

2—10 Vol%iger Schwefel- oder Salzsäure bei Zimmertemperatur. Sechswertiges Uran wird unter denselben Bedingungen zu Uran(IV), zum geringen Teil auch zu Uran(III) reduziert. Die Reduktionen verlaufen ohne Gasentwicklung.

B. PRESENTUS.

Für die Kalibrierung von Mikrobüretten und Mikroinjektionsspitetten im Bereich von 0,1—10 μ l geben J. B. BUCK, M. L. KEISTER und M. R. ZELLE¹ ein einfaches Verfahren an. Es beruht auf der Tatsache, daß die von sehr kleinen Tropfen einer Farblösung auf Filtrierpapier hinterlassenen Flecke bei gleichbleibender Temperatur und Feuchtigkeit den entsprechenden Volumina exponentiell proportional sind. Man kann auf diese Art Volumänderungen bis zu 0,1 μ l verfolgen. A. KURTENACKER.

Über die Methode, Radiokohlenstoff ¹⁴C quantitativ im Gaszählrohr zu messen, berichtet eingehend M. L. EDINOFF². Diese Art der Messung besitzt den Vorzug, daß die Menge des in das Zählrohr eingebrachten ¹⁴CO₂ leicht durch den Gasdruck abzulesen ist und damit entgegen der üblichen radiometrischen Bestimmung als Ba¹⁴CO₃-Niederschlag Arbeitsaufwand und Zeit gespart wird. Das Zählrohr ist ein übliches Gaszählrohr mit CS₂-CO₂-Füllung.

Der technische Aufbau der gesamten Apparatur wird eingehend beschrieben.

Ba¹⁴CO₃ wird im geschlossenen System mit HClO₄ zersetzt und das entstandene ¹⁴CO₂ im gereinigten N₂-Strom über mehrere Fallen und Mischgefäße in das Zählrohr eingebracht. Die spezifische Aktivität läßt sich durch Beimischen von inaktivem CO₂ in weiten Grenzen regeln. Die Messungen wurden mit einem modifizierten Zählgerät (NEHER-HAPER-Schaltung) vorgenommen. Die Zählrohreinsetzspannungen liegen sehr hoch und verlangen bei höheren Gasdrücken ein spezielles Hochspannungsgerät von Spannungen bis über 6000 Volt.

Die Meßergebnisse bestätigen direkte Proportionalitäten zwischen der Teilchenzahl und eingebrachter ¹⁴CO₂-Menge in dem großen Druckintervall von 2—175 cm Hg. Bei geringen Gasdrücken liegt die mittlere Abweichung der Messungen vom Sollwerte um 1,2%. Dieser Fehler wird bei einem Gasdruck um 50 cm Hg-Säule noch weiter bis auf 0,4% herabgedrückt.

An Hand zahlreicher Zählrohrcharakteristiken und Eichkurven zeigt der Verfasser die Leistungsfähigkeit dieser Meßmethode. Die einzelnen Meßpunkte enthalten durchschnittlich 30000 Teilchen (gezählt), der statistische Fehler wird berechnet.

Festgestellt wurde ferner, daß die Apparatur nach 5 min langem Ausspülen mit inaktivem CO₂-N₂-Gemisch keine Restaktivität mehr zeigte und die an der Wandung adsorbierte ¹⁴CO₂-Aktivität in jedem Fall vernachlässigbar klein wird.

Abschließend weist der Verfasser darauf hin, daß mit seiner Anordnung (ein 28 ml-Zählrohr mit 2 Atmosphären CO₂-Druck) noch eine spezifische Aktivität von 4×10^{-10} Curie per Gramm C mit etwa 10% Fehler zu zählen gestattet, während die Grenze der ¹⁴C-Bestimmung mit dem 2 mg/cm²-Glockenzählrohr bei etwa $7,4 \times 10^{-8}$ Curie/g Kohlenstoff liegt.

W. HERR.

Um die Bestimmung von Gefrier- und Schmelzpunkten unter der Eigenatmosphäre der Analysesubstanz, d. h. in Abwesenheit von Luft oder anderen Fremdgasen durchführen zu können, gestalten A. R. GLASGOW, jr., N. C. KROUSKOP und F. D. ROSSINI³ ihren früher⁴ beschriebenen Apparat dahingehend um, daß im Vakuum gearbeitet werden kann. Ein Dewargefäß von 30 mm lichter Weite des

¹ Analytica Chimica Acta 4, 130 (1950).

² Analytic. Chemistry 22, 529 (1950).

³ Analytic. Chemistry 22, 1521 (1950).

⁴ Analytic. Chemistry 20, 410 (1948).