

Nadel und in der Glashülse (3). Durch Drehen am Knopf (1) kann die Nadel (4) gegen den Ventilsitz (5) gepreßt und somit der Küvettenraum abgedichtet werden. Zwei kurze Gummischlauchstücke (2) dichten Spindel und Hülse nach außen ab. Der Seitenarm (7) stellt die Verbindung mit der Atmosphäre her, über den rechtwinklig nach oben gebogenen Arm (8) wird die Küvette über ein Rohr aus nicht-rostendem Stahl durch den lichtdichten Deckel des Küvettenraumes geführt und mit einer Vakuumpumpe verbunden. In Abb.2 ist der Heizblock aus Aluminium

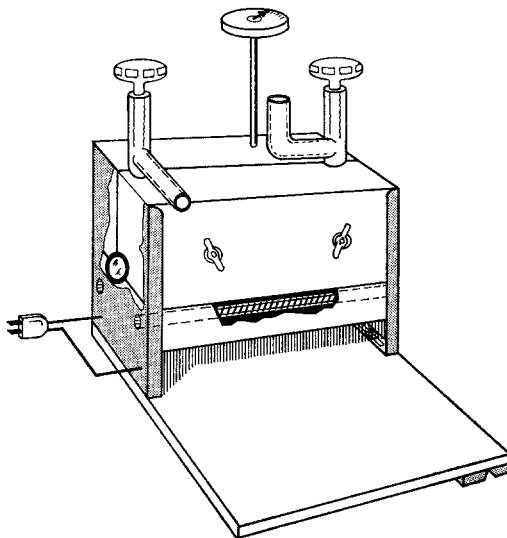


Abb.2. Heizblock mit Küvette

skizziert. Die Arbeitstechnik sei kurz beschrieben: Die Spindel 1 (Abb.1) wird herausgedreht und 10–20  $\mu$ l Probelösung (z. B. ein Steroid in Chloroform) mittels Präzisionspritze in den Küvettenraum eingeführt, die Spindel wieder fest eingeschraubt (Ventil geschlossen), die zusammengesetzte Einheit in das Gerät eingesetzt, an den anderen Stutzen die Vakuumpumpe angeschlossen und solange evakuiert, bis weniger als 25  $\mu$ l Druck konstant an einem McLeod-Manometer gemessen werden. Jetzt wird vorsichtig auf 60°C geheizt und 10 min weiter evakuiert, bis der Druck wieder konstant bleibt. Dann wird das zweite Ventil geschlossen, bis zur gewünschten Temperatur aufgeheizt, das Spektrophotometer mit Stickstoff durchgespült, um Wasserdampf und andere Gase zu vertreiben, und das Spektrum im Bereich von 190–220 nm aufgenommen. Bei leicht flüchtigen Substanzen muß das Lösungsmittel bei Raumtemperatur und normalem Druck entfernt werden oder einige Mikrogramme der Substanz direkt in die Küvette eingeführt werden. Es werden die Spektren von *Vanillin*, *Veratrol*, *Estronacetat*, *Corticosteron* und *Desoxycorticosteron* auf diese Art aufgenommen und die höhere Empfindlichkeit und bessere Auflösung im Vergleich zur herkömmlichen Methode bewiesen.

[1] Microchem. J. 9, 68–81 (1965). Dept. Biochem., Roosevelt Hosp. NYC, Ped. Res. Lab. Jewish Hosp. Brooklyn (USA). H. POHL

Ein einfaches Spektrofluorimeter beschreibt J. KOZIOŁ [1]. Das Gerät in der einfachsten Anordnung besteht aus einer Quecksilberhochdrucklampe, Interferenzfiltern und einem Küvettenraum für 10 oder 20 mm-Küvetten des Pulfrich-Photo-

mers. Als Detektor wird ein Photovervielfacher Mazda MI-27 mit einem angeschlossenen Multiflex-Lange-Galvanometer angewendet. Um Fluoreszenzspektren im nahen UV und im sichtbaren Bereich vermessen zu können, kombiniert der Verf. dieses Grundgerät mit dem Quarzmonochromator des ungarischen Spektrophotometers Spektromom-201. Die Konstruktion des Gerätes ist in der Originalarbeit eingehend beschrieben. Das Gerät wurde zur Untersuchungen der *Fluoreszenzspektren von Flavinen* angewendet und zeigte dabei eine sehr gute Empfindlichkeit. Lösungen mit *Riboflavinkonzentrationen* von 0,0005 µg/ml liefern noch meßbare Werte, bei einem Flavinegehalt oberhalb 0,5 µg/ml läßt sich das gesamte Fluoreszenzspektrum vermessen.

[1] Chem. Anal. (Warsaw) 10, 603—610 (1965) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.)  
Lehrst. f. Warenkunde, Höhere ökonom. Schule, Poznań (Polen). M. PRIBYL

**In ihren Arbeiten über selektive Kationenaustauscher** synthetisieren A. LEWANDOWSKI und W. SZCZEPANIAK [1] ein von ihnen als Sel-K2 bezeichnetes Harz aus Morin, m-Hydroxybenzoesäure, Phenol und Formaldehyd. Der Austauscher ermöglicht die selektive Abtrennung von *Zirkonium und Hafnium* von anderen Ionen. Als Beispiel ist die Abtrennung von Zr von Cu, Al, Fe, Ti und Th tabellarisch angegeben. — *Herstellungsvorschrift für das Harz*. Man löst 12,4 g m-Hydroxybenzoesäure in 50 ml 1 m Natriumcarbonatlösung, gibt 5,6 g Phenol und 15 ml 39%ige Formalinlösung zu. Man erhitzt den Kolbeninhalt 0,5 Std am Rückflußkühler und gibt dann die Lösung von 6 g Morin in 60 ml 1 m Natriumcarbonatlösung und weitere 12 ml Formalinlösung zu. Man mischt und erhitzt weitere 1,5 Std am Wasserbad und läßt dann 24 Std bei Zimmertemperatur stehen. Die kalte, gallertartige Harzschicht wäscht man im Laufe weiterer 24 Std einige Male mit Salzsäure, Wasser, Ammoniak und zum Schluß wieder mit Salzsäure. Dann trocknet man und zerkleinert das Harz. — 1 g trockenes Harz hat eine Austauschkapazität gegenüber Zirkonium in 0,5 n Salzsäure von 0,4 mVal Zr/g Austauscher.

[1] Chem. Anal. (Warsaw) 10, 961—964 (1965) [Polnisch]. (Mit engl. Zus.fass.)  
Lehrst. allgem. Chem. Univ. Poznań (Polen). H. KURTENACKER

**Die Anreicherung von Spurenelementen und Abtrennung des Hauptbestandteiles** (NaCl, KCl, BaCl<sub>2</sub>, SrCl<sub>2</sub> und AgCl) erreichen F. TERA, R. R. RUCH und G. H. MORRISON [1] durch Adsorption von Spuren und Matrix an einer *Kationenaustauschersäule* und nachfolgende Fällung der Matrixelemente auf der Säule mit konz. Salzsäure. Die Spuren werden mit zusätzlicher Salzsäure eluiert. — *Arbeitsweise*. Die zu untersuchende Probe (12 mVal Matrixelemente) wird mit einer Durchflußgeschwindigkeit von 0,5—1 ml/min auf eine Dowex 50 X 8-Austauschersäule (100—200 mesh) gegeben. Der Säulendurchmesser beträgt 0,8 cm und die Säulenfüllung 7 ml Harz. Die Säule wird mit 3—5 ml Wasser gewaschen und das Washwasser mit dem im 3. Schritt der Methode anfallenden Eluat vereinigt. Das Austauscherharz wird 30 min getrocknet. Ist als Hauptbestandteil Strontiumchlorid zugegen, muß das Harz vor dem Trocknen mit Methanol gewaschen werden, um gebundenes Wasser zu entfernen, das die Löslichkeit von SrCl<sub>2</sub> bei der Fällung erhöhen würde. Für die Fällung wird das trockene Harz, in dem Matrix- und Spurenelemente adsorbiert sind, in eine Säule gegeben, die frischen, mit 12,2 m Salzsäure behandelten Austauscher enthält (Säulendurchmesser 1,1 cm, Austauschermenge 3,9 ml, wenn BaCl<sub>2</sub> oder SrCl<sub>2</sub> und 11,5 ml, wenn NaCl, KCl oder AgCl als Matrix vorliegen. Füllhöhe mit Salzsäure: 5 cm mehr als Austauscherhöhe). Die Fällung von AgCl wird unter Kühlen in einem Eisbad bei 1°C durchgeführt. Die Elution der Spuren erfolgt mit 12,2 m Salzsäure — bei BaCl<sub>2</sub> als Matrix mit 6,1 m Salzsäure — mit einer Durchflußgeschwindigkeit von 0,3 ml/min.