

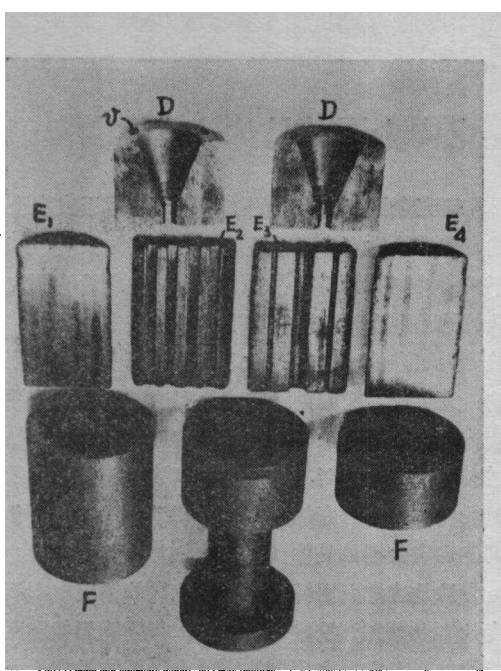


圖 2

輕地生产出很多取向一样的籽晶体。孔道 c 的上口通澆注漏斗口，为了易于取出晶体，漏斗是由两个半圆柱体合成。漏斗上鑽有通气孔 v，其作用是使由漏斗經澆注孔道 c 而进入空腔 b 的熔融金屬便于由单晶体主模腔 d₁、d₂ 的下口进入 d₁、d₂ 中。漏斗的高 h 視所用的金屬种类而异，像鋁那样的輕金屬，h 宜大一些（約2—4厘米）。如果漏斗太高，則熔融金屬容易溢出主模腔 d₁ 的上口，以致晶体难以取出；反之当高度太低时，則模腔空間不能有效利用。对于密度較大的金屬，像鋅、鎳等，漏斗高度宜低一些。F 是石墨圓筒，其作用是套住模壁与漏斗。一般說来，为了避免熔融金屬和模壁粘在一起，模壁表面宜塗一層塗料。在純金屬单晶体的制造中，不能采用一般的熏烟法或塗油法，因为这将引入許多雜質。最好的塗料是胶状石墨，对于鋁說来，只要模腔光潔塗料，是不必要的。

以上的模具裝合起来就如圖3所示。模子在使用之前应在真空爐中加热到白热，以便去掉模子中存在的可揮發的雜質。然后将它置于垂直电爐中預热，爐温以升至模內空腔 b 处的温度剛好在此籽晶体熔点以下若干度为宜，这样可使籽晶体在模子受預热的过程中不致熔掉。再将适当温度的熔融金屬注入漏斗，注入的熔融金屬，由于有較高的温度（在鋁中是 690—700°C），故足以將籽晶体的上端熔化，但籽晶体的下端大部則仍处在固态中。熔液注滿漏斗以后，用細石墨棒經孔道 c 触至圓錐空腔 b 的頂，以搞破籽晶体的氧化層，使籽晶体的熔化部分与整个熔体熔合在一起，这样，在适当冷却条件下，晶体才可能按籽晶体的取向往上长成单晶体。为了使整个鑄錠成为以籽晶体的取向为取向的定向单晶体，就必须設法保証模具的冷却先从

籽晶体固液交界处开始，而后逐渐沿模具的軸往上冷却。沿半徑方向的冷却应尽量避免。如果在模具的底垫一塊导热良好的物体（如銅塊或水冷的金屬盒），而且讓模具逐漸下降离开爐心，則上述的冷却条件是容易得到的。下降的速度視具体所用的金屬而定，对于 99.99 % 的鋁，下降速度約为 1 厘米/分；純鋅則應該慢一些。

圖 4 是应用此法制成的一批（3 个）純鋁定向单晶体的照相，其中 S 是籽晶体，K 是欲得的条状晶体，可以看出，用这一方法制成的单晶体的截面是很均匀的。但是必須指出，用此法而得到的单晶体在它的表面上往往有很多小孔。出現小孔的原因有一大部分是由于在空气中进行操作的緣故。熔融金屬像鋁在高温下将不可避免地溶解少量的气体，特别是氫，当温度下降时，这些气体的溶解度下降，并以气泡的形式分出，結果在晶体中留下許多小孔。

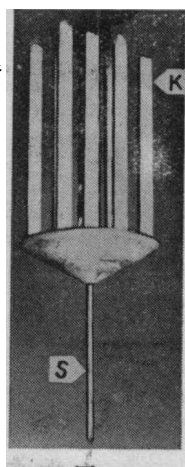


圖 4

在潮湿的季节里这現象尤为显著。为了减少这些弊病，在空气中进行操作时，熔質的温度宜尽可能低些。在制鋁单晶体的过程中，很显著地表明熔質温度对所制成晶体的質量的影响。只要我們控制熔融鋁的温度，使之不超过 690° 或 700°C 則得到的晶体总是比較潔淨，而且小孔也不大会有。在別的金屬中也可能有类似情形，要根除这一点毛病，則整个操作最好在真空中进行。当然，这将引入許多技术上的困难。对于銅說来，因为氧化亚銅能与銅形成共晶，故真空操作尤其必要。用上述方法，在鋁、鋅、鎳等金屬上都已成功地获得成批的定向单晶体。

陈能寬 何寿安

（中国科学院应用物理研究所）

1956年 12月27日

有机銻化合物 III.

三环己硫基-蒽 (III) 的合成

为了研究抗血吸虫的葯物，作者进行了一系列含有三价銻的有机化合物的研究。查閱文献^[1,2,3,4]，对硫代銻(III)酸酯类已有許多研究。Clemence 和 Le

ffer^[3,4]又特別指出,此类三烃硫基-腈(III) $(\text{RS})_3\text{Sb}$ 式中 R 为烷基、芳香基、芳烷基、环烷基或杂环基) 对于分体吸虫病有治疗效能。作者合成了一系列三烃硫基-腈(III)。

此篇簡短論文中,作者研究三环己硫基-腈(III) 的合成。将环己硫醇和無水三氯化銻作用于無水苯中即可制得。由于卤代环己烷加热易于脫去一分子卤化氢,形成了环己烯,因之将卤代环己烷和硫氢化鉀相互作用,硫醇产量甚低^[5,6]。作者按照(1) Frank 和 Smith^[7]、(2) Sprague 和 Johnson^[8]的方法,将环己醇、硫脲及氢溴酸混合加热,制得了环己基异硫脲,后者水解形成了环己硫醇,产量較好。作者又按照 Mailhe 和 Murat^[9]的方法将氯代环己烷轉变为 Зайцев-Grignard 試剂,后者与硫混合相互作用,再水解,亦生成环己硫醇。

实 驗 部 分

环己硫醇:

(1) 将环己醇 150 克、硫脲 15.2 克及氢溴酸(48%) 54 克,加热至 120°, 攪拌,經 36 小时,制得环己基异硫脲氢溴酸盐,熔点为 202—203°。此盐加入濃氢氧化鈉溶液,热 15 分鐘,待冷,以盐酸酸化,制得环己硫醇,沸点 157—160°, 产量以硫脲計算为理論值的 40%。 $n_D^{17}=1.4953$ 。

(2) 将 100 克环己醇、250 毫升濃盐酸(比重 1.19) 及 80 克無水氯化鈣,在沸水浴上加热攪拌 6 小时,制得氯代环己烷,沸点 140—145°, 产量 95 克,为理論值的 89%。再重行蒸餾,收集沸点为 141—143° 的純氯代环己烷,即可供制备 Зайцев-Grignard 試剂之用。 $n_D^{17}=1.4650$ 。

将 100 毫升無水乙醚、15 毫升氯代环己烷、0.5 毫升溴代乙烷、碘数小粒及 24 克鎂条,微微加热攪拌,反应开始后再将 106 毫升氯代环己烷和 350 毫升無水乙醚的混合物漸漸滴下,反应完全后,逐漸加入 40 克干燥的硫黃粉末,以产生微热可使無水乙醚輕度迴流为度。加完后不再作用發热,再在水浴上微微加热半小时以完全此反应。待冷,傾入 300 克冰屑,再加入計算量盐酸以水解产物,上層醚液即行分出。蒸去乙醚,再蒸餾收集沸点自 158—160° 者得 29 克,产量为理論值的 25%。 $n_D^{20}=1.4933$ 。

三环己硫基-腈(III):

以無水三氯化銻 4.87 克溶解于 20 毫升的無水苯中,加入环己硫醇 7.45 克。迴流加热 12 小时,在水浴上真空抽去苯之后,再在氢氧化鈉的真空干燥器中放置二夜以除去殘留的盐酸气即得。产量为理論值之量。

此物为淡黄色粘滯液体,在 0.05 毫米真空度时

蒸餾,不能蒸出。

$(\text{C}_6\text{H}_{11}\text{S})_3\text{Sb}$: 計算值 Sb=26.06%

实验值 Sb=26.03%; 26.20%

紀育灃 朱定森

(中国医学科学院药理学系)

1956 年 11 月 19 日

- [1] Robert Klement and Rudolf Reuber, Ber., **68B**, 1761 (1935).
- [2] Robert Klement and Albert May, Ber., **71B**, 890 (1938).
- [3] L. W. Clemence and M. T. Leffer, J. Am. Chem. Soc., **70**, 2439 (1948).
- [4] L. W. Clemence and M. T. Leffer, U. S. 2,510,738; U. S. 2, 510, 740; C. A., **45**, 175 (1951).
- [5] W. Borsche und W. Langz, Ber., **39**, 393 (1906).
- [6] J. Loevenich, H. Utsch, P. Moldrickx und E. Schaefer, Ber., **62**, 3097 (1929).
- [7] R. L. Frank and P. V. Smith, J. Am. Chem. Soc., **68**, 2108 (1946).
- [8] J. M. Sprague and T. B. Johnson, J. Am. Chem. Soc., **59**, 1838 (1937).
- [9] A. Mailhe et M. Murat, Bull. Soc. Chim. France (4), **7**, 288 (1910).

用新的染色方法揭示鷄卵黃球 并不形成細胞

在不久以前發表的一篇报告^[1]中,我对勒柏辛斯卡婭的水螅活質演發为細胞的工作提出严重的質疑,并指出:(1) 所謂水螅活質既不屬于水螅又非活質,而是被水螅吃下的水蚤或劍水蚤的脂肪球;(2) 这些脂肪球在一定的条件下进行氧化与水解而产生空泡,表面上有时好像是形成着細胞,实际上并不是真的細胞的基本結構;(3) 这些脂肪球在能杀死生命的条件下(如用 100°C 的高温作短時間的处理和在培养基中加入少量的福尔馬林或石炭酸)照样进行上述的空泡形成,說明这种变化根本不是生命發展的現象。

我們从 1955 年秋季以来对于鷄卵黃球能否演發为細胞这一問題进行了研究,在研究中也作了悬滴培养、化学反应試驗和大量的切片。我們观察到白卵黃球在生理盐水悬滴中也發生空泡形成的現象。在化学反应的观察中我們証实了前人^[2]已經提到的事实,即不論是黃卵黃球或白卵黃球都含有大量的类似核物質的东西。在切片染色工作中我們認識到利用过去常用的各种染色方法(包括孚尔根染色法)都不能解决卵黃球能否演發为細胞这一爭論;因为以上的染色方法不能很好地把核物質和卵黃物質区分开,也就很不容