des ions La (0,03 M sous forme de nitrate) à

⁵ E. KELLENBERGER, W. SCHWAB et A. RYTER: Exper. même fascicule.

¹ G. B. CHAPMANN et J. HILLIER, J. Bact. 66, 362 (1953).

² A. BIRCH-ANDERSEN, O. MAALØE et F. SJØSTRAND, Biochim. biophys. Acta 12, 395 (1953).

³ J. R. G. BRADFIELD, Nature 173, 184 (1954). – G. PIEKARSKI, G. M. PONTIERI, Zbl. Bakt. I Orig. 165, 242 (1956). – O. MAALØE et A. BIRCH-ANDERSEN, Bact. Anatomy (Cambridge University Press 1956), p. 261.

⁴ E. KELLENBERGER et A. RYTER: Sch. Z. Path. Bakt. 18, 1122 (1955).