

oxide, Terramycin and Emulgator NP₁₀ (Table and Figure 1), which shows the synergistic effect on the mode of action of Terramycin. The adults treated with this combination of Piperonyl butoxide, Terramycin and Emulgator NP₁₀ produced very much less larvae from the beginning of their adult life and many of them ceased to produce any more after 5 to 6 days.

None of the treatments produced phytotoxic effects on the *Vicia faba* plants. Thus, the application of Piperonyl butoxide in combination with Terramycin and Emulgator NP₁₀ proved to be a promising application against *A. fabae*, since it caused mortality, inhibited the reproductivity, delayed the larval development and affected the weight and size of the treated adults.

Zusammenfassung. Nachweis, dass Piperonylbutoxid (0,2%) in Kombination mit Terramycin (0,2%) und dem

Emulgator NP₁₀ (0,1%) die Larvalentwicklung verlangsamt und sowohl das Gewicht wie die Reproduktionsfähigkeit der resultierenden Adulten von *Aphis fabae* reduziert. Durch Zugabe des allein unwirksamen Piperonylbutoxyds werden diese Effekte gesteigert.

O. P. LAL⁷

*Division of Entomology,
U.P. Institute of Agricultural Sciences,
Kanpur (U.P., India) 21 February 1971.*

⁷ I express my sincere thanks to Professor Dr. H. SCHMUTTERER, Giessen University, West Germany, for advice and encouragement, and to the German Academic Exchange Service for the financial assistance.

PRO EXPERIMENTIS

Ultramikromethoden. Acetylierung von Alkoholen¹

Im folgenden wird ein Verfahren zur Acetylierung von Alkoholen beschrieben, bei dem jeweils 1 Nanogramm (ng) Alkohol das Ausgangsmaterial bildet.

Acetylierungsexperimente wurden mit den in der untenstehenden Tabelle verzeichneten Alkoholen durchgeführt. Als Reaktionsgefäß diente eine Glaskapillare von 40 mm Länge, 0,9 mm ä. Ø und 0,32 mm i. Ø, die im weiteren als Probenkapillare bezeichnet werden soll. Der zu acetylierende Alkohol wurde in Äther zu einer Konzentration von 1 mg/160 ml aufgelöst. Von dieser Lösung überführte man eine 2 mm lange Säule in die Mitte der Probenkapillare. Das betreffende Lösungsvolumen enthielt 1 ng Alkohol. Um ein kontrollierbares Aufsteigen der Lösung in die Probenkapillare zu erreichen, musste dieselbe mit einer Hilfsvorrichtung in Gestalt einer 60 mm langen Kapillare von etwa 0,9 mm ä. Ø und äusserst engem, von blossen Auge knapp sichtbarem Lumen verbunden werden. Diese Kapillare, die als Staukapillare bezeichnet werden soll, trug einen Schrumpfschlauch-Anschluss² und wurde über denselben mit der Probenkapillare verbunden (Figur 1). Man tauchte das offene Ende der Probenkapillare in die Alkohollösung ein, bis letztere 2 mm hoch aufgestiegen war. Durch behutsames Ablösen der Staukapillare liess sich die Flüssigkeitssäule in die Mitte der Probenkapillare aufziehen. Das Lösungsmittel verdunstete innerhalb einiger Minuten, worauf man die Probenkapillare erneut mit der Staukapillare verband und auf dieselbe Weise eine 2–3 mm hohe Säule des Acetylierungsreagens in die Mitte der Probenkapillare aufzog. Für die Acetylierung der primären Alkohole wurde ein Gemisch aus je 1 Volumteil Essig-

säureanhydrid und Pyridin sowie 98 Volumteilen Äther verwendet, für den sekundären Alkohol 2-Octanol ein Gemisch aus je 1 Volumteil Essigsäureanhydrid und Pyridin sowie 18 Volumteilen Äther. Die bei Zimmertemperatur verlaufende Reaktion war bei den primären Alkoholen nach 30 Min beendet, beim 2-Octanol nach 1,5 h. Während der Reaktionszeit reduzierte sich die ursprünglich 2–3 mm lange Flüssigkeitssäule auf eine Lamelle, die schliesslich zusammenbrach.

Die Reaktionsprodukte konnten nachgewiesen werden mit Hilfe der von GROB und GROB^{2–5} entwickelten Methode der splitlosen Glaskapillar-Gaschromatographie, die sich dem vorliegenden Problem in folgender Weise anpassen liess: Der verwendete Gaschromatograph war ein Fractovap Carlo Erba Mod. GI mit FID und einem Speedomax-XL-Schreiber. Es wurden Trennkapillaren aus Glas eingesetzt, die nach dem Verfahren von GROB⁶ mit Siliconöl SF-96 belegt worden waren⁷. Das gerade Eingangsstück jeder Trennkapillare wurde mit einem Schrumpf-



Fig. 1. A) Probenkapillare; B) Staukapillare.

¹ 1. Mitteilung: Experientia 27, 1376 (1971).

² K. GROB und G. GROB, J. Chromat. Sci. 7, 587 (1969).

	Trennkapillare: Länge in m/i. Ø in mm	Ofentemperatur (°C)	Trägergas		Retentionszeit (min)	
			Atm.	ml/min	Alkohol	Acetat
1-Hexanol	24/0,34	70	0,4	1,5	3,5	6,3
1-Octanol	24/0,34	100	0,4	1,3	3,7	6,3
1-Decanol	24/0,34	120	0,5	1,6	4,0	6,8
1-Dodecanol	24/0,34	140	0,6	2,0	4,2	7,1
1-Tetradecanol	15/0,32	140	0,6	2,9	3,2	5,6
1-Hexadecanol	15/0,32	150	0,8	3,8	3,8	6,4
2-Octanol	24/0,34	90	0,4	1,3	3,7	6,6

schlauch-Anschluss versehen und über denselben mit einer leeren Probenkapillare verbunden, deren anderes Ende man in den Verdampferraum des Gaschromatographen einführt. Aus Gründen der Betriebssicherheit diene Helium anstelle des im übrigen geeigneteren Wasserstoffs als Trägergas. In allen Fällen betrug die Verdampfertemperatur etwa 150 °C, die Abschwächung 1×4 , der Messbereich des Schreibers 1 mV.

Bei der gaschromatographischen Untersuchung der acetylierten Alkohole wurden nacheinander die folgenden Operationen durchgeführt: 1. Man begann eine Zeitmes-

sung und öffnete den Kolonnenofen. 2. Die leere Probenkapillare wurde aus dem Verdampferraum abgezogen und von der Trennkapillare gelöst. 3. Man liess 15 sec verstreichen (vom Moment an gerechnet, wo der Kolonnenofen geöffnet worden war), um den zunächst in der Trennkapillare herrschenden Überdruck auf Atmosphärendruck absinken zu lassen. 4. Die den acetylierten Alkohol enthaltende Probenkapillare wurde mit der Trennkapillare verbunden; das andere Ende der Probenkapillare führte man in den Verdampferraum ein. 5. Man schloss den Kolonnenofen und markierte auf dem Schreiber den Start des Gaschromatogramms.

Das Gaschromatogramm des acetylierten 1-Decanols ist in Figur 2 a abgebildet: Peak A entspricht dem aus 1 ng 1-Decanol gebildeten Decylacetat. Figur 2 b zeigt ein unter denselben Bedingungen aufgenommenes Gaschromatogramm des Ausgangsmaterials: Peak B entspricht 1 ng 1-Decanol⁸.

Summary. An acetylation procedure for nanogram amounts of alcohols is described.

S. HUWYLER

Organisch-chemisches Institut der Universität,
Rämistrasse 76, CH-8001 Zürich (Schweiz),
2. Dezember 1971.

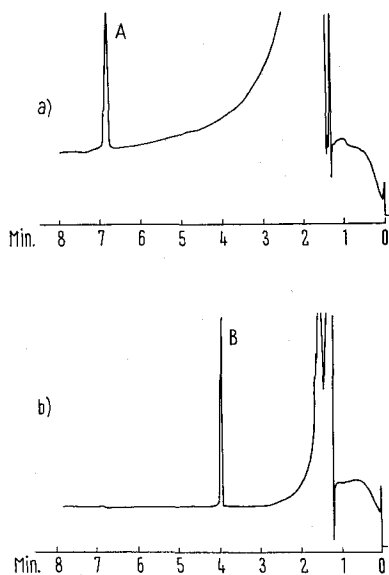


Fig. 2. a) Peak A: Decylacetat, aus 1 ng 1-Decanol entstanden; b) Peak B: 1 ng 1-Decanol.

³ K. GROB und G. GROB, J. Chromat. Sci. 7, 584 (1969).

⁴ K. GROB und G. GROB, J. Chromat. Sci. 8, 635 (1970).

⁵ K. GROB und G. GROB, Chromatographia 5, 3 (1972).

⁶ K. GROB, Helv. chim. Acta 51, 718 (1968).

⁷ Bezugsquelle: H. J. JÄGGI, Laboratorium für Gaschromatographie, CH-5642 Mühlau (Schweiz).

⁸ Herrn Prof. Dr. K. GROB bin ich für Beratungen bei der Durchführung der Gaschromatographie zu grossem Dank verpflichtet. Die Entwicklung von Ultramikromethoden geschieht im Auftrag von Herrn Prof. Dr. M. VISCONTINI und wird vom Schweizerischen Nationalfonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung unterstützt.

A Reassessment of the Use of Modified Tyrode's Solution as a Physiological Medium for Suspension of Isolated Platelets

At the present time one of the most common methods used in the study of factors affecting aggregation *in vitro* is the method of BORN¹ in which changes in light transmission caused by aggregation of stirred platelet-rich-plasma or isolated platelets suspended in physiological media is recorded. The extent of aggregation has been shown to be dependent upon the pH of the suspending medium because maximal aggregation occurs at pH 8.0 while no aggregation occurs below pH 6.4^{2,3} or above pH 10⁴.

In studies using isolated platelets (as well as diluted platelet-rich-plasma) a modification of Tyrode's solution (Composition per liter: 9.0 g NaCl, 0.2 g KCl, 1.0 g NaHCO₃, 0.05 g NaH₂PO₄, 1.0 g dextrose) has been used quite extensively as a physiological medium in which platelets are suspended⁵⁻⁷. However, because sodium bicarbonate (NaHCO₃) is the principal buffer used in this preparation and because elevations of temperature and agitation might result in a loss of carbon dioxide (CO₂) and thus cause an increase in the pH of the suspending medium, it was of interest to determine if a change in pH of the Tyrode's medium would be rapid enough to possibly influence these turbidometric measurements.

The results of these studies are shown in the Figure. The lower curve (closed circles) represents modified Tyrode's solution (arbitrarily adjusted to pH 7.15) maintained at approximately 37°C without agitation. As shown, the pH is unaltered over the first 10 min followed by a gradual increase of 0.15 pH units after 25 min. In the second part of this study an aliquot of modified Tyrode's solution was placed in a cuvette which was then positioned in the sample compartment of a Beckman DBG spectrophotometer maintained at 37°C. Agitation of the

¹ G. V. R. BORN, Nature, Lond. 194, 927 (1962).

² F. A. FLATOW JR. and E. J. FREIREICH, Blood 27, 449 (1966).

³ J. R. McLEAN and H. VELOSO, Life Sci. 6, 1983 (1967).

⁴ L. SKOZA, M. B. ZUCKER, Z. JERUSHALMY and R. GRANT, Thromb. Diath. haemorrh. 18, 713 (1967).

⁵ R. L. KINLOUGH-RATHBONE, M. A. PACKHAM and J. F. MUSTARD, J. Lab. clin. Med. 75, 780 (1970).

⁶ R. L. KINLOUGH-RATHBONE, M. A. PACKHAM and J. F. MUSTARD, Br. J. Haemat. 19, 559 (1970).

⁷ S. RENAUD, K. KUBA, C. GOULET, Y. LEMIRE and C. ALLARD, Circulation Res. 26, 553 (1970).