

Über die Theorie und die Anwendung der cyclischen Voltammetrie zur Messung der Kinetik von Elektrodenreaktionen berichtet R. S. NICHOLSON [1]. Aus der mathematischen Behandlung für den Reaktionsmechanismus $O + ne^- \rightleftharpoons R$ ergibt sich, daß durch Frequenzänderung der anliegenden Dreiecksspannung eine Verschiebung der anodischen und kathodischen Spitzenpotentiale zu erreichen ist, die selbst eine Funktion der Geschwindigkeitskonstanten für den Vorgang des Elektronenüberganges darstellt. Die Richtigkeit der theoretischen Ableitung wird an Messungen in $2 \cdot 10^{-4}$ m Cadmiumsulfatlösungen (Leitelektrolyt 1,0 m Lösung von Natriumsulfat) bestätigt. Bei Spannungsänderungsgeschwindigkeiten von 48–120 V/sec und einer Amplitudenhöhe der Dreiecksspannung von 300 mV liegt die Geschwindigkeitskonstante k_s zwischen 0,23 und 0,25 cm/sec. Die Größe der Geschwindigkeitskonstante ist in gewissem Maße von der Zusammensetzung des Leitelektrolyten abhängig. In 2 m Perchlorsäure wird für k_s 0,6 cm/sec gefunden.

[1] Anal. Chem. **37**, 1351–1355 (1965). Chem. Dept., Michigan State Univ., East Lansing, Mich. (USA). H. MONTIEN

Über die Verbesserung eines Wechselstrom-Brückenpolarographen mit überlagerter Rechteckspannung berichten E. NIKI, H. SIRAI und T. KYOYA [1]. Durch Kombination einer Torschaltung mit einem synchronisierten Gleichrichter haben die Autoren ein verbessertes Signal zu Untergrund-Verhältnis erhalten. Die Linearität der analytischen Kurven ist sehr gut; die möglichen Fehler liegen unter $\pm 0,5\%$. Die Minimalkonzentration für quantitative Analysen von Blei- und Cadmiumionen in verd. Phosphorsäure beträgt $2 \cdot 10^{-7}$ M. Die apparativen Änderungen des Polarographen werden in Schaltdiagrammen beschrieben.

[1] Japan Analyst **15**, 257–263 (1966) [Japanisch]. (Nach engl. Zus.fass. ref.) Fac. Engng., Univ. of Tokyo, Bunkyo-ku, Tokyo (Japan). H. MONTIEN

Für die kernmagnetische Resonanzspektroskopie bei tiefen Temperaturen beschreiben J. S. OGDEN und J. J. TURNER [1] eine *einfache Glasapparatur* von ca. 30 cm Gesamtlänge. Ein Dewar-Gefäß von 20 cm Länge, im oberen Teil 25 mm im Durchmesser, im unteren 11 cm langen Teil 9–10 mm stark, umgibt eine pipettenartige Proberöhre, die, 5–6 mm stark, sich in der Mitte auf einer Länge von ca. 4 cm erweitert und am oberen Ende durch einen Mikrohahn verschlossen ist. Etwa 12 cm von der unteren Spitze des Gerätes ist der innere Mantel des Dewar-Gefäßes mit dem erweiterten Probenrohr ringförmig verschmolzen. Der Vakuumraum des Dewar-Gefäßes wird ausgeheizt, evakuiert und abgeschmolzen. Man füllt dann in das Dewar-Gefäß flüssigen Stickstoff ein, der die Erweiterung der Proberöhre bedeckt. Durch Öffnen des Mikrohahns leitet man das zu untersuchende Gas ein, das in der Erweiterung kondensiert und nach unten in die enge Röhre abläuft. Dort verdampfende Substanz wird im erweiterten Mittelteil wieder kondensiert. Auf diese Weise können auch Stoffe, die bei der Temperatur des flüssigen Stickstoffs fest sind, in flüssigem Zustand untersucht werden. Die Apparatur läßt sich in eine Drehvorrichtung einsetzen, wodurch die Auflösung stark verbessert wird. Das Spektrum von C_3F_7J wurde so mit 600 U/min aufgenommen. Außerdem werden die Spektren von Tetrafluormethan und Trifluorchlormethan diskutiert.

[1] Chem. & Ind. **1966**, 1295–1296. Univ. Chem. Labs., Cambridge (Großbritannien). J. RASCH

Massenspektrometrie. *Über den gegenwärtigen Stand der Massenspektrometrie gasförmiger oder leicht verdampfbarer Substanzen* berichtet M. CHAIGNEAU [1]. Die Entwicklung ist mit den hochauflösenden Massenspektrometern und den Kombinationen zwischen Gaschromatograph und Massenspektrometer noch keineswegs abge-