

A. Allgemeine und physikalische Chemie.

Wa. Ostwald, Motor, Mensch, Tier und Pflanze. Betrachtungen über die chem. u. energet. Beziehungen der Elemente H, C u. O im Leben von Mensch, Tier u. Pflanze an Hand einer graph. Darst. („CHO-Dreieck“). (Schweiz. Bau-Ztg. 124. 27—29. 15/7. 1944. Heppenheim.)
 ERBE

L. W. White, Einwirkung von Chlor auf Blattkupfer. Die Rk. gelingt nur in Ggw. von Wasser. (School Sci. Rev. 25. 363. Juni 1944.)
 ERBE

George Novello Copley, Ozonolyse. Kurzer Überblick über die Ozonolysenrkk. ungesätt. Bindungen u. ihre Anwendungen. (School Sci. Rev. 25. 291—96. Juni 1944.)
 ERBE

W. Franck, Die Umsetzung des Äthylalkohols mit Natrium. Zur Vermeidung von A.-Verlusten bei der quantitativen Demonstration der Umsetzung mit Na wird die Verwendung von Lsgg. von A. in Lösungsmitteln empfohlen, die von Na nicht angegriffen werden, z. B. Bzn., PAe. oder Hexan. Hinweise für die prakt. Durchführung des Versuches. (Math. Naturwiss. Unterricht 1944. 55. Hamburg.)
 ERBE

Otto Hönigschmid, Die internationale Atomgewichtstabelle. (Res. and Progr. 9. 292—303. Nov./Dez. 1943 — C. 1944. I. 1073.)
 KLEVER

Th. Johannsen, Das Atomgewicht des Berylliums. Vf. führte eine Revision des Atomgewichts von Be nach der Bestimmungsmeth. der Messung des BeCl_2 mit Ag nach HÖNIGSCHMID u. BIRCKENBACH (Ber. dtsh. chem. Ges. 55. [1922]. 4) durch. Bei der Arbeitsweise des Vf. wurde das BeCl_2 aus reinstem BeO u. Zuckerkohle im Cl_2 -Strom bei Rotglut synthetisiert, dann in einer App. aus Jenaer Glas einmal im Cl_2 -Strom, einmal im N_2 -Strom u. dreimal im Hochvakuum sublimiert, ohne das Salz zu schmelzen, u. dadurch ein Angreifen des Gefäßmaterials vermieden. Die reine schneeweiße, pulverige, mikrokrySTALL. Substanz wurde in evakuierte Kugeln aus Jenaer Glas abgefüllt, diese wurden zugeschmolzen zur Wägung gebracht, unter W. zerschlagen, die Lsg. durch einen gewogenen Pt-NEUBAUER-Tiegel abgegossen u. das Scherbengewicht festgestellt. Im Filtrat wurde das Cl-Ion nephelometr. mit Ag gemessen, wobei die Verhältnisse $\text{BeCl}_2 : 2\text{Ag} : 2\text{AgCl}$ ermittelt wurden. Aus 11 Bestimmungen des Verhältnisses $\text{BeCl}_2 : 2\text{Ag}$ ergab sich ein Mittelwert von $9,013 + 0,0007$ u. aus 10 Messungen des Verhältnisses $\text{BeCl}_2 : 2\text{AgCl}$ ein Mittel von $9,013 \pm 0,0012$. Demnach kann nach vorliegenden Messungen als derzeit wahrscheinlichster Wert für das Atomgewicht von Be $9,013$ angesehen werden, der mit dem massenspektroskop. Wert von $9,0126$ ident. ist. (Naturwiss. 31. 592. 18/12. 1943. München, Univ., Chem. Labor.)
 KLEVER

R. Colin Haworth und Frederick G. Mann, Bemerkung zur Koordinationszahl des zweiwertigen Bleis. Durch Vermischen von Lsgg. aus $3\text{g Pb}(\text{NO}_3)_2$ in $10\text{ ccm u. von }4,5\text{ g Thioharnstoff}$ in $15\text{ ccm heißem W. u. Kühlen}$ wird die Verb. $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{ CS}(\text{NH}_2)_2$ in Nadeln erhalten, die in W. rekryst. werden können. F. 160° unter Zersetzung. Die Verb. kann entweder als Komplexverb. der Konstitutionsformel $[\text{Pb}(\text{CS}(\text{NH}_2)_2)_6](\text{NO}_3)_2$ oder als eine molekulare Additionsverb. aufgefaßt werden. Eine Entscheidung zwischen diesen beiden Bindungsarten ist nur auf Grund von Röntgenanalysen möglich, die aber nicht durchgeführt wurden. (J. chem. Soc. [London] 1943. 661. Dez. Cambridge, Univ., Chem. Labor.)
 ERNA HOFFMANN

Robert Livingston, Die Geschwindigkeit des Zerfalls von Wasserstoffperoxyd in konzentrierten Lösungen. Die Zerfallsgeschwindigkeit von konz. H_2O_2 wird in Gefäßen aus verschied. Material bei 25 u. $35,7^\circ$ gemessen; der Einfl. von 2% H_2SO_4 u. von Sn in Form von Metazinsäure wird dabei untersucht. Wenn die Lsgg. durch Tieftemp.-Dest. „staubfrei“ gemacht oder mit H_2SO_4 oder Metazinsäure als Inhibitoren versetzt sind, ergibt sich für 83% ig. H_2O_2 in geschüttelten kleinen Pyrexglasgefäßen (1 ccm) eine sehr niedrige Zerfallsgeschwindigkeit von $3 \cdot 10^{-7}\text{ Mol} \cdot \text{l}^{-1} \cdot \text{sec}^{-1}$ bei 25° u. eine Aktivierungsenergie von $16\ 000\text{ cal}$. In allen anderen Gefäßen ist die Geschwindigkeit größer, u. zwar bei einem Überzug mit Glyptalharz 2—3mal größer, in Sn-Gefäßen wird sie erst nach mehrmaligen Verss. konstant u. ist dann etwa 6mal größer, während Bakelit- u. Tetrakosanüberzüge unter Ablsg. von der Wand offenbar oxydativ angegriffen werden u. daher hohe Zerfallsgeschwindigkeiten ergeben. Die Verss. zeigen,

daß konz. H_2O_2 nach mindestens 2 unabhängigen Prozessen zerfällt. Der eine mit relativ niedriger Zerfallsgeschwindigkeit u. einer Aktivierungsenergie von etwa 16 000 cal wird weder durch die verwendeten Inhibitoren noch durch sorgfältige Reinigung des H_2O_2 gehemmt, während in nicht so sorgfältig gereinigten Lsgg. ein rascherer Prozeß mit einer Aktivierungsenergie von etwa 20 000 cal vorherrscht, der durch „Entfernung von Staub“ u. durch Inhibitoren gehemmt werden kann. Bei Sn tritt möglicherweise noch ein weiterer Prozeß mit etwas kleinerer Aktivierungsenergie (15 000 cal) in Erscheinung. Die Ergebnisse werden mit der Zerfallsgeschwindigkeit in verd. Lsgg. verglichen, die absol. von gleicher Größenordnung u. damit prozentual größer ist. (J. phys. Chem. 47. 260—64. März 1943. Minneapolis, Minn., Univ., Inst. of Technol. School of Chem.)

REITZ

W. T. David, *Der Auerglühstrumpf*. Die im Vgl. zur mittleren kinet. Energie der Gase zu hohe Temp. des von den Flammgasen umspülten Auerstrumpfs (oder eines dünnen Pt-Drahtes) wird auf eine anomale Dissoziation der Flammgase u. die günstige katalyt. Wrkg. der Cer-Thoroxymischung bei der Kombination von O-u. H-Atomen zurückgeführt. (Nature [London] 152. 477. 23/10. 1943. Leeds.) HENTSCHEL

Carl Wagner, *Über das Zusammenwirken von Strömung, Diffusion und chemischer Reaktion bei der heterogenen Katalyse*. Die Ansätze von DAMKÖHLER (C. 1938. I. 2766; II. 3844), THIELE (C. 1939. II. 3369) u. ZELDOWITSCH (C. 1940. I. 1139) zur Berechnung der Konzentrationsunterschiede im stationären Zustand zwischen dem Innern von kompaktdispersen Katalysatorkörnern u. strömendem Gas werden so umgeformt, daß eine Berechnung aus experimentell zugänglichen Daten möglich ist. Für den Konzentrationsverarmungsquotienten in Abhängigkeit vom Katalysatorkoeff. α , dem Radius der Kontaktkörner u. dem von ihnen ausgefüllten Vol.-Anteil sowie dem effektiven Diffusionskoeff. D_{eff} im katalysierenden Syst. werden neben der exakten Formel Näherungsformeln u. eine bequeme graph. Darst. gegeben. Die Meßgröße α ist dabei in Analogie zu homogenen Rkk. durch $(1/t_L) \ln(c_0/c_L)$ definiert (t_L = Verweilzeit des strömenden Gases im leer gedachten Raum der Katalysatorstrecke L ; c_0/c_L = Umsatzquotient). Die Best. von D_{eff} ist zwar auch bei überlagerter Rk. grundsätzlich möglich. Im allg. wird man jedoch Diffusionsverss. mit chem. u. physikal. verwandten, nicht reagierenden Stoffen zu seiner ungefähren Abschätzung heranziehen, oder auch die Diffusion des reagierenden Substrats bei tieferen Temp., bei denen die Rk. noch nicht merklich ins Gewicht fällt, unter Extrapolation auf die Temp. der eigentlichen Katalysatorversuche. Sofern lediglich die gewöhnliche Gasdiffusion innerhalb der Poren maßgebend ist (also keine Oberflächendiffusion oder KNUDSENSCHE Molekularströmung), kann D_{eff} auch als Prod. aus D im freien Gasraum u. der „effektiven Porosität“ geschrieben werden, welch letztere unabhängig von dem jeweiligen Gasgemisch allein durch den Feinbau des Porensystems bestimmt ist u. somit aus D_{eff} irgendeines Gasgemischs als allg. Kenngröße des vorliegenden Katalysatorkorns ermittelt werden kann. — Die Rechnung ergibt, daß unter Laboratoriumsbedingungen (Gasdurchsatz kleiner als 2 cm/sec bei einem Querschnitt von 1 qcm; geringer Korndurchmesser) im allg. keine wesentliche Konzentrationsverarmung im Innern der Körner auftreten kann. Bei der techn. Ammoniak-katalyse (hohe Gasgeschwindigkeit, größerer Korndurchmesser) ergibt sich ein erheblicher Effekt, sofern die Oberflächendiffusion im Katalysatorkorn unwesentlich ist (Konzentrationsverarmung in den Poren abgeschätzt zu 70%). Bei hinreichender Oberflächendiffusion, die allerdings als Wanderung von N-Atomen u. NH - u. NH_2 -Radikalen möglich erscheint, wäre auch bei der techn. NH_3 -Synth. mit verhältnismäßig großen Körnern von etwa 1 cm Durchmesser nicht mit wesentlichen Konzentrationsunterschieden zwischen dem Innern der Katalysatorkörner u. dem strömenden Gas zu rechnen. (Z. physik. Chem. 193. 1—15. Okt. 1943. Darmstadt, Techn. Hochsch., Eduard Zintl-Inst. f. anorgan. u. physikal. Chem.)

REITZ

Gerhard Damköhler, *Übertemperatur in Kontaktkörnern*. Die höchstmögliche Gerüstübertemp. δ_{max} , die sich in der Mitte eines stationär arbeitenden kontaktkornes einstellt, erweist sich bei der hier durchgeführten rechner. Betrachtung unabhängig von der chem. Reaktionsgeschwindigkeit U u. dem Kornradius R u. wird allein bestimmt durch die Wärmetönung Q , den inneren Diffusionskoeff. D_1 (vgl. WICKE u. KALLENBACH, C. 1942. I. 1609), die innere Wärmeleitfähigkeit λ_1 u. die Außenkonz. c_0 der Ausgangskomponenten. Das Innere eines Kontaktkornes verhält sich somit hinsichtlich δ_{max} anders als das Innere eines Kontaktofens, in dem chem. Reaktionsgeschwindigkeit u. Ofenabmessungen sehr wohl von Bedeutung sind. Die Forderung, auch noch die innersten Kontaktkornteile für den chem. Umsatz auszunützen, ist gleichbedeutend mit der Forderung, im Kontaktkorn möglichst isotherm zu arbeiten, u. um-

gekehrt, da unter Bedingungen, die zu hohe Übertemp. ergeben, keine Ausgangssubstanz mehr in das Korninnere gelangt. Die gefundenen Ausdrücke können dazu dienen, aus der gemessenen Übertemp. δ_{Max} u. dem experimentell bestimmten D_1 das λ_1 des Kontaktkornes zu bestimmen, oder umgekehrt bei bekanntem D_1 u. λ_1 aus Q u. δ_{Max} . Die letztere Fragestellung bekommt in dem Augenblick Bedeutung, wenn für λ_1 experimentelle Unterlagen vorhanden sind. Für die Systeme $\text{SO}_2 + \frac{1}{2} \text{O}_2 = \text{SO}_3$; $\text{N}_2 + 3 \text{H}_2 = 2 \text{NH}_3$ bei 200 u. 1000 at; $\text{CO} + 2 \text{H}_2 = \text{CH}_3\text{OH}$ u. $4 \text{CO} + 9 \text{H}_2 = \text{C}_4\text{H}_{10} + 4 \text{H}_2\text{O}$ werden die höchstmöglichen Kontaktkornüberhitzungen, soweit sie die wärmeleitmäßig erfassbaren mittleren Gerüstteile betreffen, unter Verwendung von Wärmeleitfähigkeiten fester Stoffe, die in ihrem Aufbau den Katalysatoren ähnlich sind, abgeschätzt u. in sämtlichen Fällen nur 0,2—3,0° C gefunden. Das Kontaktkorngerüst erleidet also prakt. keine Überhitzungen. Es müssen schon außergewöhnliche Verhältnisse vorliegen (z. B. bes. starke Oberflächendiffusion, sehr großes Porenvol. u. damit geringes λ_1 , kein H_2 , möglichst 100%iger Umsatz, bes. hohes Q usw.), wenn Übertemp. von 10° oder mehr auftreten sollen. Wohl aber können Überhitzungen an den akt. Zentren selbst auftreten, wenn nämlich die an ihnen frei gewordene Wärme zu langsam an das Gerüst übertragen wird. Zur näheren Verfolgung dieses Problems müßten in stärkerem Maße atomist. Vorstellungen, z. B. über die Wärmeleitung in einer Atomkette, herangezogen werden. (Z. physik. Chem. 193. 16—28. Okt. 1943. Braunschweig, Luftfahrtforschungs-Anstalt Hermann Göring, Inst. f. Motorforsch.) REITZ

Hans Bömmel, *Zur Ultraschallgeschwindigkeitsmessung in Gasen*. V₁ verwendet den DEBYE-SEARSschen Effekt, wonach Ultraschallwellen auf senkrecht zu ihrer Fortpflanzungsrichtung hindurchgehendes Licht wie ein Beugungsgitter wirken, zur Messung der Ultraschallgeschwindigkeit von Gasen. Der zur Erzeugung der Ultraschallwellen dienende Piezoquarz wurde gleichzeitig in 2 Frequenzen erregt, so daß die Beugungsbilder beider Frequenzen gleichzeitig erhalten u. das Vorliegen einer Schalldispersion unmittelbar, unabhängig von eventuellen Fehlern der Temp.-Messung, bestimmt werden konnten. Die Grundfrequenz betrug 951 kHz, der Quarz wurde außerdem in der 3. u. 5. Oberschwingung erregt. Die Genauigkeit des Verhältnisses der Ultraschallgeschwindigkeiten betrug 1 bzw. 1,5—2‰. In CO_2 , O_2 , N_2 , Ar u. *Luft* konnte bei gewöhnlichem Druck keine Dispersion beobachtet werden. Wurde aber das Dispersionsgebiet von CO_2 durch Druckerhöhung u. Fremdgaszusatz (nähere Angaben fehlen hier) nach 951—2853 kHz verschoben, so ergab sich eine Schallgeschwindigkeitsänderung von etwa 2% bei einer Meßgenauigkeit von 2‰. (Helv. physica Acta 16. 423—25. 2/10. 1943. Zürich.) FUCHS

A. van Itterbeek und W. Vandoninck, *Ausbreitungsgeschwindigkeit von Schall in der Luft und in Stickstoff-Wasserstoffmischungen bei tiefen Temperaturen. Berechnung der spezifischen Wärmen*. Durch Messung der Ultraschallgeschwindigkeit W (524 kHz) von *Luft* (I) zwischen 79 u. 90° absol. bei verschied. Drucken (0,085—0,94 at) bestimmten V₁ den 2. Virialkoeff. B u. die spezif. Wärmen C_p u. C_v von I. Ergebnisse: $B \cdot 10^3 = -8,04$ bei 90° u. 9,76 bei 80° absolut. Für C_p bzw. C_v wurde bei 90° absol. für die in (I) genannten Drucke gefunden: 7,12 bzw. 4,99 (0,9 at), 7,06 bzw. 4,98 (0,6), 7,00 bzw. 4,97 (0,3), 6,94 bzw. 4,96 (0), entsprechend bei 80°: 7,07 bzw. 5,05 (0,325), 7,06 bzw. 5,04 (0,2), 6,92 bzw. 4,96 (0). Ferner wurde W von N_2 - H_2 -Mischungen bei 90° absol. bei verschied. Drucken (0,088—0,75 at) u. verschied. Mischungsverhältnissen (0—100%) gemessen. Die Abhängigkeit von W vom Druck läßt sich darstellen in der Form $W = W_0(1 + sp)$, wobei sich s mit der Konz. x ändert gemäß $s = (1-x)^{1/2} \cdot s_{\text{N}_2}$. (Ann. Physique [11.] 19. 88—104. Jan./März 1944. Louvain [Belgien], Centre d'Etude scientifique et technique du Froid.) FUCHS

A₁. Aufbau der Materie.

W. E. Matthews, *Kausalität und moderne Physik*. (School Sci. Rev. 25. 305—11. Juni 1944. Shrewsbury School.) ERBE

J. M. A. Lenihan, *Das Elektron. — Jüngste Fortschritte*. Übersicht über die neuesten Bestimmungsmethoden der Elementarladung des Elektrons, die zu dem Mittelwert $e = 4,8025$ führen. Erwähnung der Wellennatur des Elektrons nach der DE BROGLIE-Mechanik. (Electron. Engng. 14. 764—66. Mai 1942.) K. SCHAEFFER

L. Capdecemme, *Optische Eigenschaften von Kristallen der Metalle: Wismut, Antimon, Zink, Magnesium, Zinn*. (Vgl. C. 1944. I. 1364.) V₁ untersucht im Polarisationsmikroskop gut ausgebildete Kristallflächen der genannten Metalle, welche teils durch Wachstum aus der Schmelze, teils durch anod. Ätzung erzeugt werden. Es werden opt. Vorzeichen, Anisotropie des Reflexionsvermögens, sowie die Wellenlängenabhängigkeit der Anisotropie ermittelt. (Bull. Soc. franç. Minéral. 64. 160—70. 1941.) BRAUER

L. Capdecombe, *Optische Eigenschaften von opaken, optisch anisotropen Mineralien.* (Vgl. vorst. Ref.) An den Mineralien *Chalkopyrit, Hämatit, Ilmenit, Pyrrhotin, Molybdänglanz, Manganit, Bournonit, Markasit, Arsenkies, Danait, Antimonglanz* u. *Wolframit* werden opt. Vorzeichen, sowie Größe, kristallograph. Orientierung u. Wellenlängenabhängigkeit der Reflexionsanisotropie bestimmt. (Bull. Soc. franç. Minéral. 64. 171—84. 1941.)

BRAUER

Walter Wunderlich, *Zur Reflexion von Röntgenstrahlen an Kristallen.* Eine richtige Auswertung der Diagrammkurven der von SEEMANN im Jahre 1930 veröffentlichten Röntgendiagramme in geometr. Hinsicht ist von MAIER versucht (1941) worden. Da der Sachverhalt selbst nach einer Entgegnung von SEEMANN (1942) noch nicht als geklärt angesehen werden muß, unternimmt Vf. eine Auswertung der Diagrammkurven im hyperbol. Fall. Vf. untersucht die bei der Reflexion eines monochromat. Röntgenstrahlenbündels an der ebenen Oberfläche eines Einkrystals entstehende Regelfläche u. ihre wichtigsten ebenen Schnitte, die als Diagrammkurven auftreten können. Danach dürfte die Geometrie der Regelfläche u. ihrer ebenen Schnitte hinreichend u. endgültig geklärt sein. (Z. Physik 122. 86—97. 1944. Kiel.)

NITKA

Fritz Regler, *Röntgenröhren mit legierten Anoden in der zerstörungsfreien Feingefügeuntersuchung.* An Stelle des zerstörungsfrei arbeitenden DEBYE-SCHERRER-Verf. sind schon länger zerstörungsfrei arbeitende Rückstrahlverf. in Gebrauch (vgl. WEVER u. ROSE, C. 1935. II. 2277). Vf. hat dieses Verf. durch Einführung der fokussierenden Kegolkamera (vgl. REGLER, C. 1942. II. 2081) u. neuordn. der Ringfilmkamera verfeinert. Mit der Ringfilmkamera können mehrere empfindliche Länien mit großen Glanzwinkeln scharf aufgezeichnet werden. Hieraus lassen sich dann entweder Gitterkonstanten messen oder Abweichungen vom idealen Kristallsyst. infolge von Spannungen usw. nachweisen. Voraussetzung ist jedoch das Auftreten einer genügenden Zahl Interferenzlinien in dem geeigneten Winkelbereich. Bes. bei Fe ist diese Bedingung häufig nicht erfüllt, da prakt. nur Aufnahmen mit Anoden aus Cr, Fe u. Co in Frage kommen u. hintereinander erfolgte Aufnahmen mit verschied. Anoden meist nicht unter genau gleichen Bedingungen erfolgen können. Vf. verwendet daher mit Erfolg legierte Anoden, z. B. 50% Fe u. 50% Co für Eisenunterss. oder 50% Ni u. 50% Cu für Aufnahmen an Au. Wenn sich aus den betreffenden Metallen keine Legierungen bilden lassen, können auch Mosaikanoden oder Drehanoden verwendet werden. Die wiedergegebenen Aufnahmen zeigen die erzielte Anreicherung an geeigneten Linien. (Anz. Maschinenwes. 66. Suppl. 5—8. 12. Febr. 1944.)

K. SCHAEFER

Lars Gunnar Sillén und Karin Lundborg, *La₂MoO₆, ein Lanthanoxymolybdat mit Schichtenstruktur.* Durch Schmelzen von aus siedenden Lsgg. von NH-Molybdat u. La-Nitrat gefälltem La-Molybdat mit NaCl, NaBr oder KNO₃ wurden Krystallplatten erhalten, die in allen Fällen Pulveraufnahmen mit gleichen Gitterdimensionen ergaben, demnach nur La, Mo u. O u. kein Alkali enthalten. Die chem. Analyse ergab 68,8% La₂O₃ (ber. für La₂MoO₆ 69,3%) u. 28,9% MoO₃ (ber. 28,9%). Aus Dreh- u. WEISSENBURG-Aufnahmen um eine Achse in der Plattenebene ergab sich, daß die Grundzelle raumzentriert tetragonal ist. Die aus den Pulveraufnahmen ermittelten Kantenlängen sind: a = 4,089 Å; c = 15,99 Å; V = 267,4 Å³. Die D. wurde zu 5,52 gemessen, was einem Zellen-Mol.-Gew. von 896 entspricht. Da angenommen werden muß, daß La³⁺, Mo⁶⁺ u. O²⁻ verschied. Punktlagen im Gitter besetzen, ist kein anderer rationaler Zelleninhalt als 2 La₂MoO₆ = 2 (La₂O₃ · MoO₃) mit den Befunden erträglich. Die Diskussion der Kristallstruktur ergab das Vorliegen der Raumgruppe D_{2d}¹¹. Das Gitter besteht aus La₂O₂- u. MoO₄-Schichten. Eine La₂O₂-Schicht hat in ihrer Mitte ein ebenes quadrat. Sauerstoffnetz, in dessen Lücken die La-Ionen abwechselnd auf der einen oder anderen Seite sitzen. Es ist dies dieselbe Anordnung („tetragonale Me₂O₂-Schicht“), wie sie in einer Reihe von Oxyhalogeniden (C. 1943. I. 249) gefunden wurde, nur daß die Halogenatome durch MoO₄-Gruppen ersetzt sind, wodurch die Symmetrie etwas herabgesetzt wird. Für das Entstehen von tetragonalen Me₂O₂-Schichten scheint es nicht notwendig zu sein, daß die Bindung Metall-Sauerstoff überwiegend kovalent (Atombindung) ist. (Z. anorg. allg. Chem. 252. 2—8. 16/8. 1943. Stockholm, Univ., Inst. für allg. u. anorgan. Chemie.)

KLEVER

H. Nowotny und K. Schubert, *Die Kristallstrukturen im System Mangan(Eisen)-Zinn.* Die röntgenograph. Unters. der Systeme Mn-Sn u. Fe-Sn ergab folgende Verbb.: 1. *Mn₁₁Sn₂* mit hexagonal dichtester Packung mit einer Überstruktur nach 2a (LAVES); a' = 2a = 5,65₀; c = 4,50₈ Å; c/a = 1,59₅. 2. *Mn₂Sn* (Mn_{2,06-1,77} Sn) kryst. im aufgefüllten NiAs-Typ; a = 4,39₂-4,37₀; c = 5,45₇-5,475 Å; c/a = 1,242-1,250. 3. *MnSn₂* u. 4. *FeSn₂* sind mit dem C-16-Typ isomorph. Die gleiche Struktur weist auch das von NIAL (C. 1938. II. 1907) bestimmte Gitter von CoSn₂ auf. Bei dem besonderen Achsenverhältnis

c/a sowie infolge des Parameters $x=1/6$ bilden die Sn-Atome parallel zu den (110)-Ebenen hexagonale Netze, die sich gegenseitig durchdringen. Die Paarbildung, wie es beim CuAl_2 der Fall ist, fehlt hier. Die Gitterkonstanten sind bei MnSn_2 $a=6,647$, $c=5,43$, $c/a=0,817$; bei FeSn_2 $a=6,53_0$, $c=5,32_0$ A, $c/a=0,816$. (Naturwiss. 31. 592. 18/12. 1943. Stuttgart, Kaiser-Wilhelm-Inst. für Metallforsch.) KLEVER

E. Raub und D. Krause, *Der Aufbau galvanischer Legierungsniederschläge. 2. Die Kupfer-Zink-Legierungen.* (1. vgl. C. 1943. I. 2382.) Es werden galvan. erzeugte Cu-Zn-Legierungen aus allen Konzentrationsbereichen des Syst. röntgenograph., mkr., durch Leitfähigkeitsmessungen u. Härtebestimmungen untersucht. — Die Änderung des Cu-Geh. der Ndd. mit der kathod. Stromdichte bei 20 u. 30° wird an Bädern verschied. Zus. bestimmt. Danach besteht prakt. unabhängig von der Temp. ein scharfes kurzes Minimum der Cu-Abscheidung im Gebiet von etwa 0,3—0,8 Amp./qdm. In den Kathodenpotential/Stromdichtekurven zeigt sich im gleichen Bereich ein Grenzstromgebiet, dessen obere Grenze durch die Wasserstoffüberspannung gegeben ist. Die Wasserstoffüberspannung ist an den galvan. Legierungen der δ - oder η -Phase gleich derjenigen an Zn, an den Cu-reicheren Legierungen geringer. — Die Feinstrukturunters. der galvan. Cu-Zn-Legierungen ergibt, daß in ihnen alle aus dem therm. Zustandsdiagramm bekannten Phasen, ausgenommen die Überstruktur des β -Messings, nachweisbar sind. Jedoch sind die Legierungen nach Ausweis der Röntgendiagramme sehr feinkörnig u. mit starken Gitterstörungen behaftet. Innerhalb der Schichten treten Schwankungen der Zus. auf. Ferner befinden sich die Abscheidungen phasenmäßig nicht in dem ihrer summar. Zus. entsprechenden Gleichgewicht. Phasengrenzen lassen sich daher nicht sicher festlegen. — Der Zn-Geh. der α -Phase überschreitet in keinem Falle die Sättigungskonz. nach dem therm. Diagramm. — Einige charakterist. Gefügemerkmale der galvan. Legierungen werden abgebildet u. beschrieben. — Widerstandsmessungen ergeben Werte, die um geringe Beträge unter den n. liegen. Die Gitterstörungen machen sich hier nicht bemerkbar. Die galvan. abgeschiedene α -Phase besitzt eine gegenüber rekryst. Legierungen beträchtlich gesteigerte Härte, wodurch der gewöhnliche Härteanstieg mit steigendem Zn-Geh. des Mischkristalls völlig überdeckt wird. Bei der β -, γ - u. δ -Phase ist ein Einfl. der Fehlordnung auf die Härte nicht erkennbar. (Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 50. 91—96. April/Mai 1944. Schwab. Gmünd, Forschungsinst. u. Probieramt für Edelmetalle.) BRAUER

A. Guinier und Jacquet, *Über die Aushärtung der Kupfer-Beryllium-Legierungen.* (Vgl. C. 1944. II. 472.) Die Ergebnisse mkr. u. röntgenograph. Unterss. von Cu-Legierungen mit 1,9 bzw. 2,3(%) Be, 0,2 Fe, 0,1 Si u. 0,2 Mg werden eingehend besprochen. Es zeigt sich, daß die besten mechan. Eigg. dann auftreten, wenn das Kristallgitter am stärksten gestört u. noch keine deutliche Kristallbildung eingetreten ist. Hierin besteht eine gewisse Ähnlichkeit mit den durch Reckung ausgehärteten Legierungen. Das Verh. ist zu Beginn dem von Cu-Al-Legierungen gleich. Die gegenseitige Verteilung des Al u. Cu sowie der Gitterabstand zwischen ihnen bleibt jedoch bei diesen Legierungen von vornherein bestimmt u. unveränderlich, während sich ein Einfl. der Außenkristalle auf den Kern bei den Cu-Be-Legierungen wesentlich stärker bemerkbar macht u. dieser eine große Dicke erreichen kann. Ferner gehen die Ausscheidungen bei den Cu-Al-Legierungen mit geringen Vol.-Änderungen vor sich u. sind deutlich gerichtet, wobei ein WIDMANSTÄTTENSCHES Gefüge ohne Bevorzugung einer Achse entsteht, das nach der Rückaufgl. in den ursprünglichen Zustand zurückkehrt, während die Ausscheidung bei Cu-Be-Legierungen beträchtliche Vol.-Änderungen u. daher auch Verformungen bewirkt u. sich ein ungleichmäßig gerichtetes feinkörniges Gefüge bildet, das nach der Rückaufgl. infolge erfolgter Verformung zu Rekristallisation Anlaß gibt. In abgeschrecktem Zustand haben die in den α -Kristallen eingeschlossenen β -Kristalle der Cu-Be-Legierung ein der γ -Phase nahekommendes Gitter; sie sind in Wirklichkeit γ -Kristalle mit einem Cu-Überschuß, der sie unbeständig macht, wobei letzterer beim Anlassen niedergeschlagen wird u. sich reine γ -Kristalle ausscheiden. Bei $>580^\circ$ findet eine erneute Cu-Aufgl. in den γ -Kristallen unter Rückbildung der β -Phase statt. (Rev. Métallurg. 41. 1—16. Jan. 1944. Staatl. Kunst- u. Gewerbehochschule, Forsch.-Labor. u. Ges. „Le Matériel Téléphonique“, Labor.) POHL

Josef Ruf, *Die Berechnung der Schwere- und Temperaturseigerung bei flüssigen Zweistofflegierungen.* Für das gesamte Gebiet des fl. Zustandes wurden die Schwere- u. die Temp.-Seigerung berechnet. Im rein fl. Zustandsgebiet ist die Schwere-seigerung im Normalfall sehr klein u. prakt. vernachlässigbar. Merkliche Zunahme der Seigerung tritt erst in unmittelbarer Nähe der Grenzkurve der krit. Temp. ein. — Entscheidend für die Größe der Seigerung ist die Bildungswärme des Zweistoffsystems. Bei positiver Bildungswärme besteht stets eine Entmischungslinie, unterhalb derer die beiden

Bestandteile vollständig getrennt sind. Oberhalb der Entmischungslinie folgt zunächst ein Gebiet stärkerer Seigerung. Nach den gegebenen Zahlenbeispielen erstreckt sich dasselbe bei der Schwereseigerung auf den Temp.-Bereich von 10—20°. Bei der Temp.-Seigerung umfaßt dieses Gebiet 100—400° oberhalb der Entmischungslinie. Bei einem Temp.-Gradienten von 100° hat die Temp.-Seigerung Werte der Größenordnung von 1 At.-%. Die Schwereseigerung hingegen liefert bei einer Schichthöhe von 1 m nur einen Konzentrationsunterschied von etwa $\frac{1}{1000}$ At.-%. Bei unsymmetr. Verlauf der Bildungswärme kann allerdings auch bei negativer Bildungswärme unter Umständen eine stärkere Seigerung auftreten. (Z. Metallkunde 36. 25—37. Febr. 1944.) SCHAAL

M. L. Samuels, A. B. Elsea und K. Grube, *Inverse Segregation. Arbeiten über Metalle mit großem Erstarrungsbereich. Vorschlag einer neuen Methode der Herstellung gewisser Metalle.* Vff. diskutieren die Erstarrungserscheinungen einer Schmelze aus gleichen Teilen Kupfer u. Eisen. Hierbei scheidet sich in der Randzone eine Legierung mit 92% Cu ab. Der Kern besteht aus einer Grundmasse der gleichen Zus., in die Dentrüte einer eisenreichen Phase eingebettet sind. Die Cu-reiche Phase läßt sich aus dem Kerngemisch durch Behandlung mit geschmolzenem Silber durch Ag verdrängen, so daß ein Metall der Zus. 45(%) Fe, 2,7 Cu u. 51 Ag entsteht. In ähnlicher Weise können aus Cu-Fe-Metall durch interdentrit. Fluß folgende Legierungstypen hergestellt werden: Fe-Ni-Ag (20,6—18,3—59,6+1,5 Cu), Fe-Pb u. Fe-Mg. In Cu-Bi-Metall stellt die Cu-reiche Legierung die dentrit. Phase dar. Das Bi kann hier durch Blei verdrängt werden, wobei der Bi-Geh. von ca. 50 auf ca. 0,03 zurückgeht. Durch Verdrängung des Bi durch Zinn entsteht ein Metall mit ganz anderen Eiggg. als Cu-Sn-Legierungen gleicher Zus., die auf normalem Wege (Schmelze) erhalten wurden. Die Eiggg. von durch interdentrit. Fluß erzeugten Metallen u. die wissenschaftlichen Grundlagen des interdentrit. Flusses werden besprochen. (Metal Ind. [London] 62. 311—13. 328—30. 21/5. 1943.)

G. GÜNTHER

A₂. Elektrizität. Magnetismus. Elektrochemie.

T. F. Wall, *Die Dipoltheorie und die charakteristischen Eigenschaften von organischen Isolatoren.* Kurze Beschreibung der DEBYESchen Dipoltheorie (Dipolmoment, Dispersion, Absorption) u. Zusammenstellung der wichtigsten mathemat. Formeln. (Engineering 156. 81—83. 30/7. 1943.)

FUCHS

B. Frischmuth, *Das Kriechstromproblem bei Kunststoffen.* Es sind zwei Arten von Kriechstrombildung zu unterscheiden: 1. Therm. Oberflächenwirkung infolge eines elektr. Überschlages u. 2. reine Wrkg. einer Potentialdifferenz auf der Oberfläche oder auch im Inneren eines Isolierstoffes. — Vf. berichtet über die bisher in der Literatur gemachten Angaben über die Erscheinungsformen des Kriechvorganges u. die Verss. zu deren physikal. u. chem. Deutung. Ferner diskutiert Vf. die vorgeschlagenen Prüfmethoden, die auf dem Wege der Nachbildung des Kriechvorganges laboratoriumsmäßig Angaben über die Kriechfestigkeit von Isolierstoffen ermöglichen sollen. Da die prim. Ursachen der Kriechstrombildung weder physikal. noch chem. erschöpfend gedeutet sind, kann jedoch eine einwandfreie Meth. zur Prüfung nicht angegeben werden. (Schweiz. Arch. angew. Wiss. Techn. 10. 156—60. Mai 1944.)

REUSSE

Francis G. W. Tree, *Der elektrische Durchschlag von Dielektrika.* Zusammenfassender Bericht über den elektr. Durchschlag von dielektr. Schichten als Folge lokaler Erwärmungen sowie steiler Spannungsanstiege, wobei auf das unterschiedliche Verhalten homogener u. der zusammengesetzten Schichten bes. hingewiesen wird. (Electr. 132. 562—63. 30/6. 1944.)

REUSSE

P. Herreng, *Ein neues Meßverfahren für die Elektronenbeweglichkeit in Gasen.* Das zu untersuchende Gas befindet sich in einem sehr gleichförmigen elektr. Feld u. wird durch starke Röntgenblitze von etwa 10^{-8} sec Dauer im Takt von rd. 100 Hz ionisiert. Dabei durchsetzen die Röntgenblitze die Kammer in Form eines sehr feinen Strahls parallel zu den Auffangplatten. Die dann meßbaren Ströme im Auffangkreis werden oszillographiert; die Länge der Stromstöße ist ein Maß für die Laufzeit der Elektronen. Die Unters. wird für Ar u. N₂ durchgeführt bei Feldstärken zwischen 2 u. 400 V/cm u. Gasdrücken zwischen 50 u. 760 mm Hg. In Übereinstimmung mit der Theorie ist die Elektronengeschwindigkeit eine eindeutige Funktion des Verhältnisses von Feldstärke zu Gasdruck. Diskussion u. Vgl. der Ergebnisse mit der Theorie u. älteren Messungen. (J. Physique Radium [8.] 5. 63—72. April 1944. Labor. de Physique de l'École Normale Supérieure.)

PIELOW

T. E. Allibone und J. M. Meek, *Die elektrische Funkenentladung in verschiedenen Gasen.* Vortrag. Übersicht über die Erscheinungen an Funkenstrecken in verschied. Gasen, unter Berücksichtigung des Einfl. verschied. Faktoren wie Ionisation, feste

Dielektrika in der Funkenstrecke, Stoßentladung, Gleich- bzw. Wechselstromentladung. (J. sci. Instruments 21. 21—27. Febr. 1944. Manchester, Metropolitan-Vickers Electrical Co. Ltd.)

K. SCHAEFER

R. Rompe, W. Thouret und W. Weizel, Zur Frage der Stabilisierung frei brennender Lichtbögen. Elektr. Bogenentladungen teilt man am besten in drei verschied. Typen ein: wandstabilisierte, elektrodenstabilisierte u. konvektionsbestimmte Entladungen. So kann ein in einem zylindr. Rohr brennender Lichtbogen ohne weiteres als wandstabilisierter Bogen angesprochen werden. Dem Verständnis von Entladungen bei höheren Drucken werden jedoch bei entsprechender Betrachtungsweise Schwierigkeiten entgegengesetzt, da hierbei der Wandeinfluß offensichtlich nicht vorhanden ist, wie z. B. bei den Hg-Höchstdrucklampen. Hier versagt die ELENBAASche Differentialgleichung, u. man muß andere Möglichkeiten der Stabilisierung suchen. Je nach Wahl der Betriebsparameter Druck, Leistung und Elektrodenabstand ergeben sich derartige Möglichkeiten 1. in der Konvektionsströmung, 2. in der Kontraktion der Entladung an den Elektroden, die durch den Übergangsmechanismus der Ladungsträger aus dem Plasma in die Elektroden bedingt ist, u. 3. in der geometr. Entladungsbegrenzung in axialer Richtung durch die Elektroden. Vff. entwickeln eine Theorie des Bogens endlicher Länge, wodurch das Verh. des Bogens der kugelförmigen Höchstdrucklampen verständlich wird. (Z. Physik 122. 1—22. 1944. Berlin, Studiengesellsch. f. elektr. Beleuchtung, u. Bonn, Univ., Inst. f. theoret. Physik.)

NITKA

K. H. Lauterjung und H. Neuert, Über einen Nachwirkungseffekt an Zählröhren. Vff. beobachteten bei Unterss. an Zählrohren bei Bestrahlung mit UV-Licht oder λ -Strahlen folgenden Nachwirkungseffekt bei höheren Stoßzahlen: Nach einer intensiven Bestrahlung von einigen Minuten war die Dunkelstoßzahl der Zähler auf ein Vielfaches des n. Wertes angestiegen. Im Verlauf der folgenden Minuten sank die Dunkelstoßzahl allmählich wieder auf den n. Wert ab. Der Effekt ist stark vom Kathodenmaterial abhängig; er ist am größten bei Schichten mit hoher photoelektr. Empfindlichkeit, z. B. Mg-Schichten. (Z. Physik 122. 266—68. 1944. Köln, Univ., Physikal. Inst.)

NITKA

A. von Arx und W. Bantle, Der inverse Piezoeffekt von KH_2PO_4 . Während früher (vgl. C. 1943. II. 1173) der Piezomodul d_{36} von KH_2PO_4 mit Hilfe des direkten Piezoeffektes gemessen wurde, verwenden Vff. hier den inversen Piezoeffekt. Die Messungen erstrecken sich von Zimmertemp. bis zur Temp. der fl. Luft. Von Zimmertemp. bis 124° absol. ändert sich die Verlängerung $\Delta l/l$ linear mit der elektr. Feldstärke. In der Nähe des CURIEpunktes (123°) treten Glieder höherer Ordnung auf. Unterhalb 123° erhielten Vff. eine Hysteresisschleife; die hierbei auftretenden sprunghaften Änderungen stimmen mit den bereichsweisen Umklappvorgängen im Kristall überein. Der oberhalb 123° erhaltene Temp.-Verlauf von d_{36} stimmt sehr gut mit dem l. c. gefundenen überein. (Helv. physica Acta 16. 416—18. 20/10. 1943. Zürich, E. T. H.)

FUCHS

Georges Déjardin, Photozellen aus Magnesium. Die Anode der Photozelle besteht aus einem Nickelring, der zunächst mit Mg-Stücken besetzt ist. Durch Hochfrequenz-erwärmung wird das Mg verdampft. Da die Verdampfung stufenweise erfolgt, so daß sich auf der Innenwandung der Zelle verschied. Schichten niederschlagen, binden die ersten Schichten bereits alle Gasreste, u. die Deckschicht ist weitgehend frei von Verunreinigungen. Auch mit Kathodenzerstäubung lassen sich stabile Zellen herstellen. Bei geeigneter Auslegung des Fensters gelingt die Züchtung von Photozellen mit einem Maximum der spektralen Empfindlichkeit bei 2500 Å. (J. Physique Radium [8.] 5. Suppl. 13. April 1944.)

PIEPLow

A. Sauter und F. Sauter, Die Erzeugung von möglichst homogenen Magnetfeldern durch Stromsysteme. Vff. greifen das Problem der Erzeugung homogener Magnetfelder durch ein System von Kreisströmen bzw. von Spulen unter Beschränkung auf rotationssymmetr. Systeme erneut auf, da offenbar noch keineswegs alle Möglichkeiten zur Erhöhung der Homogenität bisher in Betracht gezogen worden sind. Vff. zeigen theoret., daß sich durch geeignet gebaute Stromsysteme Magnetfelder erzeugen lassen, die das Feld bei der sog. HELMHOLTZ-Anordnung merklich an Homogenität übertreffen. Die Betrachtungen werden für rotationssymmetr. Systeme aus einzelnen Stromröhren wie auch aus ganzen Spulen durchgeführt. (Z. Physik 122. 120—36. 1944. München.)

NITKA

S. Schweizerhof, Über eine neue temperaturabhängige Magnetlegierung. Kritik einer Arbeit von ACKERMANN (C. 1943. II. 1394) hinsichtlich der angegebenen Spannungsverteilung in mehrschichtigen Blechen. Bezüglich der von ACKERMANN gefundenen, Permeabilitätszunahme mit der Temp. bei mehrschichtigen Blechen verweist Vf. auf

ein solches Beispiel in seiner älteren Arbeit (C. 1941. II. 1197). (Z. techn. Physik 24. 218—19. 1943. Stuttgart, Kaiser-Wilhelm-Inst. für Metallforschung.)

FAHLENBRACH

Fr. W. Ackermann, *Über eine neue temperaturabhängige Magnetlegierung*. Erwiderung auf die Kritik von SCHWEIZERHOF (vgl. vorst. Ref.) an der früheren Arbeit des Vf. (C. 1943. II. 1394). Es ist dem Vf. jetzt gelungen, einen nicht näher gekennzeichneten Werkstoff mit einem linearen Permeabilitätsanstieg mit der Temp. von 7,5%/Grad u. einer Anfangspermeabilität von 600 Gauß/Oersted zu entwickeln. (Z. techn. Physik 24. 219. 1943. Hanau a. M., Heräus Vacuumsmelze A. G.)

FAHLENBRACH

Maurice Bayen, *Untersuchung der Permeabilität einer Eisen-Nickellegierung unter mechanischen Spannungen*. (Vgl. C. 1944. I. 410.) Ein 5 mm starker, 2,5 m langer Draht einer 55%ig. Fe-Ni-Legierung wird magnet. unter dem Einfl. von Zugspannungen wachsender Größe (0—42 kg/qmm) untersucht. Neben dem bekannten Resultat der Aufriechung der Hystereseschleife (Verkleinerung der Koerzitivkraft, Vergrößerung der Remanenz) mit wachsender Zugspannung wird neu gefunden, daß im Grenzfall großer Spannungen immer noch eine merkbare Neigung der aufsteigenden Äste der Rechteckschleifen aus der Koerzitivkraft gegen die Induktionsachse bestehen bleibt, die auch nicht durch Entmagnetisierung zu erklären ist. Weiter wird an der Probe im Bereich kleiner Feldstärken bei Belastung mit stärkeren Zugspannungen eine deutliche magnet. Nachwrkg. gefunden, die ohne Zugspannung nicht vorhanden ist. Die Ergebnisse werden mit der NÉEL'schen Theorie des Ferromagnetismus zu erklären versucht. (J. Physique Radium [8.] 5. 57—62. April 1944.)

FAHLENBRACH

Ludwig Holleck, *Die Elektrochemie, ihre Stellung unter den Wissenschaften und ihre Probleme*. Vortrag. (Z. ges. Naturwiss. 10. 27—32. Jan./März 1944. Straßburg.)

KLEVER

C. E. Marshall und C. A. Krinbill, *Die elektrochemischen Eigenschaften von Mineralmembranen. V. Beidellit-Membranen und die Bestimmung des Natriums*. (IV. vgl. C. 1943. I. 2074.) Nachdem in früheren Unterss. die Brauchbarkeit der bei 490° getrockneten Membranen aus Montmorillonit zur potentiometr. Best. von K^+ u. NH_4^+ -Ionen festgestellt worden war, wurde ein weiterer Fortschritt durch Herst. von bei 350° getrockneten Montmorillonit-Membranen erzielt, die in feuchtem Zustand einen viel geringeren Widerstand besitzen u. gegen Na^+ -Ionen u. zweiwertige Ionen konzentrationsrichtig ansprechen, sowie bes. durch die Verwendung von Membranen aus Beidellit. Diese bei 600° getrockneten Membranen, deren Herst. u. Eigg. genauer beschrieben werden, wirken als allg. kationen-austauschende Membranen, u. es wird bes. ihr Verh. gegen Na^+ eingehend untersucht. Die mit Lsgg. unter 0,03 n erhaltenen Potentialwerte stimmen innerhalb eines Millivolts mit den nach der NERNST'schen Formel berechneten überein; Na-Chlorid, -Sulfat u. -Ferrocyanid geben fast theoret. Potentiale, nur bei Na-Citrat in höheren Konz. werden zu niedrige Werte erhalten, wahrscheinlich wegen Komplexbildung. In bestimmten Fällen läßt sich das Verh. der Mischungen von Kationen (K^+ + Na^+ bzw. H^+) voraussagen u. das Verhältnis der Ionenbeweglichkeiten in den Membranen experimentell bestimmen. Unter Benutzung der so erhaltenen Werte ergibt sich eine gute Übereinstimmung zwischen den berechneten u. gemessenen Potentialen für das Kationengemisch. (J. Amer. chem. Soc. 64. 1814—19. Aug. 1942. Columbia, Miss.)

HENTSCHEL

B. Anorganische Chemie.

Maurice Dodé, *Über einen Komplex der Schwefelsäure- und Salpetersäureanhydride, der unter Freiwerden von Salpetersäure dissoziiert*. Auf -10° abgekühlte 100%ig. HNO_3 addiert SO_3 unter Bldg. einer kryst. Verb. der Zus. $5 SO_3 \cdot 2 N_2O_5 \cdot 2 H_2O$, die beim Erhitzen trotz des starken SO_3 -Geh. unter Abgabe von HNO_3 dissoziiert. Die Verb. $5 SO_3 \cdot 2 N_2O_5 \cdot 2 H_2O$ bildet sich bereits, wenn 0,6 Mol. SO_3 je Mol. HNO_3 zur Einw. kommen. Es entsteht um so mehr von ihr, je größer der Anteil des SO_3 im Reaktionsgemisch ist. So dargestellt ist die Verb. schlecht kryst. u. trocknet nur schwer Besser ist, das Gemisch bis zum vollständigen Lösen auf etwa 80° zu erhitzen u. dann durch Abkühlen kryst. zu lassen. Kleine, durchscheinende, farblose Krystalle in Form flacher, millimeterlanger Scheibchen. Rauchen an Luft nur wenig, sehr hygroskop., riechen nach Salpetersäure. Restliche Mutterlauge kann von ihnen durch Abdücken auf einem Tonteller entfernt werden. Die Zus. variiert etwas, da immer HNO_3 dabei verloren geht. Die Geschwindigkeit der Abdissoziation des HNO_3 ist aber sehr gering u. scheint auch eine Grenze zu finden. Bei höherer Temp. erfolgt eine neue begrenzte HNO_3 -Abgabe. Bei etwa 90° beginnt die Substanz zu schmelzen, bei 120° ist die Zers. sehr

rasch. Die Zers. entspricht der Gleichung: $4(5\text{ SO}_3 \cdot 2\text{ N}_2\text{O}_5 \cdot 2\text{ H}_2\text{O}) \rightarrow 5(4\text{ SO}_3 \cdot \text{N}_2\text{O}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}) + 6\text{ HNO}_3$. Die Zers. ist reversibel. Doch erfolgt die HNO_3 -Aufnahme nur äußerst langsam. Neben der Hauptrk. der HNO_3 -Abgabe u. -Aufnahme laufen noch einige Nebenrk., so enthält z. B. die kondensierte HNO_3 , die sich bildet, noch N_2O_5 . Es kann sich auch O_2 infolge teilweiser Zers. des N_2O_5 entwickeln; F. von $5\text{ SO}_3 \cdot 2\text{ N}_2\text{O}_5 \cdot 2\text{ H}_2\text{O}$ durch Extrapolation $> 130^\circ$. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 217. 153—55. 2-30/8. 1943.)

ERNA HOFFMANN

Ralph Elliott Ripper und **Victor K. la Mer**, *Flüchtige Borate hochwasserstoffhaltiger Alkohole und die Aktivierung der Borsäure*. Nach einer Zusammenstellung der über die Aktivierung der Borsäure entwickelten Theorien, bringen Vff. neue Verss. zur Darst. von Estern der Borsäure mit Glykol, Glycerin, Mannit sowie Substitutionsprodd. dieser Alkohole. Zur Unters. verwendet werden Na-, Cl- u. SO_4 -freie Borsäure (99,9% ig), Cl- u. SO_4 -freies, wasserhelles Glycerin (97,66% ig), Cl- u. SO_4 -freier Mannit, Propylen- u. Äthylenglykol, 1,3-Butylenglykol, Monomethyläther des Äthylenglykols, Trimethylenglykol (Kp. 113—121° bei 20 mm Hg), 2,3-Butylenglykol (F. 21—23°), Isobutylenglykol (Kp. 175—177,5° bei 760 mm), Glycerin- α -monochlorhydrin (Kp. 115—120° bei 15 mm, 84—86° bei < 1 mm Hg), Glycerin- α -monoacetat (Kp. 157—159° bei 15 mm). Außer den Borverb. werden im Verlauf der Unters. synthetisiert 1,3-Butylenglykol (Kp. 66—69° bei Hg < 1 mm), Glycerin- α -chlorhydrin (Kp. 105—107° bei 6 mm Hg), Glycerin- α -monomethyläther (Kp. 68—73° bei Hg < 1 mm), Glycerin- α -mono-*n*-butyläther (Kp. 93—98° bei Hg < 1 mm). — 1. *Verb. mit Propylenglykol*: 0,20 Mol Propylenglykol werden mit 0,20 Mol Borsäure vermischt, bis zur Klärung erhitzt u. bei 10 mm Hg destilliert. Bei 30—140° geht ein Gemisch von vorwiegend W. u. wenig Glykol, bei 135 bis 137° eine inhomogene Fl., bei 136,5—139,5° (9 mm Hg) eine viscosa farblose Fl. mit 10,77% B über. Rückstand glasig. Redest. vom 2. u. 3. Destillationsprod. bei 155—158° (16 mm Hg) ergibt 75% eines Prod. mit 10,65% B. Ähnliche Destillationsprodd. entstehen, wenn das Mischungsverhältnis Propylenglykol:Borsäure (Molverhältnis) 1,0:1,1 u. 1,00:1,05 beträgt oder wenn ein Molgemisch 1:1 im Ofen bei 105° für 24 Stdn. erhitzt u. dann 2 Mal dest. wird. — 2. *Mit Äthylenglykol*: 2 Mol Borsäure mit 2 Mol Äthylenglykol 20—23 Stdn. bei 100° erhitzen u. schließlich bei 15 mm Hg destillieren. Das klare glasige Destillationsprod. enthält 12,28% B u. besteht aus $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}_3\text{B}$. — 3. *Andere Glykole*: Gemische von Borsäure u. Trimethylenglykol, 2,3-Butylenglykol, 1,3-Butylenglykol oder Isobutylenglykol im Molverhältnis 1:1, an der Vakuumpumpe oder bei Drucken von weniger als 1 mm Hg entwässert u. dann destilliert, ergeben als Prod. die entsprechenden Borate mit 10,72, 9,53, 9,46 oder 9,66% B. — 4. *Mit Glycerin oder Diäthylenglykol*: Bei keinem Ansatz im Molverhältnis 2:1 u. 1:1 entsteht ein flüchtiges Borat. — 5. *Mit dem Monomethyläther des Glycerins*: α -Monomethyläther des Glycerins u. Borsäure im Molverhältnis 1:2, 1:1 u. 2:1 während 2 Stdn. unter vermindertem Druck erhitzt u. bei < 1 mm Hg dest., ergibt nur beim Molverhältnis 1:1 u. 2:1 als flüchtiges Borat die Verb. $\text{C}_4\text{H}_9\text{O}_4\text{B}$. — 6. *Mit α -Glycerinchlorhydrin*: Molverhältnis 1:1, nach Dehydratation bei 160—165° u. Hg < 1 mm dest., gibt ohne Zers. ein oder mehrere flüchtige Borate. — 7. *Mit Glycerin- α -mono-*n*-butyläther*. Unter den gleichen Bedingungen wie mit Glycerinmethyläther bildet sich ein flüchtiges Borat der Zus. $\text{C}_7\text{H}_{15}\text{O}_4\text{B}$. — 8. *Mit Glycerin- α -monoacetat*. Im Molverhältnis 1:1 entsteht kein flüchtiges Borat. Reaktionsprod. ist Triacetin. — 9. *Propylenglykol und Metaborsäure*: Molverhältnis 1,05:1,2 Stdn. bei 120—150° u. 35 mm Hg erhitzt. Als flüchtiges Borat dest. bei 112—118° u. Hg < 1 mm die Verb. $\text{C}_3\text{H}_7\text{O}_3\text{B}$. — 10. *Propylenglykolborat und Metaborsäure*: Es erfolgt keine zusätzliche Bindung der Borsäure. — 11. *Propylenglykolborat und Propylenglykol*: Als Reaktionsprod. kann $\frac{1}{2}$ des Glykols dest. werden. — 12. *Propylenglykolborat und Natriumpropylenglykolat*: Es tritt bei Raumtemperatur keinerlei augenblickliche Rk. ein. Erst bei Hg $< 1,0$ mm u. über 92° dest. geringe Flüssigkeitsmenge. — 13. *Monomethyläther des Äthylenglykols u. Borsäuren*. *Orthoborsäure*: Molverhältnis 0,84:0,32. $3\frac{1}{4}$ stdg. Erhitzen bis maximal 130° bei Atmosphärendruck, dann bei 128° u. 13,4 mm destillieren. Es entsteht im wesentlichen $\text{B}(\text{OC}_2\text{H}_4\text{OCH}_2)_2$. *Metaborsäure*: Molverhältnis 3:1. Reaktionsprod. $\text{B}(\text{OC}_2\text{H}_4\text{OCH}_2)_2$ in Übereinstimmung mit dem Reaktionsprod. der Orthoborsäure. — Nach einem Abschnitt über einen Vgl. der „aktivierenden“ Eigg., bestimmt durch differentielle elektrometr. Titrations der Borsäure in Ggw. von Mannit oder Propylenglykol als Aktivator in Abwesenheit eines solchen sowie durch Indicator-titrations in Ggw. von Propylenglykol, Äthylenglykol oder Mannit, u. einem weiteren Abschnitt über die Rk. von Propylenglykolborat mit Natriumpropylenglykolat, die unter Wärmeerw. zu einer weißen unlösl. M. führt, behandeln Vff. zunächst die Grenzen der experimentellen Untersuchungsmethoden für dieses Gebiet u. diskutieren sodann den Reaktionsverlauf u. die Reaktionsprodd., die bei den Unterss. erhalten wurden. Als Ergebnis kann fest-

gestellt werden, daß die niedrigsten Glieder der aliphat. Glykolreihe mit Borsäure flüchtige Verb. entsprechend: $\text{HO-B} \left\langle \begin{array}{c} \text{OH} \\ \text{OH} \end{array} + \begin{array}{c} \text{HO} \\ \text{HO} \end{array} \right\rangle \text{R} \rightleftharpoons \text{HO-B} \left\langle \begin{array}{c} \text{O} \\ \text{O} \end{array} \right\rangle \text{R} + 2\text{H}_2\text{O}$ (Verb. von Typ I) ergeben u. keinerlei andere Verb. festgestellt werden kann. Glycerin u. Borsäure reagieren unter Bldg. triesterifizierter Bindungen. Ein Reaktionsprod. konnte jedoch hier in keinem Falle isoliert oder charakterisiert werden. Glycerinmonoalkyläther u. Borsäure geben flüchtige Borate vom gleichen Typ I. Metaborsäure gibt im Gegensatz hierzu keine monoesterifizierten Ester. Die Glykole, Propylen- u. Äthylenglykol, aktivieren, wenn sie zur Isolierung flüchtiger Borate vom Typ I eingesetzt werden, die Borsäure bei der Titration in Ggw. von Wasser. Vff. bringen schließlich noch einen Vgl. der gefundenen Resultate mit den Literaturangaben. (J. phys. Chem. 47. 204—34. März 1943. New York, Columbia Univ., Chem. Abtlg.)

ERNA HOFFMANN

P. L. Robinson und K. R. Stainthorpe, Zwei neue Carbonyle: Kupfer und Tellur. Durch Umsetzung von erhitztem Cu_2O mit CO wird Kupfercarbonyl als farblose feste M. erhalten, die leicht sublimierbar ist. Der Dampf zers. sich bei höheren Temp. unter Abscheidung von metall. Cu. Die geringen erhaltenen Mengen ermöglichen nur eine vorläufige Analyse, welche die empir. Zus. $\text{Cu}(\text{CO})_3$ wahrscheinlich macht; möglicherweise ist das erhaltene Prod. das Dimere. Die von BERTRAND u. ZELINSKI (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 177. [1923.] 997 bzw. 1041) erhaltenen Cu-Spiegel beim Behandeln von CuO (das möglicherweise nicht ganz frei von Cu_2O war) sind offenbar auf Carbonylbldg. zurückzuführen. Vielleicht besteht auch eine Beziehung zu den Beobachtungen von BOOMER, MARTIN u. ARGUE (Nature [London] 129. [1932.] 438) über Verflüchtigung von Cu aus Cu-Al-Zn-Katalysatoren der Methanolsynthese. — In ebenfalls sehr geringer Ausbeute wird aus Te u. CO ein Tellurcarbonyl erhalten. Es ist ein Gas, u. ein Vgl. seiner physikal. Eigg. mit denen des Se-Carbonyls u. des Carbonylsulfids macht die Formel COTe wahrscheinlich. Die Te-Verb. ist instabiler als COSe . (Nature [London] 153. 24—25. 1/1. 1944. Newcastle upon Tyne, Univ. of Durham, King's Coll.)

ERBE

M. Straumanis und W. Stahl, Die gegenseitige Löslichkeit im ternären System Cadmium-, Kobalt-, Zinkquecksilberrhodanid. I. Das binäre System $\text{Cd}[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$ - $\text{Co}[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$. Zur Unters. des zum mikrochem. Nachweis von Zn^{++} , Cd^{++} , Cu^{++} u. Co^{++} wichtigen genannten tern. Systems wurden zunächst Gitterkonstanten u. Symmetrieverhältnisse der reinen Komponenten röntgenograph. nach der Drehkrystallmethode festgestellt. Alle drei Verb. kryst. tetragonal, gehören zur Klasse der Bisphenoide (S_4), sind raumzentriert ($I^{\prime}4$) u. können folglich in die Raumgruppe S_4^2 eingereiht werden. Sie besitzen 2 Moll. im Zellvol. u. folgende Gitterkonstanten bei Zimmertemp.:

	a	c	c/a	v
$\text{Co}[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$	11,0868 Å	4,3652 Å	0,3937	536,56 Å ³
$\text{Zn}[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$	11,0616	4,4287	0,4002	541,90
$\text{Cd}[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$	11,4403	4,2043	0,3675	550,26

Im binären System $\text{Cd}[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$ - $\text{Co}[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$ herrscht vollständige Mischbarkeit (statist. Unordnung ohne Andeutung von Überstruktur; irgendwelche Verb. nicht feststellbar), wobei Cd^{++} an Stelle von Co^{++} treten kann u. umgekehrt, wie durch die Änderungen der Gitterkonstanten u. der D. u. die Verschiebungen der Interferenzlinien bewiesen wird. Der Umtausch der Cd^{++} -Ionen gegen die kleineren Co^{++} -Ionen ist von Kontraktion des Zellvol. u. einer Deformation der entstandenen Mischkrystalle begleitet. Bei einem Gewichtsverhältnis $\text{Cd}:\text{Co}=10:1$ werden durch Deformation deutlich gekrümmte Krystalle beobachtet. Die Co^{++} -Ionen besitzen im Verband des $\text{Me}[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$ eine gestrecktere Form in Richtung der c-Achse des Krystalls als die Cd-Ionen. Das VEGARDSche Additivitätsgesetz der Gitterkonstanten gilt hier auch im Falle des tetragonalen Krystalls im Rahmen der Fehlergrenzen. Schon die geringsten Mengen Co (1:200000) wirken auf das $\text{Cd}[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$ färbend; die Anwesenheit von Co kann daher durch das Auge viel früher festgestellt werden als röntgenographisch. Zunächst tritt eine allerdings nur an grobkrystallinen Präpp. zu bemerkende grüne Färbung auf. Bei $\text{Co}:\text{Cd}=1:12500$ ist die Farbe deutlich blau, wird bei höherem Co-Geh. dunkelblau, während reines $\text{Co}[\text{Hg}(\text{CNS})_4]$ blauviolett gefärbt ist. — Die binären Systeme Cu-Zn- bzw. Cu-Cd-Quecksilberrhodanid wurden bereits früher untersucht (vgl. STRAUMANIS u. ENCE, C. 1936. II. 3645 u. STRAUMANIS u. MAUKOVICS, C. 1937. II. 1761). (Z. physik. Chem. 193. 97—111. Okt. 1943. Riga, Lettland, Univ., Analyt. Labor.)

REITZ

Reino Näsänen, Das Löslichkeitsprodukt des Bleijodids in wäßrigen Natriumperchloratlösungen. Das Löslichkeitsprod. des PbJ_2 , das sich wegen der unvollständigen

Dissoziation des PbJ_2 nicht ohne weiteres aus der Löslichkeit des PbJ_2 (Literaturwerte hierfür zwischen $1,65$ u. $1,58 \cdot 10^{-3}$ Mol/l bei 25°) berechnen läßt, wird bei 25° nach der Meth. des maximalen Potentialsprunges (vgl. C. 1942. II. 2009; 1943. I. 658) durch elektrometr. Titration einer $0,1$ n Pb-Perchloratlsg. mit $[2$ n NaJ-Lsg. bestimmt. Für das Löslichkeitsprod. $K_{L,w} = [Pb^{++}] \cdot [J^-]^2$ ergibt sich $0,96$ bzw. $1,00 \cdot 10^{-8}$ u. für die 2. Dissoziationskonstante $K = \frac{[Pb^{++}] \cdot [J^-]}{[PbJ^+]}$ $0,0073$ bzw. $0,0107$, je nachdem, ob der größte oder kleinste Literaturwert für die Löslichkeit des PbJ_2 zugrunde gelegt wird. Für das thermodynam. Löslichkeitsprod. $K_{L,0}$ folgt daraus durch Extrapolation nach der DEBYE-HÜCKELschen Theorie mit einem mittleren Ionendurchmesser von $5,48 \text{ \AA}$ ein Wert zwischen $6,3$ u. $6,6 \cdot 10^{-9}$. (Suomen Kemistilehti 17. B. 11—13. 1944. Helsinki, Univ., Chem. Inst. [Orig.: dtsh.])

REITZ

C. Mineralogische und geologische Chemie.

G. A. Maximowitsch, *Zur Geschichte der geochemischen Prozesse. (Historische Geochemie).* Zusammenfassende Betrachtung über die Entw. der Geosphäre u. der Atmosphäre in den einzelnen geochem. Zeiträumen u. die Änderung der Zus. der Geosphäre je nach der geochem. Ära. (Природа [Natur] 31. Nr. 3. 15—25. 1943.)

TROFIMOW

Otto Muck, *Die Konstitution des Erdkernes.* (Vgl. C. 1943. I. 2388.) Kurzer Überblick. (Res. and Progr. 9. 269—73. Nov./Dez. 1943. Uffing/Staffelsee.) ERBE

Otto Muck, *Die stoffliche Entwicklung des Erdkerns.* (Vgl. vorst. Referat.) (Forsch. u. Fortschr. 20. 32—35. Febr. 1944.) ERBE

Lester W. Strock, *Geochemie von Mineralwässern aus Saratoga. Anwendung zur Aufstellung einer neuen Theorie ihres Ursprungs.* Auf spektrochem. Wege wird folgender Geh. an Spurenelementen ermittelt (mg/l) Ti u. V $< 0,0016$; Zr $0,35$; Sn $0,032$; Mn $0,0027$; (Co $< 0,0005$), Ni $0,00027$, Be $0,001$. Zr, Sn u. Be sind z. T. sehr beträchtlich gegenüber ihrem durchschnittlichen Geh. in der Lithosphäre angereichert, während die anderen zurücktreten. Das Zr/Ti-Verhältnis in den Wässern ist 4700 mal größer als in der Erdkruste. Als geochem. Vorgang für diese charakterist. Spurenelementverteilung wird die Bldg. des komplexen Anion $[ZrO(CO_3)_2]^-$ angesehen; dieses Komplexion ist stabil u. in calciumbicarbonatreichen Wässern lösl., während das Titanlyon unter entsprechenden Bedingungen keinen stabilen Komplex liefert u. so durch die Mineralwässer sehr weitgehend vom Zr getrennt wird. Die Anreicherung von Sn beruht auf seiner Auslaugung aus Gesteinen in Form des lösl., stabilen Komplexes $Ca[SnO(CO_3)_2]$. Auf Grund der geochem. Unters. wird eine Theorie über Herkunft der mineral. Bestandteile der Wässer entwickelt. (Amer. J. Sci. 239. 857—98. Dez. 1941. Saratoga Springs, N. Y., State Res. Inst. of the Saratoga Spa, Spectrochem. Labor.) ERBE

A. S. Bogatyrew und I. I. Lubjanych, *Das Auftreten von Andalusit im Kounrad.* Die untersuchten Proben der Lagerstätte Kounrad enthielten im Durchschnitt 5 — 15% Andalusit. Proben mit 30 — 50% Andalusit waren sehr wenig vertreten. Die Verteilung von Andalusit längs der Lagerstätte ist nicht gleichmäßig. Eine deutliche Anreicherung von sek. Quarzilin ist bei Annäherung zu Erzgruben zu verzeichnen. (Цветная металлургия [Nichteisen-Metallurg.] 16. Nr. 20. 7—12. Mai 1941.) TROFIMOW

Rudolf Hundt, *Der Paläopikrit Ostthüringens und des Frankenwaldes.* Vorkommen Verwendung, Analysen. (Asphalt u. Teer, Straßenbautechn. 44. 48—51. April 1944.) ERBE

P. E. Kent, *Das Alter und tektonische Beziehungen vulkanischer Gesteine von Ost-Afrika.* (Geol. Mag. 81. 15—27. Jan./Febr. 1944.) KLEVER

D. Organische Chemie.

D₁. Allgemeine und theoretische organische Chemie.

L. Küchler, *Der homogene thermische Zerfall von Cyclopentan.* Die Geschwindigkeit des homogenen therm. Zerfalls von Cyclopentan wird zwischen 500 u. 600° stat. untersucht, wobei die Reaktionsprodd. durch Desorption voneinander getrennt u. analysiert werden zum Analysenmeth. vgl. KÜCHLER u. WELLER C. 1939. II. 2823; frühere Verss. zum Zerfall vgl. z. B. FREY, C. 1934. I. 3682). Der sich einstellende Enddruck ist $2,1$ mal so hoch wie der Anfangsdruck; der maximale Druckanstieg wird kurz nach Beginn der Rk. erreicht u. läßt sich wie beim Cyclohexan in Abhängigkeit vom Anfangsdruck p_0 gut durch die Gleichung $(dp/dt)_{\max} = k \cdot p_0^{1/2}$ wiedergeben, wobei $\log k = 9,75 - 1,19 \cdot 10^4/T$ ist. Bei 550° ist der Zerfall etwa siebenmal rascher als bei Cyclohexan. Im gepackten Gefäß u. bei Zusatz von H_2 verläuft der Druckanstieg etwas langsamer; gleichzeitig sinkt

das Verhältnis p_{∞}/p_0 unter 2, so daß hieraus keine Schlüsse auf die Beeinflussung der Primärreaktion durch die Wand oder durch Fremdgaszusätze gezogen werden können. — Der Zerfall besteht etwa zur Hälfte in einer Dehydrierung zu Cyclopentadien, zur Hälfte in einer Ringspaltung, bei welcher Propylen u. Äthylen entstehen. Außerdem werden kleine Mengen von CH_4 (u. C_2H_6) gebildet. Die Dehydrierung verläuft über Cyclopenten in zwei Stufen. Geschwindigkeitsbestimmend ist die 1. Stufe, wie durch Verss. mit Cyclopenten gezeigt wird; sie ist von 1. Ordnung; ihre (wahre) Aktivierungswärme beträgt etwa 75 kcal. Die H_2 -Bldg. wird durch Propylenzusatz nicht beeinflusst. Die Ringspaltung zeigt Autokatalyse; durch Propylenzusatz wird gezeigt, daß die Beschleunigung durch die entstehenden Olefine C_3H_6 u. C_2H_4 hervorgerufen wird. Äthylen scheint dabei wirksamer zu sein als Propylen. Diese katalyt. Wrkg. könnte darauf beruhen, daß ein endständiges CH_2 -Radikal der betreffenden KW-stoffe ein H-Atom von einem C-Atom des zerfallenden Cyclopentans zu einem benachbarten C-Atom zu übertragen vermag. Verss. bei verschied. Drucken zeigen ein leichtes Absinken der Ringspaltungsgeschwindigkeit mit abnehmendem Druck; ihre scheinbare Aktivierungswärme beträgt etwa 60 kcal. Eine Vergrößerung der Oberfläche auf das zwölfwache bewirkt eine Steigerung der Ringspaltungsgeschwindigkeit um etwa 50%, so daß die im leeren Reaktionsgefäß gemessene Geschwindigkeit im wesentlichen als die der homogenen Reaktion anzusehen ist. Alle Versuchsergebnisse lassen sich zwanglos ohne Annahme eines Reaktionsablaufs über Radikalketten deuten, deren Auftreten daher zunächst beim Zerfall des Cyclopentans, dann aber auch bei dem des Cyclohexans als unwahrscheinlich angesehen werden muß. (Z. phys. Chem., Abt. B. 53. 307—19. Juli 1943. Göttingen, Univ., Inst. f. physikal. Chem.) REITZ

M. H. Palomaa und T. K. Kaski, *Synthese und Hydrolysegeschwindigkeit einiger Halogenhydrinester*. Die Geschwindigkeit der sauren Hydrolyse der Essigsäureester einiger Halogenhydrine der allg. Formel $\text{Cl}(\text{CH}_2)_n\text{C}(\text{CH}_3)_2\text{OH}$ ($n = 1, 2, 3$) werden in W.-Dioxan-Lsgg. (Molverhältnis 1 : 1) bei 25 u. 35° gemessen. Über die Durchführung der Messungen vgl. PALOMAA u. TUKKIMÄKI (C. 1935. II. 1155). Auf 1n HCl bezogen ergeben sich folgende Geschwindigkeitskonstanten in $\text{min}^{-1} \cdot \text{l} \cdot \text{Mol}^{-1}$: für $n = 1$ $k_{25} = 44,5 \cdot 10^{-3}$, $k_{25}/k_{35} = 3,0$; $n = 2$ $0,170 \cdot 10^{-3}$, 2,7; $n = 3$ $0,833 \cdot 10^{-3}$, 2,5. Auffallend ist das Minimum bei dem Ester mit $n = 2$. Es wird eine Reihe anderer Verbb. (Ester, Chloride u. Cyanide von Äthersäuren, Ätheralkoholen, Chlorfettsäuren usw.) aufgeführt, die ebenfalls ein ausgesprochenes Reaktionsgeschwindigkeitsminimum innerhalb ihrer homologen Reihe aufweisen. In allen diesen Fällen ist das Cl- oder O-Atom bei der Verb. mit dem Geschwindigkeitsminimum das 4. Kettenglied von der wahrscheinlichsten Bruchstelle in der Atomkette, ebenso wie bei den hier untersuchten Chlorhydrinestern, bei denen als Estern tert. Alkohole abweichend von der gewöhnlichen Esterhydrolyse der Bruch nicht an der anhydrid., sondern an der äther. Bindung anzunehmen ist. Diese konstante Anzahl von Kettengliedern zwischen den funktionellen Gruppen bei den Verbb. mit Reaktionsminimum spricht für das Vorliegen innermol., durch Nebenvalenzen vermittelter Ringe (vgl. auch PALOMAA u. SUTONEN, C. 1936. II. 1513). — β -Jodpropionsäure zeigt wider Erwarten trotz des großen Atomvol. des Jods keine geringere Verseifungs- u. Veresterungsgeschwindigkeit als die Cl- u. Br-Derivv., vielmehr ist gegenüber letzteren sowohl der Temp.-Koeff. als auch die Reaktionsgeschwindigkeit erhöht. — D a r s t. der Essigsäureester durch Eintropfen von Acetylchlorid in eine Lsg. von Diäthylanilin u. dem entsprechenden Chlorhydrin in absol. Ä.; von den Chlorhydrinen waren die mit $n = 1$ u. 2 bereits bekannt (vgl. HENRY, C. 1906. II. 1178, 1551), das 1-Chlor-4-methylpentanol-(4) wurde in analoger Weise aus γ -Chlorbuttersäuremethylester u. CH_3MgBr hergestellt. Eigg. der Essigsäureester: $n = 1$, $\text{Kp}_{2,5} = 24-25,5^\circ$, $\text{D}_4^{20} = 1,0581$, $n_D^{20} = 1,42368$, $M_D = 36,29$; $n = 2$, $\text{Kp}_{2,5} = 48^\circ$, $\text{D}_4^{20} = 1,0443$, $n_D^{20} = 1,43542$, $M_D = 41,15$; $n = 3$, $\text{D}_4^{20} = 1,0473$, $n_D^{20} = 1,44476$, $M_D = 45,36$. (Suomen Kemistilehti 17. B. 7—9. 1944. [Orig.: dtsh.]) REITZ

Elton M. Baker und E. C. Gilbert, *Kinetik der Umwandlung von Hydrazincyanat in Semicarbazid*. Die Geschwindigkeit der Umlagerung von Hydrazincyanat (I) (in Lsg. durch Vermischen genau äquivalenter Mengen von Hydrazinmonochlorid oder perchlorat u. K-Cyanat hergestellt) in Semicarbazid (II) wird in verd. wss. Lsg. bei 15 u. 25° ($\pm 0,05^\circ$) gemessen, indem von Zeit zu Zeit mit AgNO_3 -Lsg. gefällt u. der Ag-Überschuß zurücktitriert wird. Auf die Möglichkeit, die Rk. durch Zusatz von Benzaldehyd (u. Trennung des Benzalazins u. Benzaldehydsemicarbazons auf Grund der verschied. Löslichkeit in Ä.) zu verfolgen, wird hingewiesen. Die Umlagerung geht unerwartet rasch vor sich u. ist komplizierter als die Ammoniumcyanatumlagerung, weil II im Gegensatz zu Harnstoff ausgesprochen bas. reagiert. Der beobachtete negative

Salzeffekt läßt vermuten, daß der geschwindigkeitsbestimmende Schritt in einer Umsetzung zwischen Hydrazin- u. Cyanationen besteht. Bei 25° strebt die Rk. einem Gleichgewichtszustand mit 97% II zu. Aus den Gleichgewichtsdaten wird die Geschwindigkeit der rückläufigen unimol. Rk. II → I berechnet. Im einzelnen ergeben sich folgende Konstanten: Gleichgewichtskonstanten K_{25} ($\mu \approx 0,05$) = $3,5 \cdot 10^{-5}$; K_{15} ($\mu \approx 0,05$) = ($2,9 \cdot 10^{-5}$); Rk. I → II k_{25} ($\mu = 0,08$) = $2,85 \cdot 10^{-2}$ (Mol/l·sec), $k_{15} = 1,07 \cdot 10^{-2}$; Rk. II → I $k_{25} = 9,98 \cdot 10^{-7}$; $k_{15} = 4,93 \cdot 10^{-8}$; $k_{\mu=0} = 4,46 \cdot 10^{-2}$ (25°). $k_{25}/k_{15} = 2,65$; Aktivierungsenergie 16,6 kcal/Mol. Eine Unters. der Rk. in Acetatpuffern bei $p_H = 5$ deutet mit einer Geschwindigkeitssteigerung auf H-Ionenkatalyse hin; der bimol. Reaktionsverlauf bleibt jedoch erhalten. Steigerung der Pufferkonz. hat keinen Einfl. auf die Geschwindigkeit. Bei Verss. im p_H -Bereich um 2, wo II der Salzbdg. unterliegt, tritt Zers. der Cyansäure unter nur geringfügiger Bldg. von II ein. — Reines, von Fremdlonen freies I wird aus Ag-Cyanat u. Hydrazinchlorid dargestellt. (J. Amer. chem. Soc. 64. 2777—80. Dez. 1942. Cornvallis, Oregon State Coll., Dep. of Chem.) ERBE

W. D. Kumler und I. F. Halverstadt, *Die Dipolmomente von einigen Gallensäuren*. In Dioxan als Lösungsm. wurden bei 25° folgende Dipolmomente μ bestimmt: Lithocholsäure 2,50, Desoxycholsäure 3,22, Hyodesoxycholsäure 3,12, Apocholsäure 2,98, Dehydrolithocholsäure 3,72, Cholsäure 3,84, 3-Oxy-12-ketocholsäure 4,26, Dehydrodesoxycholsäure 4,82, Reduktodehydrocholsäure 5,16, Dehydrocholsäure 5,63. Die lineare Abhängigkeit der gemessenen DE. von der Konz. zeigt, daß die Säuren unterhalb 1,7 Gew.-% in Dioxan nicht assoziiert sind. Aus den μ -Werten wird geschlossen, daß keine Choleinsäuren vorliegen. (J. Amer. chem. Soc. 64. 1941—43. Aug. 1942 San Francisco, Univ. of California, Coll. of Pharmacy.) FUCHS

H. A. Laitinen und S. Wawzonek, *Die Reduktion ungesättigter Kohlenwasserstoffe an der Quecksilbertropfelektrode*. I. Phenylsubstituierte Olefine und Acetylene. Für die polarograph. Red. einer Reihe phenylsubstituierter Olefine u. Acetylene erwies sich als geeignetstes Lösungsm. ein Dioxan-W.-Gemisch mit 76% Dioxan u. Tetrabutylammoniumjodid als Hilfselektrolyt. Es wurden dabei folgende 9 Verb. geprüft: Stilben, Triphenyläthylen, Diphenylbutadien, Styrol, Phenylacetylen, 1,1-Diphenyläthylen, β -Methylstyrol, Tetraphenyläthylen, Diphenylacetylen. Jede Verb. zeigt eine einzige Reduktionsstufe in neutraler oder alkal. Lsg. mit einem von p_H weitgehend unabhängigen Halwellenpotential (zwischen -2 u. $2,5$ V). Der Diffusionsstrom ist der Konz. an KW-stoff proportional; somit eignet sich das polarograph. Verf. für den Nachw. u. die Best. von Olefinen u. Acetylenen mit akt. doppelter oder dreifacher Bindung. Man kann das Halwellenpotential als Maßstab für die relative Aktivität der doppelten u. dreifachen Bindung gegenüber substituierenden Gruppen betrachten. Es werden die (linearen) Stromspannungsgleichungen ($\log i/i_a - i$ gegen V) für Stilben u. Diphenylacetylen aufgestellt u. auf Grund derselben ein Reaktionsmechanismus mit stufenweiser Aufnahme von 2 Elektronen vorgeschlagen. Aus den Werten für den Diffusionsstrom werden die Diffusionskoeff. der untersuchten KW-stoffe in 76% Dioxanlsg. berechnet. (J. Amer. chem. Soc. 64. 1765—68. Aug. 1942. Urbana, Ill., Univ.) HENTSCHEL

Maurice Lecat, *Azeotrope des Äthylurethans und andere Azeotrope*. Es werden 218 bisher noch nicht bekannte Azeotrope bei Atmosphärendruck beschrieben, u. zwar insgesamt 60 Azeotrope des Urethans mit Alkoholen, Ketonen, Estern, Halogeniden, KW-stoffen, Nitroderiv., Äthern u. Phenolen; ferner Azeotrope von Äthyl- u. Propylamin, Glykol, Chloräthanol, Isoamyläther, Capronsäure, Acetessigester, m-Bromtoluol, Chinolin u. anderen Verb. mit Verb. der gleichen Stoffgruppen wie beim Urethan. Die Kpp. der verwendeten Substanzen werden sorgfältig ermittelt; die gefundenen Werte weichen zum Teil von älteren, weniger genauen Literaturwerten ab. Die Entmischungstemp. der Azeotrope werden angegeben (meist tritt Entmischung erst beim Ausfrieren einer Komponente ein), ferner in einem Teil der Fälle die Temp.-Änderungen, die beim Vermischen der Substanzen bei 15° auftreten. Zahlreiche weitere Substanzpaare, bei denen keine Azeotropenbdg. eintritt, werden aufgeführt, daneben einige Fälle von positiver oder negativer Quasiazeotropie bei Atmosphärendruck (horizontale Tangente am einen Ende der Siedeisobaren). Vom Urethan, das auf Grund seines hochmol. Assoziationsgrades bei der Suche nach Azeotropen bes. aussichtsreich erschien, waren bisher noch keine Azeotrope bekannt. Mit anderen ebenfalls bes. stark assoziierten Substanzen wie Äthylamin oder Glykol bildet es keine Azeotrope. Die Systeme Glykol-n-Heptanol, Glykol-sek. Octanol, m-Toluidin-Äthylanilin, Bromoform-symm. Tetra-chloräthanol u. Thymol-Brenzcatechin liefern Beispiele dafür, daß Azeotropie auch auftreten kann, wenn beide Partner die gleiche funktionelle Gruppe aufweisen. (Bull. Ci. Sci., Acad. roy. Belgique [5.] 29. 273—89. 1943. Brüssel, Privatlabor. des Vf.) REITZ

Horst Korsching, *Trennung von Benzol und Hexadeuterobenzol durch Thermo-diffusion in der Flüssigkeit*. Aus Verss. in einer zylindr. App. von 9,6 cm Länge mit einem Abstand zwischen kalter u. warmer Wand von 0,025 cm u. einer Temp.-Differenz von 42° läßt sich der Soret-Koeff. von Hexadeuterobenzol in Bzl. zu $D'/D = 0,0007$ berechnen. Das schwere Bzl. reichert sich im unteren Vorratsvol. der App. an. Ausgehend von einer Mischung mit 20% schwerem Bzl. wurde nach einer Versuchsdauer von 179 Stdn. ein Verhältnis aus den Konz. im unteren u. oberen Vorratsvol. von 2,05 gefunden. Der Soret-Koeff. von schwerem in leichtem W. läßt sich aus früheren Verss. (KORSCHING u. WIRTZ, C. 1939. II. 3925, vgl. auch CLUSIUS u. DICKEL, C. 1939. I. 3490) zu ungefähr ein Zehntel des Betrages vom Bzl. abschätzen; eine genauere Best. für W. wird in Aussicht gestellt. (Naturwiss. 31. 348—49. 16/7. 1943. Berlin-Dahlem, Max-Planck-Inst. der Kaiser-Wilhelm-Ges.) REITZ

Glenn E. Williams und E. C. Gilbert, *Der Dampfdruck von Phenylhydrazin als Temperaturfunktion*. Aus 55 Messungen des Dampfdruckes von Phenylhydrazin mit dem Isotenisoskop im Bereich zwischen 100 u. 192° wird die Dampfdruckgleichung $\log P = 7,9046 - 2366,4/(t + 230)$ erhalten, welche die Meßergebnisse mit einer Genauigkeit von $\pm 0,4$ mm erfüllt. Mit Hilfe der CLAVSIUS-CLAPEYRONschen Gleichung wird für den Bereich von 25—240° die latente Verdampfungswärme berechnet; sie beträgt bei 25° 14,690, bei 105° 13,788, bei 145° 13,455 u. bei 240° 12,903 kcal/Mol. (J. Amer. chem. Soc. 64. 2776—77. Dez. 1942. Cornvallis, Oregon, State Coll., Dep. of Chem.)

J. Newton Friend, *Die Wasserstoffbindung*. Trotz der Zunahme des Mol.-Gew. beim Übergang *Phenol—Anisol* wird eine Abnahme der Viskosität beobachtet; bei Ersatz des CH₃ durch schwerere Alkylreste steigt bis zum *n-Amylphenyläther* die Viskosität wieder an. Durch Extrapolation wird ermittelt, daß beim *n-Nonyläther* die Viskosität des Phenols wieder erreicht wird. Ähnlich wird die Viskosität von *Anilin* bei nacheinander folgendem Ersatz der H-Atome in der Aminogruppe durch CH₃ schrittweise erniedrigt, während *Diäthylanilin* schon wieder eine höhere Viskosität besitzt. Der Wert des Anilins wird wahrscheinlich beim *Di-n-butylanilin* wieder erreicht. Analoge Verhältnisse liegen offenbar bei den substituierten Toluidinen vor. Obgleich auch andere Faktoren, wie die Molekularsymmetrie, eine Rolle spielen, dürfte die H-Bindung für die Viskositätseffekte von bes. Bedeutung sein. Das Gewicht des Alkylradikals, welches eingeführt werden muß, um die Viskosität des Grundkörpers wieder herzustellen, kann als rohes Maß für die Stärke der H-Bindung angesehen werden. (Chem. and Ind. 1944. 179. 6/5. 1944.) ERBE

Wm. F. Seyer und John D. Leslie, *Die Viskosität von cis- und trans-Dekahydronaphthalin*. Vff. messen die Viskosität von durch häufiges Umkryst. bes. gereinigten Proben *cis-* u. *trans-Dekahydronaphthalin* in einem weiten Temp.-Bereich von -30° bis +180°. Trägt man $\log \eta$ gegen $1/T$ auf, so sind die erhaltenen Kurven keine Geraden verlaufen aber regelmäßig. Jedoch tritt bei der *cis*-Verb. von 110° ab eine mit steigender Temp. zunehmende Abweichung auf, wie sie auch im Verlauf der *D. u. Oberflächenspannung* beobachtet wurde. Vff. versuchen die hohen Werte von η u. E_{vis} (= Aktivierungsenergie für viscoses Fließen) u. den Einfl. der *cis-trans*-Isomerie auf diese Größen mit einer dichteren Packung der Moll. („Makromoleküle“), bes. des *cis*-Isomeren, zu erklären. (J. Amer. chem. Soc. 64. 1912—16. Aug. 1942. Vancouver.) HENTSCHEL

D₂. Präparative organische Chemie. Naturstoffe.

Alfred Saffer und T. W. Davis, *Produkte der Wurtzchen Reaktion und der Mechanismus ihrer Bildung*. Es wird die Rk. von CH_3J u. C_2H_5J einzeln u. im äquimol. Gemisch mit Na bei 320° untersucht. Es werden folgende Prodd. erhalten: Aus CH_3J 7%)H₂, 64,1 CH₄; 1,9 C₂H₆; 27,0 C₂H₄; Gesamtumsetzung 23,5%. Aus C_2H_5J 5,5 H₂; 3,9 CH₄; 12,7 C₂H₄; 51,1 C₂H₆; 2,7 C₂H₂; 15,2 C₃H₈; 1,3 C₃H₆; 7,6 C₄H₁₀; Gesamtumsetzung 8,4%. Aus $CH_3J + C_2H_5J$: 4,5 H₂; 42,9 CH₄; 6,8 C₂H₄ (C₂H₂-Bldg. wird nachgewiesen); 19,9 C₂H₆; 0,8 C₃H₈; 12,5 C₃H₆; 0,8 C₄H₈; 11,8 C₄H₁₀; Gesamtumsetzung 47,5%. Daneben wird freier Kohlenstoff abgeschieden. Der Reaktionsmechanismus wird auf Grund bekannter Vorstellungen über Rkk. freier Radikale besprochen. Kombination zweier Alkylradikale tritt offenbar nicht auf. Die prim. entstandenen Radikale verschwinden durch Umsetzung mit dem überschüssigen Halogenid u. bilden sek. Jod enthaltende Radikale, die entweder untereinander oder mit Na weiterreagieren. (J. Amer. chem. Soc. 64. 2039—43. 11/9. 1942. New York, Univ. Heights, Dep. of Chem.) ERBE

Avery A. Morton, John B. Davidson und Robert J. Best, *Kondensationen durch Natrium*. XXI, *n-Octyl- und n-Decylnatrium*. (XX. vgl. C. 1941. II. 877.) Die Darst.

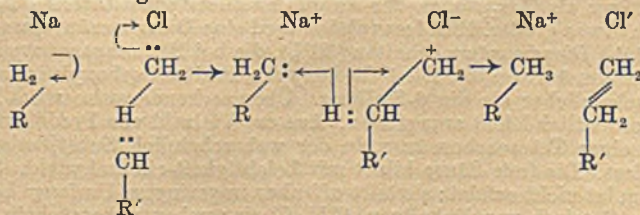
von *n*-Octyl- u. *n*-Decylnatrium aus den Alkylchloriden erfolgt mit ähnlicher Ausbeute wie früher beim Amylderiv., dem die neu dargestellten Verb. auch sonst weitgehend ähneln. Im Gegensatz zum Verh. der niederen Homologen neigen die Reaktionsgemische zur Gelbldg. u. haben während der Kondensation graue statt blaue Farbe. — *n*-Octylnatrium, aus *n*-Octylchlorid mit Na in PAe. bei -10° . Nach Carbonierung 49% Pelargonsäure, 15% *n*-Heptylmalonsäure u. 7% *n*-Hexadecan. — *Nonylbenzol*, aus *n*-Octylchlorid mit Na in Toluol bei 72° in 51%ig. Ausbeute, Kp. $280-281^{\circ}$, $n_{20}^{20}=1,485$. *p*-Sulfonamidderiv., F. $94,5-95^{\circ}$. — *n*-Decylnatrium: Die Carbonierung des Reaktionsgemisches aus *n*-Decylchlorid u. Na in PAe. ergibt 28,4% Undecylsäure u. 2,3% Nonylmalonsäure. — *Undecylbenzol*, aus Decylchlorid mit Na in Toluol in 74%ig. Ausbeute, Kp. $296 \pm 1^{\circ}$; $n_{20}^{20}=1,4824$. *p*-Sulfonamidderiv., $C_{17}H_{20}O_2NS$, F. $95,7-96,2^{\circ}$. — Verss. zur Alkylierung von Bzl. u. Anisol an Stelle von Toluol sind ergebnislos. (J. Amer. chem. Soc. **64**. 2239—40. Okt. 1942, Cambridge, Mass., Inst. of Technol., Res. Labor. for Organic Chem.)

ERBE

Avery A. Morton, John B. Davidson und Herbert A. Newey, Kondensationen durch Natrium. XXII. Die allgemeine Theorie der Wurtzschen Reaktion. Der anfängliche Schritt. (XXI. vgl. vorst. Ref.) Es wird gezeigt, daß als einzig notwendiges Zwischenprod. in der ersten Phase der Wurtzschen Rk. eine Organometallverb. auftritt. Weder vorher noch nachher (vgl. auch nachst. Ref.) besteht ein Zwang, die Bldg. von freien Radikalen anzunehmen. Dieser Schluß basiert auf der Beobachtung, daß nur eine Organonatriumverb. gebildet wird u. daß ihre Bldg. unter geeigneten Bedingungen quantitativ erfolgen kann. Wird die Carbonierung von *Butylnatrium*, das bei dieser Rk. in bes. hohem Maße zur Bldg. einer Malonsäure neigt, so vorgenommen, daß man das Reaktionsgemisch auf festes CO_2 gießt, so entsteht neben 42,2% Valeriansäure nur 3,3% Propylmalonsäure. Damit entfällt jede Notwendigkeit, im ursprünglichen Reaktionsgemisch etwa eine Alkylindennatriumverb. anzunehmen; die Dicarbonsäure-bldg. ist auf sek. Rkk. zurückzuführen, die etwa nach dem Schema $RCH_2Na(+CO_2) \rightarrow RCH_2COONa(+RCH_2Na) \rightarrow RCHNaCOONa(+CO_2) \rightarrow RCH(COONa)_2$ verläuft. Zur Erzielung einer hohen Ausbeute ist erforderlich, daß 1. das Metall im Überschuß u. in fein verteiltem Zustand vorhanden ist, 2. keine den Fortgang der Rk. hemmenden Überzüge auf der Metalloberfläche auftreten u. es sich 3. um eine nicht zu reaktive C-Halogenbindung handelt. Die Gesamtausbeute bei der Rk. von *n*-Amylchlorid mit Na läßt sich bei Verwendung eines Rührwerkes mit 10000 Umdrehungen/Min. von bisher 63 auf 72% steigern. Im Gegensatz zu den prim. Verb. bilden sek. Chloride auf dem Metall augenscheinlich harte u. undurchdringliche Überzüge (mkr. Beobachtungen). Die dritte Forderung ergibt sich daraus, daß die C-Halogenbindung fest genug sein muß, um einer zu raschen Umsetzung mit der Organonatriumverb. zu widerstehen; denn die Organometallverb. soll sich unangegriffen möglichst weit von der Metalloberfläche entfernen können, weil sonst auf dem Metall eine anhaftende NaCl-Schicht abgeschieden wird. Es besteht keine Notwendigkeit anzunehmen, daß die Rolle des metall. Na darin bestünde, ein prim. gebildetes freies Radikal abzufangen. (J. Amer. chem. Soc. **64**. 2240—42. Okt. 1942.)

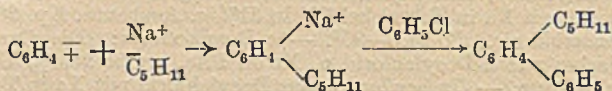
ERBE

Avery A. Morton, John B. Davidson und Barton L. Hakan, Kondensationen durch Natrium. XXIII. Die allgemeine Theorie der Wurtzschen Reaktion. II. Die zweite Phase. (XXII. bzw. I. vgl. vorst. Ref.) Für die Disproportionierungsrk. wird folgendes Schema ohne Einführung von freien Radikalen entwickelt:

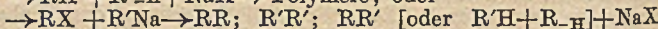
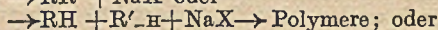
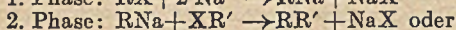
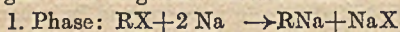


Demnach muß der gesätt. KW-stoff aus der Organonatriumverb., der ungesätt. aber vorzugsweise aus dem Alkylhalogenid stammen, was sich experimentell beweisen läßt (Umsetzung von *n*-Octylnatrium mit C_2H_5Cl , C_2H_5Br , C_2H_5J , C_2H_5Cl , C_2H_5Br u. C_2H_5J u. von *n*-Amylnatrium mit CH_3J , CH_3Br , CH_3Cl , C_2H_5Cl , C_2H_5Br , C_2H_5J , n - C_4H_9Cl , n - C_4H_9Br , n - C_4H_9J , n - C_4H_9Cl , n - C_4H_9Br u. n - C_4H_9J , sowie von $C_5H_{11}Na$ mit $C_6H_{13}Cl$ u. von $C_6H_{13}Na$ mit $C_6H_{13}Cl$ u. mit $C_6H_{11}Cl$). Die Ergebnisse werden allerdings durch den oft in beträchtlichem Ausmaß nebenher verlaufenden intermol. Metall-Halogen-Austausch beeinträchtigt. So wird z. B. beim Eingießen von *n*-Amylnatrium in CH_3J in

50%iger Ausbeute $C_5H_{11}J$ erhalten. Derartige Rkk. erfolgen bes. mit Alkyljodiden, während Chloride, möglicherweise mit Ausnahme der Hexylverb., nur geringe Neigung zu derartigem Austausch zeigen. Wird in obenst. Schema das Alkylhalogenid durch C_6H_5Cl ersetzt, so entsteht neben dem Alkan ein dipolares Phenylen, das sich nicht durch Doppelbindungsldg. stabilisieren kann u. deshalb entweder mit weiterem Alkyl-natrium reagiert:



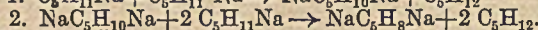
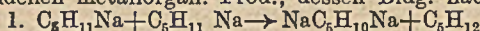
oder Selbstkondensation erleidet; diese Polymerisation kann z. B. zum Triphenylen führen (vgl. dazu C. 1938. II. 2737). Gegen die Annahme von freien Radikalen als Zwischenprodd. der Rk. spricht sehr wesentlich der Umstand, daß die Ausbeute der Prodd. bei den Rkk. von $C_8H_{17}Na$ mit den drei Methylhalogeniden mengenmäßig viel mehr streuen als man es bei der Umsetzung von CH_3 -Radikal erwarten sollte. Insgesamt ergibt sich folgender Mechanismus der Wurtzschen Rk.:



(J. Amer. chem. Soc. 64. 2242—47. Okt. 1942.)

ERBE

Avery A. Morton und Herbert A. Newey, *Kondensationen durch Natrium*. XXIV. Die Pyrolyse von Amylnatrium. (XXIII. vgl. vorst. Ref.) Die Pyrolyse von Amylnatrium in n-Decan erfolgt innerhalb von 2 Stdn. bei 40° kaum merklich, bei 70° zu 22% u. bei 90° fast vollständig. Die Unters. der Reaktionsprodd. erfolgt nach Carbonierung. Neben teerigen Prodd. werden in W. leicht lösl. Carbonsäuren erhalten, deren Anteil bei 90° etwa 20% beträgt. Sie enthalten mehr als eine Carboxylgruppe je Amyleinheit u. sind ungesättigt. Eine Identifizierung durch Hydrierung gelingt nicht. Die Carboxyle haften weder an ein u. demselben C-Atom noch begünstigt ihre Stellung Anhydridldg. bei 200°. Die Säuren entstammen offenbar einem bei der Pyrolyse entstandenen metallorgan. Prod., dessen Bldg. nach dem Schema erfolgt sein könnte:



Da Gase wie Äthylen oder Propylen nicht beobachtet werden, tritt offenbar kein Bruch der Kohlenstoffkette ein; das einzige entwickelte Gas ist n-Pentan mit einer Spur von Penten. Auch hier liegt keine Notwendigkeit vor zur Annahme des Auftretens von freien Radikalen im Reaktionsmechanismus. (J. Amer. chem. Soc. 64. 2247—50. Okt. 1942.)

ERBE

Avery A. Morton, John B. Davidson, T. R. P. Gibb jr., Ernest L. Little, E. F. Clarke und A. G. Green, *Kondensationen durch Natrium*. XXV. Reaktionen von Amylnatrium mit Naphthalin, Acenaphthen und Dekalin. (XXIV vgl. vorst. Ref.) Im Gegensatz zu Bzl., das fast ausschließlich monosubstituiertes Prod. liefert, führt die Rk. von $C_6H_{11}Na$ mit Naphthalin fast zur Hälfte zu di- u. trisubstituiertem Material; nach Carbonierung werden α - u. β -Naphthoesäure, sowie 1,3-, 1,8- u. 2,6-Naphthalindicarbonsäure erhalten. Die trisubstituierten Verb. werden nicht näher untersucht. $C_8H_{17}Na$ ist gegen Naphthalin noch aktiver als $C_6H_{11}Na$, u. der Anteil der höher substituierten Prodd. ist bei dieser Rk. noch etwas größer. Mit Acenaphthen wird eine Dicarbonsäure, wahrscheinlich die 1,5- (oder 1,6-) Dicarbonsäure erhalten (50%), die bei Permanganatoxydation 1,4,5-Naphthalintrinsicarbonsäure ergibt. Die 5-Stellung des zweiten Carboxyls ist aus Analogiegründen wahrscheinlicher als die 6-Stellung. Überraschenderweise wird Dekalin von $C_6H_{11}Na$ außerordentlich leicht angegriffen. Aus der Vielzahl von Prodd. wird gelegentlich der Ester einer Tetracarbonsäure, in der wahrscheinlich Substitution in 1,4,5,8 erfolgt ist, isoliert. Die freie Säure bildet mit Leichtigkeit ein Anhydrid. Substitution am tert. C-Atom ist nicht erfolgt; sie tritt offenbar in geringem Umfange bei der Einw. von Na auf ein Gemisch von Dekalin u. $C_5H_{11}Cl$ ein; neben unbedeutlichen Mengen Naphthalin wird dabei spurenweise ein Prod. erhalten, das beim Schmelzen mit S Amylmercaptan liefert. — Dicarbonsäure $C_{14}H_{10}O_4$, aus Acenaphthen mit n-Amylchlorid u. Na in PAe. u. nachfolgender Carbonierung über den Dimethylester, F. 292—294°; gibt beim Erhitzen mit Kalk u. Kupferbronze auf 280° Acenaphthen, beim Erhitzen ohne Zusätze Acenaphthen u. eine Säure (Acenaphthen-5-carbonsäure?) vom F. 215°. Dimethylester, $C_{16}H_{14}O_4$, aus Ä. Krystalle, F. 112°. — Dekalyltetracarbonsäuretetramethylester, aus CH_3OH u. W., F. 61—62°. Daraus nach Verseifung das Dianhydrid, $C_{14}H_{10}O_4$, F. 300° mit Sublimation. (J. Amer. chem. Soc. 64. 2260—53. Okt. 1942.)

ERBE

J. Wiemann, *Reduktion des Gemisches aus einem Keton und einem Ester mit Natrium in Gegenwart von Wasser*. Wie Vf. in einer früheren Arbeit gezeigt hat, entsteht aus einem Gemisch zweier Ketone R_1COR_2 u. R_3COR_4 durch Red. mit Na das gemischte Glykol $R_1R_2C(OH)-C(OH)R_3R_4$. Bei der Red. des Gemisches aus einem Ester $R \cdot CO_2 \cdot C_2H_5$ u. einem Keton R_1COR_2 war die intermediäre Bldg. der Radikale $R-C(OH)-$ u. $R_1R_2C(OH)-$ zu erwarten, die sich zu Triolen vom Typus $R_1R_2C(OH)-C(OH)R-C(OH)R_1R_2$ vereinigen sollten. In der Tat konnten pentasubstituierte Glycerine der angegebenen Formel gefaßt werden, wenn auch die Ausbeuten gering waren. (Bull. Soc. chim. France, Mém. 10. [5.] 509. Nov./Dez. 1943.) HEIMHOLD

N. Kornblum und Harry N. Holmes, *Batylalkohol*. (Vgl. HOLMES u. Mitarbeiter, C. 1942. I. 2651.) Um die Wirksamkeit von Batylalkohol (I) bei Agranulocytose zu untersuchen, wurde I nach dem Schema: $CH_2 = CH \cdot CH_2ONa \rightarrow CH_2 = CH \cdot CH_2O \cdot (CH_2)_{17} \cdot CH_3 \rightarrow HOCH_2 \cdot CHOH \cdot CH_2O \cdot (CH_2)_{17} \cdot CH_3$ (I) synthetisiert.

Versuche: *Allyl-n-octadecyläther*. Zu einer Lsg. von Na in Allylalkohol wurde n-Octadecyljodid (F. 33—34°) zugesetzt u. die Mischung 20 Stdn. lang auf 60—65° erhitzt, nach Erkalten mit W. verd. u. ohne Ansäuern mit Ä. extrahiert. Nach fraktionierter Dest. im Vakuum farblose Fl. Kp.₂ 150—152°, F. 28,5—29°, $n_D^{25} = 1,4441$. — *Octadecylglyceryläther (Batylalkohol) (I)*. Durch 20—22 Stdn. langes Erhitzen eines Gemisches von 30% ig. H_2O_2 u. Allyl-n-octadecyläther in Eisessig auf 70 bis 80°. Nach dem Erkalten Gemisch mit verd. NH_4OH alkal. machen, mit Ä. extrahieren u. Abdest. des Ae. Der Rückstand wurde bei 60° 7 Stdn. lang mit einer alkohol. KOH-Lsg. behandelt, das Rk.-Prod. mit Ä. extrahiert. Aus A. Krystalle vom F. 70—71° (korr.), 55—67% Ausbeute. (J. Amer. chem. Soc. 64. 3045—46. Dez. 1942. Oberlin, Ohio, Oberlin-Coll.) POETSCH

Louis Hackspill und Raymond Rohmer, *Die Einwirkung des Cäsiums auf Äthylen*. In einer Glasapp. wird unter vollkommenem Luftausschluß bei etwa 45° reines u. trockenes Äthylen mit metall. Cs zur Rk. gebracht. Die Rk. ist bei 45°, ausgehend von 0,5 g Cs, nach 6—8 Tagen, bei Raumtemp. nach 6 Wochen beendet. Bei Verwendung eines C_2H_4 -Überschusses hat sich dann alles Cs in eine Verb. der Zus. $C_2H_4Cs_2$ umgewandelt. W.-Dampf reagiert bei Raumtemp. mit diesem Additionsprod. im Laufe von 2 Wochen unter Bldg. von Äthan, das sich bei —88,3° verflüssigen läßt. Die nach der Gleichung: $C_2H_4Cs_2 + 2 H_2O \rightarrow C_2H_6 + 2 CsOH$ vor sich gehende Umsetzung verläuft bei Überschuß von H_2O zu 100%. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 217. 152—53. 2.—30/8. 1943.) ERNA HOFFMAN^N

J. Prag und A. Étienne, *Die Herstellung von einigen Fettsäurechloriden mit Hilfe von Phosgen*. Für die Gewinnung von Fettsäurechloriden aus Fettsäuren u. Phosgen (I) ist eine feine Verteilung u. ein schneller Durchgang des I durch die geschmolzene Fettsäure wichtig, ferner ist die Temp. auf die Chloridbldg. von Einfluß. Die Säurechloridbldg. von Laurin-, Palmitin-, Stearin-, Öl- u. Cocosfettsäure mit I wurde untersucht. Bei Laurinsäure steigt die Chloridbldg. mit der Temp. bis 150° an u. fällt bei höherer Temp. ab. Die Ausbeute beträgt bei einer Temp. von 140—150° nach der Dest. 85—90% Laurölychlorid (Kp.₁₂ 140—145°). Die Ausbeuten an Palmitölychlorid (Kp.₁₆ 190—200°) u. Stearölychlorid (Kp.₁₂ 195—200°) erreichen 70—75% bei einer Reaktionstemp. von 140—150°. Für Ölsäure beträgt die Temp. 160°, wobei eine Ausbeute von 85% erreicht wird. Die Verwendung von Na-Oleat ist nicht vorteilhaft. Die stündlich eingeleitete I-Menge beträgt 60 g. Aus Cocosölfettsäure (JZ. 15,1) wurden 61% u. aus einer solchen mit JZ. 5,05 wurden 89,5% Säurechloride mit Kp.₁₀ 90—180° erhalten. Das Reaktionsgefäß ist ein Zylinder mit eingeschmolzener Glasritze, durch die der I-Strom eingeleitet wird. Ferner sind Rückflußkühler, Thermometer u. Probefahne vorgesehen. Die App. wird in einem H_2SO_4 -Bad erhitzt. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5.] 11. 30—34. Jan./Febr. 1944.) NEU

Raymond Delaby und Jean Hubert, *Über die Äthylenitrile, insbesondere die α,β - und β,γ -Oct nitrile*. Bei der Einw. von CuCN auf das trans- β -Butylallylbromid, $C_4H_9-CH=CH-CH_2Br$, u. seine Gemische mit dem sek. Bromid, $C_4H_9-CHBr-CH=CH_2$, entstand stets dasselbe Gemisch von Reaktionsprodukten. Dieses enthielt in der Hauptsache das β,γ -trans-Octennitril (3-Octen-1-nitril), $C_4H_9-CH=CH-CH_2-CN$, (Kp.₂₀ 93—95°, D.₄ 0,855, D.₂₄ 0,837, $n_D^{25} = 1,4369$), charakterisiert durch die RAMAN-Frequenzen 1673 (β,γ -Äthylenbindung) u. 2250 (Nitrilfunktion), neben dem sek. Nitril, $C_4H_9-CH(CN)-CH=CH_2$, charakterisiert durch die RAMAN-Frequenz 1646 (α,β -Äthylenbindung). Die Konst. des 3-Octen-1-nitrils ließ sich durch Hydrierung mittels RANEY-Ni in alkohol. Lsg. beweisen, wobei Octylamin (Kp. 179—180°, D.₂₂ 0,775, $n_D^{25} = 1,4234$) entstand u. als Pikrat vom F. 112,5° (Block) identifiziert wurde. — *Vinylacetonnitril*, $CH_2=CH-CH_2-CN$, (Kp. 117—117,5°), die beiden cis-trans-iso-

meren *Crotonnitrile*, $\text{CH}_3\text{—CH}=\text{CH—CN}$, das β,γ -*trans-Octennitril* (s. o.) u. die aus diesem durch Isomerisierung mittels Na-Phenolat hergestellten *cis-trans*-isomeren α,β -*Octennitrile*, $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{—CH}=\text{CH—CN}$, (Kp.₁₅ 78—80°, D.₂₀²⁴ 0,828, n_D²⁴ = 1,4408 u. Kp.₁₅ 88—90°, D.₂₀²⁴ 0,828, n_D²¹ = 1,4415) wurden verschied. Rkk. unterworfen. Mit Thioglykolsäure entstanden durch Einw. von HCl in äther. Lsg. Hydrochloride von Iminosäuren des Typus $\text{R—C(=NH)—S—CH}_2\text{—COOH}$, die aus A. umkryst. werden konnten, deren Bildungsgeschwindigkeit jedoch mit zunehmendem Mol.-Gew. des betreffenden Nitrils erheblich abnahm. Einer gleichen Erscheinung begegneten Vff. bei der Bromierung der angeführten Nitrile in Chloroform. Im Gegensatz zu den Annahmen von BRUYLANTS (Bull. Soc. chim. Belgique 31. [1922.] 227) u. HEM (Bull. Soc. chim. Belgique 39. [1930.] 458) addieren die β,γ -ungesätt. Nitrile Br_2 um so langsamer, je größer ihr Mol.-Gew. ist. Verss. zur Addition von (SCN)₂ an die ungesätt. Nitrile schlugen fehl. (Bull. Soc. chim. France, Mém. 10. [5.] 576—80. Nov./Dez. 1943. Paris, Fac. de Pharmacie.)

HEIMHOLD

J. P. Kass, Joseph Nichols und G. O. Burr, *Einige Derivate der Octadecensäuren*. I. Die *p*-Phenylphenacyl-ester. II. Die *S*-Benzylthiuroniumsalze. Es wurden die *p*-Phenylphenacyl-ester der Öl- (I), Elaidin- (II), Linol- (III), Linolelaidin- (IV), Linolen- (V), β -Elaöstearin- (VI) u. α -Tetrabromstearinsäure (VII) hergestellt. Trotz scharfer FF. zeigten nur die (bereits bekannten) Ester von I u. II die theoret. Jodzahl. — Auch die *S*-Benzylthiuroniumsalze der Säuren erwiesen sich als zur Identifizierung ungeeignet. Zur Zerlegung der Thiuroniumsalze wurde ein Verf. entwickelt, das die Bldg. von Mercaptanen vermeidet u. darin besteht, daß die Salze mit absol. alkohol. HCl erwärmt u. die gebildeten Ester mit PAe. extrahiert werden.

Versuche. FF. der *p*-Phenylphenacyl-ester u. (in Klammern) der *S*-Benzylthiuroniumsalze von I: 61—62° (134—134,5°). II: 72—73° (125—125,5°). III: 37—37,5° (trübe Schmelze, die bei 46,5—47° klar wird) (123,5—125°). IV: 73—75° (122—123°). V: 37,5—38° (klare Schmelze bei 38—39°) (122—124°). VI: 89—90° (115—130°). VII: 107—108° (129—130°). (J. Amer. chem. Soc. 64. 1061—62. 8/5. 1942. Peoria, Ill., Univ. Minnesota, Dep. of Botany.)

HÜTTEL

M. Badoche, *Einwirkung von Ammoniak auf die Weinsäureester. Tartramide. Verseifung von Tartramiden*. (Vgl. C. 1944. II. 3/3.) Bei der Umsetzung von *d*-Weinsäurediäthylester mit alkohol. NH_3 -Lsg. wurde ein Gemisch aus 30% *d*-Tartramid ($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_4\text{N}$, $[\alpha]_{\text{D}} = 198^\circ$, F. 218°) u. 85% *d*-Tartramid ($[\alpha]_{\text{D}} = 111,6^\circ$) erhalten. Unter denselben Bedingungen ergab der *d,l*-Weinsäurediäthylester ebenfalls *d,l*-Tartramid (F. 206°) u. *d,l*-Tartramid. Die Imide bilden charakterist. Ag- u. Hg-Salze u. liefern bei der alkal. Verseifung Alkalithreotartrate. Bei der Verseifung von *d*-Tartramid entstanden *d*-Weinsäure u. Mesoweinsäure, aus Mesotartramid in der gleichen Weise die rac. Säure u. Mesoweinsäure. (Bull. Soc. chim. France, Mém. 10. [5.] 507—08. Nov./Dez. 1943.)

HEIMHOLD

V. Prelog, V. Hahn, H. Brauchli und H. C. Beyerman, *Über Alkyl-(β -oxy- β -aryl-äthyl)-sulfide und Dialkyl-(β -oxy- β -aryläthyl)-sulfoniumsalze*. Durch Umsetzung von ω -Halogenacetophenonen mit Na-Alkylmercaptiden wird eine Reihe von Alkylphenacylsulfiden erhalten. Um dabei eine Red. zu den halogenfreien Acetophenonen zu vermeiden, darf nicht mit Mercaptanüberschuß gearbeitet werden. Na-Überschuß führt zur Bldg. höher sd. Nebenprodukte. Die Phenacylsulfide werden durch frisch hergestelltes Al-Isopropylat in guter Ausbeute zu den Alkyl-(β -oxy- β -aryläthyl)-sulfiden reduziert. Mit älteren Isopropylatpräpp. treten Nebenrkk. ein; so wird z. B. die Verb. XIII (vgl. Versuchsteil) als Wasserabspaltungsprod. des erwarteten sek. Alkohols erhalten. Sulfidketone mit phenol. OH-Gruppen lassen sich auch nach Veresterung der phenol. Hydroxyle mit Essigsäure oder Benzoesäure nach der MEERWEIN-PONNDORFSCHEN Meth. nicht red., weil unlösl. Al-Phenolate entstehen u. die Ester durch Al-Isopropylat leicht verseift werden. Alkyl-(β -oxy- β -phenyläthyl)-sulfide können auch durch Einw. von Na-Alkylmercaptiden auf β -Brom- α -phenyläthanol dargestellt werden. Mit GRIGNARDSCHEM Verb. werden aus den Alkylphenacylsulfiden in guter Ausbeute Sulfidalkohole mit einer tert. OH-Gruppe erhalten. Diese Sulfidalkohole können mit Methyl- bzw. Äthyljodid in die entsprechenden Sulfoniumjodide übergeführt werden. Durch Addition von Dimethylsulfat werden einige Sulfoniummethosulfate hergestellt. Im Gegensatz zu den Verb. mit 2 Äthylgruppen kristallisieren die Jodide, Chloride u. Methosulfate der Sulfoniumbasen mit 2 Methylresten gut. Aus den Sulfidketonen können durch Anlagerung von Alkyljodiden im allg. die entsprechenden Sulfoniumsalze nicht erhalten werden; als Reaktionsprod. entstehen Trialkylsulfoniumjodide. Bei der physiolog. Prüfung zeigten die Dimethyl-(β -oxy- β -phenyläthyl)- (XIV), Methyläthyl-[β -oxy- β -(*p*-methoxyphenyl)-äthyl]- (XV), Dimethyl-[β -oxy- β -(*m*, *p*-dimethoxyphenyl)-äthyl]-, Dimethyl- u. Diäthyl-(β -oxy- β -phenylpropyl)- (XVI bzw.

XVII) u. *Dimethyl-(β-oxy-β,β-diphenyläthyl)-sulfoniumsalze* Blutdrucksenkung am urethanisierten Kaninchen. *Dimethyl-(m,p-dioxyphenacyl)-sulfoniumsalz* bewirkt erhebliche Steigerung vom Typus der Analeptica. XIV, XV u. XVI wirken erst in hohen Konz. u. in geringem Ausmaße positiv inotrop am isolierten Froeschherzen, während die anderen Verbb. sich als negativ erweisen. Therapeut. Anwendbarkeit hat sich nicht ergeben.

Versuche: (Alle FF. korr.) *Methylphenacylsulfid* (I), C₉H₁₀OS: Zu Lsg. von 2,95 g Na in 50 cem CH₃OH rasch 8,1 g Methylmercaptan in 20 cem CH₃OH u. dann 20 g ω-Chloracetophenon geben, 2Stdn. zum Sieden erhitzen u. nach Stehen über Nacht aufarbeiten. Ausbeute an I 88%; Kp.₁₂ 131—137°, Kp._{0,3} 94—96°. *Phenylglyoxaldimethylmercaptal*, C₁₀H₁₂OS₂, als Nebenprod. bei der Darst. von I, offenbar aus einem Geh. des ω-Chloracetophenons an der ω,ω-Dichlorverbindung. Aus CH₃OH-Nadeln, F. 68°, ident. mit einem Präp. aus ω,ω-Dichloracetophenon. — *Äthylphenacylsulfid* (II), C₁₀H₁₂OS Kp._{0,2} 96—98°; Ausbeute 85%. — *Methyl-(p-methylphenacyl)-sulfid* (III), C₁₀H₁₂OS, Kp._{0,15} 92—95°, Ausbeute 79%. — *Äthyl-(p-methylphenacyl)-sulfid* (IV), C₁₁H₁₄OS, Kp._{0,15} 103—106°, Ausbeute 53%. — *Methyl-(p-methoxyphenacyl)-sulfid* (V), C₁₀H₁₂O₂S, aus CH₃OH flache Nadeln, F. 33°, Ausbeute 94%. — *Äthyl-(p-methoxyphenacyl)-sulfid* (VI), Kp.₁₁ 181°, Ausbeute 50%. — *Methyl-(3,4-dioxyphenacyl)-sulfid* (VII), C₉H₁₀O₃S, Ausbeute 85° F. 110° (aus Bzl.). *Diacetylverb.*, C₁₃H₁₄O₆S, F. 97—98° (aus A.) — *Äthyl-(3,4-dioxyphenacyl)-sulfid* (VIII), C₁₀H₁₂O₃S, F. 94—94,5° (aus Bzl.). *Dibenzoylverb.*, C₂₄H₂₀O₅S, schwach gelbliche Säulen, F. 107,5—108,5°. — *Methyl-(3,4-dimethoxyphenacyl)-sulfid* (IX), C₁₁H₁₄O₅S, F. 53° (aus CH₃OH), Ausbeute 53%. — *Methyl-(α-benzoyläthyl)-sulfid* (X), aus α-Brompropionphenon, Kp._{0,2} 86—88°, Ausbeute 82%. — *Äthyl-(α-benzoyläthyl)-sulfid* (XI), C₁₁H₁₄OS, Kp._{0,3} 100—102°, Ausbeute 87%. — *Methyl-β-naphthacylsulfid* (XII), C₁₃H₁₂OS, aus ω-Chlor-β-acetonaphthon, aus CH₃OH feine Nadeln oder Blättchen, F. 41°, Ausbeute 59%. Daneben β-Naphthylglyoxaldimethylmercaptal, C₁₄H₁₄OS₂, aus CH₃OH Nadeln, F. 93°. — *Methyl-(β-oxy-β-phenyläthyl)-sulfid*, C₉H₁₂OS: 1. 10 g I in 180 cem Bzl. mit 12 g Al-Isopropylat so lange (12—16 Stdn.) erhitzen, bis die Rk. mit 2,4-Dinitrophenylhydrazin negativ ist. Farbloses u. fast geruchloses Öl, Kp.₁₂ 141—142°; Ausbeute 88%. 2. zu Na-Methylmercaptidlg. aus 1,15 g Na, 50 cem A. u. 5 g CH₃SH 10 g β-Brom-α-phenyläthanol tropfen u. 4 Stdn. kochen; Ausbeute 70%. — *Äthyl-(β-oxy-β-phenyläthyl)-sulfid*, C₁₀H₁₄OS, 1. aus II in 58% ig. Ausbeute, Kp._{0,1} 96—101°; 2. aus β-Brom-α-phenyläthanol, Ausbeute 81%. — *Äthyl-(β-oxy-β-phenyläthyl)-sulfoxyd*, C₁₀H₁₄O₂S, aus vorst. in Eisessig mit 27% ig. H₂O₂-Lsg., aus A. Prismen, F. 102,5°. — *Methyl-(β-oxy-β-p-tolyläthyl)-sulfid*, C₁₀H₁₄OS, aus III, Kp._{0,2} 95—96°; Ausbeute 79%. — *Äthyl-(β-oxy-β-p-tolyläthyl)-sulfid*, C₁₁H₁₆OS, aus IV, Kp._{0,2} 98—99°; Ausbeute 77%. — *Äthyl-[β-oxy-β-(p-methoxyphenyl)-äthyl]-sulfid*, aus VI, Kp._{0,5} 125—126°, Ausbeute 57%. — *Methyl-[β-oxy-β-(m,p-dimethoxyphenyl)-äthyl]-sulfid*, C₁₁H₁₆O₃S, aus VII, aus CH₃OH, F. 71°; Ausbeute 94%. — *Methyl-(β-oxy-β-phenylisopropyl)-sulfid*, C₁₀H₁₄OS, aus X, Kp._{0,3} 85—87°; Ausbeute 85%. — *Äthyl-(β-oxy-β-phenylisopropyl)-sulfid*, C₁₁H₁₆OS, aus XI, Kp._{0,1} 86—88° Ausbeute 84%. — *Methyl-(β-oxy-β-naphthyl-(2)-äthyl)-sulfid*, aus XII; da die Reinigung mit Schwierigkeiten verbunden ist, wird die in einem „molecular still“ bei 130—170° (0,1 mm) erhaltene Fraktion direkt zur Herst. der Sulfoniumsalze verwendet. — ω-(*Methylthio*)-p-methoxystyrol (XIII), C₁₀H₁₂OS, aus V mit einem einige Monate alten u. etwa zers. Al-Isopropylat-Präp. in Isopropylalkohol; aus CH₃OH-Krystalle, F. 73°. — *Methyl-(β-oxy-β-phenylpropyl)-sulfid*, C₁₀H₁₄OS, aus I mit CH₃MgJ in Ä. (2 Stdn. kochen), Kp.₁₂ 138—139°; Ausbeute 75%. — *Äthyl-(β-oxy-β-phenylpropyl)-sulfid*, aus II, Kp.₁₂ 130—150°, Ausbeute 77%. — *Methyl-(β-oxy-β,β-diphenyläthyl)-sulfid*, aus I mit C₆H₅MgBr, nichtflüchtiges Öl, das sich bei Hochvakuumdest. zersetzt; Ausbeute 83%. — *Äthyl-(β-oxy-β,β-diphenyläthyl)-sulfid*, C₁₈H₁₈OS, aus II mit C₆H₅MgBr, aus P.Ae. feine Nadeln, F. 41,5°. Die *Sulfoniumjodide* werden durch Umsetzung der Sulfide mit überschüssigem CH₃J bzw. C₂H₅J bei Zimmertemp. u. im Dunkeln hergestellt; CH₃J wird daher mit 1—2 Vol. Aceton verd., C₂H₅J unverdünnt angewendet. Die Umsetzungen mit CH₃J dauern 1—3 Tage, die mit C₂H₅J 2—3 Wochen. Die Darst. der *Sulfoniummethosulfate* erfolgt durch Umsetzen mit äquimol. Mengen Dimethylsulfat in 10% ig. benzol. Lsg. bei Zimmertemp., die der *Sulfoniumpikrate* durch Umfällen der Halogenide oder Methosulfate mit Na-Pikrat in wss. Lösung. *Dimethyl-(β-oxy-β-phenyläthyl)-sulfoniumjodid*, C₁₀H₁₅OJS, aus A. Nadeln, F. 132,5—133,5° (Zers.). *Chlorid*, C₁₀H₁₅OClS, aus A. Aceton oder CH₃OH-Ä. Krystalle, F. 131—132° (Zers.). *Methosulfat*, C₁₁H₁₅O₂S₂, aus CH₃OH, F. 88°. *Pikrat*, C₁₈H₁₇O₈N₃S, aus W. gelbe Prismen, F. 123—124°. — *Diäthyl-(β-oxy-β-phenyläthyl)-sulfoniumpikrat*, C₁₈H₂₁O₈N₃S, aus W. gelbe Prismen, F. 103,5—104,5°. Das Jodid u. Chlorid konnten nicht zur Krystallisation gebracht werden. — *Dimethyl-(β-oxy-β-p-tolyläthyl)-sulfoniumjodid*, Nadeln, F. 152 bis

153° (Zers.). Chlorid, C₁₁H₁₇OClS, aus A.-Aceton Pyramiden, F. 138—139° (Zers.). Pikrat, C₁₇H₁₉O₈N₃S, aus W. gelbe Nadeln, F. 154—155°. — Diäthyl-(β-oxy-β-p-tolyl-äthyl)-sulfoniumpikrat, C₁₉H₂₃O₈N₃S, aus W. gelbe Prismen, F. 125°. Jodid u. Chlorid krystallisierten nicht. — Methyläthyl-[β-oxy-β-(p-methoxyphenyl)-äthyl]-sulfoniumjodid, C₁₂H₁₉O₂JS, aus CH₃OH-Ä. Krystalle, F. 126,5° (Zers.). Chlorid aus wss. CH₃OH nach Übersichten mit Ä. als Monohydrat C₁₂H₂₁O₃ClS, F. 80° (Zers.). Methosulfat, C₁₃H₂₂O₆S₂, aus CH₃OH-Ä. Prismen, F. 117°. — Dimethyl-[β-oxy-β-(m,p-dimethoxyphenyl)-äthyl]-sulfoniumjodid, C₁₂H₁₉O₃JS, aus CH₃OH, F. 139—140°. Chlorid, aus CH₃OH-Aceton, F. 144°; hygroskopisch. — Dimethyl-(β-oxy-β-phenylisopropyl)-sulfoniumpikrat, C₁₇H₁₉O₈N₃S, aus W. gelbe Prismen, F. 96,5—97,5°. Jodid u. Chlorid bilden Gemische zweier diastereomerer Verb. u. lassen sich nicht krystallin erhalten, ebenso bei den Diäthyl-(β-oxy-β-phenylisopropyl)-sulfoniumverb.; Pikrat, C₁₉H₂₃O₈N₃S, aus W. kleine gelbe Prismen, F. 74—76°. — Dimethyl-[β-oxy-β-naphthyl-(2)-äthyl]-sulfoniumchlorid, C₁₄H₁₇OClS, aus A.-Ä. feine Nadelchen, F. 150—155° (Zers.). Jodid zersetzlich. Pikrat, C₂₀H₁₉O₈N₃S, aus A.-Ä. gelbe Nadeln, F. 169—170°. — Dimethyl-(β-oxy-β-phenylpropyl)-sulfoniumjodid, C₁₁H₁₇OJS, aus CH₃OH-Ä., F. 125—126,5° (Zers.). Chlorid, C₁₁H₁₇OClS, aus CH₃OH-Ä., F. 128° (Zers.). — Diäthyl-(β-oxy-β-phenylpropyl)-sulfoniumjodid, C₁₃H₂₁OJS, aus CH₃OH-Ä., F. 117°. Pikrat, C₁₉H₂₃O₈N₃S, aus CH₃OH, F. 96° (Zers.). — Dimethyl-(β-oxy-β-diphenyläthyl)-sulfoniumjodid, C₁₆H₁₉OJS, aus CH₃OH-Ä. feine Nadelchen, F. 152—153° (Zers.). Chlorid, C₁₆H₁₉OClS, aus CH₃OH-Ä., F. 173° (Zers.). — Diäthyl-(β-oxy-β-diphenyläthyl)-sulfoniumjodid, C₁₈H₂₃OJS, aus CH₃OH-Ä. große rhombenformige Krystalle, F. 158—160° (Zers.). Chlorid, C₁₈H₂₃OClS, aus CH₃OH-Ä. Prismen, F. 167,5° (Zers.). — Dimethyl-(m,p-dioxyphenacyl)-sulfoniumjodid, aus A. Prismen, F. 130—130,5°. Chlorid, C₁₀H₁₃O₃ClS, aus A. perlmutterglänzende Blättchen, F. 151,5—152,5°. — Dimethyl-(m,p-dimethoxyphenacyl)-sulfoniumjodid, C₁₂H₁₇O₃JS, aus CH₃OH, F. 107—108°. — Dimethyl-(p-methoxystyryl)-sulfoniumjodid aus XIII mit CH₃J, aus CH₃OH Prismen, F. 125—126° (Zers.). Chlorid, C₁₁H₁₅OClS, aus CH₃OH-Ä. Blättchen, F. 142—143° (Zers.). (Helv. chim. Acta 27. 1209—24. 1944. Zürich, Eidgen. Techn. Hochschule, Organ. chem. Labor. u. Zagreb, Kaštel A. G., Wissenschaftl. Labor.)

ERBE

R. W. Bost und H. C. Schultze, Schwefelstudien. XVIII. Sulfoniumderivate des p-Phenylphenacylbromids. (XVII. vgl. C. 1941. II. 3180.) p-Phenylphenacylbromid (I) reagiert mit Dialkylsulfiden unter Bldg. von Sulfoniumbromiden (II), die durch Einw. von Silbersalzen in die Salze anderer Säuren übergeführt werden können. Im allg. sind die Sulfoniumsalze starker Säuren beständig, während die schwacher Säuren unbeständig u. schwer isolierbar sind. Mit H₂S zerfallen letztere in Dialkylsulfid u. p-Phenylphenacylmercaptan (C₆H₅·C₆H₄·CO·CH₂·S(R)R'+X⁻ (II)+H₂S = C₆H₅·C₆H₄·CO·CH₂SH + RSR' + HX (X = Acetat-, Benzoat-, Salicylat- u. Sulfanilamid-Ion.) Vermutlich verläuft die Rk. über das p-Phenylphenacylsulfoniumhydrosulfid. — Beim Umsatz von I mit Methyl-n-butylsulfid in absol. Methanol entsteht Dimethyl-n-butylsulfoniumbromid.

Versuche. 0,05 Mol Dialkylsulfid in 50 ccm absol. Methanol mit 0,05 Mol. I 1—2 Stdn. erhitzen, dann mit Ä. das p-Phenylphenacylsulfoniumbromid ausfällen. Überführung in das Nitrat, Sulfat, Benzolsulfonat u. Sulfanilat durch Behandlung des Bromids mit den entsprechenden Silbersalzen in Methanol u. Entfernung des überschüssigen Ag mit H₂S. Schmelzpunkte:

R, R'	p-Phenylphenacylsulfonium-			
	bromid	nitrat	bisulfat	sulfanilat
Dimethyl	148°	136	—	166
Diäthyl	131	125	157	139
Di-n-propyl	117	118	152	Öl
Di-n-butyl	96—107	138	172	Öl
Methyläthyl	139	134	155	163
Methyl-n-propyl	131	121	Öl	158
Methyl-n-butyl	119	137	168	146
Diallyl	72	—	—	—

Bei Verss., auf entsprechendem Wege die Acetate, Benzoate Salicylate u. Sulfanilamido-deriv. darzustellen, wurde p-Phenylphenacylmercaptan erhalten. F. 109° (aus Aceton oder Methanol). Dinitrophenylhydrazon, F. 159°. (J. Amer. chem. Soc. 64. 1165—67. 8/5. 1942. Chapel Hill, N. C., Univ.)

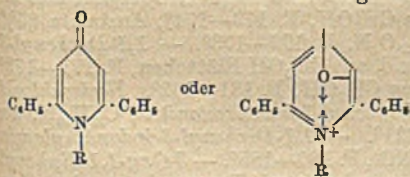
HÜTTEL

D. S. Tarbell und J. W. Wilson, *Die Umlagerung der 4-Crotyloxy-3,5-dichlorbenzoesäure*. (Vgl. C. 1943. I. 1879.) Erhitzen von 4-Crotyloxy-3,5-dichlorbenzoesäure (I) auf etwa 170° gibt 4-Crotyl-2,6-dichlorphenol (II) ohne Verlagerung der Haftstelle des Crotylrestes an das γ -Kohlenstoffatom. In Ggw. von Dimethylanilin bleibt die Umlagerung aus. Die Struktur von II wurde durch Hydrierung u. Vgl. des Reaktionsprod. mit synth. 4-n-Butyl-2,6-dichlorphenol (III) u. 4-sek.-Butyl-2,6-dichlorphenol (IV) bestimmt. — 2,6-Dichlorphenylallyläther lagert sich langsamer um als I u. liefert dabei 4-Allyl-2,6-dichlorphenol u. unter Bldg. von HCl 2-Allyl-6-chlorphenol. Letzteres, das in intermol. Rk. entstanden sein muß, wurde mit synth. Material verglichen.

Versuche: 4-Crotyloxy-3,5-dichlorbenzoesäure (I), aus 3,5-Dichlor-4-oxybenzoesäureäthylester u. Crotylbromid durch längeres Kochen mit NaOH in wss. Aceton. Nach häufigem Umkryst. aus PAe., Bzl. oder A., F. 150—152°. 2,6-Dichlor-4-carboxyphenoxysäure, aus I u. KMnO₄ in sodaalkal. Lösung. F. 248—250°. — Umlagerung von I durch 1 $\frac{1}{2}$ std. Erhitzen auf 165—175°. Der Bicarbonatauszug des Reaktionsprod. gab etwas hochschmelzende Substanz, wahrscheinlich 3,5-Dichlor-4-oxybenzoesäure. Als Hauptprod. entstand 4-Crotyl-2,6-dichlorphenol (II), Kp.₃ 117—121°. Phenylurethan, F. 149—150°. Beim Erhitzen von I in Dimethylanilin auf 152—155° (20 Min.) fand keine Umlagerung statt. — Darst. von 4-n-Butyl-2,6-dichlorphenol (III): 2,6-Dichlorphenylbuttersäureester, aus 2,6-Dichlorphenol u. Buttersäureanhydrid in Pyridin. Kp.₃ 118—119°. 3,5-Dichlor-4-oxybutyrophenon, aus dem Ester u. AlCl₃ bei 140—150°. F. 96—97°. CLEMMENSEN-Red. lieferte III, Kp.₃ 112—115°. Phenylurethan, F. 143 bis 144°. α -Naphthylurethan, F. 142—143°. Die Substanz ist ident. mit dem Hydrierungsprod. von II. — Darst. von 4-sek.-Butyl-2,6-dichlorphenol (IV): 2,6-Dichlorphenyl-essigsäureester, Kp.₁₇ 125—126°. 3,5-Dichlor-4-oxyacetophenon, F. 164—165,5°. 2-(3',5'-Dichlor-4'-oxyphenyl)-butanol-(2), aus vorst. Keton u. Äthylmagnesiumbromid (l. c.). F. 116—117°. Das Carbinol wurde durch Erhitzen auf 185° mit etwas Jod dehydratisiert u. das Reaktionsprod. destilliert. Kp.₁₇ 161—163°. Katalyt. Hydrierung ergab IV, F. 68—70°. Phenylurethan, F. 100—101°. — 2,6-Dichlorphenylallyläther, aus 2,6-Dichlorphenol u. Allylbromid mit K₂CO₃ in Methyläthylketon. Kp.₂ 89—90°. Umlagerung durch 1 $\frac{1}{2}$ std. Erhitzen auf 193—200° unter N₂: 4-Allyl-2,6-dichlorphenol, Kp.₃ 104—108°, F. 33—35°; 2-Allyl-6-chlorphenol, Kp.₁ 61—63°. α -Naphthylurethan, F. 125—126°. — Die Substanz wurde auch durch Umlagerung von o-Chlorphenylallyläther (Kp.₁₅ 108—110°) dargestellt. (J. Amer. chem. Soc. 64. 1066—70. 8/5. 1942. Rochester, N. Y., Univ.)

HÜTTEL

Janine Chauvelier, *Über das Bisphenäthynylketon*. Aus Bisphenäthynylketon, C₆H₅C \equiv C \cdot CO \cdot C \equiv C \cdot C₆H₅, das bereits von LIANG beschrieben wurde, ließ sich ein n. Semicarbazon herstellen. Mit Organo-Mg-Verbb. kondensierte es sich n. u. mit NH₃ oder aliphat. u. aromat. Aminen reagierte es bei gewöhnlicher Temp. unter Bldg. eines Imins der Formel C₆H₅ \cdot C \equiv C \cdot C (= N \cdot R) \cdot C \equiv C \cdot C₆H₅ (R = H, Alkyl, C₆H₅). Beim Erhitzen auf 150° in wss. alkohol. Lsg. hydratisierten sich diese Imine u. führten zu Pyridonen, die man direkt durch Erhitzen des Amins mit dem Keton in wasser-



freien Milieu auf 150° erhalten konnte. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5.] 11. 100. März/April 1944.)

POETSCH

L. Zechmeister und A. L. LeRosen, *Stereoisomere Diphenylloktetraene*. Beim Kochen, Schmelzen, Bestrahlen oder Behandeln mit Jod in benzol. Lsg. wird gewöhnliches, chromatograph. einheitliches (trans-trans-trans-trans-1,8-Diphenylloktetraen (I) zum Teil isomerisiert. Bei Chromatographie des Prod. werden 3, unter Umständen auch 5, getrennte, im UV-Licht fluoreszierende Zonen erhalten, deren oberste das unveränderte I enthält. Mengenmäßig machen die darunter adsorbieren beiden hauptsächlich gebildeten Isomeren 15 bzw. 2% aus. Alle cis-Doppelbindungen enthaltenden Isomeren unterliegen beim Aufbewahren ihrer Lsgg. bei Zimmertemp. der Rückumwandlung in I; diese Rk. kann chromatograph. u. photometr. verfolgt werden. Die durch Adsorptionsanalyse erhaltenen Proben enthalten stets gewisse Mengen an I, die sich dauernd erhöhen. Aus diesem Grunde ist eine Reindarstellung eines der Isomeren vorerst nicht gelungen. Es kann jedoch gezeigt werden, daß keine andere als eine räumliche Veränderung des I-Mol. erfolgt ist. Bei einminütiger Bestrahlung der Isomeren mit einer Quarzlampe erfolgt eine ähnliche, nur rascher verlaufende Rückumwandlung in die stabile Form I. Auf Grund ster. Modellbetrachtungen wird den in

größerer Menge gebildeten beiden Isomeren trans-cis-trans-trans- bzw. trans-cis-cis-trans-Konfiguration zugeschrieben. Sobald eine endständige Doppelbindung cis-Konfiguration besitzt, liegen infolge von ster. Hinderung bes. instabile Systeme vor, zu denen offenbar die zwei weiteren in geringen Mengen entstandenen Isomeren gehören. (J. Amer. chem. Soc. 64. 2755—59. Dez. 1942. Pasadena, Cal., Inst. of Technol., Gates and Crellin Labor. for Chem.)

ERBE

Paul E. Gagnon, L. Gravel und Louis-Philippe Amiot, *Beitrag zur Untersuchung von 1,1-Diphenylindan und seinen Derivaten. Synthese von 1,1-Diphenyl-3-indanessigsäure und 1,1-Diphenyl-3-indennessigsäure.* Durch Bromierung von 1,1-Diphenylindan wird ein *Monobromid* (I) erhalten, das mit CH₃OH u. A., Piperidin, p-Toludin u. Anilin kondensiert wird. Beim Behandeln mit wss. K₂CO₃-Lsg. liefert I *1,1-Diphenylindan* (II) neben einer kleinen Menge *1,1-Diphenyl-3-indanyläther* (III). Das als Zwischenprod. erwartete 3-Oxy-1,1-diphenylindan kann nicht gefaßt werden; offenbar erfolgt sofort W.-Abspaltung zu II bzw. III. Durch Kondensation von I mit Na-Äthylmalonat wird *1,1-Diphenyl-3-indanmalonsäureäthylester* u. daraus nach Verseifung *1,1-Diphenyl-3-indanessigsäure* (IV) erhalten. Zum Konstitutionsbeweis wird IV direkt aus 3,3-Diphenyl-1-indanon durch REFORMATSKI-Synth. mit Bromessigester hergestellt. Damit ist auch die 3-Stellung des Br in I u. seinen Folgeprod. bewiesen. Für die als Vorstufe aus dem prim. entstandenen 3-Oxy-1,1-diphenyl-3-indanessigester durch W.-Abspaltung erhaltene *1,1-Diphenyl-3-indennessigsäure* bzw. deren Ester kann mit Sicherheit eine β,γ-Doppelbindung angenommen werden, weil es nicht gelingt, cis-trans-Isomere zu isolieren, die bei Ausldg. einer α,β-Doppelbindung hätten entstehen müssen. Die Annahme einer β,γ-ungesätt. Verb. erscheint auch aus Analogiegründen berechtigt.

Versuche (alle FF. unkorrt.): *3-Brom-1,1-diphenylindan* (I), C₂₁H₁₇Br, aus 1,1-Diphenylindan (F. 67°) in CS₂ mit Br₂ in der Siedehitze, aus Essigsäure, F. 87—88°, Ausbeute 86%. — *3-Methoxy-1,1-diphenylindan*, C₂₂H₂₀O, aus I mit CH₃OH, F. 101 bis 102°. — *3-Äthoxy-1,1-diphenylindan*, C₂₃H₂₂O, F. 70—71°. — *3-Piperidyl-1,1-diphenylindan*, C₂₆H₂₇N, aus I mit Piperidin in Bzl. (1/2 Stde., W.-Bad), aus CH₃OH, F. 108—109°. *Chlorhydrat*, F. 253—255°. — *N-Phenyl-1,1-diphenyl-3-indanamin*, C₂₇H₂₅N, aus I mit Anilin (15 Min., W.-Bad), aus Eisessig, F. 125—126°. *Chlorhydrat*, F. 213—214°. — *N-p-Tolyl-1,1-diphenyl-3-indanamin*, C₂₈H₂₅N, aus PAe., F. 124—125°. *Chlorhydrat*, F. 218—219°. — *1,1-Diphenyl-3-indanyläther*, (III), C₄₂H₃₄O, aus I mit 4%ig. wss. K₂CO₃ (4 Stdn.), aus Bzl. u. Essigsäure, F. 192—195°, neben II. — *1,1-Diphenylindan* (II), aus I mit 48%ig. HBr (3 Stdn.) in 77%ig. Ausbeute, F. u. Misch. F. 90—91°. — *1,1-Diphenyl-3-indanmalonsäureäthylester*, C₂₈H₂₆O₄, aus I mit Na-Malonester in Toluol (3 Stdn.), Kp., 268°. — *1,1-Diphenyl-3-indanmalonsäure*, C₂₄H₂₀O₄, aus Toluol, F. 160°; Ausbeute (aus I) 83%. *Ag-Salz*, C₂₄H₁₈O₄Ag₂. *p-Nitrobenzylester*, C₃₈H₃₀O₈N₂, aus Essigsäure u. A., F. 73—75°. — *1,1-Diphenyl-3-indanessigsäure* (IV), C₂₃H₂₀O₂, aus der Malonsäure durch Erhitzen auf 170—180°, aus CH₃OH, F. 173—174°, Ausbeute 85%. *Ag-Salz*, C₂₃H₁₉O₂Ag. *p-Nitrobenzylester*, C₂₆H₂₂O₄N, F. 172—173°. — *1,1-Diphenyl-3-indanacetanilid*, C₂₉H₂₅ON, aus IV über das Chlorid, aus CH₃OH Blättchen, F. 171—172°. — *1,1-Diphenyl-3-indanacetamid*, C₂₃H₂₁ON, aus CH₃OH, F. 181—182°. *Hydrochlorid*, C₂₃H₂₁ON·HCl, aus A., F. 191—192°. — *1,1-Diphenyl-3-indanacetnitril*, C₂₃H₁₉N, aus dem Amid mit SOCl₂, aus CH₃OH, F. 120—121°. — *1,1-Diphenyl-3-indanäthylamin*, aus dem Nitril mit Na in A.; *Chlorhydrat*, C₂₃H₂₄NCl, F. 180—185°. — *3-Oxy-1,1-diphenyl-3-indanessigsäureäthylester*, C₂₅H₂₄O₂, aus Diphenylindanon mit Bromessigester bei Ggw. von jodaktiviertem Zn in Bzl.-Toluol (3 Stdn.), aus PAe. oder A., F. 93—94°. — *1,1-Diphenyl-3-indennessigsäureäthylester*, C₂₅H₂₂O₂, aus vorst. in Toluol mit HCl-Gas, aus CH₃OH, F. 80—81°. — *1,1-Diphenyl-3-indennessigsäure*, C₂₃H₁₈O₂, aus Essigsäure u. CH₃OH, F. 178—179°. *Ag-Salz*, C₂₃H₁₇O₂Ag. *p-Nitrobenzylester*, C₃₀H₂₂O₄N, F. 142 bis 143°. — IV, aus vorst. u. aus vorvorst. Äthylester durch Hydrierung über PtO₂, ident. mit der aus I dargestellten Verbindung. (Canad. J. Res., Sect. B. 22. 32—44. März 1944. Quebec, Laval Univ., Dep. of Chem.)

ERBE

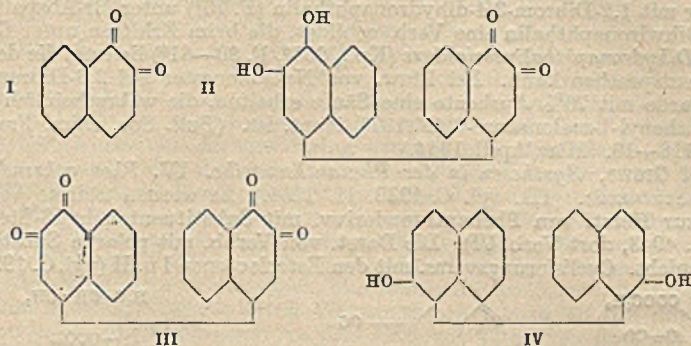
Oliver Grummitt und Allen C. Buck, *Synthese von 1-Methylnaphthalin.* In guter Ausbeute konnt 1-Methylnaphthalin über die Zwischenstufen des 1-Chlormethylnaphthalins u. 1-Naphthylcarbinylmagnesiumchlorids synthetisiert werden.

Versuche: *1-Chlormethylnaphthalin.* Nach einem modifizierten Verf. nach CAMBRON (C. 1939. I. 4037) durch Erhitzen eines Gemisches von Naphthalin, Paraformaldehyd, Eisessig, konz. HCl u. 85%iger Phosphorsäure auf 80—85° für 6 Stunden. Nach dem Waschen u. Trocknen des Reaktionsprod. Dest. bei vermindertem Druck. Ausbeute 70—72%. — *1-Naphthylcarbinylmagnesiumchlorid*, durch Zutropfenlassen einer Lsg. des Chlormethylnaphthalins in Ä. zu einem Gemisch von Mg u. Ä. unter Rühren. Nach Zufügen der äther. Lsg. wurde das Gemisch gerührt u. 1 Std. lang er-

hitzt. Ausbeute an Grignardverb. 88—92%. Liefert mit Phenylisocyanat *1-Naphthylacetanilid* (F. 156—157°), mit HgCl₂ *1-Naphthylcarbinylmercurichlorid*, C₁₁H₉ClHg, F. 126—128°, mit 1-Naphthylisocyanat *1-Naphthyl-1-acetonaphthalid*, C₂₁H₁₇ON, F. 175 bis 177°. — *1-Methylnaphthalin*. Durch Hydrolyse der Grignardverb. unter Zusatz von NH₄Cl-Lsg. u. Istd. Erhitzen am Rückflußkühler. Kp. 238—240°, 80% Ausbeute, n_D²⁵=1,6140 ± 0,0002, D₄²⁵=1,0163 ± 0,0002. (J. Amer. chem. Soc. 65. 295—96. Febr. 1943. Cleveland, Ohio.)

POETSCH

A. Leman und Michel Delannoy, *Über die Oxydation des β-Naphthols ohne Kernabbau*. Die Oxydation des β-Naphthols mit KMnO₄ in schwefelsaurer Lsg. verbraucht 7 Atome Sauerstoff, wenn man in der Wärme 1 Mol., in der Kälte 5 Moll. H₂SO₄ auf 1 Mol. β-Naphthol einsetzt. Bei der gemäßigten Oxydation des β-Naphthols sind die



Chinone I, II u. III wahrscheinlich keine zwangsläufigen Zwischenprodukte. Die Verb. IV, die aus β-Naphthol durch Oxydation mit FeCl₂ leicht hergestellt werden kann, ließ sich wegen ihrer Unbeständigkeit gegenüber KMnO₄ nicht nachweisen. (Bull. Soc. chim. France, Mém. 10. [5.] 509. Nov./Dez. 1943.)

HEIMHOLD

Francis Earl Ray und George Leo Bowden jr., *Gemischte β-Naphthylthioäther*. *β-Naphthyl-n-hexylsulfid*, C₁₈H₂₀S. Durch Mischen von β-Thionaphthol mit Na-Äthylat u. langsames Zugeben von n-Hexylbromid. Nach Istd. Erhitzen auf dem W.-Bad wurde das NaBr abfiltriert u. die alkoh. Lsg. destilliert. Hellgelbes Öl, Kp.₂₀ 160°. — *β-Naphthyl-n-heptylsulfid*, C₁₇H₂₂S. Analog mit Heptylbromid. F. 34°. — *β-Naphthylthiophenylphenylmethan*, C₂₃H₂₂S. Durch Zusatz von β-Thionaphthol in Bzl. zu einer Lsg. von Phenylphenylchloromethan in thiophenfreiem Bzl. u. 2std. Kochen am Rückflußkühler. Aus Eisessig Nadeln F. 155°. Verss. zur Darst. einer Sulfoniumverb. mit Dimethylsulfat schlugen fehl. — *β-Naphthylsulfanylphenylphenylmethan*, C₂₀H₂₂OS. Aus vorigem mit 30%igem H₂O₂ in Eisessig. F. 220°. (J. Amer. chem. Soc. 65. 297. Febr. 1943. Cincinnati, Ohio, Univ.)

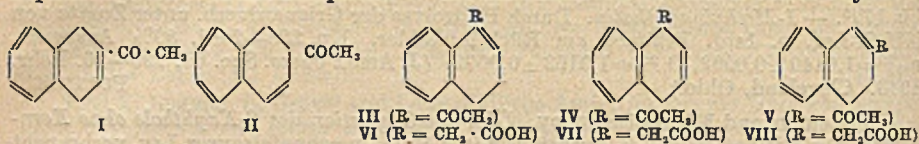
POETSCH

Donald Price und Everette L. May, *Fettsäurederivate der Salicylsäure und des α-Naphthols*. *2-Capryloxybenzoesäuremethylester*, C₁₈H₂₆O₄. Aus Salicylsäuremethylester mit Caprylchlorid bei 200—225°. Kp.₁₂ 217—219°, n_D²⁵=1,4888: 71% Ausbeute. — *4-Caprylsalicylsäuremethylester*, C₁₈H₂₆O₄. Aus vorigem durch FRIEßsche Verschiebung in PAe. Aus PAe. F. 66,5—67,5° — *4-Caprylsalicylsäure*, C₁₇H₂₄O₄. F. 120,5—121,5°. — *Caprylsäure-α-naphthylester*, C₁₈H₂₂O₂. Nach STOUGHTON (C. 1935 I. 2170). Kp.₁ 156 bis 157°. n_D²⁵=1,5442. — *2-Caprylyl-α-naphthol*, C₁₈H₂₂O₂. Aus vorigem nach STOUGHTON (l. c.). F. 68—68,5° (J. Amer. chem. Soc. 65. 297. Febr. 1943. Harrison, N. J., National Oil Products Co.)

POETSCH

M. Mousseron und Nguyen Phuoc Du, *Einige Reaktionen des 1,4- und 3,4-Dihydronaphthalins*. Die Arbeit befaßt sich mit der Einw. von Acetylchlorid auf die 1,4- u. 3,4-Dihydronaphthaline u. mit der Enthalogenierung von Dibromdihydronaphthalinen mit Na-Malonester. — Bei der Rk. von Acetylchlorid mit 1,4-Dihydronaphthalin (Kp. 212°, F. 25°) entsteht zunächst ein α-chloriertes Keton, das weiter durch HCl-Abspaltung in ein Keton mit α- oder β-Äthylenbindung übergeht. 1,3 g des Dihydronaphthalins wurden mit 3,9 g Acetylchlorid u. 0,5 g SnCl₄ nach COLONGE u. MOSTAFAYI (C. 1939. II. 68 u. 1941. II. 2199) umgesetzt u. das entstandene Chlorketon mit Dimethylanilin zur HCl-Abspaltung behandelt. In 25%ig. Ausbeute wurde ein Keton der Formel I oder II vom Kp.₁₅ 170° (*Semicarbazon*, F. 185°) erhalten, das bei der Oxydation mit Alkalihypochochlorit 1,4-Dihydronaphthalin-2-carbonsäure (F. 159—160°) lieferte. 3,4-Dihydronaphthalin (Kp. 106°) bildete bei analoger Behandlung ein Keton vom Kp.₁₅

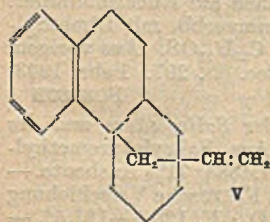
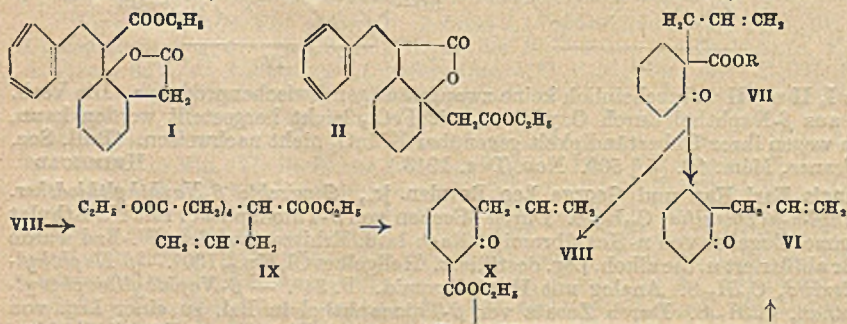
173—175° (*Semicarbazon*, F. 176—177°), das den Formeln III, IV oder V entsprechen kann u. bei der Oxydation in eine Säure vom F. 118° überging, die der 3,4-Dihydronaphthalin-2-carbonsäure entspricht. — Bei der Einw. von Na-Malonsäurediäthylester



auf 2,3-Dibrom-1,4-dihydronaphthalin (F. 78°) fand keine Additionsrk. statt, sondern unter HBr-Abspaltung bildete sich Naphthalin. Dagegen wurde bei der Rk. von Na-Malonester mit 1,2-Dibrom-3,4-dihydronaphthalin (F. 70°) unter Br-Abspaltung neben 75% 3,4-Dihydronaphthalin eine Verb. gebildet, die beim Erhitzen unter CO₂-Abspaltung eine *Dihydronaphthalinessigsäure* (Kp.₁₅ 255°, F. 80—81°) lieferte, die den Formeln VI—VIII entsprechen kann. Bei Einw. von Na-Malonester auf 2,3-Dibromnaphthalin (F. 84°) wurde mit 70% Ausbeute eine Säure erhalten, die wahrscheinlich mit Octahydronaphthalenyl-1-malonsäure-3 (F. 187°) ident. ist. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5.] 11. 118—19. März/April 1944.)

POETSCH

Rudolf Grewe, *Synthesen in der Phenanthrenreihe*. IV. *Phenanthrenderivate mit angularer Seitenkette*. (III. vgl. C. 1939 II. 1055.) Es werden weitere Vers. unternommen zur Herst. von Phenanthrenderiv. mit Substituenten in 13-Stellung (vgl. C. 1939. I. 4943, dort Verb. VI). Die Darst. von Verb. mit polaren Substituenten in 13 gelingt nicht. Cyclisierungsverss. mit den Esterlactonen I u. II (vgl. C. 1939. I. 3167,



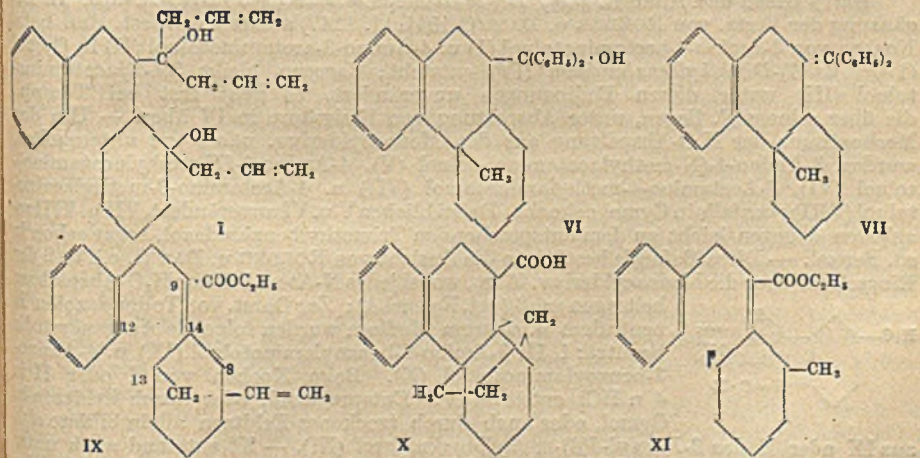
dort Verb. VIII) sind erfolglos. Die Cyclisierung von 2-(β-Dimethylaminoäthyl)-1-(β-phenyläthyl)-cyclohexanol (III) mit H₃PO₄ führt zum 1-substituierten Phenanthrenderiv. IV. Dagegen kann 2-Allyl-(β-phenyläthyl)-cyclohexanol mit H₃PO₄ in eine Verb. C₁₇H₂₂ übergeführt werden, die als 13-Allyl-*asymm.*-oktahydrophenanthren (V) anzusprechen ist; mit Benzopersäure ist in V eine Doppelbindung nachweisbar. Bei langem Kochen über Pd-Mohr tritt keine Veränderung ein, die Se-Dehydrierung führt in glatter Rk. zu Phenanthren. Mit O₃ liefert V den 13-substituierten Acetaldehyd.

Das als Ausgangsmaterial für V benötigte 2-Allylcyclohexanon (VI) wird zweckmäßig über den Cyclohexanoncarbonsäureester (unter Überführung der bei der hydrolyt. Spaltung des Esters VII anfallenden α-Allylpimelinsäure (VIII) in VI über IX u. X) dargestellt.

Versuche: 2-(β-Phenyl-α-carbäthoxyäthyl)-cyclohexanon-(2)-essigsäure-(1)-lacton (I), C₁₉H₂₄O₄, aus α-Bromhydrozimsäureester u. Cyclohexanon-(2)-essigester mit Zn in Bzl., zähfl. Öl, Kp._{0,2} 202°. — 2-(β-Dimethylaminoäthyl)-cyclohexanon-(1)-carbonsäure-(2)-äthylester, aus Cyclohexanoncarbonsäureäthylester u. Dimethylaminoäthylchlorid unter Einw. von Na in Toluol, Kp.₁₄ 159°. Pikrat, C₁₉H₂₆O₁₀N₄, F. 130°. — 2-(β-Dimethylaminoäthyl)-cyclohexanon, aus vorst. mit wss. Ba(OH)₂, Kp.₁₅ 112°. Pikrat, C₁₆H₂₂O₈N₄, F. 119°. — 2-(β-Dimethylaminoäthyl)-1-(β-phenyläthyl)-cyclohexanol (III), C₁₈H₂₉ON, aus vorst. mit der GRIGNARD-Verb. aus β-Phenyläthylbromid u. überschüssigem Mg (damit sich nicht das quartäre Ammoniumsalz, C₁₈H₂₆ONBr, F. 173°, bilden kann), Kp._{0,3} 173°. — 1-(β-Dimethylaminoäthyl)-*asymm.*-oktahydrophenanthren (IV), C₁₃H₂₇N, aus III mit sirup. H₃PO₄ bei 120°, Kp._{0,2} 150°. Darans durch Se-Dehydrierung unreines (1-Äthylverb. (?) enthaltendes) 1-Vinylphenanthren, mit Pd-Mohr bei 240°

unter heftiger Rk. *Äthylphenanthren*, C₁₆H₁₄, F. 62–63°, *Pikrat*, F. 108°. — *2-Allylcyclohexanon* (VI): Aus Cyclohexanoncarbonsäureäthylester u. Allylbromid mit Na in Toluol in 85%ig. Ausbeute der *Ketoester* VII (Kp.₁₃ 127°, *Semicarbazom*, C₁₉H₂₁O₂N₃, F. 137°); daraus mit Barytwasser je 50% VI, Kp.₁₃ 82° u. VIII, C₁₀H₁₆O₄, F. 50,5°; *Diäthylester* (IX), C₁₄H₂₀O₄, Kp.₁₅ 161°. Aus IX nach der DIECKMANNschen Meth. in glatter Reaktion *3-Allylcyclohexanoncarbonsäureäthylester* (X), Kp.₁₆ 146°; daraus mit Semicarbazidacetat oder Hydrazinhydrat ein *Pyrazolonderiv.* C₁₀H₁₅ON₂, F. 226°. Aus X mit Barytwasser in guter Ausbeute VI. — *2-Allyl-(β-phenyläthyl)-cyclohexanol*, C₁₇H₂₀O, aus VI mit der GRIGNARD-Verb. aus β-Phenyläthylbromid, Kp._{0,15} 132°. — *13-Allyl-asymm.-oktahydrophenanthren* (V), C₁₇H₂₂, Kp._{0,2} 118°. — *asymm.-Oktahydrophenanthrenacetaldehyd*-(13), aus V mit O₃ in Eisessig; aus der mit GIRARD-Reagens T erhaltenen Fraktion das *Semicarbazom*, C₁₇H₂₃ON₃, aus CH₃OH, F. 210° (Zers.). (Ber. dtsch. chem. Ges. 76. 1072–76. 1943. Göttingen, Allgem. Univ.-Labor.) ERBE

Rudolf Grewe, Synthesen in der Phenanthrenreihe. V. Anwendung der Reformatskischen Reaktion. (IV. vgl. vorst. Ref.) Beim Vers., die 9-Carbonsäure der Verb. V des vorst. Ref. durch Umsetzung von (α-Carbäthoxy-β-phenyläthyl)-cyclohexanon (vgl. C. 1939. I. 4943) mit Allylbromid nach SAYTZEW-GRIGNARD zu gewinnen, wird das ditert. Carbinol I erhalten. Es wird darum versucht, geeignete Ausgangsmaterialien für die Cyclisierung, nämlich β-Oxysäuren an Stelle der früher angewendeten γ-Lactone durch die REFORMATSKISCHE Synth. zu erhalten. Aus α-Bromhydrozimtsäureester (II) entsteht mit 2-Methylcyclohexanon 2-(β-Phenyl-α-carbäthoxyäthyl)-2-methylcyclohexanol (III), das bei der Cyclisierung mit H₃PO₄ die 13-Methyl-asymm.-oktahydrophenanthren-carbonsäuren-(9) (IV) vom F. 142 u. 178° (vgl. C. 1939. I. 4943), in einigen Fällen auch eine bei 151° schmelzende dritte Form ergibt. Eine konfigurative Zuordnung dieser Verb. ist bisher nicht möglich; Vers., durch WIELANDSchen Abbau zu den zugehörigen KW-stoffen zu gelangen, führen zwar zu dem Carbinol VI u. von dort aus zu dem ungesätt. KW-stoff VII, dessen oxydative Aufspaltung zum Keton aber nicht gelingt. Dagegen liefert der CURTIUSsche Abbau von IV das entsprechende Amin VIII. Die REFORMATSKI-Synth. von II mit 2-Allylcyclohexanon (vgl. vorst. Ref.) liefert über 1-(β-Phenyl-α-carbäthoxyäthyl)-2-allylcyclohexanol (XII) den doppelt ungesätt. Ester IX, aus dem mit H₃PO₄ 2 Säuren vom F. 205 u. 170° entstehen; für die erstere wird auf Grund ihres Verh. die Konst. X angenommen. Die Verb. geht bei der katalyt. Dehydrierung zu 22% in Phenanthren über; der Abbau zum Amin nach CURTIUS geht glatt vor sich. Die Carboxylgruppe verhält sich bei Veresterung u. Verseifung annähernd normal. Neben den beiden Säuren vom F. 205 u. 170° wird aus dem Cyclisierungsprod. nach Veresterung eine einheitlich sd. Verb. von der erwarteten analyt. Zus. erhalten, deren tatsächliche Einheitlichkeit aber bezweifelt werden muß.

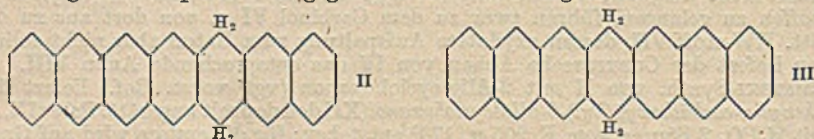


Versuche: *Ditert. Carbinol* I, C₂₄H₃₄O₂, aus (α-Carbäthoxy-β-phenyläthyl)-cyclohexanon u. Allylbromid in Anisol-Ä. mit Zn-Spänen, aus Bzn., F. 120°, Kp._{0,2} 180°. — α-Bromhydrozimtsäureester (II): Für die Darst. aus Benzylmalonester (100 g) wird eine durchgehende Arbeitsweise beschrieben (Ausbeute 80 g). Kp.₁₃ 150–152°. — 2-(β-Phenyl-α-carbäthoxyäthyl)-2-methylcyclohexanol (III), C₁₈H₂₆O₃, aus II mit 2-Methylcyclohexanon u. Zn in Bzl., Kp._{0,3} 172°. Daraus mit P₂O₅ in Bzl. der ungesätt. Ester XI, C₁₈H₂₄O₂, Kp._{0,2} 142°, der nach Verseifung u. Decarboxylierung 2-(β-Phenyläthyl)-1-

methylcyclohexen, C₁₅H₂₀, Kp.₁₃ 146°, liefert. — 13-Methyl-asymm.-oktahydrophenanthren-carbonsäure-(9)-äthylester, C₁₈H₂₄O₂, aus III mit sirupöser H₃PO₄ bei 90°, Kp._{0,2} 150°. Daraus durch Verseifung drei Formen von IV, C₁₆H₂₀O₂ (F. 142° bzw. 178° bzw. 151°). *m-Nitranilid der 151°-Säure*, C₂₂H₂₁O₃N₂, F. 222°. — Verb. C₂₈H₃₀O (VI), aus dem Methyl-ester der 151°-Säure mit C₆H₅MgBr, aus A., F. 158°. — KW-stoff C₂₈H₂₈ (VII), aus VI mit K-Bisulfat bei 210°, aus Eisessig, F. 126°. — 13-Methyl-9-aminooktahydrophenanthren (VIII) durch CURTUSschen Abbau der 151°-Säure über das Chlorid (Kp._{0,25} 152°). Chlorhydrat, C₁₅H₂₂NCl. Pikrat, C₃₁H₂₁O₇N₃, aus A.-W., Zers. oberhalb 240°. — 1-(β-Phenyl-α-carbäthoxyäthyl)-2-allylcyclohexanol (XII), C₂₀H₂₈O₃, aus II mit 2-Allylcyclohexanon u. Zn, Kp._{0,3} 173°. Daraus mit P₂O₅ in Bzl. der doppelt ungesätt. Ester IX, C₂₀H₂₆O₂, Kp._{0,2} 148—149°. KW-stoff C₁₇H₂₂, aus IX durch Verseifung u. Decarboxylierung, Kp._{0,3} 120°. — Cyclisierung von XII mit H₃PO₄ (48 Stdn., 70°) liefert Verb. C₁₈H₂₂O₂ vom F. 205° (X) (aus Eisessig Nadeln) u. vom F. 170° (aus Bzn.); aus der Mutterlauge nach Veresterung mit A. Verb. C₂₀H₂₆O₂, Kp._{0,25} 176°. Aus X durch CURTUSschen Abbau über das Chlorid (F. roh 82°) das Chlorhydrat des Amins, C₁₇H₂₂NCl; Pikrat, C₂₅H₂₆O₇N₃, F. 248° (Zers.). (Ber. dtsh. chem. Ges. 76. 1076—83. 1943.)

ERBE

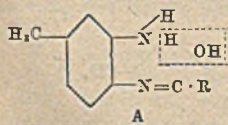
Ch. Marschalk, *Bemerkung zu einer Arbeit von E. Clar über „Das Heptacen, ein ultragrüner Kohlenwasserstoff“*. CLAR beschreibt in seiner Arbeit (vgl. C. 1943. I. 1662) einen orangebraunen KW-stoff als 6,17-Dihydroheptacen (II) u. als ident. mit einem vom Vf. (vgl. C. 1942. I. 344, II. 2785) hergestellten Körper der angegebenen Konstitution. Vf. konnte die von CLAR für dessen Substanz beschriebenen Eig. an seinem KW-stoff II nicht bestätigen, vor allem nicht die Isomerisierung von II in 7,16-Dihydroheptacen (III) durch einfache Umlsg. aus Pseudocumol u. die Dehydrierbarkeit von II zum ultragrünen Heptacen. Dagegen ließ sich der orangebraune KW-stoff II des Vf.



in dem nach CLAR erhaltenen KW-stoffgemisch nachweisen. Seine Unters. bestätigte die früheren Ergebnisse hinsichtlich seiner Eig., so daß die KW-stoffgemische CLARS, aus denen III u. das ultragrüne Heptacen erhalten wurden, entweder III selbst oder eine zu dieser Verb. isomerisierbare Vorstufe enthalten haben müssen. (Bull. Soc. chim. France, Mém. 10. [5.] 511—12. Nov./Dez. 1943.)

HEIMHOLD

Harry Green und Allan R. Day, *Der tautomere Charakter des Imidazolrings*. In Ergänzung der Verss. von ROEDER u. DAY (C. 1941. II. 1147) stellten Vff. fest, daß beim Kochen von 3-Amino-4-acetaminotoluol (I) u. 4-Amino-3-acetaminotoluol (II) in Cymol (176°) 2,5(6)-Dimethylbenzimidazol (IV) entsteht; dagegen bleibt 3,4-Diacetaminotoluol (III) unter diesen Bedingungen unverändert, es geht erst bei Temp., die über seinem F. liegen, unter Abspaltung von Essigsäure in IV über. — Um den Mechanismus der H₂O-Abspaltung aus den Monoacylderivv. näher zu untersuchen, wurden 3-Amino-4-(N-methylacetamino)-toluol (V), 4-Amino-3-(N-methylacetamino)-toluol (VI), 3-Acetamino-4-methylaminotoluol (VII) u. 4-Acetamino-3-methylaminotoluol (VIII) ebenfalls in Cymol gekocht. Dabei blieben V u. VI unverändert, VII u. VIII reagierten dagegen leicht zu dem entsprechenden Trimethylbenzimidazol, sogar schon in sd. Benzol. — Diese Befunde bestätigen die Ansicht von ROEDER u. DAY (l. c.), daß der Ringschluß über die Monoacylderivv. führt, wobei jedes N-Atom 1 H zur H₂O-Abspaltung beitragen muß (vgl. Formel A): Zur Darst. von Tolimidazolen in neutralem u. saurem Medium wurden folgende Ausgangsstoffe benützt: I, II, 3-Amino-4-benzoylaminotoluol (IX) u. 4-Amino-3-benzoylaminotoluol (X). Beim Kochen von I oder II in 4 n HCl entstand IV. Entsprechend, oder durch Erhitzen in Cymol, oder auch durch trockenes Erhitzen allein bildete sich



aus IX oder X das 2-Phenyl-5(6)-methylbenzimidazol (XI). — XI entstand auch unter alk. Bedingungen beim Erhitzen von 3-Benzalmino-4-acetaminotoluol (XII) oder 4-Benzalmino-3-acetaminotoluol (XIII) mit Nitrobenzol u. alkohol. Kallilauge. — Bei allen diesen Verss. wurde niemals die Bldg. zweier isomerer Tolimidazole beobachtet. Die mutmaßlichen Gründe für diese Tatsache werden diskutiert.

Versuche. 2-Phenyl-5(6)-methylbenzimidazol (XI), C₁₄H₁₂N₂, durch 3 std. Kochen von 3,4-Diaminotoluoldichlorhydrat in Pyridin u. Eingießen in Wasser. Nadeln (aus Bzl.), F. 249—250°. — 3-Amino-4-acetaminotoluol (I), C₉H₁₀ON₂, durch kataly-

Hydrierung von 3-Nitro-4-acetaminotoluol mit Pd-Tierkohle. F. 132,6—133° (aus Bzl.) Hydrochlorid, F. 228—230°. — 4-Nitro-3-aminotoluol, aus Acet-m-toluidid u. rauchender HNO₃ in Eisessig-Essigsäureanhydrid unterhalb von 10°. F. 110—110,5°. 36% Ausbeute. — 4-Amino-3-acetaminotoluol (II), aus vorst. Verb. nach Acetylierung durch katalyt. Reduktion. F. 144—145°. — 3-Nitro-4-benzoylaminotoluol, F. 146—148° (aus Bzl.). 3-Amino-4-benzoylaminotoluol (IX), F. 198—198,5°. — 3-Nitro-4-(p-toluolsulfonamido)-toluol, F. 101,5—102,5°. 3-Nitro-4-(N-methyl-p-toluolsulfonamido)-toluol, F. 123,5 bis 124,5°. 3-Nitro-4-methylaminotoluol, F. 185,2—185,5°. Acetylierung führt zu 3-Nitro-4-(N-methylacetamino)-toluol, F. 64,1—64,5°, das bei Hydrierung V liefert. F. 167—167,5°. — 3-Amino-4-methylaminotoluol, aus der 3-Nitroverb. durch Hydrierung. Dihydrochlorid, Prismen vom F. 147° (Erweichen bei 80°). Acetylierung liefert VII, F. 135° (Sintern bei 75°). — 4-Nitro-3-(p-toluolsulfonamido)-toluol, gelbe Nadeln, F. 136—137°. 4-Nitro-3-(N-methyl-p-toluolsulfonamido)-toluol, gelbe Würfel, F. 89,3 bis 90,3. — 4-Nitro-3-methylaminotoluol, orangefarbene Nadeln, F. 81—82°. Acetylierung ergab 4-Nitro-3-(N-methylacetamino)-toluol, Öl. Bei der Hydrierung wurde VI erhalten. Nadeln, F. 142—142,5°. — 3-Methylamino-4-aminotoluol aus der 4-Nitroverb., Pd-Kohle u. H₂ in absol. Alkohol. Dihydrochlorid, Nadeln, F. 190° (Zers.). Acetylierung in Ggw. einer kleinen Menge Na₂S₂O₄ ergab VIII. F. 74—78°. — 3-Benzalmino-4-acetaminotoluol (XII), aus einer Suspension von I in absol. A. u. Benzaldehyd. Gelbe Prismen (aus PAe.), F. 88—90°. — 4-Benzalmino-3-acetaminotoluol (XIII), entsprechend aus II. Gelbe Prismen, F. 122—123°. — Ringschlussrkk. (+ u. — bedeuten Eintreten bzw. Ausbleiben des Ringschlusses): III unter N₂ 9 Stdn. bei 180—190°: —. III unter N₂ 2 Stdn. bei 211—213°: +. III 4 Stdn. in sd. Cymol: —. I unter N₂ 15 Min. bei 133°: +. I 4 Stdn. in sd. Xylol, oder 4 Stdn. in sd. Cymol, oder 1½ Stdn. in sd. 4 n-HCl: +. II 2 Stdn. in sd. Xylol: —. Sonstiges Verh. wie bei I. — IX 4 Stdn. in sd. Xylol: —. IX 2 Stdn. unter N₂ bei 198°, oder 4 Stdn. in sd. Cymol, oder 3 Stdn. in sd. 4 n-HCl: +. X zeigt das gleiche Verhalten. — V bzw. VI 4 Stdn. in sd. Cymol: —. VII 4 Stdn. in sd. Bzl.: +. VIII 2 Stdn. in sd. Bzl.: —. VIII 4 Stdn. in sd. Toluol: +. — Alkal. Kondensation von XII oder XIII: 3 g Substanz in 6 ccm Nitrobenzol lösen; 0,76 g KOH in 40 ccm heißem absol. A. zufügen u. 4½ Stdn. kochen. Nach dem Abkühlen u. Filtrieren Filtrat im Vakuum eindampfen u. das zurückbleibende K-Salz von XI mit W. hydrolysieren. (J. Amer. chem. Soc. 64. 1167—73. 8/5. 1942. Philadelphia, Pa., Univ.)

HÜTTEL

H. J. Backer und J. A. Keverling Buisman, Herstellung und Struktur des 2-Acetyl-amino-5-bromthiazols. Die Einw. von Br auf 2-Acetylaminothiazol führte zum 2-Acetyl-amino-5-bromthiazol, das sich mit CuCN in das entsprechende 5-Nitril überführen ließ. Mit einer alkohol. HCl-Lsg. bildet sich aus dem Nitril der bereits von DANN (C. 1943. II. 316) beschriebene 2-Aminothiazol-5-carbonsäureäthylester, mit konz. HCl die freie Säure.

Versuche: 2-Acetyl-amino-5-bromthiazol, C₆H₅ON₂BrS. Aus einer Suspension von 2-Acetylaminothiazol in Chlf. mit einer Chlf.-Lsg. von Br. Aus verd. Essigsäure farblose Krystalle, F. 229—231° in 88%ig. Ausbeute. — 2-Acetylaminothiazol-5-nitril, C₆H₅ON₃S. Durch Erhitzen des vorigen mit CuCN in Pyridin im Bombenrohr auf 175—185°. Aus A. farblose Krystalle, die sich bei 295° zersetzen. — 2-Aminothiazol-5-carbonsäureäthylester. Durch 3std. Erhitzen des Nitrils mit einer Lsg. von HCl in A. auf 135° im Bombenrohr. Aus verd. A. F. 158—160°. — 2-Aminothiazol-5-carbonsäure, C₄H₄O₂N₂S. Durch Erhitzen des acetylierten Nitrils mit konz. HCl auf 120° im Bombenrohr oder durch Erhitzen des Äthylesters mit NaOH. F. 213—215° (Zers.). (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 63. 226—27. 1944. Groningen, Univ., Labor. der organ. Chem.)

POETSCH

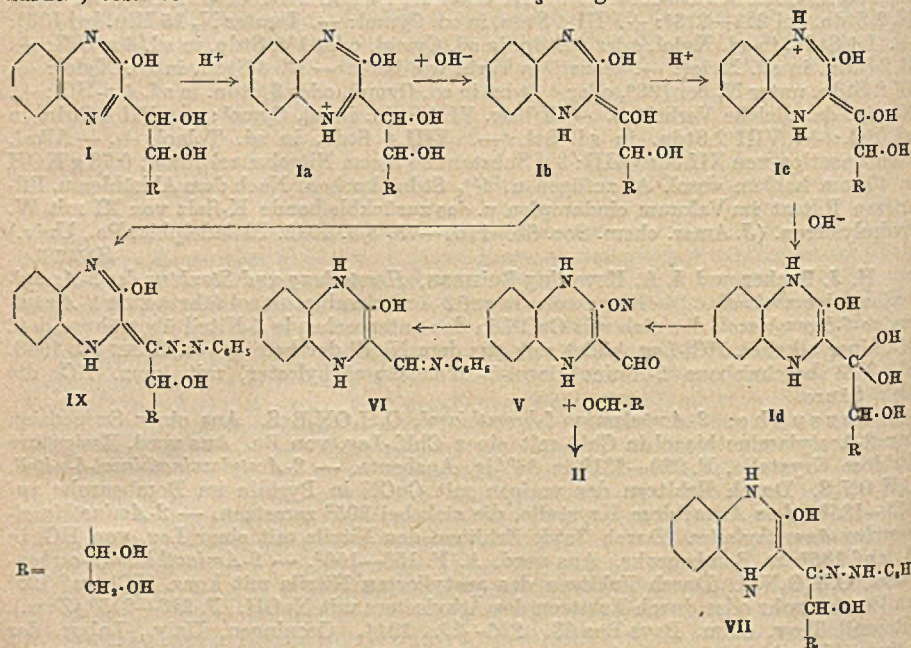
H. J. Backer und J. A. Keverling Buisman, Einige Derivate der 2-Aminothiazol-5-sulfonsäure. Durch Einw. von Chlorsulfonsäure auf 2-Acetylaminothiazol wurde ein Sulfochlorid erhalten, dem Vf. die Struktur des 2-Acetylaminothiazol-5-sulfochlorids zuschreiben.

Versuche: 2-Acetylaminothiazol-5-sulfochlorid (I), C₆H₅O₂N₂ClS₂. Durch Zusatz von Chlorsulfonsäure zu dem Thiazol, Abkühlen der Mischung unterhalb 15° u. folgendem Erhitzen. Aus Bzl. oder Toluol farblose Krystalle, die sich bei 185° braun färben u. bei 210° zersetzen. — 2-Aminothiazol-5-sulfonsäure, C₆H₄O₃N₂S₂. Aus I durch Kochen mit Wasser. Zers. bei 240°. Amid, C₆H₇O₃N₃S₂. Aus verd. Essigsäure Zers. bei 275°. Anilid, C₁₁H₁₁O₃N₃S₂. Aus A. Nadeln, die sich bei 295° zersetzen. — 2-[2'-Aminothiazol-5'-sulfonamido]-thiazol, C₇H₆O₂N₄S₃. Aus I u. 2-Aminothiazol in Pyridin auf dem W.-Bad über die Acetylverb. (Zers. 284°). Aus A. Krystalle, die sich bei 236° zersetzen. — 2-[2'-Aminothiazol-5'-sulfonamido]-pyridin, C₈H₆O₂N₄S₂. Aus I mit 2-Aminopyridin in Pyridin über die Acetylverb. (Zers. bei 275°). Aus verd. Essigsäure

Krystalle, die sich bei 225° zersetzen. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 63. 228—30. 1944. Groningen, Univ., Labor. der organ. Chem.)

POETSCH

Heinz Ohle, Marianne Hielscher und Gerda Noetzel, *Die Spaltung der Tetraoxybutylchinoxaline*. III. *Der Reaktionsmechanismus*. (II. vgl. C. 1937. II. 4037.) Wird die Spaltung von 2-Oxy-3-(d-arobotetraoxybutyl)-chinoxalin (I) in was. Lsg. mit 3 Mol. oder mehr Phenylhydrazin auf 1 Mol. I durchgeführt, so entsteht in fast quantitativer Ausbeute die rote Verb. II (bzgl. der Struktur vgl. C. 1943. II. 901, dort Verb. III) unter Verbrauch von 3 Mol. Phenylhydrazin u. Bldg. von je 1 Mol. NH₃ u. Anilin. Das als 2. Spaltstück zu erwartende Glycerinaldehydphenylhydrazon kann nicht isoliert werden; dagegen läßt sich bei der mit asymm. Methylphenylhydrazin in 50%ig. A. durchgeführten Spaltung aus den Mutterlaugen des 2-Oxychinoxalin-3-aldehyd-methylphenylhydrazons das Methylphenylhydrazon des d-Glycerinaldehyds in mindestens 60%ig. Ausbeute erhalten. Die Spaltung mit Hydrazinhydrat liefert neben dem leicht veränderlichen 2-Oxychinoxalin-3-aldehydhydrazon eine empfindliche Verb. der Zus. des Glycerinaldehydhydrazons, die aber opt.-inakt. ist. Die Spaltung mit Phenylhydrazin in 0,1-n NaOH liefert neben II als 2. Prod. in etwa gleicher Ausbeute Methylglyoxal-bisphenylhydrazon (IV). Offenbar wird in alkal. Medium nicht — wie im neutralen Gebiet — d-Glycerinaldehyd abgespalten, der erst sek. in Methylglyoxal übergeht, sondern es entsteht prim. die beiden gemeinsame Endiolform CH(OH) : C(OH) · CH₂OH. Bei höherer Alkalikonz. geht, offenbar infolge von Milchsäurebildg., die Ausbeute an IV stark zurück. Mit steigender Alkalikonz. geht die Ausbeute der Reaktionsprod. zurück; bes. bleibt aber auch die Anilin- u. NH₃-Menge erheblich hinter der von II



zurück. Da in $\frac{1}{10}$ -n NaOH 20% weniger Phenylhydrazin zur Dehydrierung von I verbraucht werden als der Menge an II entspricht, muß dabei I selbst oder ein Isomeres von I, dessen Bldg. durch Alkali katalysiert wird, als Oxydationsmittel wirken. In der alkal. Lsg. laufen also 2 Rkk., die Dehydrierung durch Phenylhydrazin u. die Disproportionierung durch Alkali, nebeneinander her, von denen die letztere auch in Abwesenheit von Phenylhydrazin, aber nicht in neutraler Lsg. stattfinden kann. Mit Anilin an Stelle von Alkali wird I fast quantitativ zum Anil des 2-Oxydihydrochinoxalin-3-aldehyds (VI) aufgespalten, das beim nachträglichen Kochen mit Phenylhydrazin II liefert. Da auch die Anilinspaltung durch Alkali u. noch wesentlich stärker durch Essigsäure gehemmt wird, ist ihr glatter Verlauf an die gleichzeitige Ggw. von OH⁻ u. H⁺-Ionen bzw. Protonenüberträger gebunden. Im Gegensatz zu der durch Alkali bewirkten intermol. Disproportionierung ist die Spaltung durch Anilin als Folge einer intramol. Dehydrierung der Seitenkette nach Art der AMADORI-Umlagerung aufzufassen. Für den Reaktionsmechanismus in neutraler u. alkal. Lsg. ergibt sich folgendes

Bild: I wandelt sich über Ia, b u. c in Id um, das spontan in 2-Oxydihydrochinoxalin-3-aldehyd (V) u. Glycerinaldehyd oder dessen Endiol zerfällt, weil die H-Konz. bzw. die Konz. an Phenylhydraziniumionen nicht ausreicht, um die tautomeren Formen von I in Phenylhydrazon umzuwandeln u. zu dehydrieren. In essigsaurer Lsg. hingegen wird Id infolge Mangels an OH-Ionen weitgehend zurückgedrängt u. andererseits die Addition von Phenylhydrazin an Ib u. die Dehydrierung dieses Phenylhydrazons zu IX durch die Steigerung der Konz. an Phenylhydraziniumionen so beschleunigt, daß die Umlagerung zu VII, die erfolgen sollte, wenn die OH-Ionen bei der Tautomerisierung von I keine Rolle spielten, völlig unterbleibt. Bei Verseifung des Diacetats der roten Verb. IX mit heißer wss.-alkohol. NaOH wird nicht IX zurückgehalten, sondern es entsteht eine opt.-inakt. blaßgelbliche Verb. (X), die noch die OH-Gruppe des Chinoxalinringes enthält, aber aus der Seitenkette gegenüber IX 2 O-Atome als H₂O verloren hat. X gibt ein Monoacetat, aber kein p-Tosylderiv.; das Acetylderiv. besitzt 1 akt. H-Atom, genau so wie auffallenderweise die Muttersubstanz X. — Die Unters. zeigen die Möglichkeit einer quantitativen Zerlegung einer Hexose in Verbb. der C₃-Reihe, z. B. auf dem Wege von der Fructose über Fructuronsäure u. I, unter Bedingungen, unter denen die freien Hexosen sonst nicht oder nur in geringem Ausmaß gespalten werden. Der Sinn der Umformung besteht darin, 1. durch Anbau eines N-haltigen pseudoaromat. Ringsyst. einen zur intramol. Disproportionierung fähigen Komplex zu schaffen u. 2. diese Disproportionierung durch Einbau eines intramol. Puffersyst. einzuleiten u. so zu steuern, daß nur der Zerfall zwischen den C-Atomen 3 u. 4 der Hexose ausgelöst wird.

Versuche: Verb. C₁₈H₁₈O₄N₄ (IX), orangerote Nadelchen, F. 220° (Zers.) über das Diacetat (C₂₂H₂₂O₆N₄), aus A. orangerote Blättchen, F. 158°, violett lösl. in konz. H₂SO₄ mit alkohol. NH₃. Pyridinsatz des Diacetats, C₂₇H₂₇O₆N₅, tiefrote Nadeln aus Bzl., F. 160°. — Verb. C₁₈H₁₄O₂N₄ (X), aus dem Diacetat mit heißer wss.-alkohol. NaOH, gelblich, F. 215°, aus A. das Alkoholat mit 1/2 Mol. C₂H₅OH, F. 260°. Monoacetylverb., C₂₀H₁₆O₃N₄, aus A. Nadeln, F. 244°. — Glycerinaldehydhydrazon, C₃H₅O₂N₂, aus W. mit A., F. 128°, opt.-inakt., red. FEHLINGSche Lsg. in der Kälte sofort. — d-Glycerinaldehydmethylphenylhydrazon, C₁₀H₁₄O₂N₂, aus Bzl. glänzende Blättchen, F. 108—110°, [α]_D¹⁹ = -20,5° (c = 2,05; Pyridin); keine Mutarotation. — Anil des 2-Oxydihydrochinoxalin-3-aldehyds (VI), C₁₅H₁₃ON₃, F. 267° (Zers.). (Ber. dtsh. chem. Ges. 76. 1051—60. 1943. Berlin, Univ., Chem. Inst.) ERBE

Russell E. Marker und R. B. Wagner, Sterine. 142. 17-Methylpregnan-3(β)-ol-20-on und verwandte Verbindungen. (141. vgl. C. 1944. II. 947.) Durch Umsetzung von 3(β)-Oxy-17-methylätiocolansäuremethylester (I) mit überschüssigem GRIGNARD-Reagens wird (vermutlich durch Dehydratation eines intermediär entstandenen tert. Carbinols) eine ungesätt. Verb. C₂₃H₃₈O erhalten, die in Analogie zu dem aus 7-Ketocholesterylacetat gebildeten Prod. (vgl. BANN, HEILBRON u. SPRING, C. 1937. I. 893) als 20-Methylen-17-methylpregnan-3(β)-ol (II) aufgefaßt wird. Katalyt. Hydrierung von II liefert die entsprechende gesätt. Verb.; Ozonolyse oder CrO₃-Oxydation des Acetats von II führt zu 17-Methylpregnan-3(β)-ol-20-on (III) das auch aus I nach Hydrolyse zur freien Säure über deren Chlorid mit Zn(CH₃)₂ u. Hydrolyse des Prod. erhalten wird. Die Hydrolyse des aus dem acetylierten Säurechlorid mit CH₃N₂ u. anschließend mit feuchtem gasförmigen HCl entstandenen Prod. liefert eine Verb. C₂₂H₃₆O₃, die aus Analogiegründen als 21-Oxy-17-methylpregnan-3(β)-ol-20-on formuliert werden muß.

Versuche. 20-Methylen-17-methylpregnan-3(β)-ol (II), C₂₃H₃₈O, aus I in Ä. mit CH₃MgJ in Ä. (nach Abdest. der Hauptmenge Ä. u. Bzl.-Zusatz 36 Stdn. kochen), aus CH₃OH Krystalle, F. 167—168°. Acetat, C₂₅H₄₀O₂, aus CH₃OH, F. 136—138°, wird beim Kochen mit POCl₃ in Pyridin (135°) nicht verändert. — 17-Dimethylpregnan-3(β)-ol, C₂₃H₄₀O, aus II mit H₂ über ADAMS-Katalysator (2 Stdn., Zimmertemp., 3 at.), aus CH₃OH Krystalle, F. 176—177°. — 17-Methylpregnan-3(β)-ol-20-on (III), C₂₂H₃₆O₂, 1. aus II durch Ozonolyse in Chlf. oder 2. aus dem Acetat von II mit CrO₃-Essigsäure (1 Stde., Dampfbad), aus Aceton feine Nadeln, F. 184—187°; bei der Darst. nach 1. eine polymorphe Form, aus Aceton Nadeln, F. 169—171°, Misch-F. 174—179°. — 17-Methylpregnadien-3,20, C₂₂H₂₄O₂, aus III mit CrO₃-Essigsäure (1 Stde., Zimmertemp.), aus CH₃OH Krystalle, F. 131—134°. — 21-Oxy-17-methylpregnan-3(β)-ol-20-on, C₂₂H₃₆O₃, aus 3(β)-Acetoxy-17-methylätiocolansäure über das Chlorid (mit SOCl₂, 16 Stdn. bei 5°) mit CH₃N₂ in Ä. (16 Stdn., Zimmertemp.) u. Hydrolyse des Prod. in feuchtem Ä. mit HCl-Gas (30 Min.), aus CH₃OH Krystalle, F. 140—142°. — Aus dem gleichen röhren Säurechlorid mit Zn(CH₃)₂ in Tetralin (16 Stdn., Zimmertemp.; 1 Stde., Dampfbad), nach Zersetzen des Prod. mit verd. HCl u. anschließender Hydrolyse mit 5%ig. methanol. KOH aus Aceton feine Nadeln eines Gemisches der polymorphen Formen

von III, F. 171—179°. (J. Amer. chem. Soc. 64. 1273—75. Juni 1942. Penna, State Coll., School of Chem. and Phys.) ERBE

Russell E. Marker, Harry M. Crooks jr., Eldon M. Jones und Anthony C. Shabica, *Sterine*. 143. Die Umwandlung von 5-Pregnen-3(β)-ol-20-on in Dehydroisandrosteron. (142. vgl. vorst. Ref.) Das aus 5-Pregnen-3(β)-ol-20-onacetat (I) mit CH₃MgJ erhaltene tert. Carbinol wird zu einem Isomerengemisch dehydratisiert, aus dem Δ^{5,17}-20-Methylpregnadien-3(β)-olacetat isoliert wird. Das daraus durch Bromierung hergestellte Δ¹⁷-5,6-Dibromid liefert bei Ozonolyse u. Entbromung Dehydroisandrosteron (II) bzw. dessen Acetat. Auf dem gleichen Wege wird Pregnan-3(β)-ol-20-on in Atiocolan-3(β)-ol-17-on verwandelt. Eine andere Umwandlung von I in II nimmt folgenden Weg: I oder die freie Oxyverb. ergibt mit 3 Mol. Br₂ in Essigsäure die 5,6,17,21-Tetrabromverb. als Acetat (III) (bei Umsetzung des Oxyketons mit Br₂ in Propionsäure als Propionat erhalten). Durch Red. von III mit Fe in Essigsäure wird I zurückerhalten. Nach Wiedereinführung der 5,6-Doppelbindung mit alkohol. NaJ u. darauffolgender Behandlung mit methanol. KOH wird aus III die 3(β)-Oxypregnadien-(5,17)-säure-(21) gewonnen, deren (nicht isoliertes) Dibromacetat beim Ozonabbau II liefert.

Versuche. 20-Methyl-5-pregnan-3,20-diol, C₂₂H₃₈O₂, aus I mit CH₃MgJ in Ä. (15 Stdn., Zimmertemp., dann nach Abdampfen des Ä. u. Bzl.-Zusatz 24 Stdn. kochen), aus CH₃OH-Chlf. Platten, F. 194—195°. — Δ^{5,17}-3(β)-Acetoxy-20-methylpregnadien, C₂₁H₃₆O₂, aus vorst. mit Essigsäure (90 Min.) u. anschließend mit Acetanhydrid (30 Min.), aus Aceton Platten, F. 139—141°; aus den Mutterlaugen nach Hydrolyse mit 0,5-n methanol. KOH (30 Min.) 20-Methyl-5,17-pregnadien-3(β)-ol, C₂₂H₃₄O, aus wss. CH₃OH Platten, F. 72°. — Dehydroisandrosteronacetat, C₂₁H₃₀O₃, aus vorverst. Acetoxyverb. durch Bromierung in Chlf. (—5°) u. anschließende Ozonisierung u. Entbromung des Prod. mit Zn-Staub in Essigsäure über das Semicarbazon (C₂₂H₃₃O₃N₃, aus CH₃OH Krystallpulver, F. 275° (Zers.), aus CH₃OH Prismen, F. u. Misch.-F. 167°). — 20-Methylpregnan-3,20-diol, C₂₂H₃₈O₂, aus Pregnan-3(β)-ol-20-on mit CH₃MgJ, F. 170—172°. — 3β-Acetoxy-20-methylenpregnan, C₂₄H₃₈O₂, aus vorst. wie oben, aus CH₃OH-Ä. Prismen, F. 133—135°. — Atiocolan-3(β)-ol-17-on, aus vorst. durch Ozonisierung u. Hydrolyse über das Semicarbazon (C₂₀H₃₃O₂N₃, aus CH₃OH Krystallpulver, F. 244° (Zers.), F. 115 bis 117° (aus Pentan als die niedriger schmelzende Form). — 3(β)-Acetoxy-5,6,17,21-tetrabrompregnan-20-on (III), C₂₂H₃₀O₃Br₄, aus I oder aus 5-Pregnen-3(β)-ol-20-on (IV) mit 1-mol. Br₂-Lsg. in Essigsäure bei Ggw. von etwas HBr (nach Einleitung der Rk. durch Erwärmen auf 40° 2¹/₂ Stdn. bei Zimmertemp.), F. 172° (Zers.). — 3(β)-Propionoxy-5-pregnen-20-on, C₂₄H₃₆O₃, aus IV mit Propionsäureanhydrid (30 Min.), aus CH₃OH, F. 119—120°. — 3(β)-Propionoxy-5,6,17,21-tetrabrompregnan-20-on, C₂₄H₃₄O₃Br₄, aus vorst. oder aus IV, F. 175° (Zers.). — Aus III in Essigsäure mit Eisenspänen (1¹/₂ Stdn., Dampfbad) Verb. I, aus CH₃OH, F. u. Misch.-F. 145—147°. — 3(β)-Oxypregnadien-(5,17)-säure-(21), C₂₁H₃₀O₃, aus III in sd. A. mit alkohol. NaJ (1 Stde.) u. anschließende Behandlung des Prod. mit methanol. KOH (1 Stde.), aus Aceton, F. 249°, nach Vakuumsublimation F. 252—253°; bildet ein unlösl. Digitonid. Daraus mit H₂-PtO₂ in Essigsäure (2 Stdn., Zimmertemp., 3 at) Allopregnan-3(β)-ol-21-säure, C₂₁H₃₄O₃, aus wss. CH₃OH, F. 228—230°; Acetat, F. 191—193° (aus CH₃OH). — Dehydroisandrosteron (II), C₁₈H₂₈O₂, aus der Δ^{5,17}-Säure über das Acetat mit Br₂ in Chlf. u. anschließend mit O₃ über das Semicarbazon des Acetats, F. 280 (Zers.) (vgl. oben), aus Ä.-Pentan Krystalle von II, F. 145—147°. (J. Amer. chem. Soc. 64. 1276—80. Juni 1942.) ERBE

Russell E. Marker und Harry M. Crooks jr., *Sterine*. 144. Einige 16-Alkylpregnenolone und -progesterone. (143. vgl. vorst. Ref.) Durch Umsetzung mit den entsprechenden GRIGNARD-Reagenzien werden aus 5,16-Pregnadien-3(β)-ol-20-on (I) 16-Methyl-, 16-Isopropyl-, u. 16-tert.-Butyl-5-pregnen-3(β)-ol-20-on erhalten. Durch OPPENAUER-Oxydation werden diese Verb. in die Progesteronhomologen übergeführt.

Versuche. 16-Methyl-5-pregnen-3(β)-ol-20-on, C₂₂H₃₄O₂, aus I in Toluol mit CH₃MgJ in Ä. (nach Abdampfen des Ä. 16 Stdn., Dampfbad) über das Semicarbazon (C₂₃H₃₇O₂N₃, F. 245° (Zers.), aus Aceton, F. 191—192°, Misch.-F. mit 5-Pregnen-3(β)-ol-20-on (F. 191—192°) bei 170—175°; Ausbeute 30%. Acetat, C₂₄H₃₈O₃, aus CH₃OH, F. 177,5—178,5°. Daneben eine nichtketon. Substanz, wahrscheinlich 5,16-Bisnorcholadien-3(β),20-diol, Acetat, C₂₄H₃₆O₃, aus CH₃OH, F. 173—175°, Misch.-F. mit obigem Acetat 158—168°; Ausbeute 35%. — 16-Methylprogesteron, C₂₂H₃₂O₂, aus der Pregnenverb. mit Al-tert.-Butylat in Aceton-Toluol (6 Stdn.), aus Ä., F. 133—135°; Ausbeute 60%. — 16-Isopropyl-5-pregnen-3(β)-ol-20-on, C₂₄H₃₈O₂, aus Aceton, F. 157—158°, keine Rk. mit Semicarbazidacetat in CH₃OH. Acetat, C₂₆H₄₀O₃, F. 131—132°; Ausbeute 40%. — 16-Isopropylprogesteron, C₂₄H₃₆O₂, aus Ä.-Pentan, F. 106,5—108°; Ausbeute 60%. — 16-tert.-Butyl-5-pregnen-3(β)-ol-20-on, C₂₅H₄₀O₂, aus Aceton, F. 189—192°.

keine Rk. mit Semicarbazidacetat in CH₃OH; Ausbeute 50%. Acetat, C₂₇H₄₂O₃, aus CH₃OH, F. 156—158°. Reduktionsprod. C₂₅H₄₀O₂ mit Na u. A., aus Aceton, F. 178 bis 180°. — 16-tert.-Butylprogesteron, C₂₅H₃₈O₂, aus Ä., F. 154—155°; Ausbeute 60%. (J. Amer. chem. Soc. 64. 1280—81. Juni 1942.)

ERBE

Russell E. Marker, Eugene L. Wittle, Eldon M. Jones und Harry M. Grooms jr., *Sterine*. 145. 21-Benzal-5-pregnen-3(β)-ol-20-on und verwandte Verbindungen. (144. vgl. vorst. Ref.) Es werden die folgenden Rkk. durchgeführt: 3(β)-Oxyätiolcholsäure (I), C₂₀H₃₂O₃, aus 21-Benzalpregnan-3(β)-ol-20-on mit CrO₃-Essigsäure (90 Min., 60 bis 90°) in 70%ig. Ausbeute, aus Aceton, F. 229—230°. Methyl ester, C₂₁H₃₄O₃, aus verd. Aceton, F. 138—142°. Acetat von I, C₂₂H₃₄O₄, F. 188—190°. — 3(α)-Oxyätiolcholsäure, C₂₀H₃₂O₃, aus Epiallopregnanolon über die (amorphe) Benzalverb. mit CrO₃-Essigsäure (2 Stdn., 100°) nach vorheriger Acetylierung u. nachfolgender Entacetylierung mit 5%ig. KOH (30 Min.), aus verd. CH₃OH, F. 282—285°. Acetat, C₂₂H₃₄O₄, F. 208—210°. — 21-Benzal-5-pregnen-3(β)-ol-20-on (II), C₂₅H₃₈O₂, aus 3(β)-Acetoxy-5-pregnen-20-on mit Benzaldehyd in A. bei Ggw. von NaOC₂H₅ 24 Stdn., Zimmertemp., aus wss. Aceton, F. 130—131°. Acetat (III), C₃₀H₄₀O₃, aus wss. Aceton, F. 180 bis 182°. — 3(β)-Oxy-5-ätiolcholsäure, C₂₀H₃₀O₃, aus III nach Bromierung in Chlf. unter Kühlung mit CrO₃-Essigsäure (5 Stdn., 50°); nach Entbromung des Prod. mit Zn-Staub u. Essigsäure (15 Min., Dampfbad) u. 1/2std. Kochen mit 2%ig. methanol. KOH aus Dioxan Krystalle, F. 273—274°. — 21-Benzalprogesteron, C₂₈H₃₄O₂, aus II mit Al-tert.-Butylat in Aceton-Toluol (5 Stdn.), aus CH₃OH, F. 155—158°. — 21-Benzyl-5-pregnen-3(β)-ol-20-on, C₂₈H₃₈O₂, aus III mit H₂ über Pd-BaSO₄ in Dioxan (1 1/2 Stdn., Zimmertemp., 3 at) über das dimorphe Acetat (C₃₀H₄₀O₃, aus CH₃OH, F. 128—129° u. 143—145°) mit K₂CO₃ in 70%ig. CH₃OH (3 Stdn.), F. 135—136°. — 21-Benzylprogesteron, C₂₈H₃₈O₂, aus vorst. mit OPPENAUERS Reagens, aus Ä.-Lg., F. 86—88°. (J. Amer. chem. Soc. 64. 1282—83. Juni 1942.)

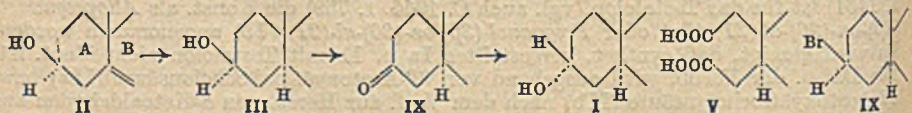
ERBE

L. Ruzicka, V. Prelog und P. Wieland, *Steroide und Sexualhormone*. 87. Mitt. Über Allopregnanol-(3β)-on-(20)-al-(21) und Pregnanol-(3β)-on-(20)-al-(21), ein Beitrag zur Kenntnis des Testalolons. (86. vgl. Plattner C. 1944. II. 1178). Von HIRANO (vgl. C. 1937. I. 1451) ist für das Testalolon (vgl. auch C. 1944. I. 759) die Konst. als Allopregnanol-(3β)-on-(20)-al-(21) (Ia) oder Pregnanol-(3β)-on-(20)-al-(21) (Ib) angenommen worden. Es wird gezeigt, daß synthet. hergestelltes Ia u. Ib mit Testalolon nicht ident. ist. Die Darst. der Verb. wird ausgehend von 3β-Acetoxyätiolcholsäure (IIa) bzw. 3β-Acetoxyätiolcholsäure (IIb) nach dem Verf. zur Herst. von α-Ketoaldehyden aus α-Halogenketonen von KRÖHNKE u. BÖRNER (vgl. C. 1936. II. 2368) bewerkstelligt. IIa u. IIb werden über die Säurechloride u. die Diazoketone in die entsprechenden ω-Chloroketone umgewandelt. Die daraus über die Pyridiniumsalze mit p-Nitrosodimethylanilin hergestellten Nitrone liefern durch Spaltung mit verd. HCl Ia u. Ib. Die Verb. kryst. mit 1 Mol. W. u. halten auch bei längerem Trocknen im Hochvakuum bei 90° 1/2 Mol. W. zurück. Durch Oxydation mit HJO₄ wird aus Ia 3β-Oxyätiolcholsäure (IIIa), aus Ib 3β-Oxyätiolcholsäure (IIIb) erhalten, während die Oxydation mit CrO₃-Eisessig zu 3-Ketoätiolcholsäure (IVa) bzw. 3-Ketoätiolcholsäure (IVb) führt.

Versuche (alle FF. korr.): 21-Pyridiniumallopregnanol-(3β)-on-(20)-chlorid, C₂₈H₃₈O₂NCl, aus 21-Chlorallopregnanol-(3β)-on-(20) mit Pyridin (1/2 Stde., 100—110°), aus A. u. CH₃OH-A. Blättchen, F. 273—274° (Zers.), enthält nach 6std. Trocknen im Hochvakuum bei 80—90° 1 Mol. H₂O. — Allopregnanol-(3β)-on-(20)-al-(21) (Ia), C₂₁H₃₂O₃, aus vorst. (0,86g) über das Nitron (F. 119—120° aus A.) durch Zers. mit 2-n HCl, Krystalle (0,43 g), F. 155° nach Sintern ab 136° (Monohydrat, verliert im Hochvakuum bei 90° in 24 Stdn. 1/2 Mol. H₂O), [α]_D = +92,7 ± 3° (c = 0,733; Pyridin). Dioxim, C₂₁H₃₄O₃N₂, gelb, aus wss. Pyridin, F. 246—249° (Zers.). Dimethylacetal, C₂₃H₃₈O₄, über Al₂O₃ mit Bzl., aus Ä.-Pae. lange Nadeln, F. 113—115°, [α]_D = +111,5 ± 3° (c = 2,142; Chlf.). Aus Ia mit Perjodsäure IIIa, F. u. Misch-F. 245—247°, mit CrO₃-Eisessig IVa, F. 253—254°. — 21-Chlorpregnanol-(3β)-on-(20), C₂₁H₃₄O₂Cl, aus 21-Diazopregnanol-(3β)-on-(20) in Ä. mit trockenem HCl, über Al₂O₃ mit Bzl., aus Essigester, F. 184—185°, [α]_D = +116,5 ± 2° (c = 1,439; Chlf.). — 21-Pyridiniumpregnanol-(3β)-on-(20)-chlorid, Blättchen, F. vom 284° (Zers.), aus C₂H₅OH. — Pregnanol-(3β)-on-(20)-al-(21) (Ib), gelb, F. 143° nach Sintern bei 127° (Monohydrat), [α]_D = +103 ± 3° (c = 1,366; Pyridin); nach 15 Stdn. im Hochvakuum bei 90° das Halhydrat, F. 129 bis 147°. Dimethylacetal, aus Ligroin, F. 126—129° nach Sublimation, [α]_D = +132 ± 10° (c = 0,06; Chlf.). Dioxim, aus wss. Pyridin Blättchen, F. 217—223° (Zers.). Aus Ib mit HJO₄ IIIb, aus A., F. 224—225,5° nach Sublimation, mit CrO₃-Eisessig IVb, aus Aceton, F. 243—246° nach Sublimation. (Helv. chim. Acta 26. 2050—57. 15/10. 1943. Zürich, Eidgen. Techn. Hochschule, Organ.-chem. Labor.)

ERBE

Pl. A. Plattner und A. Fürst, *Über Steroide und Sexualhormone*. 88. Mitt. Zur Kenntnis der β -Oxyalloötiocolansäure. (87. vgl. vorst. Ref.) Die Darst. von β -Oxyalloötiocolansäure (I) wird auf 2 Wegen vorgenommen, u. zwar 1. aus Δ^5 - β -Oxyötiocolansäure (II) nach dem Verf. von Ruzicka u. Mitarbeitern für die Überführung von Cholesterin in Epicholestanol (vgl. C. 1934. II. 2267) u. 2. durch Umsetzung des Toluolsulfonates der β -Oxyverb. mit Na-Acetat nach dem Verf. des E. P. 495 887 (vgl. C. 1939. I. 4225). Der erste Weg nimmt den skizzierten Verlauf u. begegnet bei der Überführung von β -Oxyalloötiocolansäure (III) in die Ketosäure (IV) sowie bei deren Hydrierung zu I experimentellen Schwierigkeiten. Neben IV wird eine Tricarbonsäure (V) erhalten, die sich von IV nur schwierig abtrennen läßt. Aus Analogiegründen muß angenommen werden, daß die Aufspaltung zwischen den C-Atomen 2 u. 3 erfolgt ist; V ist demnach eine Isoalloötiolithobilansäure (= 2/[3-Alloötiocolan-2,3-disäure-17-carbonsäure); von einer isomeren 3,4-Dicarbonsäure wäre eine um etwa 30° niedrigere spezif. Drehung zu erwarten. Analoge Ergebnisse werden auch bei der Oxydation von β -Oxyallopregnanon-(20) erhalten; neben Allopregnandion wird eine Ketodicarbonsäure C₂₁H₃₂O₅ gefunden, die als 20-Keto-2/[3-allopregnan-2,3-disäure anzusprechen ist. Die in Eisessig-HBr über PtO₂ ausgeführte Hydrierung von IV liefert nach Veresterung u. Acetylierung β -u. β -Acetoxyalloötiocolansäuremethylester, (VI bzw. VII), Alloötiocolansäuremethylester (VIII), den Trimethylester von V u. ein bromhaltiges Prod., das als β -Bromalloötiocolansäuremethylester (IX) aufzufassen ist, weil es mit Na-Acetat in Eisessig Alloötiocolansäuremethylester u. VI liefert u. die zu VI führende Rk. normalerweise unter Konfigurationsumkehr verläuft. Bei der zum Vgl. durchgeführten Behandlung des Methylesters von III mit PBr₃ wird die isomere β -Bromverb. erhalten. — Bei der Darst. von I auf dem zweiten Wege entsteht als Nebenprod. etwas Methylester, der sich von der $\Delta^{2,3}$ - oder $\Delta^{3,4}$ -Alloötiocolansäure ableiten dürfte, weil daraus bei Hydrierung VIII gebildet wird. — Die Notwendigkeit der Verwendung eines möglichst einheitlichen Lösungsm. für Drehungsunterss. zwecks Auswertbarkeit auch fremder Literaturangaben wird betont; Vff. wählen nach Möglichkeit Chlf. in Übereinstimmung mit anderen Autoren.

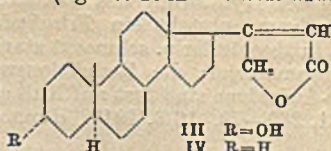


Versuche (alle FF. korr.): III mit CrO₃-Essigsäure oxydieren (16 Stdn., Zimmertemp.) u. das erhaltene IV (F. 260—262°) (1 g) in Eisessig +48%ig. wss. HBr 2 1/2 Stdn. bei 60° hydrieren; aus Aceton β -Acetoxyalloötiocolansäure, C₂₂H₃₄O₄, F. 215 bis 218°, $[\alpha]_D^{20} = +50,3^{\circ}$ (c = 1,053; Chlf.), oder nach direkter Veresterung des Reaktionsprod. mit CH₃N₂ der Methylester (VI), C₂₂H₃₆O₄, aus Aceton, F. 199—202°, $[\alpha]_D^{20} = +54,5^{\circ}$ (c = 0,88; Chlf.); Ausbeute 46%. — β -Oxyalloötiocolansäure (I), C₂₀H₃₂O₄, aus Aceton, F. 281—284°, $[\alpha]_D^{20} = +45,3^{\circ}$ (c = 0,332; Chlf.). Methylester, C₂₁H₃₄O₄, aus Aceton, F. 178—181°, $[\alpha]_D^{20} = +52,6^{\circ}$ (c = 0,893; Chlf.). — Isoalloötiolithobilansäuretrimethylester, C₂₃H₃₈O₆, große Prismen, F. 82—83°, $[\alpha]_D^{20} = +47,2^{\circ}$ (c = 1,186; Chlf.). — Alloötiocolansäure, F. 225—227°, $[\alpha]_D^{20} = +55,8$ (c = 1,20; Chlf.). Methylester (VIII), C₂₁H₃₄O₂, aus CH₃OH, F. 140—142°, $[\alpha]_D^{20} = +55,4^{\circ}$ (c = 1,24; Chlf.). — β -Bromalloötiocolansäuremethylester (IX), C₂₁H₃₃O₂Br, aus CH₃OH, F. 135°, $[\alpha]_D^{20} = +59,9^{\circ}$ (c = 1,013; Chlf.); daraus mit H₂ über RANEY-Ni in Feinsprit in Ggw. von Alkali Alloötiocolansäure, mit Na-Acetat in Eisessig (200°) VI u. Alloötiocolansäuremethylester (F. 129°, vgl. unten). — β -Bromalloötiocolansäuremethylester, aus dem Methylester von III in Bzl. mit PBr₃ (3 1/2 Stdn.), aus CH₃OH, F. 160°, $[\alpha]_D^{20} = +69,8^{\circ}$ (c = 0,973; Chlf.). — Tosylat des β -Oxyalloötiocolansäuremethylesters, C₂₈H₄₀O₅S, aus Aceton, F. 147°, $[\alpha]_D^{20} = +80,1^{\circ}$ (c = 0,973; Chlf.); daraus mit Na-Acetat in Eisessig (1 Stde.), über Al₂O₃, $\Delta^{2,3}$ - oder $\Delta^{3,4}$ -Alloötiocolansäuremethylester (?), C₂₁H₃₂O₂, aus CH₃OH, F. 129—131°, $[\alpha]_D^{20} = +94,8^{\circ}$ (c = 1,04; Chlf.) (daraus mit H₂-PtO₂ in Eisessig VIII, F. 142—144,5°, $[\alpha]_D^{20} = 53,3^{\circ}$ [c = 1,173; Chlf.]) u. VI, Ausbeute 50%. — 20-Keto-2/[3-allopregnan-2,3-disäure, C₂₁H₃₂O₅, in 15%ig. Ausbeute als Nebenprod. bei der Oxydation eines aus $\Delta^{5,6}$ β -Oxypregnenon-(20) erhaltenen Hydrierungsprod., aus A., F. 219—219,5°, $[\alpha]_D^{20} = +93,8^{\circ}$ (c = 2,00; Chlf.). (Helv. chim Acta 26. 2266 bis 73. 1/12. 1943.)

ERBE

Pl. A. Plattner, L. Ruzicka und A. Fürst, *Über Steroide und Sexualhormone*. 89. Mitt. Einfache digitalide Lactone mit Allocholan-Konfiguration. (88. vgl. vorst. Ref.) Ausgehend von β -Acetoxyalloötiocolansäure (vgl. vorst. Ref.) wird über das 21-Diazo-keton I u. das 21-Acetoxyketon II das $\Delta^{20,22}$ - β -21-Dioxyorallocholansäurelacton (III)

in glatter Rk. erhalten. Das analog aus der isomeren β -Oxysäure hergestellte β -isomere Lacton ist mit dem früher auf andere Weise dargestellten (vgl. C. 1942. II. 411. 1126) identisch. Damit sind die vier dem Cholestanol, Epicholestanol, Koprostanol u. Epikoprostanol konfiguratativ entsprechenden isomeren β -Oxylactone bekannt (vgl. auch l. c., sowie C. 1942. II. 409). Als hydroxylfreier Grundkörper wird das $\Delta^{20,22}$ -Norallocholensäurelacton (IV) aus Alloätiocholensäure bereitet (vgl. FRIED, C. 1942. II. 2654).



Versuche (alle FF. korr.): 3α -Acetoxy-21-diazoallopregnanon-(20) (I), $C_{25}H_{34}O_3N_2$ aus 3α -Acetoxyalloätiocholensäure über das Chlorid, aus Essigester-Hexan, Zers. bei $156-158^\circ$, $[\alpha]_D = +141,6^\circ$; $139,1^\circ$ ($c = 0,960$; $1,013$; Chlf.), zeigt das für α -Diazo-ketone charakterist. UV-Absorptionsspektrum. — $3\alpha,21$ -Diacetoxyallopregnanon-(20) (II), $C_{25}H_{38}O_5$, aus vorst. mit Eisessig, aus Bzl.-Hexan Nadeln, F. 165° , $[\alpha]_D = +92,1^\circ$ ($c = 0,960$; Chlf.). — 3α -Acetoxy-20,21-dioxynorallocholensäurelacton, $C_{25}H_{38}O_5$, aus vorst. mit Bromessigester in Bzl.-Dioxan in Ggw. von mit Jod aktivierten Zn-Flittern u. Nachacetylierung, über Al_2O_3 , aus CH_3OH , F. 255° (unter W.-Abspaltung), $[\alpha]_D = +50^\circ$ ($c = 1,093$; Chlf.), LEGAL-Test negativ; daneben $\Delta^{20,22}$ - 3α -Acetoxy-21-oxynorallocholensäurelacton, $C_{25}H_{38}O_5$, das auch aus vorst. mit Acetanhydrid (20 Stdn.) erhalten wird; aus CH_3OH , F. 230° , $[\alpha]_D = +19^\circ$ ($c = 0,920$; Chlf.), LEGAL-Test positiv. — $\Delta^{20,22}$ - $3\alpha,21$ -Dioxynorallocholensäurelacton (III), $C_{25}H_{34}O_3$, aus vorst. mit verd. HCl in Dioxan (3 Stdn., W.-Bad), aus CH_3OH , F. $243-244^\circ$, $[\alpha]_D = +10^\circ$ ($c = 1,093$; Chlf.), LEGAL-Test positiv. — β -Acetoxy-21-diazoallopregnanon-(20), aus CH_3OH , F. $131-132^\circ$, $[\alpha]_D = +134,4$; $132,2^\circ$ ($c = 0,893$; $1,013$; Chlf.). — $\beta,21$ -Diacetoxyallopregnanon-(20), aus Bzl.-Hexan, F. $151-152,5^\circ$, $[\alpha]_D = +80,8^\circ$ ($c = 1,093$; Chlf.). — $\Delta^{20,22}$ - β -Acetoxy-21-oxynorallocholensäurelacton, F. $193-194^\circ$, $[\alpha]_D = +1^\circ$ ($c = 1,000$; Chlf.), LEGAL-Test positiv. — 21-Diazoallopregnanon-(20), $C_{21}H_{32}ON_2$, aus CH_3OH , F. $120-121^\circ$ (Zers.), $[\alpha]_D = +151,3^\circ$ ($c = 0,826$; Chlf.). — 21-Acetoxyallopregnanon-(20), $C_{23}H_{36}O_3$ (vgl. MARKER, C. 1941. I. 2389), aus A., F. 200° , $[\alpha]_D = +101,8^\circ$ ($c = 0,933$; Chlf.). — $\Delta^{20,22}$ -21-Oxynorallocholensäurelacton (IV), $C_{23}H_{34}O_2$, aus CH_3OH , F. 170° , $[\alpha]_D = +1,3^\circ$ ($c = 0,920$; Chlf.), LEGAL-Test positiv. (Helv. chim. Acta 26. 2274-78. 1/12. 1943.)

ERBE

Walter Hoffmann, Zur Kenntnis des Verbenalins [Cornin]. Es wird endgültig bewiesen, daß im Verbenalol (Aglukon des Verbenalins) kein Bzl.-Kern enthalten ist. Das bei der Glucosidspaltung am Verbenalol frei werdende OH stellt ein Enol dar. — Bei der Acetylierung des Glucosides werden 4 Acetylen aufgenommen. Im Aglukon ist außer dem enol. OH kein weiteres OH, auch kein schwer acetylierbares OH, enthalten. Die Anwendbarkeit des Acetylbestimmungsverf. von KÖGL (Liebigs Ann. Chem. 445. [1925]. 178) wird bei solchen Verf. in Frage gestellt, die unter den Bedingungen dieses Verf. fremde, wasserdampflichtige Säuren (z. B. Ameisensäure) abzuspalten vermögen. Das Verf. wird in jenen Fällen zu erhöhten Werten führen, in denen glucosehaltiges Material analysiert wird. — Die Ggw. eines Carbonyls im Verbenalol wurde durch die Bldg. eines Phenylhydrazons u. eines p-Bromphenylhydrazons erhärtet; durch die Bldg. dieser beiden Derivv. ist die Ggw. eines Carbonyls im Verbenalin bewiesen; das nicht acetylierte Verbenalin ist einer n. verlaufenden Carbonyl-Kondensations-Rk. (Oximierung, Phenylhydrazonbildung) nicht zugänglich; die Frage nach Art des Carbonyls, ob Aldehyd- oder Ketogruppe, konnte nicht endgültig geklärt werden. — Die Darst. des Tetraacetylverbenalins wurde verbessert. Die Bromierung des acetylierten Verbenalins lieferte ein selbstzersetzliches Bromprodukt. — Die Behandlung des acetylierten Verbenalins mit Na-Amalgam in schwach essigsaurer Lsg. lieferte ein Tetrahydroderiv., das noch nicht näher untersucht wurde. — Die von CHEYMOL für das Verbenalol als Arbeitshypothese aufgestellte Formel wird abgelehnt. Es wird eine Ket-enolgruppierung, $\cdot CO \cdot C(OH) = C <$, zur Diskussion gestellt: die Möglichkeit der Nachbarstellung der Ket-enolgruppierung zur Lactongruppe wird offen gelassen. — In einer Anm. wird darauf hingewiesen, daß CHEYMOL (vgl. C. 1939. I. 130) ein Oxim des Verbenalins von der n. Zus. $C_{17}H_{15}O_{10}N$ nicht in Händen gehabt hat. — Für das gemeinsame Glucosid der *Verbena off. L.* u. der *Cornus florida L.* wird von CHEYMOL im Einverständnis mit REICHERT (C. 1935. II. 1021), der vorgeschlagen hatte, nur den Namen *Cornin* zu gebrauchen, künftig nur noch die Bezeichnung *Verbenalin* gebraucht werden.

Versuche: Tetraacetylverbenalin; aus Verbenalin in Pyridin mit Essigsäureanhydrid u. 5%ig. H_2SO_4 unter Eiskühlung; Krystalle, aus 70%ig. A., F. 133° . — Phenylhydrazon $C_{31}H_{38}O_{13}N_2$; Nadeln; aus A., F. 197° (bei schnellem Erhitzen). — p-Bromphenylhydrazon $C_{31}H_{37}O_{13}N_2Br$; aus Tetraacetylverbenalin u. p-Bromphenylhydrazin

in Pyridin; Nadeln, aus A., F. 215° (Zers.); nimmt an der Luft gelblichen Ton an. — Bei der Hydrierung des *Tetraacetylverbenalins* in CH₃OH mit Eisessig u. 3%ig. Na-Amalgam entsteht ein *Tetrahydroderiv.* C₂₅H₃₈O₁₄; Krystalle, aus A.+W., F. 147°; ist luftbeständig u. schmeckt stark bitter; ist in A. u. CH₃OH leichter lösl. als das Ausgangsmaterial; die Reduktionswrkg. gegen alkohol.-ammoniakal. AgNO₃-Lsg. u. die Br-Aufnahme sind fast auf Null gesunken. (Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. 281. 269—79. 16/8. 1943. Hannover, Tierärztliche Hochschule.) BUSCH

E. Biologische Chemie. Physiologie. Medizin.

E₁. Allgemeine Biologie u. Biochemie.

H. Kalmus, *Die Vererbung der Kohlendioxyd-Empfindlichkeit auf Artbastarde bei Drosophila*. Individuen eines bestimmten *Drosophila melanogaster*-Stammes sterben, wenn sie 5 Min. einer CO₂-Atmosphäre ausgesetzt wurden (bei 1—23°), während andere Fliegen der gleichen Art sich nach einer CO₂-Behandlung rasch erholen. Im Kreuzungsvers. wird die mütterliche CO₂-Empfindlichkeit auf sämtliche Nachkommen übertragen; CO₂-empfindliche männliche Fliegen vererben dieses Merkmal nur auf einen Teil ihrer Nachkommen. Von letzteren CO₂-empfindlichen Nachkommen sind nur die weiblichen Individuen, u. zwar auch nur zum Teil, zur Weitervererbung dieser Eig. befähigt, nicht aber die männlichen. Keine der CO₂-resistenten F.-Fliegen übertrug eine CO₂-Empfindlichkeit. Das Kreuzungsprod. aus *D. simulans* b♀ × *D. melanogaster* e CO₂-empfindlich ♂ besteht aus CO₂-empfindlichen u. -resistenten Individuen in wechselnden Verhältnissen (z. B. 10 : 3 oder 12 : 9). (Nature [London] 152. 692. 11/12. 1943. London, Univ. Coll., Dep. of Biometry.) KEIL

Eugen Macovski und Zenobia Opreanu, *Untersuchungen über die Permeabilität lebender Membranen*. 12. Mitt. *Das Eindringen von Strychnin aus einer injizierten Lösung in den Froschkörper (Rana ridibunda Pall.) und die entsprechende Vergiftungsgleichung*. (Vgl. C. 1943. II. 2028.) In Verss. an *Rana ridibunda* Pall. wurde gezeigt, daß für das Eindringen injizierter Strychninlsgg. in den Körper die aus dem FICKSchen

Diffusionsgesetz abgeleitete Vergiftungsgleichung $\tau = k \frac{s}{s-B} + \tau_0$ gilt. (Biochem. Z. 316. 359—71. 19/4. 1944. Bukarest, Univ., Naturwissenschaftl. Fak., Biochem. Labor.) ZIPF

Italo Calma und Charles L. Foster, *Trypanblau und Zellwanderung in der Nebennierenrinde von Ratten*. Jungen, teils noch unreifen Rattenmännchen wurden 1—3 ccm einer 1% Trypanblaulsg. in Salzwasser injiziert. Die 2—54 Stdn. später getöteten Tiere zeigten unabhängig von Zeit u. Dosis Trypanblautropfen in der Kapsel, in der Zone der Glomeruli u. im fasciculären u. reticulären Lager. Anhaltspunkte für eine einwärts gerichtete Zellwanderung in der Nebennierenrinde ergaben sich nicht. (Nature [London] 152. 536. 6/11. 1943. London, Dep. Phys. and Biol. Middlesex Hosp.) STUBBE

Gustave Roussy und Maurice und Paul Guérin, *Neue Untersuchungen über die Transplantation von Geweben im Laufe ihrer Cancерisierung durch Benzopyren*. Aus Verss. über die Transplantation von Benzopyrentumoren mit u. ohne Benzopyreneinschlüssen am tumortragenden Tier u. auf andere Tiere schließen Vff., daß die Krebsbldg. durch Benzopyren weniger die Folge einer allg. Wrkg. des Stoffes auf den Organismus ist, als vielmehr eine örtliche Wrkg. auf die dem Benzopyren benachbarten Zellen, die sich allerdings auf eine gewisse Entfernung äußert. Transplantiert man Gewebe von Benzopyrentumoren in die Nähe bereits cancerisierter Zellen, so macht sich ein gewisser Antagonismus bemerkbar. Die durch die Transplantation bewirkten Zellverletzungen begünstigen die Malignität der Tumoren. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales 138. 25—27. Jan. 1944. Paris, Univ., Krebsinst.) GEHRKE

E₂. Enzymologie. Gärung.

Gaston Ramon, *Ferment. Anaferment. Antiferment*. Setzt man eine Lsg. von Papain der Wrkg. von Formaldehyd in der Wärme aus unter Bedingungen, die man zur Darst. der Anatoxine anwendet, so verliert es seine tox. u. enzymat. Eigg., behält aber sein Immunisierungsvermögen bei. Das so behandelte Ferment bewirkt bei subcutaner Injektion am Pferde die Bldg. eines Antipapains, das gegen Papain flockend u. gelatinolysehemmend wirkt. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 217. 562—66. 6—27/12. 1943.) GEHRKE

William C. Stadie und John A. Zapp jr., *Die Gleichgewichtsbeziehungen von d-Aminosäureoxydase, Flavin-adenin-dinucleotid und Aminosäuren aus kinetischen Daten*. Aus

kinet. Messungen u. deren mathemat. Behandlung ergibt sich eine Ausweitung der Theorie von MICHAELIS u. MENTEN für die Gleichgewichte zwischen Enzym, Coenzym, Substrat u. H-Ionen. (J. biol. Chemistry 150. 165—83. Sept. 1943. Philadelphia, Univ. of Pennsylvania).

HESE

Francis Binkley, *Über die Natur der Serindehydrase und der Cysteindesulfurase*. Die Wrkg. der Cysteindesulfurase wird in rohen Extrakten aus *Escherichia coli* durch Glucose, Serin oder Phosphoglycerinsäure vollständig gehemmt. In reaktivierten dialysierten Extrakten erfolgt durch Glucose keine Hemmung, wohl aber durch die beiden anderen Substanzen. — Die Serindehydrase wird durch Dialyse inaktiviert u. kann durch Zusatz von anorgan. Ionen reaktiviert werden. Die Spaltung von Phosphoglycerinsäure wird gehemmt durch Cystein oder Serin. Fluorid hemmt die Wrkg. der reaktivierten dialysierten Extrakte auf Serin oder Cystein. KCN hemmt die Wrkg. gegen Cystein nur dann, wenn die Reaktivierung mit Zn-Ionen bewirkt wurde; KCN inaktiviert dagegen die Wrkg. gegen Cystein, wenn die Reaktivierung mit Zn⁺⁺, Mg⁺⁺ oder Mn⁺⁺ erfolgte. — Die Desulfurase u. die Serindehydrase der tier. Gewebe sind den Enzymen der Mikroorganismen sehr ähnlich. (J. biol. Chemistry 150. 261—62. Sept. 1943. New York, Rockefeller Inst. for Med. Res.)

HESE

Reginald M. Archibald und Paul B. Hamilton, *Entfernung von Canavanin aus Präparaten von Jackbohnenurease*. Es ist bekannt (KITIGAWA, DAMODARA), daß Canavanin (in Jackbohnen) mit Arginase unter Bldg. von Harnstoff + Canalin reagiert, wobei die Freisetzung von Harnstoff langsamer erfolgt als bei Einw. von Arginase auf Arginin. Für Zwecke der Best. von Arginin mittels Arginase + Urease ist es daher wichtig, ein von Canavanin freies Präp. der Urease zu haben. Dieses Präp. soll auch frei von anderen Aminosäuren sein, damit es zur Entfernung von Harnstoff aus Lsgg. dienen kann, in denen Aminosäuren bestimmt werden sollen. Vff. erhalten ein solches Präp. aus der mittels Acetonfällung hergestellten Urease (die 7—8% Canavanin enthält) durch Dialyse. (J. biol. Chemistry 150. 155—58. Sept. 1943. New York, Rockefeller Inst. for Med. Res.)

HESE

Mildred Adams und C. S. Hudson, *Neue Methoden für die Reinigung von Saccharase und einige Eigenschaften der erhaltenen Produkte*. Die Reinigung umfaßt folgende Stufen: Autolyse, Dialyse, Fällern von inakt. Material bei pH 5,4, Adsorption an Bentonit bei pH 3,7 u. Elution mit Acetatpuffer bei pH 5,4. Ferner werden Fällungen des amphoter reagierenden Enzyms mit Pikrinsäure, Flaviansäure, RRIINECKE-Salz, Pikrolonsäure einerseits bzw. Cu-Acetat u. Uranylacetat andererseits beschrieben. — Saccharase ist in gesätt. Lsg. von Ammonsulfat unlöslich. Die erhaltenen Präpp. enthalten neben vornehmlich Protein kleine Mengen von Kohlenhydrat. (J. Amer. chem. Soc. 65. 1359—68. Juli 1943.)

HESE

Mildred Adams, Nelson K. Richtmyer und C. S. Hudson, *Einige Enzyme, welche in hoch gereinigten Saccharasepräparaten vorkommen; ein Beitrag zum Studium von Fructofuranosidasen, Galaktosidasen, Glucosidasen und Mannosidasen*. Die nach der vorigen Mitt. (vgl. vorst. Ref.) hergestellten Präpp. von Saccharasen wurden in ihrer Wrkg. auf Saccharose, Raffinose, Stachyose u. Inulin untersucht. Aus den Ergebnissen schließen Vff., daß in Saccharose u. Raffinose die Saccharosebindung von einer β -D-Fructofuranosidase (WEIDENHAGEN) gespalten wird. Inulin wird jedoch (im Gegensatz zu WEIDENHAGEN) von einem anderen Enzym, einer Inulinase, gespalten. Das Inulinmol. scheint 1,7% Glucose zu enthalten, die während der Hydrolyse allmählich freigesetzt werden. — Die α -D-Galaktosidase, welche in den Präpp. enthalten ist, wurde an α -Methyl-D-galaktosid, α -Phenyl-D-galaktosid u. dem konfigurat. verwandten α -Methylarabinosid geprüft. Die Galaktosidbindungen in Stachyose u. Mannotriose werden von α -, nicht aber von β -D-Galaktosidase gespalten. Stachyose wird daher als 6- α -D-Galaktopyranosido-4- α -D-galaktopyranosido-2- α -D-glucopyranosido- β -D-fructofuranosid, Mannotriose als 6- α -D-Galaktopyranosido-4- α -D-galaktopyranosido-D-glucose angesehen werden. — Das reinste Präp. von Saccharase enthielt noch: α -Glucosidase (welche Amygdalin, Gentiobiose sowie α -Phenyl-D-glucosid spaltet), nicht aber Cellobiose oder Lactose. — Ferner ist β -D-Mannosidase vorhanden. Dagegen konnte Spaltung durch hochgereinigte Saccharasepräpp. nicht beobachtet werden bei einem α -D-Fructanosid (Isosaccharose), bei einem β -D-Galaktosid, α -D-Glucosid (einschließlich α - u. β -Dextrine) oder α -D-Mannosid, Melezitose u. α -Methyl-D-manno-D-galactosid. (J. Amer. chem. Soc. 65. 1369—80. Juli 1943. Bethesda (Maryland), Nat. Inst. of Health.)

HESE

Evelyn B. Tilden, Mildred Adams und C. S. Hudson, *Reinigung der Amylase von Bacillus macerans*. Die zur Reinigung der Amylase aus *Bacillus macerans* ausgearbeitete Meth. besteht in: Fällern mit Aceton, Lösen in W., Adsorption an Aluminiumhydroxyd

in Ggw. von Acetatpuffer von p_H 4,8, Elution mit Phosphat von p_H 7,6, weitere Konzentrierung mit Aceton u. schließlich Dialyse (unter Verlust). Das erhaltene Prod., welches 140mal wirksamer ist als die Ausgangslsg., vermag das 1000fache seines Gewichtes an Stärke in 30 Min. bei 40° in kryst. Dextrine umzuwandeln. (J. Amer. chem. Soc. 64. 1432—33. Juni 1942. Bethesda, Maryland, Nat. Inst. of Health.) HESSE

E. Justin Wilson jr., Thomas John Schoch und C. S. Hudson, *Die Wirkung der Macerans-Amylase auf die Fraktionen der Stärke*. Auswählende Fällung von Stärkesolen mit Mischungen von n-Butylalkohol u. Isoamylalkohol erlaubt die Trennung von Fraktionen durch Zentrifugieren bei niedrigen Tourenzahlen. — Mit Maceransamylase ergeben die ausgefällten Fraktionen aus Weizenstärke u. aus Kartoffelstärke hohe Ausbeuten an SCHARDINGER-Dextrin u. geringere Ausbeuten an nichtkryst. Grenz-dextrinen. Im Gegensatz hierzu geben die nicht gefällten Fraktionen niedrige Ausbeuten an SCHARDINGER-Dextrin u. mehr Grenz-dextrine, als aus den ursprünglichen Stärken entstehen. Hiernach ist eine verhältnismäßig einfache Mol.-Konst. der gefällten Fraktion u. eine komplexere Konst. der nichtgefallten Fraktion anzunehmen. Das Verh. der wachhaltigen Maisstärke ähnelt dem der nichtgefallten Fraktionen von Weizen- u. Kartoffelstärke. — Die Empfindlichkeit einer Stärkeverdauung gegen Alkali wächst während der Enzymolyse mit Maceransamylase: die SCHARDINGER-Dextrine sind stabil gegen Alkali, die Grenz-dextrine sind labil gegen Alkali. — Ein unlösl. Präzipitat (γ-Amylose), welches bei Behandlung von Weizenstärke mit Maceransamylase entsteht, wird auf Ggw. von fetthaltigem Material u. auf unvollständige Dispersion der Stärke zurückgeführt. Unter geeigneten Bedingungen ist der Anteil an unlösl. Material zu vernachlässigen. (J. Amer. chem. Soc. 65. 1380—83. Juli 1943. Bethesda, Maryland, National Inst. of Health u. Argo, Illinois.) HESSE

Lars Gunnar Sillén und Karl Myrbäck, *Über die Dextrinierung von Amylose durch α-Amylase*. Die Messungen von MYRBÄCK u. THORSELL über den Abbau von Amylose durch α-Amylase wurden mit kinet. Berechnungen unter verschied. Annahmen verglichen. Dabei ergab sich, daß während der ersten Phase der Einw., der „Dextrinierung“, alle Bindungen in einer Glucosekette mit großer Geschwindigkeit angegriffen werden außer sechs: den fünf äußersten Bindungen an einem Ende u. der äußersten Bindung am anderen Ende der Kette. (Svensk kem. Tidskr. 56. 142—51. April 1944. Stockholm, Univ.) HESSE

Eric Kneen und R. M. Sandstedt, *Ein Hemmstoff für Amylase aus gewissen Cerealien*. Das Weizenkorn enthält eine in W. lösl., eiweißähnliche Substanz, welche den Angriff von Speichelamylase, Pankreasamylase sowie der meisten Bakterienamylasen auf verkleisterte u. auf rohe Stärke so hemmt, daß die Dextrinierung nur zu 82 bzw. 23 bzw. 48% erfolgt. Malzamyase, zwei Amylasepräpp. des Handels (vermutlich bakterieller Herkunft) sowie Pilzamyase wurden nicht beeinflußt. — Der Hemmstoff findet sich in Weizen u. Roggen sowie in gewissen Sorten Hirse, nicht aber in Gerste, Hafer, Mais, Reis u. den meisten Sorten Hirse. — Die Wrkg. auf die Amylase ist reversibel. Durch verschied. Löslichkeit in A. kann man die Amylase-Hemmungskörper-Verb. in ihre (akt.) Komponenten zerlegen. (J. Amer. chem. Soc. 65. 1247. Juni 1943. Lincoln, Nebraska, Univ. of Nebraska.) HESSE

Cl. Fromageot und R. Grand, *Fermentative Bildung von Alanin aus Cystein*. Bei Einw. von Desulfurase der Leber auf Cystein wird eine solche Menge von Alanin mit der Methodik von FROMAGEOT u. HEITZ nachgewiesen, daß der Verlauf der Rk. in befriedigender Weise der Gleichung entspricht: $3 \text{HS} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}(\text{NH}_2) \cdot \text{COOH} = \text{H}_2\text{S} + \text{CH}_3 \cdot \text{CH}(\text{NH}_2) \cdot \text{COOH} + [\text{S} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}(\text{NH}_2)\text{COOH}]_2$. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5.] 10. 436. Sept./Okt. 1943.) HESSE

Cl. Fromageot und Tchen Pau Kiun, *Über die aktiven Gruppierungen der Cysteinase des „Bacillus subtilis“*. Bei Desulfurierung von Cystein durch Bac. subtilis wurde eine Hemmung durch Ketonreagenzien (Hydroxylamin, Hydrazin, Semicarbazid, HCN) sowie eine starke Verlangsamung der Wrkg. durch Lactat, Natriumglykolat oder Alanin gefunden. Offenbar sind in der Wirkgruppe des Enzyms Ketogruppen vorhanden. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5.] 10. 436—37. Sept./Okt. 1943.) HESSE

Nguyen van Thoai, Jean Roche und Lillane Sartori, *Isolierung und Kristallisation der alkalischen Phosphatase der Niere (Phosphomonoesterase)*. Aus Nierenautolysat werden Eiweißkristalle mit hohem Geh. an Phosphomonoesterase dargestellt. Nach 3maligem Umkryst. wird ein Wirkungswert von 9000 statt 82 im Ausgangsmaterial erhalten; gleichzeitig ändert sich der Wert für Pyrophosphatase von 35 auf 40. Bei weiterem Umkryst. geht die Wrkg. allmählich verloren. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales 138. 47—48. Jan. 1944.) HESSE

Jean Roche und Nguyen van Thoai, *Einfluß verschiedener Metallionen auf die alkalischen Phosphatasen (Phosphomonoesterase und Pyrophosphatase)*. (Vgl. vorst. Ref.) Zusätze von verschied. Metallionen zu Lsgg. von Phosphomonoesterase (I) u. Pyrophosphatase (II) ergeben starke Aktivierungen beider Enzyme durch Mg⁺⁺, Mn⁺⁺ oder Ca⁺⁺ sowie Hemmung von I durch Fe⁺⁺ u. Zn⁺⁺, welche beiden Metalle dagegen II aktivieren; ein Gemisch von Mg⁺⁺, Mn⁺⁺ u. Ca⁺⁺ aktiviert in gleicher Weise wie Mg⁺⁺ allein; die Wrkg. dieser Ionen wird verändert durch gleichzeitig zugesetztes Fe⁺⁺ oder Zn⁺⁺ in der Weise, daß die starke Aktivierung von I stark vermindert u. daß bei II die Aktivierung noch verstärkt wird. Danach ist es möglich, daß die untersuchten Metalle an der Konst. der alkal. Phosphatasen des Darmes beteiligt sind; sie bilden anscheinend dissoziierbare Verb. mit dem eiweißartigen Apoenzym. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales 138. 49—50. Jan. 1944. Marseille, Faculté de médecine et de pharmacie.)

HESSE

Jean Roche, Nguyen van Thoai und Jacqueline Durand, *Alkalische Phosphomonoesterasen und Pyrophosphatasen*. (Vgl. vorst. Ref.) Die Lsgg. der alkal. Phosphatasen wurden gegen Pufferlsgg. dialysiert, welche Komplexbildner wie Diäthylthiocarbamat oder α, α' -Dipyridyl enthalten. Dadurch kann man die Stabilität der natürlichen Metallkomplexe sowie die Reaktivierbarkeit durch Metallionen untersuchen. Pyrophosphatasen (II) werden nicht so stark verändert wie die Phosphomonoesterasen (I). Reaktivierung erfolgt bei I durch Mg⁺⁺, Mn⁺⁺ oder Ca⁺⁺, welche Metalle auf II nur geringere Reaktivierungswrkg. ausüben. Fe⁺⁺ u. Zn⁺⁺ hemmen II, wogegen sie I nach stark verlängerter Dialyse aktivieren. Die beiden Enzyme lassen sich also deutlich voneinander unterscheiden. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5.] 10. 418. Sept./Okt. 1943.)

HESSE

Jean Courtois, *Wirkung von Hemmungskörpern auf die Mandelphosphatase*. III. *Untersuchungen über die lösliche Hemmungssubstanz, welche durch Oxydation von Ascorbinsäure mittels Kupfersalzen erhalten wird*. (II. vgl. C. 1943. II. 1965.) Die Hemmungssubstanz, welche nach Einw. von Cu-Salzen auf Ascorbinsäure in Lsg. bleibt, befindet sich nicht im koll. Zustand, sondern ist dialysierbar u. ultrafiltrierbar. Man kann sie ansehen als einen Cu-Komplex derjenigen Oxydationsprodd. der Ascorbinsäure, welche mit H₂S zu Ascorbinsäure reduzierbar sind. Dieser verhältnismäßig stabile Komplex ist von spezif. Wrkg.: die Cu-Komplexe aus Äthylendiamin, Acetylaceton oder Oxalsäure hemmen die Phosphatase nicht. (Bull. Soc. Chim. biol. 25. 363—70. Okt./Dez. 1943. Paris, Pharmazeut. Fakultät.)

HESSE

Eliane Le Breton und Jean Pantaléon, *Cholesterinesterase und Lecithinase im Pankreassaft*. Im Pankreasfistelsaft konnten Cholesterinesterase (II) u. Lecithinase (III) als zwei von der bisher bekannten Lipase (I) verschied. Enzyme nachgewiesen werden. Diese drei Enzyme zeigen folgende p_H-Optima; I 7,2; II 8,2 III 7,2; Es werden gehemmt: durch Monobromessigsäure I u. II nicht, dagegen III sehr stark; durch Phlorrhizin I u. II nicht, dagegen III sehr stark; durch Hämolytat von gewaschenen roten Blutkörperchen I wenig, II stark u. III sehr stark. Durch Gallensalze werden I u. II sehr stark aktiviert, III aber gehemmt. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales 138. 20—22. Jan. 1944.)

HESSE

Eliane Le Breton und Jean Pantaléon, *Nachweis einer Lecithinase im Serum oder Plasma der Säugetiere*. (Vgl. vorst. Ref.) Nach früheren Befunden (vgl. PANTALÉON, C. 1944, I. 1187.) existiert im Blutserum eine *Cholesterinesterase*, welche Cholesterin mit Fettsäuren verestert. Da eine Lipase im Serum nicht vorkommt, müssen die Fettsäuren durch enzymat. Spaltung von Phosphatiden entstehen. Die Existenz einer *Lecithinase* ist wahrscheinlich, da im sterilen Serum bei 37° in 72 Stdn. die Menge der Phosphatide abnimmt u. auch zugesetztes Lecithin hydrolysiert wird. Die Hydrolyse geht bis zur Abspaltung von 2 Mol. Fettsäuren + Cholinglycerophosphat. Diese „Lecithinase B“ wird (analog wie im Pankreassaft) durch Monobromessigsäure, erhitztes Hämolytat von roten Blutkörperchen derselben Art sowie durch Phlorrhizin gehemmt. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales 138. 36—38. Jan. 1944.)

HESSE

Eliane Le Breton und Jean Pantaléon, *Veresterung von Cholesterin im Blutserum. Gekoppelte Wirkung von Lecithinase und Cholesterinase*. (Vgl. vorst. Ref.) Die Rk. der Cholesterinesterase verläuft — gemessen an der Gleichgewichtskonstanten — rascher als die der Lecithinase. Die Wrkg. der beiden Enzyme ist in der Weise verknüpft, daß die Veresterung des Cholesterins abhängt vom Verhältnis Fettsäuren aus Lecithin: freies Cholesterin. — Über die sich aus den 3 vorst. Arbeiten ergebenden physiolog. Folgerungen s. im Original. (C. R. Séances Soc. Biol. Filiales 138. 38—39. Jan. 1944. Paris, Ecole pratique des Hautes Etudes.)

HESSE

E₃. Mikrobiologie. Bakteriologie. Immunologie.

Tiziano Formaggio, *Intravenöse Vaccination und hämatochemische Veränderungen bei Typhus abdominalis*. Unter der intravenösen Vaccinetherapie wurde bei Typhus nach der Injektion stets eine kurzdauernde Erhöhung des Cholesteringeh. u. eine starke Erhöhung des Polypeptidgeh. des Blutes beobachtet, während sich der Ca-Geh. nicht in charakterist. Weise ändert. Die intravenöse Vaccinetherapie sollte daher nur in Fällen guter Funktionsfähigkeit von Leber u. Nieren angewandt werden. Die beobachteten Veränderungen in der Blutzus. gestatten keinen Schluß auf den Verlauf der Krankheit. (Rass. Clin., Terap. Sci. affini 42. 78—83. März/April 1943. Novara, Hosp. „della Carita“.) GEBRKE

Johs. Ipsen, *Bericht über den Stand der Arbeiten über die Herstellung von Standard-tetanustoxin*. Standardtetanustoxine aus 12 namhaften Laboratorien verschied. Staaten zeigten keine Übereinstimmung im Titer. Als Ursache der Verschiedenheiten wird die Schwierigkeit angesehen, mittels Kalbfleisch einen stets gleichmäßigen Nährbodenextrakt herzustellen. Als Nährboden wird eine Kalbfleischbouillon mit 0,5% NaCl u. 1% Wittepepton vorgeschlagen, die mittels NaOH auf einem p_H von 8,0 gehalten wird. (Bull. Organisat. Hygiène 9. 471—75. 1940/41. Kopenhagen, Staatl. Seruminst.) ZIFF

Johs. Ipsen, *Vergleich von in sieben Laboratorien hergestellten Tetanusstandardtoxinen unter Zugrundelegung desselben Stammes und derselben Methode*. Vergleichende Verss. in sieben verschied. Laboratorien ergeben, daß es bei Anwendung derselben Methoden u. desselben Stammes gelingt, Toxine gleicher Qualität zu erhalten. (Bull. Organisat. Hygiène 9. 476—501. 1940/41. Kopenhagen, Staatl. Seruminst.) ZIFF

E₄. Pflanzenchemie und -physiologie.

Eilh. Alfred Mitscherlich, *Die Erforschung pflanzenphysiologischer Gesetzmäßigkeiten und deren Nutzanwendung in der landwirtschaftlichen Praxis*. (An. Inst. Cercetări agronom. Români i [Ann. Inst. Rech. agronom. Roum.] 14. 3—33. 1942. Kutschlau über Schwiebus. [Orig.: dtsch.]) KEIL

Lothar Geitler, *Lokalisierte Carotinbildung in langgestreckten Algenzellen*. Bei *Spirotaenia condensata* u. *Sp. erythrocephala* wurden an den Enden des Chromatophorenspiralbandes Carotin-Tropfen bzw. -Krystalloide nachgewiesen, analoge Bldgg. auch bei der Blaualge *Dactylococcopsis linearis*. Diese Carotinlokalisierung wird durch eine physiolog. Verschiedenheit (Hemmungserscheinung) innerhalb des Chromatophors bzw. Chromatoplasmas erklärt. (Wiener bot. Z. 92. 212—14. 8/12. 1943. Lunz am See, Biol. Station.) KEIL

Axel Jermstad, *Über das Vorkommen von Vitamin C in der Frucht („Beere“) von Seedorn (Hippophae rhamnoides L)*. Durch TILLMANN'S Meth. (Titration mit 2,6-Dichlorphenolindophenol) wurden von E. Brochmann Hansen in der Frucht u. im Saft 270 mg% Vitamin C (I) u. im Saft allein 312 mg% bestimmt. Sirup, mit 60% Zucker unter schwacher Erwärmung hergestellt, enthält 137 mg/100 I u. nach 3jähriger Aufbewahrung in gut verschlossenen Flaschen 31,7 mg/100 g. In den norweg. Früchten konnten außerdem Glykoside nach BOURQUELOTS Meth. nachgewiesen werden. (Medd. norsk farmac. Selsk. 6. 86—90. April 1944.) E. MAYER

Artturi I. Virtanen, A. Kärkelä und Niilo Rautanen, *Die Keimung und Reifung der Samen als biochemisches Geschehen*. Nach VIRTANEN (Suomen Kemistilehti 15. B. 1942. 22) werden die im trockenen Samen in inakt. Form vorliegenden Enzymproteine aktiviert, wenn die Samen durch W.-Aufnahme anschwellen. Der Keimungsvorgang ist als Folge dieser allg. Aktivierung anzusehen. Dies wird an Katalase u. Alkoholdehydrase der Erbse gezeigt. Katalase zeigt bis zum sechsten Tage parallel mit der Entw. der K. imblätter eine starke Aktivitätssteigerung, fällt dann stark ab u. zeigt wieder eine starke Steigerung, wenn das eigentliche Wachstum der Pflanze begonnen hat. Die sich entwickelnden Samen zeigen hohe Enzymaktivität, die beim Reifen absinkt, wobei W.-Abgabe als Ursache der Inaktivierung anzusehen ist. Die Inaktivierung ist irreversibel: bei W.-Aufnahme erfolgt wieder Aktivierung. (Suomen Kemistilehti 17. B. 21—22. 1944. Helsinki, Univ. [Orig.: dtsch.]) HESSE

Artturi I. Virtanen und Hilikka Linkola, *Über die Aktivität verschiedener Stämme der Leguminosobakterien*. Die wichtigsten Ergebnisse der seit Mitte der zwanziger Jahre durchgeführten Arbeiten über biolog. N-Bindung durch Knöllchenbakterien sind folgende: Es gibt neben den stark akt. Bakterienstämmen auch völlig inaktive sowie eine Fülle von Zwischenformen; dabei handelt es sich im Gegensatz zur Meinung von THORNTON nicht etwa nur um Gradunterschiede. Inakt. Stämme bleiben auch bei

fünfmaliger Überimpfung inaktiv. Der Bakterienstamm, welcher zuerst am Wurzelsyst. der Wirtspflanze Knöllchen gebildet hat, bewirkt Immunität gegen andere Bakterienstämme; so kann nach Beimpfen mit einem inakt. Stamm u. Entw. der Knöllchen durch darauffolgendes Beimpfen mit einem akt. Stamm nicht ein Wachstum der Erbsen hervorgerufen werden. — Wird der Keimling der Wirtspflanze gleichzeitig mit einem akt. u. einem völlig inakt. Stamm geimpft, so ist das Wachstum in verschied. Fällen verschied.; es kann sehr kräftig oder auch sehr schwach sein oder (am häufigsten) zwischen diesen Extremen liegen. — Die eigentliche Ursache der Inaktivität einiger Bakterienstämme ist noch nicht erkannt. (Suomen Kemistilehti 17. B. 22. 1944. Helsinki, Univ. [Orig.: dtsh.]) HESSE

G. v. Doby und G. v. Füleky, *Über den Stickstoffumsatz in Pflanzen*. Analysierung von im Freiland kultivierten Sojapflanzen bzw. deren verschied. Organe zu 5 verschied. Entwicklungsstadien. — Der absolute Geh. an den verschied. N-Fractionen bezogen auf die ganze Pflanze, steigt bis zur Erntereife an, während der Geh. an lösl. N, *Amiden* usw. nach der Blüte abnimmt. Relativ gehen die Gehh. der N-Fractionen in allen Organen von Beginn oder Ende der Blüte ab, mit Ausnahme der weiter ansteigenden *Aminosäuren*, zurück. Lösl. N, *Aminosäuren* u. *Amide* wandeln sich im Verlaufe der Pflanzenentw. ineinander um, ebenso die einzelnen Eiweißkörper. Die durch Enzyme hydrolysierbaren Eiweißkörper enthalten antagonist. zueinander stehende Aminosäuren u. bas. Stickstoff. (Biochem. Z. 316. 52—69. 8/12. 1943. Budapest, Univ. für Techn. u. Wirtschaftswiss., Agrikulturchem. Inst.) KEIL

W. Straib und A. Noll, *Untersuchungen über den Einfluß der Hitze auf den Rostparasitismus*. Die Versuchspflanzen (verschied. Weizensorten) wurden 5 Tage nach ihrer Infizierung mit *Puccinia glumarum tritici* u. *P. triticea* durch Eintauchen in W. wärmebehandelt. Bei gleicher Einwirkungsdauer verstärken sich die Resistenzmerkmale (Chorosen u. Nekrosen) mit steigender Temp. bis 35°, dann folgt Abschwächung. Zur Erlangung der Resistenz ist bei 25° eine Behandlungsdauer von 16 Std., bei 30° von 2 Std. u. bei 50° nur mehr eine von 1 Sek. nötig. Die Fruktifikation wurde bei 30° während einer 15 std., bei 50° während einer 5 Sek. Behandlungszeit völlig unterdrückt. Bei frühzeitiger Wärmeeinw. nach der Beimpfung genügt eine entsprechend kürzere Behandlungszeit. Eine Wärmebehandlung der Versuchspflanzen vor ihrer Infizierung erhöht ihre Anfälligkeit gegenüber Braunrost u. Gelbrost (erkennbar im Rückgang der Blattflecken u. der Förderung der Pilzfruktifikation). — Die Wärmewrkg. beruht auf einer Schädigung des Pilzmyzels, dessen Wachstum gehemmt ist, wobei eine wundgummiartige Substanz entsteht, die Haustorien in bestimmter Weise verbildet werden u. diese wie auch das ganze infizierte Gewebe mehr oder minder verkieseln. — Bei sog. sommer- oder feldresistenten Weizensorten gegenüber *P. glumarum tritici* im Freilandvers. zeigt das mkr. Bild ähnliche Erscheinungen. — Erhitzung des Weizenblattes vor der Infektion hemmt vorübergehend die Substanzblgd. u. begünstigt das Myzelwachstum. Die Stärke der Hitzewrkg. ist sortenabhängig. (Vgl. auch nachst. Ref.) (Zbl. Bakteriöl., Parasitenkunde Infektionskrankh., Abt. II 106. 257—77. 15/5. 1944. Braunschweig-Gliesmarode, Biol. Reichsanst. für Land- u. Forstwirtsch.) KEIL

A. Noll, *Untersuchungen über Wundreaktionen des Weizenblattes und ihre Beziehungen zur Rostinfektion*. Die Bldg. von Wundgummi im Weizenblatt ist auf eine bei der Verwundung erfolgende bakterielle Infektion zurückzuführen. Die Wundgummiproduktion wird durch hohe Feuchtigkeit u. bei Temp. um 30° stark begünstigt. Unter optimalen Bedingungen vollzieht sich diese Produktion in 10—12 Stunden. Ein bei 50° mindestens 20 Sek. behandeltes Blatt verliert die Fähigkeit, die Infektion auf obige Weise zu überwinden; die Wunde wird Ausgangspunkt einer Gewebnekrose. Im gleichen Sinne wirken Frost u. Chlf.-Dämpfe, auch der Befall des Blattes durch *Puccinia glumarum*. Nach einiger Zeit erlangen die hitz behandelten Blätter wieder ihre Resistenz zurück; ein nochmaliger Hitzeschock bleibt danach wirkungslos. — Die in der Umgebung der Wunde liegende Zellen werden mit Kieselsäure inkrustiert. (Zbl. Bakteriöl., Parasitenkunde Infektionskrankh., Abt. II. 106. 277—85. 15/5. 1944. Braunschweig-Gliesmarode, Biol. Reichsanst. für Land- u. Forstwirtsch.) KEIL

Gerhard Naundorf und Elfriede Haase, *Wuchsstoffhaushalt polyploider Pflanzenformen nach Colchicinbehandlung*. Samen von *Vicia Faba* wurden zur Erzielung von Polyploidie mit Colchicinlsgg. behandelt, u. gepflanzt. Bei den 4—6 Wochen alten Pflanzen wurden die Wurzelextrakte u. der aus der Wurzel in den Sproß steigende Blutungs-saft auf ihren Geh. an Wuchsstoffen untersucht. Bei den polyploiden Pflanzen war sowohl die Menge an Zellteilungs- als auch an Zellstreckungswuchsstoff gegenüber den n. Pflanzen erhöht. (Naturwiss. 31. 570. 19. 11. 1943. Greifswald, Univ., Landwirtschafts. Forschungsinst.) ERXLBEN

E. Tierchemie und -physiologie.

Martin Wrete, *Experimentelle Untersuchungen über kombinierte Einwirkung von hoher Lufttemperatur und gonadotropem Hormon auf die Hoden*. Erwachsene männliche Mäuse werden durch 7 Tage bei 37° gehalten. Ein Teil der Tiere erhält täglich 150 Ratteneinheiten Antex Leo (*Stulenserumgonadotropin*) injiziert. Es ergibt sich, daß die Schädigung des spermatogenen Gewebes durch die Wärmebehandlung durch Antex nicht verhindert wird, daß aber die Zunahme des Zwischengewebes unter Antex die Abnahme der Hodengewichte durch die Schädigung des generativen Anteils teilweise kompensiert. Eine Beschleunigung der Regeneration des samenbildenden Epithels nach Absetzen der Wärmebehandlung fand durch Antex nicht statt. Die Gründe für die widersprechenden Anschauungen in der Literatur hinsichtlich der Beeinflussung des männlichen Keimepithels durch gonadotrope Hormone werden diskutiert. (Upsala Läkarefören. Förh. 49. 165—77. 15/1. 1944. Uppsala, Univ., Histol. Inst.) JUNKMANN

Chassar Moir, *Die Wirkung von Hypophysenhinterlappenfraktionen auf den intakten menschlichen Uterus*. Das Verh. der Uteruskontraktionen während verschied. Phasen des Cylus, im Verlauf der Gravidität u. im Puerperium wird mit einer intrauterinen Ballonmeth. u. Hg-Manometer am Menschen verfolgt. Postmenstruell sind die n. Uteruskontraktionen klein, von einer Frequenz von 1—2 je Min. (A-Typus). Im Verlauf des Cyclus werden diese kleinen Kontraktionen durch größere, langsamere Kontraktionen (B-Typus), die alle 2—3 Min. auftreten, abgelöst. Letztere gehen in die hohen, etwas frequenteren Kontraktionen des menstruellen Uterus über. Die Rk. auf Hinterlappenextrakt ist kurz vor u. während der Menstruation bes. stark. Während des Verlaufs der Gravidität nimmt die Anspruchsfähigkeit auf Hinterlappenextrakt zu, um nach einigen Tagen des Puerperiums wieder abzunehmen. Die Rk. auf die getrennten Hinterlappenfraktionen (*Pitocin* u. *Pitressin*) zeigte ein unerwartetes Verhalten. Der nichtgravide Uterus reagierte vornehmlich auf Pitressin, die Anspruchsfähigkeit des graviden Uterus für Pitocin nahm im Verlauf der Gravidität immer mehr zu, während gleichzeitig die Rk. auf Pitressin zurückging. Vom 6.—9. Tag des Puerperiums an war die Rk. auf beide Fraktionen schwach. Es wird hervorgehoben, daß die am überlebenden (auch am menschlichen) Uterus erhaltenen Resultate nicht ohne Vorbehalt auf das Verh. des Organs in situ übertragen werden können. (J. Obstetr. Gynaecol. Brit. Empire 51. 181—97. Juni 1944. Oxford, Univ., Nuffield Dep. of Obstetrics and Gynaecol.) JUNKMANN

Max M. Strumia und John J. McGraw, *Blutplasma. Seine Bedeutung in der praktischen Medizin unter besonderer Würdigung der Frage der Konservierung*. Es gibt 4 Wege der Konservierung von Blutplasma, die alle Vor- u. Nachteile besitzen. Bei der Aufbewahrung in fl. Zustand u. bei Zimmertemp. kommt es zwar nur zu einer geringen Ausflockung, jedoch zu raschem Prothrombin- u. Komplementverlust. Zufällige bakterielle Verunreinigungen können weitgehende Folgen haben. Die Aufbewahrung des fl. Plasmas bei 4° verringert den Prothrombin- u. Komplementrückgang weitgehend, verursacht jedoch bereits nach wenigen Stunden eine starke Ausflockung. Die Gefahr der bakteriellen Verunreinigung ist nicht behoben. Die Konservierung als Trockenplasma verhindert Ausflockung u. Bakterienwachstum. Dagegen ist das Prothrombin vollständig u. das Komplement weitgehend zerstört. Dieses Plasma braucht vor Benutzung nicht filtriert u. kann auf jede beliebige Konz. gebracht werden. Bei Hypoprothrombinämie ist es allerdings ungeeignet. In gefrorenem Zustande tritt in dem Plasma weder eine Ausflockung noch Bakterienwachstum noch eine Zerstörung der spezif. Körper wie Prothrombin, Komplement usw. ein. Nach dem Auftauen ist das gefrorene Plasma gleichwertig dem frischen Plasma. (J. Amer. med. Assoc. 118. 427 bis 431. 7/2. 1942.) GRÜNING

H. Björnsson und Helge Larsen, *Verhalten des Dichlorphenolindophenols bei verschiedenen p_H-Werten; Beitrag zur photoelektrischen Titrierung der Ascorbinsäure*. Bei der photoelektr. Titrierung der Ascorbinsäure unter Verwendung von 2,6-Dichlorphenolindophenol mit dem Colorimeter nach LANGE stellen Vf. in vielen Verss. fest, daß diese Titration am zweckmäßigsten in Lsgg. mit p_H-Werten zwischen 3 u. 4 auszuführen ist, da bei einem p_H < 3 der Farbstoff nicht beständig u. bei einem p_H > 4 die Ascorbinsäure wenig stabil ist. Auch werden bei einem p_H > 4 leicht andere Stoffe mittitriert. Die Eichung des Colorimeters mit dem Farbstoff muß bei verschied. p_H-Werten ausgeführt werden, u. aus der Eich-tabelle können die den verschied. p_H-Werten u. den Galvanometeraus-schlägen entsprechenden Farbstoffmengen entnommen werden. Das p_H der Versuchsfl. wird mit einer Glaselektrode gemessen. Falls es sich als nötig erweist, muß für die Wrkg. anderer reduzierender Substanzen oder für die Änderung in der Farbe des Dichlorphenolindophenols ein Korrekturfaktor eingeführt

werden. Die Eigenfarbe der Probe kann mit Hilfe einer Vergleichsküvette kompensiert werden. (Kong. norske Vidensk. Selsk., Forh. 16. 129—32. 18/2. 1944.) FRETZDORFF

D. J. G. Black und Cyril Tyler, *Schwankungen in der Porosität von Eierschalen*. Die Porosität ist wie die Stärke der Eierschalen abhängig vom Ca-Geh. der Nahrung der legenden Hennen. Mit zunehmendem Ca-Mangel werden die Schalen dünner u. poröser. (Nature [London] 153. 682—83. 3/6. 1944. Redding, Univ., Dep. of Agriculture, Agricultural Chemistry.) GEHRKE

Lita Bartels, *Untersuchungen über die Verdaulichkeit frischen und alten Brotes*. Vf. untersucht die Unterschiede der fermentativen Spaltung von Proteiweiß u. Brotstärke bei frischem u. altbackenem Brot durch künstliche Verdauungsversuche. Es wird in entsprechendem p_H-Milieu die Wirksamkeit pflanzlicher u. tier. proteolyt. u. diastat. Fermente, unter anhaltender Durchmischung der Lösungsfl., geprüft. Dieses Verf. vermeidet die im Stoffwechselfers. auftretende, nicht exakt meßbare Beeinflussung der Motilitäts- u. Sekretionsvorgänge durch nervöse u. reflektor. Vorgänge. Die kolloid-chem. Veränderung des Stärke-Eiweißsystems im Brot durch die Alterung hat eine Erleichterung der Aufspaltung dieser Bestandteile zur Folge. Frisches Brot ist für proteolyt. u. diastat. Fermente schwer zugänglich. Der Anstieg der Spaltungswerte ist für das Eiweiß mit dem 5. Tage abgeschlossen, für die Stärke mit dem 10. Tage. Ferner wirkt frisches Brot durch zusammenhaftende klebrige Konsistenz der Krume dem Verdauungsvorgang entgegen. (Mehl u. Brot 43. 21—23. 41—42. 29/1. 1943.)

HAEVECKER

Ánto Vartiovaara, Paavo Roine und Ilmari Poijärvi, *Über die Möglichkeiten zur Förderung bakterieller Celluloseverdauung*. Aus dem Blinddarm des Schweines u. Pferdes u. dem Netzmagen des Rindes lassen sich celluloseverdauende Bakterienanreicherungen züchten. Ihre Wrkg. auf Futtercellulose in vitro ist von dem Geh. des Substrates an Lignin abhängig; sie ist optimal, wenn der Ligningeh. 3% u. weniger beträgt. Ligninreichere Cellulose wird durch die Bakterien des Pferdes noch intensiv, durch die des Rindes nur begrenzt, durch die des Schweines kaum mehr abgebaut. Die aus verschied. Tierarten u. Individuen u. Teilen des Verdauungskanalgs gezüchteten Anreicherungen zeigen bedeutende Unterschiede in ihrer Wirksamkeitsintensität. Vff. stellen Verss. an, die Ausnutzung von Futtercellulose durch Einführung wirksamer Bakterien in den Verdauungskanal der Tiere zu fördern. Sie konnten aus den Kulturen Trockenpräp. herstellen, die längere Zeit ohne Wirkungsverlust aufbewahrt werden können. Die Bakterien sind sehr säureresistent u. überleben auch eine 6std. Bebrütung bei p_H 1,5 in Ggw. von HCl-Pepsin. Wurden Suspensionen an 2 Schweine 11 Tage lang verfüttert, so stieg die Verdauung der organ. Substanz von Fichtensulfitecellulose von 50,6 bzw. 49,6% auf 52,9 bzw. 69,2%; 5 Wochenspäter betrug sie bei Espensulfatecellulose 57,0 bzw. 96,8% gegen 71,3 bzw. 84,1% bei Kontrolltieren. Bei geschwächten Pferden wurde durch Zufütterung der Suspension regelmäßig eine größere Gewichtszunahme erzielt als bei den Kontrolltieren. Für die Zufuhr von Trockenpräp. eignen sich keratinierte Kapseln. Bei der peroralen Zufuhr ist eine Abstumpfung der Magenacidität durch CaCO₃ empfehlenswert. Im Hinblick auf die Bedeutung dieses Verf. bei der Schweinemast mit Futtercellulose wird eine Ausdehnung der Verss. empfohlen. (Vgl. C. 1943. II. 875.) (Maataloustieteellinen Aikakauskirja 16. 75—95. 1944. Helsingin. Univ., Puistola, Schweinewirtschaftl. Versuchsstation; Tikkurila, Landwirtschaftl. Versuchsanstalt. [Orig.: dtsh.]) GEHRKE

W. Goetsch, K. Offhaus und L. Tóth, *Untersuchungen über Flagellaten- und Bakteriensymbiosen bei Termiten*. Zur Verwertung der beim Holzfraß aufgenommenen Cellulose sind die Termiten auf die in der Ampulle ihres Enddarmes vorkommenden Symbionten angewiesen. Durch Anwendung verschied. chem.-therapeut. Mittel ließen sich diese bei der Termiten *Kaloterme flavicollis* insgesamt oder getrennt entfernen. Es konnte festgestellt werden, daß die Holzverdauung durch die Joenien u. Mesajoenien durchgeführt wird. Sind diese im Darm vorhanden, genügt Filtrierpapier zur Ernährung der Termiten, während der geringe N-Bedarf aus anderen im Darm vorkommenden Symbionten gedeckt wird. Die Vernichtung der Symbionten kann zu einer neuartigen indirekten biolog. Bekämpfung der Schädlinge führen. (Naturwiss. 32. 48. Jan. 1944. Breslau, Zoolog. Inst., Trihany, Biolog. Forschungsinst.) GEHRKE

H. Weil-Malherbe, *Stoffwechsel der Acetessigsäure*. In Stoffwechselferss. mit Schnitten von Gehirn oder Niere mit oder ohne Zugabe von Verb., die dem Citronensäurecyclus (vgl. C. 1944. I. 1017) angehören, waren die Veränderungen der Atmung oder des Verschwindens von Ketonkörpern zu geringfügig, um Schlüsse zu erlauben. Es wurden daher Verss. über den anaeroben Abbau von Acetessigsäure durch Hirn- u. Hoden- u. Nierenschnitte angestellt. Dabei ergab sich, daß dem Verschwinden von

2 Mol. Acetessigsäure etwa das Auftreten von 1 Mol. β -Oxybuttersäure entsprach. Es wird geschlossen, daß der erste Schritt beim Abbau der Acetessigsäure oxydativ ist bzw. mit einem oxydativen Prozeß verbunden ist (Dismutation). Das steht nicht in Übereinstimmung mit den Annahmen, die der Citronensäurecyclus erfordert (dort muß als erster Schritt des Acetessigsäurestoffwechsels eine nichtoxydative Kondensation angenommen werden). (Nature [London] 153. 435—36. 8/4. 1944. Newcastle upon Tyne, Royal Victoria Infirmary, North of England Council of the Brit. Cancer Campaign, Cancer Res. Labor.)

JUNKMANN

Cornelia Johnston und Harry J. Deuel jr., *Untersuchungen über Ketosis*. 21. Mitt. *Der Vergleich des Stoffwechsels der Hezite*. (20. Mitt. vgl. C. 1943. I. 1075.) In Vers. an 48 Stdn. hungernden männlichen u. weiblichen Ratten wird der Einfl. der Injektion von 1 cem 25 u. 9%ig. Lsg. von *Glucose* (I), *Sorbit* (II), *Mannit* (III) u. *Dulcit* (IV) je 100 cem Körperoberfläche auf Leber- u. Muskel-(Gastrocnemius)-Glykogen untersucht. II führt zu einem stärkeren, aber langsameren Anstieg als I, III ist deutlich, IV erheblich schwächer wirksam. Die durch Fütterung mit Na-Butyrat ausgelöste exogene Ketonurie wurde durch I stärker als durch II gesenkt, III u. IV waren noch schwächer wirksam als II. Die durch Fütterung mit einer fettreichen Diät ausgelöste endogene Ketonurie wurde in gleichem Sinne, aber noch schwächer durch die 4 untersuchten Stoffe beeinflusst. Die Beeinflussung der Ketonurie geht also nicht der des Leberglykogens parallel u. scheint sich mehr dem Verh. des Muskelglykogens anzugleichen, das am stärksten durch I erhöht wurde. Die geringe Wrkg. von II bei der endogenen Ketonurie wird auf mangelhafte Oxydation durch die verfettete Leber zurückgeführt. (J. biol. Chemistry 149. 117—24. Juli 1943. Los Angeles, Univ. of Southern California, School of Med., Dep. of Biochem.)

JUNKMANN

G. W. Gerschuni und S. P. Narikaschwili, *Über die Wirksamkeit von Proprioceptoren der Skelettmuskeln des Frosches bei Einwirkung von einigen chemischen Substanzen*. Der Vgl. der Wrkg. verschied. chem. Agenzien auf den proprioceptiven App. u. auf das motor. Nervensystem der Skelettmuskeln des Frosches ergab, daß der motor. Block bei der Einw. von *Curare*, *Nicotin* u. *Muscarin* nicht von merklichen Veränderungen der Proprioceptorentätigkeit begleitet wird. Die in den ersten Minuten nach der Einw. von *Nicotin*, *Muscarin* u. *Acetylcholin* beobachtete zeitlich begrenzte Verringerung der Frequenz der proprioceptiven Impulse kann als Ergebnis der sich entwickelnden Kontraktur betrachtet werden. Die Umwandlung der Proprioceptorentätigkeit bei der Einw. von *Cocain*, *Atropin* u. *Histamin* ist stets von einem Eintritt eines motor. Blocks begleitet. Eine Decalcinierung bei der Einw. von *Na-Citrat* führt zu einer Erhöhung der Frequenz der Proprioceptoren u. zu einer Verringerung der Adaption, bei gleichzeitiger Entw. eines motor. Blocks. Die Verss. zeigen somit, daß im Gegensatz zum motor. Syst., die Receptoren keine spezif. Sensitivität gegenüber bestimmte chem. Agenzien, die eine Störung der intercellularen Übertragungen hervorrufen, aufweisen. In dieser Hinsicht kann der receptor. App. zu den Nervenfasern oder dem diffusen Nervensystem einiger Invertebraten in Parallele gesetzt werden. (Известия Академии Наук СССР. Серия Биологическая [Bull. Acad. Sci. URSS, Sér. biol.] 1943. 101—15. Leningrad. Physiol. Inst.)

KLEVER

E_g. Pharmakologie, Therapie, Toxikologie, Hygiene.

Wm. Deichmann und G. Thomas, *Glucuronsäure im Harn als Maß für die Resorption gewisser organischer Verbindungen*. Bei Ausscheidungsverss. an Kaninchen wurde festgestellt, daß nach Verfütterung von Cyclohexanon, Methylcyclohexanon, Cyclohexanol, Methylcyclohexanol, Cyclohexan, Methylcyclohexan, o- u. p-Nitrodiphenyl, Phloroglucin, Menthol, Kerosin, Vanillin, Anilin, Naphthalin, Di-, Tri- u. Tetrachlorphenol die Ausscheidung an Glucuronsäure im Harn erhöht ist. Gleichzeitig ist die Ausscheidung an organ. Sulfat gesteigert nach den Chlorphenolen, o-Nitrodiphenyl, Phloroglucin, Vanillin, Menthol, Anilin u. Cyclohexanol. Eine mäßige Steigerung der Harnausscheidung von Glucuronsäure u. Sulfat findet man nach Phenol, o-, m- u. p-Kresol, o-Chlorphenol, Toluol, Xylol, Phenylhydrazin, Pyrogallol u. Resorcin. Nach Bzl. Aceton, m- u. p-Chlorphenol, CCl₄, 2-Aminothiazol u. Hydrochinon wird nur die Sulfatausscheidung erhöht. Verfütterung von Catechin, β -Naphthol, Methanol, A., Chlf., Pentachlorphenol ist ohne Einfl. auf die Ausscheidung beider Paarlinge. (J. ind. Hyg. Toxicol. 25. 286—92. Sept. 1943. Cincinnati, Univ. of Cincinnati, Coll. of Med. Kettering Labor. of Applied Physiology.)

GEHRKE

Wilson Smith und Andrew Wilson, *Uteruswirkung von Stechginsterextrakten (Ulex Gallii)*. Die isolierten Uteri verschied. Tierarten wurden durch gereinigte Extrakte aus Stechginster zur Kontraktion gebracht. Auch der gravide menschliche Uterus,

nahe dem Geburtstermin, wird erregt. Der Uterus nicht gravider Frauen u. der puerperale Uterus des Meerschweinchens zeigen nach anfänglicher Kontraktion Erschlaffung. Bei n., nicht trächtigen Katzen führt intravenöse Injektion von Stechginsterextrakt zu Uteruskontraktion u. Blutdruckanstieg. Bei Mäusen bewirken tox. Gaben Bronchospasmus. Der während der Präovulation operativ entfernte menschliche Uterus ist stärker empfindlich gegen die Wirkstoffe des Stechginsters als der Uterus in der postovulativen Phase. Während des physiolog. oder durch Stilboestrol beim kastrierten Tier erzeugten Oestrus ist der Meerschweinchenuterus bes. leicht auf Stechginstereextrakt ansprechbar. (Brit. med. J. 1943. II. 322—24. 11/9. Sheffield, Univ., Dep. of Bacteriology and of Pharmacology.) ZIFP

S. F. Durran, *Verzögerte Erholung bei Trichloräthylennarkose*. Bei Trichloräthylennarkosen („Trilene“) wurde verschiedentlich eine verzögerte Erholung beobachtet. Diese erscheint vor allem unerwünscht bei Thoraxoperationen u. bei allen Operationen am Respirationstraktus. Die Anwendbarkeit des Trichloräthylens als gefahrloses Narkoticum ist demnach beschränkt. (Lancet 245. 191. 14/8. 1943.) ZIFP

L. H. Clark, *Über Narkosegefahren in Röntgenabteilungen*. Durch Explosion von Äther-Luft u. Äther-Sauerstoffgemischen ist es im Operationssaal von Röntgenabteilungen nicht selten zu Unglücksfällen gekommen. Als Ursache kommen überspringende Funken in Frage. Diese können auftreten bei Sonderbelastungen der Hochspannungskonduktoren oder durch Defekte an Isolierungen, Schaltern, Kontakten u. Motoren. Außerdem können auf dem mit Gummireifen isolierten Krankenfahrgestell durch Reibung von Wolldecken usw. Potentiale bis zu 600 Volt entstehen. In solchen gefährdeten Räumen wird genaue Kontrolle der elektr. Einrichtung oder Stickoxydul als Narkoticum gefordert. (Radiography 10. 25—27. April 1944.) ZIFP

J. W. Fisher, *Die Behandlung von Erregungszuständen bei Geisteskranken mit Narkotica*. Zur Behandlung von Erregungszuständen eignet sich vor allem Paraldehyd, das nach etwa 15 Min. zur Wrkg. kommt. Zur Alkoholentziehung (Delirium tremens) kann es als Substituens dienen. Nebenbei soll Paraldehyd kreislaufstützend wirken. Bei alten Leuten kann Bronchitis auftreten; bei Nephritis ist Vorsicht geboten. Chloralhydrat wirkt nach etwa 40—60 Min., hat keine Nachwrkg., ist aber nicht ganz harmlos für den Kreislauf. Sulfonal ist weniger geeignet wegen seiner Nebenwrkg., von denen Kumulation, Obstipation, Hämatorporphyrinurie die bekanntesten sind. Hyoscin, kombiniert mit Morphin, erzeugt meist sichere Beruhigung. Von den Barbituraten kommen nur die subcutan injizierbaren in Frage. Die Harnstoffderiv. Adalin, Bromural u. Sedormid u. die Carbamate Urethan u. Hedonal wirken zu schwach. (Practitioner 152. 108—12. Febr. 1944. Devon Mental Hosp.) ZIFP

N. Mutch, *Ein neues Sulfonamid (Sulfonamid E. O. S.). Seine Pharmakologie, Chemotherapie und sein therapeutischer Wert bei Meningokokkenmeningitis*. Sulfonamid E. O. S. (I) = Acetaldehydbisulfiterb. des Sulfanilamids als Na-Salz, IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES LTD., ist sehr gut in W. lösl.; seine Lsgg. sind fast geschmacklos, die schwach saure Rk. kann ohne Ausfällungen abgestumpft werden. Bei Zimmertemp. ist die Lsg. beständig. Beim Kochen Zers. unter Bldg. von *Sulfanilamid* II, Acetaldehyd u. Bisulfit. Beschleunigung der Zers. durch Säure oder Alkali u. durch oxydierende Zusätze. Nach einmaliger intravenöser oder peroraler Gabe von 2,5 bzw. 4,0 g beim Menschen erscheint unveränderte Verb. nur kurze Zeit im Harn. Der Rest wird als II oder Acetyl-II ausgeschieden. Nach rectaler Gabe kann wegen der langsameren Resorption überhaupt kein unverändertes I im Harn nachgewiesen werden. Bei Dauerbehandlung mit 2 g alle 4 Stdn. werden Spuren I im Liquor gefunden. Die mittlere tödliche Dosis für 20 g Maus per os ist für I 70 mg, für II 200 mg. Infektionen der Maus mit *Streptococcus pyogenes* oder *Pneumococcus* Type II werden durch I (Beginn der Behandlung 1/2 Stde. nach der intraperitonealen Impfung mit 25 mg je 20 g subcutan u. Fortsetzung mit der gleichen Dosis täglich, bei Pneumokokkeninfektion war die Tagesdosis 166 mg je 20 g) gut beeinflusst, ebenso chron. Infektionen des Kaninchens mit Typhus- u. Paratyphusbacillen. Dosis 2 g je kg per os. Klin. wurden nach I oft Cyanosen gesehen, die aber nie eine Unterbrechung der Behandlung erforderten. Erbrechen war selten, Leukopenie kam nicht vor. Geringe Anämien u. einzelne Hautausschläge wurden beobachtet. Klin. bewährte sich I bei Coliinfektionen der Harnwege, bei Puerperalinfektionen, bei Bronchopneumonie u. bei sept. Pleuritis. Bes. eindrucksvoll war seine Wrkg. bei einer Epidemie von epidem. Meningitis. Unter 34 Fällen nur 9% Todesfälle. Von den Kranken, die in der ersten Woche der Erkrankung in Behandlung genommen werden konnten, starb kein einziger. (Brit. Med. J. 1941. II. 503—07. 11/10. Guy's Hosp., Med. School, Dep. of Therapeutics and Pharmacol.) JUNKMANN

W. K. Fitch, *Sulfonamide bei Gonorrhöe*. Kurze Übersicht. (Brit. J. vener. Diseases 20. 49—55. Juni 1944.) JUNKMANN

J. A. de Loureiro, *Übersättigte Sulfathiazollösungen für lokale Anwendung*. Es wird empfohlen, den Inhalt einer 5 ccm Ampulle von 20%ig. Sulfathiazol-Na mit heißem sterilem dest. W. zu verdünnen (1:10 oder 1:20) u. der noch heißen Lsg. die gleiche Menge isoton. Na-Phosphat-Pufferlsg. vom $p_H=6,6-6,8$ zuzusetzen. Krystallisation beginnt erst beim Abkühlen unter 40°. Voraussetzung ist die Verwendung peinlich sauberer Gefäße. Das p_H der $\frac{1}{2}$ oder 1%ig. übersätt. Sulfathiazollsg. ist 7,4. Sie hat keine Reizwrkg. auf die Schleimhaut der Nase oder der Urethra. (Lancet 245. 102. 24/7. 1943. Lisbon, Centro de saude.) JUNKMANN

M. E. Delafield und Edith Starker, *Weitere Beobachtungen an antiseptischen Schnupfpulvern*. Unters. eines 10%ig. (I) u. eines 33,3%ig. Schnupfpulvers aus Sulfathiazol u. $MgCO_3$ (II), ferner eines aus gleichen Teilen Sulfathiazol u. Sulfapyridin bestehenden Pulvers (III). Kontrollen mit reinem $MgCO_3$. Die Pulver wurden 6 mal täglich geschnupft. *Lycopodium* eignete sich als Verdünnungsmittel der Sulfonamide nicht (Sensibilisierung). 2 Stdn. nach dem Schnupfen wurden 0,03 — 0,39 mg% Sulfonamid im Nasenabstrich nachgewiesen, 12 Stdn. später war der Nachw. negativ. I war im allg. etwas schlechter wirksam. II u. III waren gleich gut wirksam. Staphylokokken u. HOFFMANN-Bacillen nahmen unter der Behandlung rasch ab, um einige Zeit nach dem Aussetzen wieder aufzutreten. Pneumokokken erwiesen sich als refraktär. In einzelnen Vers. wird eine gewisse Wirksamkeit gegenüber hämolyt. Streptokokken, sowie gegen Meningokokken festgestellt. Bei Anwendung beim Schnupfen wurde das eitrige Stadium abgekürzt oder verhindert, eine volle Koupierung fand nicht statt. (Brit. med. J. 1941. II. 221—23. 16/8. Emergency Public Health Labor. Service, and London, School of Hygiene and Trop. Med.) JUNKMANN

John L. D'Silva und Geoffrey Evans, *Die Behandlung des arteriellen Hochdrucks mit Kaliumthiocyanat*. 25 unausgewählte Fälle mit persistentem Überdruck erhielten eine Woche lang täglich dreimal 0,1 g K-Thiocyanat in Chlf.-W. peroral. 11 Fälle zeigten dann einen starken Druckabfall, 6 einen leichten, bei 8 blieb der Blutdruck unverändert. Oft kam es zu Kopfschmerz, Vertigo, mangelnder Konzentrationsfähigkeit. Bei den günstig beeinflussten Patienten handelt es sich um ältere Personen. Schwerere Nierenstörungen wurden nicht beobachtet. Doch kam es in 2 Fällen zu Vergiftungserscheinungen, die sich jedoch nach Absetzen der Medikation wieder besserten. (Brit. J. Urol. 16. 1—11. 1/3. 1944. St. Bartholomew's Hosp.) GEHRKE

—, *Wandlungen der Digitalislehre*. Histor. Darst. der Wandlungen in der Aufassung der Digitaliswrkg. u. Digitalisanwendung unter Berücksichtigung der angelsächs. Literatur. (Edinburgh med. J. 50. 687—97. Nov. 1943.) ZIFP

Richard Walther, *Beiträge zur Differenzierung der pharmakologischen Wirkungen von Stoffen der Digitalisgruppe*. II. *Vergleich der Wirkung von Gitoxigenin und Desacetyloleandrin auf das Elektrokardiogramm der Katze*. (I. vgl. C. 1941. I. 2555.) Mit früher beschriebener Meth. wurde die Wrkg. von Gitoxigenin u. Desacetyloleandrin auf das Elektrokardiogramm der Katze untersucht. Trotz typ. Digitaliswrkg. zeigen beide Glykoside deutliche Unterschiede. Gitoxigenin wirkt ähnlich wie Digitoxigenin, während sich Desacetyloleandrin zwischen Digitoxin u. den Geninen Digitoxigenin u. Gitoxigenin einreicht. Durch Gitoxigenin wird die atrio-ventriculäre Dissoziation früher herbeigeführt, die Überleitungszeit stärker verlängert u. das Maximum der Sinusbradycardie früher erreicht als durch Desacetyloleandrin. Das abweichende Verh. des Desacetyloleandrins hängt wohl mit seiner chem. Sonderstellung zusammen. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 196. 201—12. 1941. Würzburg, Univ., Pharmakolog. Inst.) ZIFP

Richard Walther, *Beiträge zur Differenzierung der pharmakologischen Wirkungen von Stoffen der Digitalisgruppe*. III. *Die Bedeutung der Vagusausschaltung für die Wirkung von Digitoxigenin auf das Elektrokardiogramm der Katze*. (II. vgl. vorst. Ref.) In Verss. mit intravenöser Infusion letaler Dosen wurde an Katzen die Wrkg. von Digitoxigenin u. Gitoxigenin auf das Elektrokardiogramm untersucht. Die Vaguswrkg. des Digitoxigenins ist stärker als die des Digitoxins. Seine Wrkg. auf die Frequenz des Sinusrhythmus wird durch Atropin zum größten Teil aufgehoben. Nur in einzelnen Fällen wird die Überleitungszeit verlängert. Die Beeinflussung der Sinusfrequenz u. Überleitungszeit ist nur zum kleinen Teil vom Vagus unabhängig. Ausschaltung des Vagus verzögert den Eintritt der AV-Dissoziation im Verlauf der Digitoxigenininfusion. Auch unter Atropin tritt die Kammerautomatie durch Digitoxigenin früher ein als durch Digitoxin. Digitoxigenin scheint die Automatie der sek. Reizbildungszentren stärker zu fördern als Digitoxin. Durch Ausschaltung des Vagus wird die Toxizität des Digitoxigenins nicht wesentlich beeinflusst. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 198. 543—50. 8/12. 1941. Würzburg, Univ., Pharmakolog. Inst.) ZIFP

David Erskine, *Die Tendenz der antisyphilitischen Behandlung*. Die Hauptursachen für Versager der antisyphilit. Behandlung werden in mangelhafter Kooperation der Patienten u. in tox. Nebenwrkkg. der benutzten As- u. Bi-Verbb. erblickt. Um die tox. Nebenwrkkg. der zur Verhütung von Spätrezidiven erforderlichen prolongierten intensiven Behandlung auszuschließen, kann unterstützende Behandlung (Vitamine, Glucose, Diät, Schilddrüse), Modifikation der Behandlungstechnik, Wechsel in den verwendeten As-Verbb. u. schließlich individuelle Behandlung der Nebenwrkkg. angewendet werden. (Brit. J. vener. Diseases 20. 73—77. Juni 1944. Guy's Hosp., Venereal Diseases and Dermatol. Dep., and Kent and Canterbury Hosp.) JUNKMANN

Harry Eagle, Ralph B. Hogan, George O. Doak und Harry G. Steinman, *Amid-substituierte Phenylarsenoxyde und ihre Derivate: Eine Gruppe von Verbindungen von möglichem Nutzen bei der Syphilisbehandlung*. (Vgl. C. 1943. I. 2108.) Einführung stark saurer Substituenten in 3- oder 4-Stellung führt im Phenylarsenoxyd zu einer starken Abschwächung der treponemiciden Wirksamkeit ohne entsprechende Minderung der Toxizität. Wie früher gezeigt werden konnte, verursacht Verschuß der sauren Substituenten durch Esterbildg. oder als Sulfon- oder Phenonverbb. ein Ansteigen des therapeut. Index, gelegentlich bis zum 14fachen. Jetzt wird nachgewiesen, daß Verschuß der sauren Gruppen durch Amidierung zu Verbb. führt, die sich durch niedrige Toxizität bei hoher treponemicid. Wrkg. auszeichnen. Der therapeut. Index ist 2—6mal besser als beim Phenylarsenoxyd. Dabei war es gleichgültig, ob die Säureamidgruppe direkt oder durch Vermittlung einer Brücke an den Phenylrest gebunden war. Die Integrität der Amidogruppe war jedoch wesentlich. Wurden die H-Atome der Amidogruppe substituiert, so war der Charakter der Verbb. von dem neuen Substituenten bestimmt. Der therapeut. Index wurde wesentlich verschlechtert. Ausnahmen von dieser Regel bildete die Substitution einer p-ständigen Carbonsäureamidgruppe mit Acetanilid, Acetonitril, Äthanol oder Propandiol, sowie der entsprechende Äthylharnstoff u. die Substitution einer Sulfonamidgruppe durch Äthanol. In diesen Verbb. wurde der therapeut. Index durch die Substitution der H-Atome der Säureamidgruppe nicht verschlechtert. (J. Amer. chem. Soc. 65. 1236—37. Juni 1943.) JUNKMANN

Adrien Albert, *Antibakterielle Wirkung von Arsenikalien*. Es wird gezeigt, daß dem *m*-Amino-*p*-oxyphenylarsenoxyd gegenüber Clostridium welchii, Streptococcus haemolyticus A, Staphylococcus aureus, Bacterium coli u. Proteus vulgaris eine beachtliche bakteriostat. Wrkg. zukommt. Dabei schloß Ggw. von genügend viel *p*-Aminobenzoensäure eine sulfonamidartige Wrkg. aus. Die entsprechende Verbb. mit 5-wertigem As (Acetarsol) war fast ohne Wirkung. Das entsprechende Arsenobenzol (Neoarsphenamin) hatte nur eine geringe antibakterielle Wirkung. Die Wrkg. des Arsenoxyds wurde ebenso wie die der Hg-Desinfektionsmittel durch Thiolverbb. abgeschwächt. Die Intensität der antibakteriellen Wrkg. des Arsenoxyds gegenüber Staphylokokken wird nur von Merthiolat u. Penicillin übertroffen, so daß sehr wohl an eine therapeut. Verwendung bei Staphylokokkeninfektionen gedacht werden kann. (Nature [London] 153. 712—13. 10/6. 1944. Sydney, Univ.) JUNKMANN

Harry Willstaedt, *Studien zur Chemotherapie der Tuberkulose*. II. (I. vgl. C. 1943. I. 750.) In der Absicht, gegen Tuberkelbacillen bakteriostat. wirksame Mittel zu finden, wurde eine Reihe von Stoffen synthetisiert. 2-Methyl-1-aminonaphthalin-(4-azo-4)-acetophenon wurde durch Diazotieren von *p*-Aminoacetophenon u. Kuppeln mit 2-Methyl-1-naphthylamin als violettes Chlorhydrat erhalten, das in siedendem A. gelöst auf Zusatz von Ammoniak unter Farbumschlag nach Orange die Farbbase in schimmernden Nadeln vom F. 175—177° liefert (W 55). Das Bernsteinsäurehalbamid von W 55 wurde durch Erhitzen mit einem Überschuß von Bernsteinsäureanhydrid durch 15 Min. auf 160° als in Soda lösl. Verb. erhalten. Aus A. F. 204—205° (W 93). Durch Diazotieren von 4,4'-Diaminodiphenylthioharnstoff u. Kuppeln mit 2-Methyl-1-naphthylamin in Ggw. von Natriumacetat wurde der in allen Lösungsmitteln unlösl. u. daher nicht umkrystallisierbare Bis-(2-methyl-1-naphthalin-[4-azo-4])-diphenylthioharnstoff erhalten (W 65) u. analog wie bei W 93 das sodalösl. Bernsteinsäurehalbamid (W 92). 2-Methyl-3-chlornaphthochinon wurde durch Behandeln von 2-Methylnaphthochinonoxyd in Eisessig mit HCl erhalten. F. 143—144°. Analog wurde durch Verwendung von HBr das entsprechende Bromderiv. vom F. 151° gewonnen. Die Kondensation dieser halogenierten Verbb. mit *p*-Sulfonamidophenylhydrazin mißlang. 1-Acetoxy-2-methyl-4-oxynaphthalin-(3-azo-4)-benzol-1-sulfonsäureamid (W 79) durch Kuppeln von diazotiertem Sulfanilamid mit 2-Methylnaphthol-1,4-hydrochinon-1-monoacetat. Zu Büscheln vereinigte feine Nadeln, F. 236°. Analog wurde das 2-(Acetoxy-2-methyl-4-oxynaphthalin-(3-azo-4)-benzol-1-sulfonamidopyridin (W 80) erhalten. Das ebenso erhaltene

2-Methyl-6-aminonaphthalin-(5-azo-4)-benzol-1-sulfonsäureamid (W 78) bildet Krystalle vom F. 237—238°. Durch Kuppeln von diazotiertem Sulfanilamid mit 2-Äthyl-1-naphthylamin HCl (erhalten aus gereinigtem 2-Äthyl-naphthylamin über 1-Nitro-2-äthyl-naphthalin) in Ggw. von Natriumacetat wurde das prächtig krystallisierende 1-Amino-2-äthyl-naphthalin-(4-azo-4)-benzol-1-sulfonsäureamid (W 73) vom F. 223° gewonnen, ferner analog das 1-Amino-2-äthyl-naphthalin-(4-azo-4)-acetophenon, F. 168° (W 75). 1-Oxy-2-äthyl-naphthalin-(4-azo-4)-benzol-1-sulfonsäureamid (W 64) bildet gelbe Krystalle, F. 241°, Zers., 1-Oxy-2-brom-naphthalin-(4-azo-4)-benzolsulfonsäureamid (W 99) tiefrote Krystalle vom F. 220°, Zers., die entsprechende Chlorverb. (W 100) schmilzt unter Zers. bei 237°. 1-Amino-2,3-dimethyl-naphthalin-(4-azo-4)-benzol-1-sulfonsäureamid (W 83) wurde in schimmernden Blättchen erhalten. Durch reduktive Spaltung von W 83 mit Zinnchlorür, Isolierung des in Bzl.-Lösl. aus dem Reaktionsgemisch u. Oxydation mit Ferrichlorid wurde 2,3-Dimethyl-1-4-naphthochinon gewonnen. Aus A. F. 126°. (Svensk. kem. Tidskr. 56. 267—75. Aug. 1944. Uppsala, Univ., Med.-Chem. Inst. u. Stockholm, Wenner-Green Inst. für exp. Biol.) JUNKMANN

A. J. Ewins, *Chemotherapie in der Tropenmedizin*. Kurze Übersicht, in der bes. die Arsenikalien, die Amidine sowie die synthet. Malariamittel behandelt werden. (J. chem. Soc. [London] 1944. 351—54. Juli.) JUNKMANN

J. D. Fulton, *Die prophylaktische Wirkung verschiedener aromatischer Diamidine bei Mäuse-trypanosomiasen*. Die 4,4'-Diamidine von Diphenyläthan (I), Stilben (II), Monomethylstilben (III), Dimethylstilben (IV), 2-Oxystilben (V), Tolan (VI), Diphenyläther (VII), Diphenoxypropan (VIII) u. Diphenoxypentan (IX) zeigten mit der halben tödlichen Dosis an Mäusen sämtlich eine prophylakt. Wrkg. gegen Infektion mit *Trypanosoma rhodesiense* bzw. *congolense*. Stärke u. Dauer der Wrkg. waren von Fall zu Fall verschied., scheinen jedoch der curativen Wrkg. proportional zu sein. (Ann. trop. Med. Parasitol. 38. 78—84. 19/4. 1944. Liverpool, School of Tropical Med.) GEHRKE

T. H. Davey, R. M. Gordon und K. Unsworth, *Die Kontrolle der Notoedreninfektion der Ratten durch Verwendung von mit Tetraäthylthiurammonosulfid imprägnierter Seife*. Tetmosol (Tetraäthylthiurammonosulfid) wird einer Seife zugesetzt. In einer 5%ig. Seifenlsg. beträgt der Tetmosolgeh. 0,9%. Werden mit dieser Seifenlsg. die Schwänze von Ratten, die mit einer schweren Notoedren-Infektion behaftet sind, täglich zweimal gewaschen, so werden an den gewaschenen Bezirken die Milben entweder völlig vernichtet oder die Infektion innerhalb einer 7tägigen Beobachtungsperiode stark vermindert. Bei Anwendung einer 20%ig. Tetmosol-Seifenlsg. kommt es fast immer zur Abtötung der Milben. Waschungen mit dieser Lsg. wöchentlich einmal schützen auch gesunde Tiere, die mit den Erkrankten zusammenleben, vor der Infektion. Da während der Behandlung keinerlei Dermatitisercheinungen auftraten, wird die Verwendung von Tetmosolseife zur Prophylaxe der menschlichen Scabies empfohlen. (Ann. trop. Med. Parasitol. 38. 46—57. 19/4. 1944. Liverpool, School of Tropical Med., Dep. of Entomology and Parasitology.) GEHRKE

Wilhelm Doerr, *Über Frostschutzmittelvergiftung*. Es wird über 15 Fälle berichtet, bei denen der Genuß des als Frostschutzmittel dem Motorenkühlwasser zugesetzten Äthylenglykols zum Tode führte. Die Sektion von 5 dieser Fälle ergab das Vorliegen von schweren hydrop. vakuolären Nierendegenerationen u. Nekrosen, ferner das Vorliegen von oxalsäuren Salzen in den Nieren. Vf. schreibt die Giftwrkg. des Äthylenglykols der daraus durch Oxydation gebildeten Oxalsäure zu. (Virchow's Arch. pathol. Anatom. Physiol. klin. Med. 313. 137—49. 15/7. 1944. Feldprosektur.) GEHRKE

Robley D. Evans, *Schutzmaßnahmen für Leuchtzifferblattarbeiter und Radiologen gegen Radiumschädigungen*. Industrielle Radiumschädigungen können auftreten a) durch Vergiftung durch Radium auf dem Wege durch den Mund oder die Atmung b) durch Einatmung von Emanation, c) durch Einw. von γ -Strahlen. Die Toleranz für diese Faktoren wird ermittelt. Als Schutzmaßnahmen werden vorgeschlagen: Schutz vor dem Staub radiumhaltiger Leuchtfarben für die Atmung u. den Mund. Regelmäßige Kontrolle der ausatemten Luft auf ihren Radiumgehalt. Entfernung solcher Arbeiter von ihren Plätzen, bei denen die Ausatemungsluft einen Radiumgehalt über der Toleranzgrenze aufweist; sie können nach der natürlichen Ausscheidung des Radiumüberschusses wieder an ihren Platz zurückkehren. Starke Ventilation der Arbeitsräume. Ferner soll vor allem mit Radiumpräpp. Beschäftigten monatlich ein vollständiges Blutbild hergestellt werden. Umfangreiche Quellenangaben. (J. ind. Hyg. Toxicol. 25. 253—69. Sept. 1943. Cambridge, Mass., Massachusetts Inst. of Technology.) GEHRKE

George E. Morris, Irving R. Tabershaw, John B. Skinner und Manfred Bowditch, *Der Schutz der Radiumzifferblattmaler. — Spezifische Arbeitskleidung und Ausrüstung.* Für Kleidung u. Geräte von Arbeitern, die mit radiumhaltigen Leuchtfarben arbeiten, werden bes. Formen angegeben, um die Beschäftigten gegen die schädlichen Einfl. des Radiums möglichst weitgehend zu schützen. (J. ind. Hyg. Toxicol. 25. 270—74. Sept. 1943. Boston, Massachusetts Div. of Occupational Hygiene.) GEHRKE

F. Pharmazie. Desinfektion.

Arthur Stoll, *Altes und Neues über Mutterkorn.* Vgl. C. 1943. II. 248. (Medd. norsk farmac. Selsk. 6. 41—67. März 1944.) E. MAYER

N. A. Qazilbash, *Einige Bemerkungen über indische Artemisia.* Eine Reihe von Artemisia-Arten werden beschrieben. Die Santonin (I) enthaltenden Unterarten von *Artemisia Cina* wachsen bes. in Kurram u. Süd-Afghanistan. Der Geh. an I wechselt stark. I findet sich nur in den überird. Teilen der Droge, den höchsten Geh. zeigen Blätter u. unreife Blütenstände. (Quart. J. Pharmac. Pharmacol. 15. 323—31. Juli/Sept. 1942. Peshawar, Islamia Coll.) HOTZEL

R. Jaretsky, *Untersuchungen heimischer Pflanzen auf ihre Eignung als Laxantien.* 6. *Polyporus officinalis* Fr. und andere Pilze. Vcn K. Breitwieser. (5. vgl. C. 1944 II. 560.) Die abführende Wrkg. von Lärchenschwamm (*Polyporus officinalis* Fr.) setzt sich aus mehreren Komponenten zusammen. Am wirksamsten ist das Agaricin, dann folgen die in PAc. lösl. Anteile (Fett u. Weichharz) u. die wasserlösl. Salze u. das Mannit. Die Unters. einer großen Anzahl anderer höherer Pilze ergab, daß sowohl der alkohol. Extrakt als auch seine wasserlösl. Anteile abführend wirken. (Dtsch. Heilpflanze 10. 50—54. Juni 1944. Braunschweig, Techn. Hochschule, Pharmakognost.-botan. Inst.) HOTZEL

Gunnar Källrot und Hakan Rydin, *Untersuchungen über die Haltbarkeit von Digitalispillen.* Infolge schwankender Literaturangaben werden vergleichende Haltbarkeitsunterss. zwischen Digitalispillen (I) mit Syrupus sacchari u. Unguentum glycerini bzw. M. B. 30 (II), sowie I mit Oleum cacao bzw. M. B. 37 (III) in braunen Flaschen bis zu zwei Jahren Aufbewahrung durchgeführt. Als Wertbest. wurde eine etwas modifizierte KNAFFL-LENZ-Meth. verwendet, wobei sowohl Alkohol- wie W.-Extrakte von I als Infusionsfl. benutzt wurden. Die A.-Extrakte zeigten bei II nach einem Monat Aufbewahrung bei Zimmertemp. eine Herabsetzung des Wirkungsgrades um 25%, III nach 3 Monaten um 10%, die beide auch nach zwei Jahren nicht weiter fielen, während die entsprechenden W.-Auszüge bei II während des 1. Monats 30%, nach zwei Jahren 55%, bei III nach drei Monaten 20% Wertverlust aufwiesen. Dieser Unterschied zwischen den A.- u. W.-Auszügen dürfte auf die verschied. Abbaugeschwindigkeit der betr. Glykoside zurückzuführen sein. III kann unter Mandelölzusatz bis zu drei Monaten aufbewahrt werden ohne größeren Verlust als 10%. Stabilisierte Drogen erwiesen sich während der Versuchsdauer als haltbar, wobei aber doch ein Unterschied zwischen Pillen mit demselben Wirkungswert festgestellt werden konnte. Von Apotheken gekaufte III zeigten Schwankungen bis zu 30%. Bei der Bereitung soll die Menge Fol. digit. abgewogen werden, die der im Rezept angegebenen Menge Digit. umgerechnet auf Fol. digit. internat. stand. entspricht. (Svensk farmac. Tidskr. 48. 233 bis 238. 249—54. 269—76. 364—82. Arch. Pharmac. og Chem. 51. (101.) 364—82. 8/7. 1944. Stockholm, Staatl. pharmaz. Labor. u. Hofapoth. Lejonet.) E. MAYER

Kenneth Bullock und J. W. Lightbown, *Die Zerstäubungstrocknung pharmazeutischer Produkte. I. Injuse und Extrakte.* (Vgl. C. 1944 II. 876) Es wird ein einfacher Zerstäubungstrockner beschrieben u. abgebildet. Mit ihm konnten Trockenprod. aus Injusen u. Extrakten hergestellt werden, die in W. leichtlösl. waren. (Quart. J. Pharmac. Pharmacol. 15. 228—37. Juli/Sept. 1942. Manchester, Univ., Department of Pharmacy.) HOTZEL

G. E. Shaw und H. G. Hind, *Ein Apparat zum Trocknen von Plasma und Serum.* Als Trockengefäß dient eine Weithalsflasche (I), die mit einer ebensolchen Sicherheitsflasche (II) zusammen in einem W.-Bad von 55° steht. II ist über einem Kühler, 2 eisgekühlte Kondensationsflaschen u. ein langes Chlorcalciumrohr mit einer Vakuumpumpe verbunden. Der Zufluß von Serum oder Plasma zu I wird so geregelt, daß das W. verdampft u. das Trockenprod. sich an den Wandungen ohne zu verschmieren ansetzt. Wenn I 6 l faßt, können bis 700 ccm Serum (mit 7% Eiweiß) getrocknet werden. Um das Prod. herauszuholen, schwenkt man I nach Zugabe einiger Stahlkugeln, ver-

bindet I mit einer 2. Flasche, in dessen Hals mittels eines Stopfens ein zylindr. Sieb eingesetzt ist, das die Kugeln zurückhält. Das Prod. gibt Lsgg., die dem Ausgangsprod. entsprechen, nur der pH -Wert liegt etwas höher. (Quart. J. Pharmac. Pharmacol. 15. 272—79. Juli/Sept. 1942.)

HOTZEL

L. J. White, A. H. Baker und C. C. Twort, *Luftentkeimung*. Zimt- u. Benzoesäure erwiesen sich als wirksam, während die Wrkg. von Citronen-, Fumar-, Malein-, Äpfel- u. Phthalsäure gering war. Malein- u. Phthalsäureanhydrid wirken stärker. Von Bedeutung ist die Sättigung des Dampfes; bei einer Reihe von Phenolen war eine 25%ig. Sättigung erforderlich, um binnen 5 Min. eine Entkeimung zu erreichen. Ähnlich liegen die Verhältnisse bei Mercurichlorid u. Glykolen. Eine Ausnahme machen Maleinsäureanhydrid u. Jod (unter 1%), deren Wirkungsmechanismus somit ein anderer sein dürfte. (Nature [London] 153. 141—42. 29/1. 1944. Portslade, Res. Labor.)

HOTZEL

Henry M. Christensen, *Untersuchungen über die bakterientötende Wirkung einiger Jodersatzpräparate*. Bei Vergleichsverss. zwischen Septotinktur, einem dieser ähnlichen dän. Präparat, jedoch nur 5% Br enthaltend, „Rhodasept“ (I) u. 5%ig. alkohol. Jodlsg. (II) zeigte sich, daß die 3 Ersatzmittel gegenüber *Staphylococcus aureus*, *Coli* u. *Streptokokken* gute mikrobicide Wrkg. auch bei Hautinfektionsverss. aufwiesen. Die bakterientötende Wrkg. von II nimmt bedeutend ab, wenn der Jodgeh. auf 2% vermindert wird, bei I um das 3fache zu, wenn zu I $1\frac{1}{4}\%$ Jod hinzugefügt wird. I ist somit gut verwendbar u. enthält folgende Zusammensetzung: Thymolum 5 g, Sol. ferri chloridi 20 g, Ammonii Thiocyanat 25 g, Acid. hydrochloricum conc. 25 g, Sol. natrii hypochloritis conc. 300 g, Spirit. alcohol. 600 g n. Aqua destillata ad 1000 g. (Arch. Pharmac. og Chem. 51. (101.) 346—55. Farmac. Tid. 54. 399—408. 24/6. 1944. Kopenhagen, Universität. Patholog. Inst.)

E. MAYER

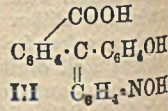
E. R. Withell, *Der Einfluß der Konzentrationsänderung auf die relative Wirksamkeit von Phenol und p-Chlor-m-kresol*. Für die Beziehung zwischen Änderungen der konz. (C) von Desinfektionsmitteln u. ihrer relativen Wirksamkeit gilt die Gleichung $C \cdot t = A$ (n =Konzentrationsexponent, t =Zeit, A =Konstante). Daraus kann n errechnet werden. Für die Beurteilung ist es günstiger, für t nicht den Wert für völlige Sterilität zu wählen, sondern den Wert (Lt 50), bei dem 50% der Testbakterien abgetötet sind. Für *Bacterium Coli* (Typ I) beträgt n bei Phenol 4,4, bei p-Chlor-m-kresol 8,0. Die Wirksamkeit des letzteren steigt also bei Erhöhung der Konz beträchtlich schneller als beim Phenol. (Quart. J. Pharmac. Pharmacol. 15. 301. Juli/Sept. 1942. Birmingham, Central Technical Coll.)

HOTZEL

—, *Die Gehaltsbestimmung von Phenylquecksilbernitrat*. Vgl. GORE u. DAY, C. 1944. II. 452. (Schweiz. Apotheker-Ztg. 82. 385—86. 24/6. 1944.)

HOTZEL

A. Lespagnol und Y. Quevenne, *Bestimmung des Phenolphthaleins in zusammengesetzten Arzneimitteln*. 1. *Best. als Tetrajodid* (I): Etwa 0,05 g Phenolphthalein (II) werden in 10 ccm n- Na_2CO_3 -Lsg. gelöst u. nach Zusatz von 20 ccm 0,1 n-Jodlsg. 2 Stdn. stehen gelassen. Dann säuert man an u. titriert mit Thiosulfat. Oder man bringt das Tetrajodid auf ein Filter, wäscht mit Natriumhyposulfit u. W., trocknet u. wägt. Die Meth. I ist ungeeignet bei Anwesenheit von Stoffen, die mit Jod reagieren. Die gravimetr. Meth. versagt, wenn mit Jod unlösl. Ndd. entstehen. — 2. *Best. als Oxim* (III): Mit Hydroxylaminchlorhydrat (IV) bildet II ein Oxim der Formel III. Mit



einem Überschuß von IV geht das Oxim über in p-Oxyphthalanil $\text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{CO} \cdot \text{N} \cdot \text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$.

Um brauchbare Werte zu erhalten, muß man daher einen Überschuß von IV vermeiden. 0,5 g II werden unter Zusatz von 0,5 g KOH in etwa 10 ccm W. gelöst, mit einer wss. Lsg. von 0,125 g IV 15 Min. auf dem Wasserbad erhitzt, mit 1 ccm A. versetzt, gekühlt, mit Essigsäure schwach angesäuert, der Nd. gesammelt, mit heißem W., dann mit 10—15 ccm A. gewaschen u. gewogen. — Prakt. Anwendungen: Tabletten aus II, Zucker u. Gummi; Best. nach Meth. I. — Mischung aus II, Calomel u. Zucker. Abtrennen des II durch Ausäthern, Best. jodometrisch. — Tabletten aus II u. Milchzucker werden ebenso behandelt. — Mischungen von II u. anthrachinonhaltigen Drogen: Best. im alkoh. Auszug nach Meth. III. — Mischungen von II mit vegetabil. Pillenmassen werden mit Ae. ausgezogen u. der Rückstand dieses Auszuges nach Meth. III behandelt. (Pharmacie 2. 98—99. Mai 1944. Lille, Univ.)

HOTZEL

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Schutzsalbe für das Arbeiten mit Aldehyden, insbesondere Formaldehyd, und aldehydhaltigen Produkten*, dad. gek., daß

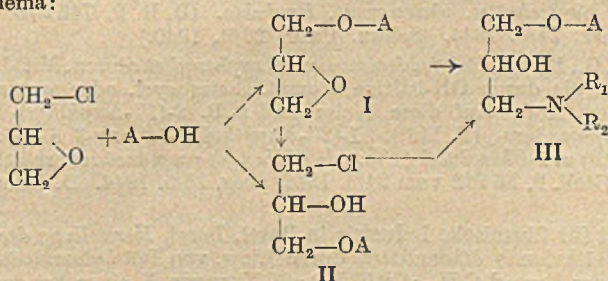
einer Salbengrundlage, z. B. aus einem fetten oder öligen Träger, bes. einer wasser-aufsaugend wirkenden, wie Wollfett oder dessen gereinigte Fraktionen, oder einem Pflanzenschleim, wie Agar-Agar, oder einer Gallerte, wie SiO_2 -Gallerte, mindestens eine aliph. Verb., welche mindestens eine prim. Aminogruppe aufweist, z. B. zu 10% einverleibt ist, wie *Harnstoff*, *Acetamid*, *Glykokoll* oder *Stearylamin*. (Schwz. P. 230 366 vom 7/7. 1941, ausg. 16/3. 1944. D. Prior. 19/6. 1939.) GRÄGER

Fa. Johann A. Wülfing, Berlin, *Herstellung leicht löslicher, haltbare Lösungen bildender Calciumsalze*, dad. gek., daß man auf *Calciumgluconat* bzw. *Calciumlactat Natriumlactat* bzw. *Natriumgluconat* einwirken läßt u. zwar zweckmäßig in einem Mengenverhältnis, daß auf 2 Mol Na-Salz 1 Mol Ca-Salz kommt. Das Einwirkungsprod. kann in trockner Form aufbewahrt werden oder seine konz. Lsg. wird in Ampullen gefüllt u. steril verschlossen. Das Prod. zeigt bei seiner Anwendung nicht die Nachteile der bisherigen Ca-Präparate. (Holl. P. 56 493 vom 25/4. 1939, ausg. 15/6. 1944. D. Prior. 27/4. 1938.) GRÄGER

Knoll A. G. Chemische Fabriken, Ludwigshafen a. Rh., *6-Isoamylamino-2-methylheptan*. Man kondensiert 2-Methylheptanon-6 oder 2-Methylhepten-2-on-6 mit Isoamylamin oder man läßt Isovaleraldehyd auf 6-Amino-2-methylheptan oder auf 6-Amino-2-methylhepten-2 unter gleichzeitiger oder nachträglicher Red. mit H_2 einwirken. Im letzteren Falle kann der Isovaleraldehyd durch Isoamylhalogenid ersetzt werden. Die Verb. wirkt stark spasmolytisch. (Belg. P. 448 687 vom 12/1. 1943, Auszug veröff. 15/9. 1943. D. Prior. 13/1. 1942.) NOUVEL

May & Baker, Ltd., London, *Herstellung von 4,4'-Diamidino- α,ϵ -diphenoxypentan* (I) durch Behandeln von 4,4'-Dicyan- α,ϵ -diphenoxypentan (II) in einem wasserfreien, mindestens z. T. aus absol. A. bestehendem Lösungsm. mit HCl u. Überführen des entstandenen Iminoätherhalogenhydrats mit NH_3 in das Diamidin. — 2,5 g II (aus p-Oxybenzonitril u. Pentamethylendibromid in wss. alkal. Lsg., F. 114°) werden in 15(ccm) Nitrobenzol aufgelöst u. 2,5 absol. A. zugegeben. Die Lsg. wird mit trockenem HCl-Gas bei 0° gesätt. u. 48 Stdn. stehen gelassen. Sie wird mit absol. Ä. verd., das abgeschiedene 4,4'-Di-(äthyliminoätherchlorhydrat) des α,ϵ -Diphenoxypentans wird filtriert u. mit Ä. gewaschen. 4 g dieser Verb. werden mit 30 ccm 6%ig. äthylalkoh. NH_3 -Lsg. gemischt u. im geschlossenen Gefäß 5 Stdn. lang auf 50° erhitzt. Nach Entfernen des A. bleibt I zurück; F. 186—187° (Zers.); *Dichlorhydrat*, F. 236°. *Arzneimittel*. (Schwz. P. 231 013 vom 6/12. 1938, ausg. 17/4. 1944. D. Prior. 14/4. 1938. Zus. zu Schwz. P. 214 041; G. 1942. I. 3299.) GANZLIN

J. R. Geigy A.-G., Basel, Schweiz, *1-Phenoxy-3-N-tetrahydro-p-oxazinylpropanol-(2)*. Aus den Reaktionsprodd. von Epihalogenhydrinen mit Phenolen, u. zwar sowohl aus Glycerinhalogenhydrinaryläthern wie aus Epiarylinen u. ihren Gemischen kann man durch ein u. dieselbe Rk. bzw. Reaktionsfolge trotz Verschiedenheit bzw. Uneinheitlichkeit der Ausgangsstoffe zu techn. wertvollen Verbb. gleicher u. einheitlicher Art gelangen. Läßt man nämlich auf einen dieser Ausgangsstoffe ein reaktionsfähiges Amin einwirken, so entsteht in jedem Fall ein 1-Aryloxy-3-alkylamino-2-propanol der Zus. $\text{A}-\text{O}-\text{CH}_2-\text{CHOH}-\text{CH}_2-\text{N}(\text{R}_1)(\text{R}_2)$, worin A Aryl, das durch Alkyl-, Alkoxy-, Aralkoxy-, Hydroxyl-, Acyloxygruppen usw. substituiert sein kann, R_1 Wasserstoff oder Alkyl u. R_2 Alkyl, das durch Hydroxyl-, Alkoxy-, Aminoalkylgruppen u. a. m. substituiert sein kann, bedeuten u. R_1 u. R_2 zusammen einen zweiwertigen Rest wie $-(\text{CH}_2)_5-$ oder $-\text{C}_2\text{H}_4-\text{O}-\text{C}_2\text{H}_4-$ usw. bilden können. Die Rkk. verlaufen gemäß folgendem Schema:



Epichlorhydrin gibt mit dem Phenol je nach dem pH des Reaktionsgemisches das Epiarylin I oder den Chlorhydrinäther II oder ein Gemisch von beiden. Sowohl I wie II reagieren mit dem Amin $\text{NH}(\text{R}_1)(\text{R}_2)$ unter Bldg. des N-Dialkyl-(3-aryloxy-2-oxypropyl)-amins III. — Das vorliegende Verf. ist dad. gek., daß *Tetrahydro-p-oxazin* (*Morpholin*)

(IV) mit einer an sein N-Atom die Gruppe $C_6H_5O-CH_2-CHOH-CH^2-$ einführenden Verb. umgesetzt wird. — Aus *Epichlorhydrin* u. *Phenol* oder aus *Epiphenylin* u. *HCl* erhältlicher *Glycerinchlorhydrin- α -phenyläther*, Kp.₁₄ 150—152°, wird mit gleichen Teilen IV u. Xylol 6 Stdn. auf 130—140° erhitzt, das Reaktionsgemisch nach dem Erkalten mit verd. H_2SO_4 bis zur kongosauren Rk. versetzt, die wss. Lsg. abgetrennt, in Eis gekühlt, alkal. gemacht, die sich abscheidende Base in Ä. aufgenommen u. die Lsg. eingengt. Durch Dest. im Vakuum oder durch Umkrystallisieren, z. B. aus Aceton, wird *1-Phenyl-3-N-tetrahydro-p-oxazinyl-propanol-(2)*, F. 68,5°, Kp.₄ 184—185°, erhalten. Die Prodd. sind wertvoll für die *Erzeugung von pharmazeut. Prodd.*, z. B. von *Sedativa, Analgetica, Hypnotica*, z. T. als solche, z. T. als Zwischenprodukte. (Schwz. P. 227 033 vom 26/9. 1940, ausg. 2/8. 1943.) DONLE

J. R. Geigy A.-G. (Erfinder: Adolf Grün und Wilhelm Stoll, Basel, Schweiz) Basel, Schweiz, *Herstellung von basischen 1,3-Dialkoxypropanolen*. Epiphydrinäther, die auch bas. Gruppen enthalten können, werden mit Alkoholen oder Phenolen umgesetzt, die, falls sie durch Aminogruppen substituiert sind, nur solche enthalten dürfen, die den Epoxyring nicht aufzuspalten vermögen. Mindestens eine der beiden Komponenten muß eine Aminogruppe enthalten. — 100 (Teile) *2-Diäthylaminomethyl-4-methylphenol* (aus p-Kresol, CH_2O u. Diäthylamin, Kp.₂₀ 143—144°) werden mit 80 Ä. vord. u. kalt mit ca. 20 NaOH (5% ig. Lsg.) vermischt. Man setzt 75 Epichlorhydrin zu u. schüttelt 1 Tag lang. Das Filtrat wird mit wenig CO_2 neutralisiert, im Vakuum konz., am besten zwecks Bldg. eines bin. bzw. tern. Gemisches unter Zusatz von Bzl. u./oder Chloroform. Es verbleiben 140 *1-(β,γ -Epoxypropyloxy)-2-diäthyl-aminomethyl-4-methylbenzol*, die in 300—400 Ä. gelöst 12 Stdn. lang im Autoklaven auf 140—150° erhitzt werden. Nach Abtreiben des überschüssigen Ä., Lösen in verd. H_2SO_4 u. Abscheiden der freien Base aus der filtrierten Lsg. wird getrocknet u. im Vakuum destilliert. Das *1-2'-Diäthylaminomethyl-4'-methylphenoxy-1'-3-äthoxypropanol-2* ist eine viscose, in Säuren u. organ. Lösungsm. leicht lösl. Fl. vom Kp.₂ 185—186°. Analog erhält man *1-(2'-Dimethylaminomethyl-4'-methylphenoxy-1')-methoxypropanol-2*; *1-(2'-Dimethylaminomethyl-4'-methylphenoxy-1')-3-äthoxypropanol-2*; *1-(1'-Piperidinomethyl-4'-methylphenoxy-1')-methoxypropanol-2*; *1-(2'-Piperidinomethyl-4'-methylphenoxy-1')-3-butyl-oxypropanol-2*. Weitere nach dem Verf. erhältliche Prodd.: *1-Phenoxy-3-N-piperidyl-äthoxypropanol-2*, Kp._{0,3} 194—196°, (aus Epiphydrinalkoholphenyläther (I) u. N-Oxyäthylpiperidin, Kp._{7,0} 199—208°); *1-Phenoxy-3-morpholinyläthoxypropanol-2*, Kp.₁ 202—204° (aus I u. N-Oxyäthylmorpholin, Kp.₂₀ 112°); *1-(2'-Methoxyphenoxy-1')-3-diäthylaminomethyl-äthoxypropanol-2*, Kp._{0,11} 185—186° (aus Guajacolepiphydrinäther u. Diäthylaminoäthanol); *1-Phenoxy-3-(3'-diäthylamino-2'-oxypropyloxy-1')-propanol-2*, gelbe Fl. (aus I u. 2,3-Dioxypropyl-1-diäthylamin, Kp.₁₂ 115°); *1- β -Naphthyl-3-di-äthylamino-äthoxypropanol-2*, nicht destillierbare Subst. n. von honigartiger Konsistenz (aus dem β -Naphthyläther des Epiphydrinalkohols, Kp._{1,5} 177°, F. 58°, u. Triäthanolamin); *1- α -Naphthyl-3-N-morpholinyläthoxypropanol-2* (aus dem α -Naphthyläther des Epiphydrinalkohols u. N-Oxyäthylmorpholin, Kp.₂₀ 112°); *1-(3'-Diäthylaminophenoxy-1')-3-diäthylaminoäthoxypropanol-2*, goldgelbes viscos. Öl (aus m-Diäthylaminoepiphenylin, Kp.₁ 160—161°, u. Diäthylaminoäthanol); (β -Oxy- β -phenoxypropyl)-(3'-oxy- γ' -morpholinylpropyl)-äther, Chlorhydrat F. 70° (aus I u. Dioxypropylmorpholin, Kp.₃ 149—150°); *1- α -Tetrahydronaphthyl-3-N-morpholinyläthoxypropanol-2*, höchst viscose Substanz (aus Epiphydrinalkoholtetrahydro- α -naphtholäther, Kp._{7,0} 265°, u. N-Oxyäthylmorpholin). *Sedativa, Hypnotica, Analgetica*, bzw. Zwischenprodd. für techn. u. pharmazeut. Produkte. (D. R. P. 746 578 Kl. 12q vom 24/10. 1940, ausg. 21/6. 1944. Schwz. Prior. 26/9. 1940.) GANZLIN

Schering A. G., Berlin, *Polyjodderivate von Oxyphenylfettsäuren*. Mit J in KJ jodiert man Fettsäuren, die durch OH-haltige aromat., heterocycl. oder aromat.-heterocycl. Reste substituiert sind. Auf diese Weise sind z. B. *2-(1'-Naphthyl)-2-(4'-oxy-3',5'-dijodphenyl)-propionsäure* (F. 179°), *1-(2''-Naphthyl)-1-(4'-oxy-3',5'-dijodphenyl)-propionsäure* (F. 150°) u. *1-Chinoly-2-(4'-oxydi-odphenyl)-propionsäure* erhältlich. *Röntgenkontrastmittel*. (Holl. P. 56 312 vom 24/3. 1942, ausg. 15/5. 1944. D. Prior. 26/3. 1941.) NOUVEL

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, *Herstellung des Phenylcyclohexylethylsäureäthylaminoäthylesters* durch Einw. von Diäthylaminoäthanol (II) auf eine Verb. von der Formel $C_6H_{11} \cdot CH(C_6H_5) \cdot COX$, worin X einen bei der Rk. sich abspaltenden Rest bedeutet, wie z. B. *Phenylcyclohexylethylsäure* (I), ihre Halogenide, Ester oder ihr Anhydrid. Die erhaltene Verb. soll therapeut. Verwendung finden. — 22 (Teile) I werden mit Thionylchlorid in das Säurechlorid übergeführt u. dieses wird mit 12 II umgesetzt. Es entsteht der Ester, Kp._{0,15} 158°. Dieselbe Verb. kann

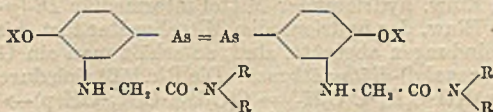
auch gewonnen werden, wenn man einen Phenylcyclohexylessigsäureester mit II in der Wärme umsetzt u. das Reaktionsprod. im Vakuum fraktioniert destilliert. (Schwz. P. 227 885 vom 5/8. 1938, ausg. 1/10. 1943.)

M. F. MÜLLER

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Herstellung von Phenylcyclohexylessigsäurediäthylaminoäthylamid durch Umsetzung einer Verb. der Formel $C_6H_{11} \cdot CH(C_6H_5) \cdot COR$, worin R einen reaktionsfähigen, sich bei der Rk. abspaltenden Rest bedeutet, z. B. *Phenylcyclohexylessigsäure* (I), ihre Ester, Halogenide oder ihr Anhydrid, mit *Diäthylaminoäthylamin* (II). — 22 Teile I werden in das Säurechlorid verwandelt. Dieses läßt man mit der berechneten Menge II reagieren. Dabei entsteht das *Phenylcyclohexylessigsäurediäthylaminoäthylamid*. F. 84—86°. Es bildet ein Hydrochlorid. F. 169—171°. (S. hwz. P. 228 854 vom 5/8. 1938, ausg. 3/1. 1944. **Zus. zu Schwz. P. 215 776; C. 1942. I. 3020.**)

M. F. MÜLLER

O **Abbott Laboratories, North Chicago, Ill.,** übert. von: **George W. Raiziss, Le Roy W. Clemence und Abraham I. Kremens, Philadelphia, Pa., V. St. A.,** *Substituierte m-N-Glycinyln-p-oxarsenobenzole*. Es handelt sich um Verbb. der Formel



worin X für eine niedrige Alkylgruppe u. R für H u. Phenylgruppen steht. Hierzu vgl. A. P. 2 088 608; C. 1938. I. 1160. (A. P. 2 258 862 vom 30/1. 1933, ausg. 14/10. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 14/10. 1941.)

NOUVEL

F. Hoffmann-La Roche & Co. Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Polyschwefelsäureester des Celluloseäthansulfonsäureäthers*. Man erhitzt Cellulose mit β -Bromäthansulfonsäure in Ggw. von NaOH 3 Stdn. auf dem W.-Bade u. läßt 24 Stdn. stehen. Der gebildete *Cellulose- β -äthansulfonsäureäther* wird ausgefällt, gereinigt u. mit SO_3HCl in Ggw. von Pyridin 5 Stdn. auf 85° erhitzt. Nach 12-std. Stehen wird der entstandene *Cellulose-äthansulfonsäureätherpolyschwefelsäureester* abgetrennt. Er hemmt die Blutgerinnung u. ist wenig toxisch. *Arzneimittel*. (Schwz. 229 984 vom 21/8. 1942, ausg. 1/3. 1944.)

NOUVEL

F. Hoffmann-La Roche & Co. A. G., Basel, (Erfinder: A. Grüssner), *Herstellung wasserlöslicher Derivate von 3,3'-Methylen-di-4,4'-oxycumarin*. Man verestert 3,3'-Methylen-di-4,4'-oxycumarin oder seine Substitutionsprodd. mit POCl_3 u. behandelt anschließend mit Basen. Z. B. versetzt man 3,3'-Methylen-di-4,4'-oxycumarin mit Dimethylanilin u. Toluol, behandelt dann bei etwa 5° mit POCl_3 , nutschts ab u. löst das Prod. in W. mit der berechneten Menge NaOH. Durch Ansäuern kann aus der Lsg. der *Phosphorsäureester*, F. 238—240°, gewonnen werden, der leicht in das Ca-Salz umzuwandeln ist. Ebenso kann der *Phosphorsäureester* von 3,3'-Äthyliden-di-4,4'-oxycumarin hergestellt werden. Die Prodd. besitzen die gleiche physiolog. Wrkg. wie die Ausgangsstoffe. (Schwed. P. 109 896 vom 4/3. 1943, ausg. 29/2. 1944. Schwz. Prior. 9/6. 1942.)

J. SCHMIDT

Chemiewerk Homburg A. G., Frankfurt a. M., *Wäßrige Lösungen von Theophyllin*. Als Lösungsvermittler werden Monoalkanolamine, die am N durch Alkyl, Alkylen oder Cycloalkyl substituiert sein können, verwendet. Mit ihrer Hilfe erhält man über 20% ig. Lösungen. (Belg. P. 450 604 vom 12/5. 1943, Auszug veröff. 15/2. 1944. D. Prior. 13/5. 1942.)

NOUVEL

Christa Carina Spinner, Zürich, Schweiz, *Herstellung eines flüssigen Campher-Phenol-Präparates*, das zum Einspritzen u. als Lösungsm. für Arzneimittel geeignet ist u. einen Geh. von über 80% Campher aufweist, dad. gek., daß man Campher u. Phenol unter Lichtabschluß bei Temp. über 100° aufeinander einwirken läßt. Die sich hierbei bildende Verb. ist in der Lage, unter bestimmten Voraussetzungen sowohl Phenol als auch Campher in großen Mengen in Lsg. zu bringen u. zu halten. (Schwz. P. 229 304 vom 7/7. 1937, ausg. 17/1. 1944.)

GRÄGER

Knoll A.-G. Chemische Fabriken, Ludwigshafen a. Rh., *Herstellung von adstringierend wirkenden Gerbstoff-Eiweißverbindungen*, indem man organ. Gerbstoffe auf wss. Eiweißlsgg. einwirken läßt, dad. gek., daß man als Gerbstoff unvollständig sulfonierte u. darauf nochmals mit Formaldehyd kondensierte Kresol-Formaldehyd-Harze verwendet u. die gebildeten Gerbstoff-Eiweiß-Verbb. nach dem Trennen von der Mutterlauge an der Luft längere Zeit trocknet u. darauf einige Stdn. bei 120° nachhärtet. Zweckmäßig wird die Rk. bei pH von 1—4 u. bei Temp. von 20—100° durchgeführt. Als Gerbstoff kann auch ein durch Einw. von gasförmiger oder wss. HCl auf sirupartige unvoll-

ständig sulfonierte Kresol-Formaldehydharze entstandener Nd. verwendet werden. Die erhaltenen Verb. sind bei saurer u. neutraler Rk. beständig u. spalten in alkal. Medium die adstringierenden Stoffe in ihrer Gesamtheit ab. (Holl. P. 56 288 vom 24/9. 1941, ausg. 15/5. 1944. D. Prior. 11/10. 1940.)

GRÄGER

Schering A. G., Berlin, *Herstellung eines Gemisches stereoisomerer Di-(p-cyclohexanoly)-diäthyläthane*, dad. gek., daß man 1. *Di-(p-oxyphehyl)-diäthyläthan* (I) mit einem hydrierenden Mittel behandelt; — 2. eine Verb. I verwendet, die durch Einw. eines hydrierenden Mittels aus einem ungesätt. *Di-(p-oxyphehyl)-diäthyläthan* erhalten wurde; — 3. eine Verb. I verwendet, die durch Einw. eines hydrierenden Mittels auf *Di-(p-oxyphehyl)-diäthyläthan* erhalten wurde; — 4. Nickelkatalysatoren mit oder ohne Träger verwendet. Folgende möglichen Gruppierungen in ungesätt. Prod. $-\text{C}(\text{C}_2\text{H}_5) = \text{C}(\text{C}_2\text{H}_5)-$, $-\text{C}(\text{CH} = \text{CH}_2) = \text{C}(\text{CH} = \text{CH}_2)-$, $-\text{C}(\text{CH} = \text{CH}_2) = \text{C}(\text{C}_2\text{H}_5)-$, $-\text{C}(= \text{CH} \cdot \text{CH}_3) - \text{C}(= \text{CH} \cdot \text{CH}_3)-$, $-\text{C}(= \text{CH} \cdot \text{CH}_3) - \text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)-$, $-\text{CH}(\text{CH} = \text{CH}_2) - \text{CH}(\text{CH} = \text{CH}_2)-$ werden durch Hydrierung alle in die Gruppe $-\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5) - \text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)-$ übergeführt. Geht man z. B. von Stilböstrol, dem *Di-(p-oxyphehyl)-diäthyläthan* aus, so erhält man durch Einw. hydrierender Mittel intermediär *Di-(p-oxyphehyl)-diäthyläthan*. Setzt man die Einw. der hydrierenden Mittel weiter fort, bis sämtliche im Mol. vorhandenen Doppelbindungen abgesätt. sind, so erhält man ein Gemisch von stereoisomeren *Di-(p-cyclohexanoly)-diäthyläthanen*. Die Rk. läßt sich durch folgende Formeln veranschaulichen: $(p)\text{HO} \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{C}(\text{C}_2\text{H}_5) = \text{C}(\text{C}_2\text{H}_5) \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{OH}(p) \rightarrow (p)\text{HO} \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5) - \text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5) \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{OH}(p) \rightarrow (p)\text{HO} \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5) - \text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5) \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{OH}(p)$. (Schwz. P. 229 418 vom 2/2. 1940, ausg. 1/2. 1944. D. Prior. 3/2. 1939.)

M. F. MÜLLER

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, *Darstellung von 17-Oxyprogesteron*, dad. gek., daß man auf einen Δ^5 -Pregnen-3,17-diol-20-on-17-monoester (I) ein Oxydationsmittel einwirken läßt u. den so erhaltenen 17-Oxyprogesteronester (II) mit hydrolysierenden Mitteln behandelt. Als Oxydationsmittel dienen z. B. Carbonylverb. in Ggw. von tert. Aluminiumalkoholat, wie Aceton u. Al-tert. Butylat oder Cyclohexanon u. Al-Isopropylat. Auch Chromsäure ist ein geeignetes Oxydationsmittel. Geeignete Ausgangsester sind z. B. Δ^5 -Pregnen-3,17-diol-20-on-17-monoacetat u. -17-benzoat. Das daraus hergestellte 17-Oxyprogesteron wird in Form weißer Krystalle erhalten. Therapeut. wertvolles Produkt. — Die 17-Oxygruppe kann im Ausgangsstoff auch ungeschützt sein. Solche Ausgangsstoffe sind z. B. Δ^5 -Pregnen-3,17-diol-20-on, Pregnan-3,17-diol-20-on, Δ^5 -Pregnen-3,17,20-triol u. Homologe davon. (Schwz. P. 228 644 vom 19/11. 1938, ausg. 1/12. 1943.)

M. F. MÜLLER

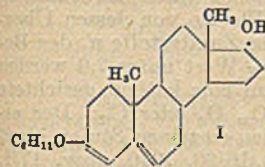
Schering A. G., Berlin, *Darstellung von $\Delta^{4,5}$ -Pregneninol-(17)-on-(3)*, dad. gek., daß man $\Delta^{4,5}$ -Androstendion-(3,17) in ein gegen alkal. Mittel beständiges 3-Ketoderiv überführt, dann an die 17-Ketogruppe Acetylen anlagert u. schließlich die 3-Ketogruppe durch Säure-Einw. wieder herstellt. Die Überführung des Diketons in das 3-Ketoderiv erfolgt z. B. mit acetalisierenden Mitteln, z. B. Orthoameisensäureestern. Die Anlagerung des Acetylens erfolgt in Ggw. von Alkalimetall oder einer Alkaliverb. in fl. NH_3 . Genannt sind z. B. K, Na, Li, Alkaliamide, Alkoholate. Zweckmäßig arbeitet man in einem indifferenten organ. Lösungsm., z. B. Bzl., Ae., Dioxan. Die Wiederherst. der 3-Ketogruppe erfolgt durch Behandlung der 17-Alkylverb. mit Mineralsäuren. — 3 g $\Delta^{4,5}$ -Androstendion-(3,17) werden in 10 ccm Bzl. gelöst u. mit 1,8 g Orthoameisensäureäthylester, 1,5 g absol. A. u. 11 Tropfen etwa 8%ig. alkohol. HCl versetzt. Nach zweistündigem Erhitzen auf 75° wird abgekühlt, mit alkohol NaOH alkal. gemacht, in W. gegossen u. mit Ae. extrahiert. Man erhält daraus den $\Delta^{4,5}$ -Androstendion-3-enoläthyläther (I). 1 g davon wird in einem Gemisch von 50 ccm Bzl. u. 50 ccm Ae. gelöst u. die Lsg. wird zu einer Lsg. von K-Acetylid in fl. NH_3 fließen gelassen. Daraus gewinnt man das $\Delta^{4,5}$ -Pregneninol-17-on-3 (Äthyllestosteron) F. 264—266°. — Aus I u. einer Lsg. von Kalium in Amylalkohol u. einer Lsg. von trockenem Acetylen in getrocknetem Ae. wird unter Zuleiten von Acetylen das Pregneninolon hergestellt. Das reine $\Delta^{4,5}$ -Pregnenin-ol-(17)-on-(3) hat den F. 265—267°. Vgl. F. P. 856 736; C. 1943. I. 653. (Schwz. P. 227 580 vom 10/11. 1939, ausg. 1/10. 1943. D. Prior. 9/12. 1938.)

M. F. MÜLLER

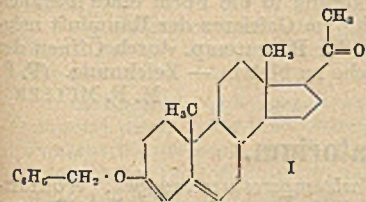
Schering A. G., Berlin, *Darstellung von Δ^4 -Androstendion-(3,17)-äthylketal-(3)*, einem cycl. Acetal von 3-Ketosteroiden, dad. gek., daß man auf 1 (Mol.) Δ^4 -Androstendion-(3,17) 1 Äthylenglykol einwirken läßt. Die Umsetzung geschieht in Ggw. eines sauren Katalysators, z. B. von p-Toluolsulfonsäure. Die neue Verb. schmilzt bei 199°. Nach diesem Verf. lassen sich cycl. Acetale gesätt. u. ungesätt. Ketosteroiden, wie Androstendion, Androstandion, Testosteron u. alkylierter Testosterone, Progesteron u. vieler anderer mehr herstellen. Polycarbonylverb., wie Androstendion, lassen sich sowohl

partiell als auch vollständig in cycl. Acetale überführen. (Schwz. P. 228 923 vom 8/11. 1939, ausg. 16/12. 1943. D. Prior. 14/12. 1938.) M. F. MÜLLER

Schering A. G., Berlin, Herstellung von Testosteron-cyclohexylenoläther von der Formel I durch Umsetzung von Androstendion-(3,17) in Ggw. eines sauren Katalysators unter Entfernung des gebildeten Rk.-W. mit Cyclohexylalkohol u. durch Red. der Ketogruppe in dem erhaltenen Androstendion-(3,17)-cyclohexylenoläther-3 zur Hydroxylgruppe z. B. mit Na-Metall in n-Propylalkohollösung. Der erhaltene Äther hat den F. 130—131°. Er dient als Arzneimittel u. als Zwischenprod. zur Herst. solcher. Im Hahnenkammtest ist der Äther etwa doppelt so wirksam wie Testosteron. (Schwz. P. 229 775 vom 15/6. 1940, ausg. 1/2. 1944. D. Prior. 16/6. 1939. Zus. zu Schwz. P. 220 206; C. 1943. I. 1695.) M. F. MÜLLER



Schering A. G., Berlin, Herstellung von Pregnendionbenzyloläther von der Formel I durch Umsetzung von Pregnendion in Ggw. eines sauren Katalysators unter Entfernung des gebildeten Rk.-W. mit Benzylalkohol, z. B. durch Abdest. als azeotropes Gemisch mit Benzol. Der Äther hat den F. 192°. Als Katalysator wird z. B. p-Toluolsulfonsäure verwendet. Der Äther dient als Arzneimittel oder als Zwischenprod. zur Herst. derselben. (Schwz. P. 229 776 vom 15/6. 1940, ausg. 1/2. 1944. D. Prior. 16/6. 1939. Zus. zu Schwz. P. 220 206; C. 1943. I. 1695.) M. F. MÜLLER,



Les Laboratoires Georges Tixier, Paris, Insulin. Man behandelt frische oder geronnene Pankreas mit alkoh. HCl bei 95°, filtriert, fällt, löst auf u. extrahiert erschöpfend mit Ä. u. A., wobei jedesmal der p_{H-} -Wert u. die Temp. entsprechend geregelt werden. Man erhält Insulin in Pulverform. (Belg. P. 448 597 vom 4/1. 1943, Auszug veröff. 15/9. 1943. F. Prior. 18/4. 1941.) NOUVEL

Koninklijke Industriele Maatschappij voorheen Noury & van den Lande N. V. Deventer, Holland, Reduktinsäure. Die Hydrolyse der Halogenverb. wird bei Temp. über 100° mit W. oder W.-Dampf ausgeführt. (Belg. P. 450 609 vom 13/5. 1943, Auszug veröff. 15/2. 1944. Holl. Prior. 25/3. 1943.) NOUVEL

F. Hoffmann-La Roche & Co. Akt.-Ges., Basel, Herstellung von Tabletten aus dl-Acetyl- α -tocopherol, das wegen seiner ölarartigen Beschaffenheit beim Tablettenpressen Schwierigkeiten bereitet. Außer den gebräuchlichen Benetzungs- u. Bindemitteln wird präzipitierte Kieselsäure zugemischt. Z. B. vermischt man 3 g dl-Acetyl- α -tocopherol mit 15 g SiO₂ u. 62 g Stärkemehl. Das homogene Pulver läßt sich leicht zu Tabletten verpressen. (Holl. P. 56 477 vom 12/9. 1939, ausg. 15/6. 1944. Schwz. Prior. 10/10. 1938.) GRÄGER

Produits Roche (S. A.), Brüssel, Ampullen mit wäßrigen Lösungen von Vitamin K-Präparaten. Man zers. das Tetrahydrochlorid der 8-Methyl-1,4-dioxynaphthalindiphosphorsäure (erhältlich aus 2-Methyl-1,4-dioxynaphthalin u. POCl₃) in organ. Lsg. in der Kälte mit W. in Ggw. von NaOH, fällt die anorgan. Phosphate mit CaCl₂ u. filtriert. Das Filtrat wird zum Sieden erhitzt, wobei das Dicalciumsalz ausfällt. Es kann in andere Salze übergeführt u. zur Füllung der Ampullen in Lsg. gebracht werden. (Belg. P. 448 683 vom 12/1. 1943, Auszug veröff. 15/9. 1943. Schwz. Prior. 3/3. 1942.) NOUVEL

Heinrich Lampert, Bad Homburg v. d. Höhe und Raphael Eduard Liesegang, Frankfurt a. M., Herstellung einer Blutersatzflüssigkeit, dad. gek., daß eine alkal. Hämingslg. mit einem Schutzkolloid gemischt u. die so erhaltene Fl. durch eine äquivalente Säuremenge neutralisiert wird. Z. B. werden 0,25 g Häm in 15(ccm) n-Natronlauge u. 20 W. gel. u. 25 einer 10%ig. Gelatineslg. zugesetzt. Diese Lsg. wird mit einer Mischung von 25 einer 10%ig. Gelatineslg. u. 15 n-Salzsäure verrührt. (Schwz. P. 230 597 vom 30/6. 1942, ausg. 1/4. 1944. D. Prior. 27/2. 1940.) GRÄGER

Nordmark-Werke G. m. b. H., Hamburg, Albumin aus Blut. Das mit W. im Verhältnis 1:5 verd. Blut wird durch ein 10%ig. Gemisch von O₂ u. Luft oder O₂ mit solcher Geschwindigkeit geleitet, daß sich reichlich Schaum bildet. Dieser wird abgetrennt, bei 40° getrocknet u. in ein weißes Pulver von Albumin übergeführt. (Belg. P. 448 644 vom 7/1. 1943, Auszug veröff. 15/9. 1943. D. Prior. 3/3. 1942.) NOUVEL

Katadyn G. m. b. H., Berlin-Charlottenburg, Verfahren zur Halibarmachung von Blutplasma und anderen eiweißhaltigen Flüssigkeiten, dad. gek., daß man das Behand-

lungsgut mit Ferment- u. Bakteriengiften versetzt, die auf feinstverteilten adsorptiv wirkenden Trägern befestigt sind, deren Einzelheiten sich weitestgehend koll. Größenordnung nähern, z. B. Schwermetalle, wie Cu oder Ag, oder Baktericide, wie Trypflavin, auf Talkum, Kieselgur, Kaolin, Silicagel, Bolus od. dgl., so daß die zu behandelnde Fl. mit einem dichten Raumbitter der Zusatzstoffe versehen wird. Zweckmäßig erfolgt die Behandlung von aus frischem Blut gewonnenem Plasma von dessen Übergang in den sauren p_H -Bereich. Die elektrostat. Polarität der Zusatzstoffe u. des Behandlungsgutes wird gleichgerichtet gewählt. Bei Fl. mit p_H -Wert unter 7,0 werden solche Stoffe zugesetzt, die die Umladung der Zusatzstoffe auf eine kathod. gerichtete Polarität unterstützen, z. B. Oxydationsmittel, wie H_2O_2 , O_3 , O_2 oder Cl_2 . Der erforderliche Zusatzstoff ist in Stufen zuzufügen u. zwischen den einzelnen Stufen überschüssiges Sediment zu entfernen. (Schwz. P. 229 411 vom 16/20. 1940, ausg. 17/1. 1944. D. Prior. 5/3. 1940.)

GRÄGER

Soc. An. pour tous Appareillages Mécaniques, Frankreich, *Konservierung der therapeutisch wertvollen Organe von Schlachtieren* durch Gefrieren u. Lagern in einer Kühlkammer. Das gefrorene Gut wird für die Lagerung in die Form eines Parallelepipedons gepreßt u. dann dicht gestapelt um nach dem Gefrieren der Raumluft möglichst wenig Zutritt zu gewähren u. bei Änderung der Raumtemp. durch Öffnen der Türen oder dgl. der Warmluft eine geringe Oberfläche zu bieten. — Zeichnung. (F. P. 887 533 vom 5/11. 1942, ausg. 16/11. 1943.)

M. F. MÜLLER

G. Analyse. Laboratorium.

H. G. W. Harding, *Ein gelbes Glasfilter für Farbtemperaturmessungen*. Wolframhandlampen als *Farbtemperaturnormalien* sind nur im evakuierten Zustand bis zu Temp. von $2400^\circ K$ zuverlässig. Gasgefüllte Lampen für höhere Temp. wurden wegen ihrer Unzuverlässigkeit vom Nat. Phys. Lab. abgelehnt. Dafür wird die Farbtemp. durch Lichtfilter transformiert. Es ließen sich die Corning-Glasfilter 346 u. 507 zu einem gelben Kombinationsfilter vereinigen, welches vor die Strahlungsquelle höherer Temp. geschaltet, die PLANCKSchen Energieverteilungskurven einer Temp. auf eine niedrigere transformiert. Es werden ausführliche Herstellungsanweisungen u. Belege über die Wrkg. der Filter gebracht u. die Vorzüge des Verf. dahingehend zusammengefaßt, daß diese Glasfilter viel beständiger sind als bisher verwendete blaue Flüssigkeitsfilter, daß sie den theoret. Durchlässigkeitswerten exakter angepaßt werden können, daß der Temp.-Koeffizient kleiner ist u. ihre Justierung zu Lampe u. Photometer vorteilhafter vorgenommen werden kann. (Proc. physic. Soc. 56. 21—30. 1/1. 1944.)

P. WULFF

W. J. Reichert, *Thermoelektrische Empfänger*. VI. geht auf die Eigg. thermoelektr. Empfänger ein u. bespricht den *thermodynamischen Wirkungsgrad* von Thermoelementen, der nach CZERNY proportional der Temp.-Differenz ΔT zwischen bestrahlter u. unbestrahlter Lötstelle ist. Schließlich wird auf verschied. Galvanometereigg. u. die durch die BRAUNsche Mol.-Bewegung gegebene Grenze der Empfindlichkeit einer Thermoelement-Galvanometeranordnung eingegangen. (Beih. Z. Ver. dtseh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. 48. 20—22. 1944.)

P. WULFF

E. A. Owen, *Ein Ofen mit Abschreckvorrichtung für kleine Proben*. Beschreibung eines elektr. beheizten Ofens, der einen Stahlblock mit 6 mm-Bohrungen für pulverförmige Proben in Glas- oder Quarzröhrchen enthält u. den Auswurf dieser Proben in eine Kühlfl., die vorübergehend in den Ofenraum eingeführt werden kann, so ermöglicht, daß das Abschrecken in 2 Sek. vor sich geht. (J. sci. Instruments 21. 65—66. April 1944.)

P. WULFF

M. A. Fill und J. T. Stock, *Waschflasche, die abgemessene Mengen Waschflüssigkeit abzunehmen gestattet*. Ausführliche Beschreibung u. Abb. der Waschflasche, mit der beliebige kleine, abgemessene Mengen Waschfl., auch in kochend heißem Zustand, zum Auswaschen, Extrahieren, Lösen usw. von Ndd. auf dem Filter benutzt werden können. (Analyst 69. 149—50. Mai 1944. Norwood Techn. Inst.)

ECKSTEIN

A. Fleuret, *Apparatur zur fraktionierten Destillation im Hochvakuum*. Beschreibung eines Normalschliffapp., dessen wesentliches Merkmal darin besteht, daß die fraktioniert zu destillierende Fl. in einen Raum getropft wird, der durch einen Dampfmantel einer anderen Fl. geheizt wird, deren Kp. einige Grad über der gewünschten Fraktionierungstemp. liegt. Kondensat u. nicht verflüssigte Anteile sammeln sich in verschied. Kolben. Durch Wahl geeigneter Fl. lassen sich beliebige Fraktionen eines definierten Siedebereichs erzielen. Bemerkenswert ist, daß der weite Hals des Aufnahmekolbens für das Destillat die Schlifffläche außen trägt (Kernschliff), so daß beim Umgießen des Destillats

aus dem Kolben keine Verunreinigung durch das Fett der Schlißfläche eintreten kann. (Bull. Soc. chim. France, Mém. [5.] 10. 565—66. Nov./Dez. 1943.) K. SCHAEFFER

W. Schmitz und W. Wiebe, *Das Bonner Cyclotron*. Vff. berichten über den Aufbau eines Cyclotrons u. die dabei gewonnenen Erfahrungen. Das Gerät hat sich als brauchbar erwiesen zur Erzeugung von 1,3 MeV-Deuteronen. Magnet, Hochfrequenzsender u. Beschleunigungskammer werden in physikal. u. techn. Hinsicht eingehend beschrieben. (Z. techn. Physik 24. 195—206. 1943. Bonn, Röntgenforschungsinst. der Univ.)

RÉUSSE

Max Morand, *Geschlossener Kreislauf seltener Gase für die Speisung von Neutronengeneratoren*. Zur Einsparung von schwerem Wasserstoff wird dieser am Ausgang der Vorpumpe durch eine bes. Vorr. aufgefangen, mit fl. Luft zur Kondensation der Öl- u. Wasserdämpfe gekühlt u. am Ende einer dielekt. Isolation übernehmenden Glasröhre wieder in den Kreislauf zurückgeführt. Die Einrichtung hat sich seit längerer Zeit bewährt; z. B. ist der Druck in einem 2-l-Kessel gereinigten Deuteriums von 33 auf nur 16 mm Hg in 6 Monaten gesunken. (J. Physique Radium [8.] 5. Suppl. 14. April 1944.)

PIELOW

—, *Berylliumfenster für Röntgenröhren*. Übersicht über die neueste Entw. der Herst. u. Anwendung der Be-Fenster in Röntgenröhren. (Light Metals [London] 6. 530—33. Nov. 1943.)

KLEVER

G. Kortüm, *Colorimetrie und Photometrie als analytische Methoden*. Vf. diskutiert eingangs die Begriffe Colorimetrie u. Photometrie. Unter Colorimetrie versteht Vf. die Konzentrations-Best. durch Farbvergleich in Verb. mit einer Schichtdickenmessung, unter Photometrie versteht er eine Konzentrations-Best. mit Hilfe einer meßbar veränderlichen Lichtschwächungseinrichtung, d. h. eine Extinktionsmessung. Die bekanntesten Photometer bedienen sich als Lichtschwächungseinrichtung der Meßblenden (PULFRICH-Photometer) oder Polarisationsprismen (KÖNIG-MARTENS-Polaphot, Leifophotometer). Er behandelt Fälschung der Meßergebnisse durch Belastungsschwankungen der Beleuchtungslampe u. schließlich die erreichbare Genauigkeit der Konzentrations-Best. mittels colorimetr. u. photometr. Meßverf., wobei die lichtelektr. Meßverf. eine beträchtliche Anzahl von Fehlerquellen besitzen, dafür aber wegen der Ermüdungen des Auges bei Serienmessungen den Vorzug haben. Schließlich werden die Folgerungen gezogen, die sich aus den Genauigkeitsansprüchen der Praxis ergeben. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 1—4. 1944.)

P. WULFF

G. Hansen, *Optische Grundlagen der lichtelektrischen Absorptionsmessung*. Vf. geht zunächst auf den Begriff des *Lichtleitwertes* ein. Handelt es sich um die Abb. einer leuchtenden Fläche F_1 durch eine Blende auf eine Fläche F_2 , so ist die Größe des Lichtleitwertes gegeben durch den Ausdruck $L = n^2 \cdot \frac{F_1 \cdot F_2}{a^2}$, worin n der Brechungsindex u. a die

Abstände von F_1 u. F_2 bedeuten. Es werden daraus Anwendungen auf opt. Instrumente hergeleitet, u. es werden die energet. Grundlagen der photometr. Meßverf. unter dem Gesichtspunkt optimaler Leistung der verschied. Empfänger (Auge, Vakuumphotozelle, Photoelement) an Hand von Tabellen u. Abb. gebracht. Schließlich wird auf die verschied. Lichtfilter eingegangen. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 5—9. 1944.)

P. WULFF

G. Hansen, *Einfluß des Stiles-Crawford-Effektes auf die Messung mit dem Pulfrich-Photometer*. Läßt man ein Lichtbündel in das menschliche Auge eintreten, so beobachtet man, daß die Helligkeitwirkung in der Pupillenmitte anders ist als am Pupillrand. Daneben gibt es wie Vf. bereits 1929 entdeckte, einen zweiten Farb-Effekt, der ebenfalls von STILES u. CRAWFORD 1937 beschrieben worden ist, in dem z. B. die grüne Quecksilberlinie mit der Pupillenmitte betrachtet einen mehr gelblich-grünen Eindruck macht, während das vom Rand aufgenommene Licht mehr blaugrünen Charakter hat. Tabellen zeigen die Ergebnisse von verschied. Beobachtern an verschied. Photometern. Schließlich werden Folgerungen für die prakt. Photometrie gezogen. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 10—11. 1944.)

P. WULFF

Werner Kluge, *Meßtechnische Grundlagen des Arbeitens mit lichtelektrischen Empfängern*. Überblick über die gebräuchlichsten lichtelektr. Empfänger; dabei wird auf die Eigg. der in den modernen Photometern benutzten Photozellen u. -elemente eingegangen. Es werden Strom-Spannungs-Kennlinien u. schließlich die örtliche Veränderlichkeit der Empfindlichkeit der Photoelemente u. die verschiedenartigsten in der Meßtechnik gebräuchlichsten Schaltungen behandelt. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 12—19. 1944.)

P. WULFF

R. Havemann, *Die Fehlerquellen bei colorimetrischen Analysen*. Vf. geht auf die allg. gebräuchlichen Konstruktionsprinzipien photoelektr. Colorimeter ein u. behandelt dann das von ihm entwickelte „Weka-Photozellen-Colorimeter“. Es wird auf verschied. Fehlerquellen u. ihre Ausschaltung eingegangen, die bei colorimetr. Messungen eintreten können. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 23—29. 1944.)

P. WULFF

Peter Wulff, *Stand und Entwicklung der colorimetrischen und photometrischen Hilfsmittel der analytischen Chemie*. Zusammenfassender Überblick über die heute gebräuchlichsten Colorimeter u. Photometer. Ausgehend von den einfachsten Komparatoren werden die visuellen Colorimeter u. Photometer, z. B. PULFRICH-, KÖNIG-MARTENS-, das LEIFO-Photometer, das Polaphot u. schließlich die verschied. lichtelektr. Colorimeter von HELLIGE, LANGE, MOLL, HAVEMANN, KORTÜM u. a. behandelt. Schließlich wird ein Überblick über Auswahl, richtigen Einsatz u. Genauigkeit der Messung mit colorimetr. Meßgeräten gegeben. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 31—41. 1944.)

P. WULFF

Peter Wulff, *Anwendung der Colorimetrie und Photometrie in selbsttätig arbeitenden Betriebskontrollgeräten*. Es werden die Einsatzmöglichkeiten der Colorimetrie u. Photometrie in selbsttätig arbeitenden Betriebskontrollgeräten aufgezeigt u. die techn. Teilaufgaben behandelt, die von diesen Geräten zu bewältigen sind. Es werden die Einsatzgebiete dieser Geräte u. ihre Anwendungen z. B. zur Best. von S, NH₂, H₂S, CO₂, CO behandelt. Schließlich wird auch auf die fortlaufende Trübungsmessung u. ihre Anwendungsgebiete eingegangen. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 42—49. 1944.)

P. WULFF

O. H. Weber, *Colorimetrie in der Maßanalyse*. Bei der colorimetr. Titration mit lichtelektr. Geräten setzt man zu einer Ausgangslsg. in der Meßküvette solange Reagenslösungen zu, bis die Kurve für den Photostrom in Abhängigkeit vom Zusatz eine Unstetigkeit oder Farbgleichheit mit einer Vergleichsküvette zeigt. Auf diese Weise wird z. B. Chromsäure mit Eisen-(II)-sulfat u. Permanganat bestimmt. Es werden als weitere Beispiele die Titration von NaOH oder NaHCO₃ mit verschied. Indicatoren angeführt. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 50—54. 1944.)

P. WULFF

R. Havemann, *Photometrische Titration*. Bei der photometr. Titration gelingt es, den Äquivalenzpunkt einer Titration durch geeignete Farbrrkk. photometr. bes. genau zu erfassen. Es werden Messungen mit Hilfe des WEKA-Photozellen-Colorimeters aus dem Gebiet der Jodometrie, Bromometrie, Oxydometrie u. der Säure-Basen-Titration gegeben. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 55 bis 58. 1944.)

P. WULFF

Jan van Calker, *Die Bedeutung des Sauerstoffs für die quantitative spektrochemische Analyse vielfältig zusammengesetzter Stoffe*. Der Einfl. dritter Analysepartner zeigt sich bes. dann, wenn das gesuchte oder das Grundelement durch Sauerstoff leicht oxydiert wird, so daß ein Teil der Atome dad. von der Lichtemission ausgeschlossen wird. Verschiebungen der Eichkurven, die auftreten, sind offenbar darauf zurückzuführen. Sie ließen sich im Fall von Cu-As u. Al-Mg-Zn durch große Kohlegegenelektroden u. Vergrößerung der Kapazität gegen die Selbstinduktion im Funkenerzeuger prakt. beseitigen, da auf diese Weise die Ausblgd. von Oxydschichten u. Glimmhäuten verhindert wird. (Spectrochim. Acta [Berlin] 2. 340—49. 1944.)

P. WULFF

Z. Szabó und I. Soos, *Beiträge zur Gasanalyse*. III. Die Bestimmung von Athylen. (II. vgl. C. 1944. II. 983). Vff. stellten Unterss., zur Feststellung des günstigsten der bekannten Absorptionsmittel zur Best. des C₂H₄ an u. berichten über folgende Ergebnisse: 1. Als bes. geeignet erwies sich die 20%ig. saure Hg(NO₃)₂-Lsg., u. zwar nach dem Vol.-Verfahren; dagegen wurden bei Anwendung des Druckverf. keine befriedigenden Resultate erzielt. Nur eine 40%ige Absorptionslsg. gab brauchbare Werte. Die zur Absorption erforderliche Zeit beträgt 20—25 Min.; ein Nd. entsteht nicht. — 2. Die C₂H₄-Best. durch Druckmessung nach der Br.-Addition ergibt mit reinem C₂H₄ gute Werte; der größte Fehler liegt bei ±0,5—1%. In Verdünnung mit Luft u. O₂ sind die Ergebnisse unsicher; Acetylen macht die Best. unmöglich, dagegen stören CH₄, CO oder H₂ (Erdgas) nicht. Beleganalysen in 10 Zahlentafeln. (Z. analyt. Chem. 126. 246—52. 1943. Kolozsvár [Ungarn], Univ.)

ECKSTEIN

a) Elemente und anorganische Verbindungen.

J. A. Radley, *Zwei neue Nachweise für Bor*. Vf. beschreibt zwei Farbrrkk., die als Nachw. für geringe Mengen Bor dienen. 1. Man dampft einen aliquoten Teil der Bor enthaltenden Lsg. zur Trockne ein, nachdem man vorher mit NaOH leicht alkal.

gemacht hat, nimmt den Rückstand mit 1 ccm W. auf u. dampft nochmals auf einem Uhrglas ein. Nach dem Zufügen von 2 Tropfen einer frisch bereiteten Lsg. von 0,5 g der unsulfonierten Base von *Solway Purpur* (Farbindex Nr. 1073) in 100 ccm konz. Schwefelsäure zeigt das Auftreten einer dunkelblauen Farbe die Anwesenheit von Bor an. Mit Ausnahme von oxydierenden Substanzen u. großen Mengen Fluoriden stört keine andere Verb. die Reaktion. 2. Zu einem Tropfen einer Bor-Testlsg. gibt man 1 ccm einer 0,01%ig. Lsg. von *1-Amino-4-oxyanthracinon* in konz. Schwefelsäure. Die Anwesenheit von Bor zeigt sich in einer intensiven orange-braunen Fluorescenz. (Analyst 69. 47—48. Febr. 1944. 11, Wilton Road, Crumpsall Manchester.) FRETZDORFF

Robert Klement, *Abtrennung der Phosphorsäure mittels Harzaustauschern [Wofatit]*. I. 50 g mit W. vorgequellener *Wofatit KS* werden in einem Glasrohr (Abb.) mit 2 n. HCl behandelt u. mit W. Cl⁻-frei ausgewaschen. Das nach der Fällung mit H₂S erhaltene salzsaure Filtrat wird fast trocken gedampft, mit 20 ccm n. HCl aufgenommen, auf die vorbereitete Wofatitsäule gegeben (Luftblasenfreiheit!) u. nach 1/2 Stde. Cl⁻-frei gewaschen. Danach gibt man 80—100 ccm 5 n. HCl auf die Säule u. läßt sehr langsam durchtropfen, wobei die Kationen aus der Verb. mit dem Wofatit freigemacht werden. Nach Auswaschen mit 50 ccm W. werden die salzsaure Lsg. der Kationen u. das Waschwasser eingedampft u. dann dem weiteren Analysengang unterworfen. Weiteres Auswaschen der Säule mit W. macht sie wieder für neue Verwendung bereit. PO₄^{'''} wird auf diese Weise vollkommen von den Kationen der auf die H₂S-Gruppe folgenden Gruppen, einschließlich UO₂, La, Ce u. Be getrennt. (Z. analyt. Chem. 127. 2—5. 1944. Prag, Deutsche Karls-Univ.) ECKSTEIN

O. Werner, *Die colorimetrische Bestimmung von Nichtmetallen*. Von den Nichtmetallen u. ihren Verb. werden in einer krit. ausführlichen Übersicht für F, Cl, Cl⁻, H₂S, SO₄⁻, P, PO₄^{''}, NH₃, NO₃⁻, entsprechende Arbeitsvorschriften für ihre Best. gegeben. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 113 bis 120, 1944.) P. WULFF

K. Steinhäuser, *Colorimetrie der Nichteisenmetalle*. Es wird die Colorimetrie der Nichteisenmetalle Al, Si, Ti, Cu behandelt, u. entsprechende Eichkurven werden wiedergegeben, die mit dem WEKA- bzw. dem LANGE-Photometer erhalten wurden. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 88—91. 1944.) P. WULFF

Kurt Dietrich und Charlotte Dietrich, *Photometrische Leichtmetallanalyse*. Es werden Erfahrungen zur Unters. der Leichtmetalle mit Hilfe des Leifo-Photometer auf ihren Geh. an Mg, Mn, Cu, Fe, Ti, Zn, Si mitgeteilt u. entsprechende Arbeitsvorschriften gegeben. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 101—03. 1944.) P. WULFF

Otto Werner, *Über den Zeiteinfluß bei der photometrischen Bestimmung des Aluminiums mit Eriochromcyanin R*. Es wird der Zeiteinfl. der Al-Best. mit Eriochromcyanin R bei verschiedenen p_H-Werten untersucht, die Abhängigkeit der Lage des Absorptionsmaximums vom p_H erörtert u. auf die Vorgänge der Farblackbildung eingegangen. Schließlich wird eine genaue Arbeitsvorschrift zur Herst. der Farblacklsg. gegeben, wobei mit Rücksicht auf die Reaktionsgeschwindigkeit die Al-Farbverb. bei p_H=2,5 erzeugt, mit Rücksicht auf die bessere Meßbarkeit die Photometrie bei p_H=6,0 durchgeführt wird. Es wird auf die zweckmäßige Auswahl der Lichtfilter eingegangen. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 92—100. 1944.) WULFF

P. Urech und R. Sulzberger, *Polarographische Natriumbestimmung in Aluminium und Aluminiumlegierungen*. Bei den üblichen geringen Na-konz. im rohen u. umgeschmolzenen Al u. seinen Legierungen ist die polarograph. Best. nach HEYROVSKY nicht anwendbar. Doch liefert ein bes. Anreicherungsverf. Ergebnisse, die mit dem auf spektograph. Wege erhaltenen befriedigend übereinstimmen. Es wird hierfür folgende Analysenvorschrift gegeben: 2 g Metallspäne werden in einer bedeckten Porzellanschale mit 60 ccm Salzsäure (1 : 1) gelöst, bis zur Krystallisation eingedampft (28 bis 30 ccm), in einen Meßzylinder gespült, auf 35 ccm aufgefüllt, worauf unter Kühlung HCl bis zur Sättigung eingeleitet u. alsdann durch einen Glasfrittentiegel G 3 filtriert wird. Von dem Filtrat werden 25 ccm in einer Pt-Schale zur Trockne verdampft, mit 2 Tropfen Salzsäure u. W. unter Erwärmen aufgenommen, auf 100 ccm verd., mit 1 Tropfen H₂O₂ versetzt u. unter Kochen die Sesquioxyde mit 3 Tropfen konz. NH₃-Lsg. gefällt. Nach 30 Min. Stehen in der Wärme wird in eine Pt-Schale filtriert, wieder zur Trockne eingedampft u. nach kurzem Erwärmen im Trockenschrank 3 Min. in einer Muffel auf 350° erhitzt. Nach Aufnahme mit 5 ccm W. wird das Eindampfen u. Trocknen nochmals unter den gleichen Bedingungen wiederholt u. schließlich der Rückstand

mit 2 ccm W. u. 0,2 ccm Tetramethylammoniumhydroxyd-Lsg. u. 1 Tropfen 2 n H_3PO_4 aufgenommen; diese Lsg. wird bei 1,8—2,2 V polarographiert u. die Stufenhöhe bei 2,20 V ausgemessen. (Helv. chim. Acta 27. 1074—79. 1944.) HENTSCHEL

F. Sinigaglia, *Quantitative photometrische Magnesiumbestimmung in Aluminiumlegierungen*. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 104 bis 106. 1944. Novara, Italien, Istituto Spezzimentale dei Metalli Leggeri. — C. 1943. II. 1740.) KLEVER

F. Sinigaglia, *Quantitative photometrische Bestimmung des Nickels in Aluminiumlegierungen*. Die Ni-Diacetyldioxim-Rk. wird mit Hilfe verschied. Photometer geprüft u. der Einfl. von Cu untersucht, wobei man dessen Einfl. durch eine Korrekturformel ausschalten kann. Beschreibung der Methode. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 107—09. 1944.) P. WULFF

P. Wulff und A. Lundberg, *Vergleich verschiedener Ausführungsarten der photometrischen Nickelbestimmung für die Stahlanalyse*. Es wird die Ni-Diacetyldioxim-Rk. nach ROLLET (C. R. heb. Séances Acad. Sci. 183. [1926.] 2) einer eingehenden Prüfung unterzogen u. die Durchführung der Rk. mit Ammoniumhypobromit, Bromid-Bromat, Ammoniumperoxydisulfat, Natriumhypochlorit u. Natriumchlorit geprüft. Es wird geklärt, daß als farbgebende Komponente die lösliche Ni-Verb. eines Oxydationsproduktes des Diacetyldioxims verantwortlich ist. Vor allem werden die Stabilitätsbedingungen für die Färbung der Rk. untersucht u. geklärt. Endlich werden die Ergebnisse verschied. Stahlanalysen mit Hilfe der neu gewonnenen Arbeitsvorschrift gegeben. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. 48. 76—83. 1944.)

P. WULFF

Gerd Maaßen, *Beitrag zur photometrischen Nickelbestimmung im Stahl*. Ausführlichere Darst. der C. 1943. II. 1904 ref. Arbeit. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 70—75. 1944. Düsseldorf-Rath, Versuchsanstalt der Rheinmetall-Borsig A. G.) KLEVER

Erich Stengel, *Beitrag zur photometrischen Kobaltbestimmung in Stählen*. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 84—87. 1944. — C. 1943. II. 153. 935.) KLEVER

Hans Pinsl, *Photometrische Eisenbestimmung in Eisenerzen und Schlacken mit lichtelektrischer Messung*. Es wird die photometr. Eisenbest. auf Grund der Eigenfärbung von Eisen-(3)-chlorid in Erzen u. Schlacken mit lichtelektr. Photometern besprochen. Prüfung des Einfl. der Säurekonz., der Temp. u. schließlich der Begleitsalze. Angabe der gewonnenen Arbeitsvorschriften. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 64—69. 1944.) P. WULFF

Karl Gabiersch, *Betriebsmäßige Ausführung photometrischer Bestimmungen in der Eisen- und Stahlanalyse*. Behandlung der betriebsmäßigen Eisen- u. Stahlanalysen unter Anwendung photometr. Methoden. Es werden mit Hilfe von verschied. Photometern P-, Cr-, Cu-, Si-, Mo-, Ni-, W-Bestimmungen durchgeführt. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 59—63. 1944.) P. WULFF

Christina C. Miller *Toluol-3,4-dithiol als selektives Reagens auf Wolfram. Der Wolframnachweis, besonders in Molybdän- und Rheniumverbindungen und in Ferrolegierungen*. (Vgl. CLARK, C. 1938. I. 668 u. HAMENCE, C. 1940. I. 3301.) 1. In Abwesenheit von Mo u. Re setzt man zu 1 ccm der Probelsg., die 10—11 n. an HCl sein soll, 1 Tropfen H_3PO_4 , 0,25 ccm Isoamylalkohol u. 5 g Dithiol hinzu, erwärmt 5—10 Min. auf 70°, gibt noch etwas Dithiol hinzu u. erwärmt weitere 5 Minuten. Die Färbung des Esters schlägt in Ggw. von 0,5—25 γ W von hellblau nach smaragdgrün um. Entsteht keine deutliche Esterschicht, so setzt man CCl_4 hinzu, zentrifugiert u. verfährt wie oben weiter. — 2. In Ggw. von Mo u. Re reduziert man vor der Zugabe der Ester- u. Reagenslsg. mit 100 mg $SnCl_2$. Fe, Cu, Ar, As u. Te stören nicht. — 3. Von Stählen u. Ferrolegierungen löst man 10 mg im Reagensrohr mit 0,15 ccm H_3PO_4 , 0,17 ccm $HClO_4$ u. 0,2 ccm 80% ig. H_2SO_4 , raucht ab, kühlt, gibt 1 ccm konz. HCl hinzu u. verfährt weiter wie oben beschrieben. — Se, Pt, Pd u. Rh stören den W-Nachweis. (Analyst 69, 109—12. April 1944. Edinburgh, Univ.) ECKSTEIN

S. H. Wilson und M. Fieldes, *Ein kombiniertes chemisches und spektrographisches Verfahren zur Bestimmung von Spuren von Wolfram in Gesteinen*. Der SiO_2 -freie Rückstand von 1 g Schiefer wird mit W. u. 10 ccm konz. H_2SO_4 aufgenommen u. nach Zusatz von 4 g NH_4Cl unter Erwärmen gelöst. In die 50° warme Lsg. gibt man 40 ccm 10% ig. Tanninlsg., verdünnt auf 400 ccm, setzt 5 ccm einer Lsg. von 5 g Cinchonin, 10 g Antipyrin u. 10 ccm HCl unter Rühren hinzu u. läßt über Nacht absitzen. Dann wird in Ggw. von Filterschleim abfiltriert, der Nd. mit einer Lsg., die 5 g $(NH_4)_2SO_4$, 5 g Anti-

pyrin, 0,1 g Cinchonin u. 0,5 ccm H_2SO_4 /100 ccm enthält, ausgewaschen u. zweimal unter Zusatz von etwas verd. H_2SO_4 u. HNO_3 verascht. Aus dem Rückstand werden nach Zugabe von etwas $(NH_4)_2SO_4$ Kügelchen für die spektrograph. Unters. geformt. Ausführliche Beschreibung des spektrograph. Arbeitsverf. mit Hilfe der Linien 2947,0 oder 2551,2 Å. — Das Verf. gestattet die W-Best. bis zu 0,00 007% herab. Aus zahlreichen Bestimmungen geht hervor, daß der durchschnittliche W-Geh. der untersuchten, Scheelit führenden Schiefergänge des Glenorchy-Distrikts 0,0001—0,0002% beträgt. (Analyst 69. 12—14. Jan. 1944. Wellington, New-Zealand.) ECKSTEIN

F. Leutwein, *Über die photometrische Bestimmung von Wismut in Erzen und Aufbereitungsprodukten*. Es wird die Bi-Thioharnstoff-Rk. in salpetersaurer Lsg. geprüft u. der Einfl. von Co, Ni, Cu, Pb untersucht. Es wird eine Vorschrift für bleiarmer Erze angegeben. Unters. des Einfl. von Netzspannungsschwankungen auf die Genauigkeit photometr. Analysen. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 110—12. 1944.) P. WULFF

b) Organische Verbindungen.

W. R. Fearon, *Die Bestimmung von Indol mit Hilfe von Xanthhydrol*. Verd. Lsgg. von Indol geben beim Kochen mit Xanthhydrol in Ggw. von Eisessig eine beständige purpurrote Farbe. Unter biolog. Material wie Proteinen, Purinen, Amidinen, Ureiden, Guanidinen, Urin, Blutplasma, Milch u. a. scheint diese Rk. spezif. für Indol zu sein, Ausführung: Zu 0,5—1 ccm der Testlg. gibt man 2—5 ccm Eisessig u. 5 mg Xanthhydrol u. kocht auf. Bei Konz. von 1 : 50 000 erscheint die Farbe nach ca. 1 Min. Die untere Grenze dieser Bestimmungsmeth. liegt bei Konz. von 1 : 10⁶. Da das freie Xanthhydrol bei Zugabe von W. ausfällt, muß in Eisessig oder A. als Lösungsm. gearbeitet werden. (Analyst. 69. 122—23. April 1944. Dublin, Dep. of Biochemistry, Trinity Coll.) FRETZDORFF

Eckert und Mirimanoff, *Zur bromometrischen Salicylsäurebestimmung*. Im Nachgang zu der C. 1944. II. 340 ref. Arbeit der Vff. wird mitgeteilt, daß man zu niedrige Werte erhält, wenn man nach Zusatz der Bromid-Bromat-Lsg. schüttelt. Besser ist es, rasch zu mischen u. 10 Min. stehen zu lassen. (Pharmac. Acta Helvetiae 19. 214. 10. Juni 1944.) HOTZEL

E. Havinga, *Die Bestimmung der p-Aminobenzoesäure und des Sulfapyridins — bzw. ähnlicher Verbindungen — nebeneinander*. (Vgl. C. 1942 I. 1024, sowie KIRCH u. BERGEM, C. 1944 I. 40). Zur Best. der p-Aminobenzoesäure (I) durch Diazotierung u. Kuppelung kann im wesentlichen dasselbe Verf. wie für die referierte Best. des Novocains angewandt werden. Statt der Behandlung mit 12 ccm Amylalkohol wird 2 mal mit je 6 ccm Chlf. ausgeschüttelt. Die Chlf.-Lsg. des Sulfapyridin-Kupplungsprod. wird, wenn nötig, durch Zentrifugieren geklärt u. der Farbstoffgeh. z. B. extinktometr. im Stufenphotometer unter Vorschaltung des Filters S 50 gemessen. Danach kann man I nach vorsichtigem Neutralisieren der wss. Schicht mit 0,3 ccm 0,1 n. HCl, Extrahieren mit 12 ccm Amylalkohol u. Messen der Extinktion der amylalkohol. Lsg. bestimmen. Die Arbeitsvorschrift kann in bes. Fällen etwas abgeändert werden, so ist z. B. bei der Best. von I neben viel Sulfamethylpyrimidin 3maliges Ausschütteln mit Chlf. erforderlich. Blindverss. mit bekannten Zusätzen der zu messenden Substanzen sind bei der Unters. neuartiger Substanzen unerläßlich. — Kurven u. Zahlentafeln im Original. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 63. 243—47. 1944. Utrecht, Rijksuniv. [Orig. dtsh.]) ECKSTEIN

E. Rauterberg, *Colorimetrische Bestimmung der α-Aminosäuren Arginin und Tyrosin im Eiweiß*. Ausführlichere Darst. der C. 1943. II. 650 ref. Arbeit. (Beih. Z. Ver. dtsh. Chemiker, A: Chemie, B: Chem. Techn. Nr. 48. 121—22. 1944. Berlin-Lichterfelde-Stüd, Versuchsstation des Deutschen Kalisyndikates.) KLEVER

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Schlauch an Quetschpumpe*, dad. gek., daß im Innern des Schlauches eine quer zur Richtung des beim Ausquetschen auftretenden Druckes verlaufende elast. Brücke angeordnet ist, die das Bestreben hat, den Schlauch nach Aufhebung des Quetschdruckes in die Ausgangsform zurückzuführen. — Zeichnung. (Schwz. P. 227 844 vom 14/7. 1942, ausg. 16/9. 1943. D. Priorr. 15/8. u. 16/8. 1941.) M. F. MÜLLER

Auergesellschaft Akt.-Ges., Berlin, *Analyse eines fluiden Stoffgemisches auf magnetischem Wege*, wobei die Temperaturdifferenz zweier geheizter Körper gemessen wird, die, von dem zu analysierenden Stoffgemisch umgeben, sich in verschied. starken Magnetfeldern befinden, dad. gek., daß zuerst die wärmetechn. einander gleich angeordneten beiden geheizten Körper bei Abwesenheit eines magnet. einflußbaren, sie umgeben-

den, fluiden Stoffes auf die gleiche Temp. eingestellt werden u. daß sie dann von dem zu analysierenden Stoffgemisch umgeben werden. Das Abgleichen der Temp.-Differenz wird mittels Annäherung eines wärmeableitenden Körpers an den einen der beiden geheizten Körper bewirkt. — Zeichnung. (Schwz. P. 229 882 vom 13/6. 1942, ausg. 16/2. 1944. D. Prior. 17/6. 1941.) M. F. MÜLLER

Erwin Käsemann, Klein-Machnow bei Berlin, *Polarisator*, bestehend aus einer mechan. gestreckten durchsichtigen Folie aus einem koll. Stoff, bes. aus *Cellulosehydrat*. Die Herst. geschieht in der Weise, daß die Folie nach dem Ausgießen erst vor-koaguliert wird, danach mechan. gestreckt u. dann zu Ende koaguliert wird. Z. B. wird die Folie in gestrecktem Zustande in Form eines endlosen Bandes koaguliert. Zur Herst. der Folie wird z. B. möglichst gereifte Viscose verwendet. Vgl. DRP. 702 026; C. 1941. I. 2292; Holl. P. 52732; C. 1942. II. 2623; DRP. 733 438; C. 1943. I. 2522. (Holl. P. 56057 vom 23/12. 1939, ausg. 15/4. 1944.) M. F. MÜLLER

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., V. St. A., *Herstellung von durchsichtigen Polarisationsfilmen aus synthet. linearen Superpolyamiden* durch Zusatz eines darin fein verteilten Polarisationsmittels, z. B. von asymmetr. dichroit. Kristallen von einer Größe unterhalb 100 μ , bes. unter 500 μ , oder von anisotropen durchsichtigen fein verteilten Kristallen, die einen hohen Grad von Asymmetrie u. mehrere Refraktionsindizes besitzen, wovon einer der Indices mit dem des Superpolyamidfilms übereinstimmt, oder durch Zusatz von koll. Metallteilchen, die eine asymmetr. Form besitzen, oder von wasserlösl. Azofarbstoffen. — Z. B. wird ein Superpolyamidfilm aus Superpolyhexamethylenadipinsäureamid benutzt. Als Polarisationsmittel dienen z. B. koll. Wismut-Metallteilchen von asymmetr. Form oder wasserlösl. Azofarbstoffe. — 200 (Teile) eines Copolyamids, hergestellt aus äquimol. Teilen von Hexamethylen-diammoniumadipat u. Dekamethylen-diammoniumsebacat, werden im 1150 Methyläthylcarbinol unter Erwärmen gelöst, u. zu der Lsg. wird eine Suspension von 1 Teil fein verteiltem Herapatit gegeben u. darin fein dispergiert. Ein Teil dieser heißen Lsg. wird auf eine Glasplatte ausgegossen u. zu einem Film verarbeitet. — *Polyhexamethylenadipinamid* wird in kaltem W. zu einem Film von 0,014" verarbeitet. Der Film wird in eine alkal. Lsg., die 10% *Wismutartrat* enthält, eingebracht u. 2 Stdn. gekocht. Danach wird der Film $\frac{1}{2}$ Stde. in ein Bad von 2 n-NaOH eingetaucht, u. anschließend in ein Bad aus gleichen Teilen NaOH u. 37%ig. Formaldehydlsg. eingebracht u. damit 3 Stdn. gekocht. Der erhaltene schwarze Film wird kalt ausgezogen, bis er die gewünschte polarisierende Wrkg. besitzt. — Ein Film von Polyhexamethylenadipinamid wird in ein Bad, das 2,4 g Farbstoff, 2,4 g $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ u. 0,8 g Eisessig in 1 l W. enthält, bei 80—90° 1 Stde. lang eingetaucht. Der benutzte Farbstoff wird erhalten durch Kupplung von 1 Mol tetrazotiertem Benzidin mit 1 Mol H-Säure (1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure). Die Verb. wird in alkal. Lsg. mit 1 Mol Diazobenzol u. danach mit 1 Mol 1,4-Oxysäure (1-Naphthol-4-sulfonsäure) gekuppelt. Der gefärbte Film wird gewaschen u. getrocknet. (E. P. 535 336 vom 2/10. 1939, ausg. 1/5. 1941. A. Prior. 30/9. 1938.) M. F. MÜLLER

H. Angewandte Chemie.

III. Elektrotechnik.

Werner Schulze, *Vakuumtechnische Fragen aus dem Gebiet der Stromrichtertechnik*. Einleitend werden kurz die Verff. zur Hochvakuumherzeugung u. die rechner. Zusammenhänge zwischen Pumpleistung u. dem Strömungswiderstand in Rohrleitungen bei niedrigen u. höheren Drucken behandelt. Nach Darlegung der Meßgrundlagen beim McLEOD-, Ionisations- u. Hitzdrahtmanometer werden ausführlich die Manometerkonstruktionen zur Messung des Hg-Dampfdrucks im Gleichrichter selbst besprochen. Dieser läßt sich einmal unter Benutzung der CLAUDIUS-CLAPEYRONschen Dampfdruckgleichung durch elektr. Best. des Taupunkts im Innern des Gleichrichters, ferner unter Zwischenschaltung eines inerten Puffergases zwischen Gleichrichtergefäß u. den zuerst erwähnten Manometertypen ermitteln. — Als Sonderkonstruktion wurden das Streustrahl- u. das Grenzstrahlvakuummeter geschaffen. Bei ersterem wird die Abhängigkeit der Größe des Elektronenteilstroms, der von einer Hilfselektrode (Striktionskathode) im Gleichrichter auf eine Plattenelektrode gelangt, von der D. der Dampf-atome zur Messung benutzt. — Bei der zweiten Konstruktion benutzt man ebenfalls eine Entladungseinschnürung durch eine Lochblende in einem Hilfselektrodensystem. Sie bedingt das Auftreten eines Grenzstromes, bei dessen Erreichen der Lichtbogenabfall sehr steil ansteigt. Die Größe des Grenzstromes ist dabei dampfdruckabhängig. — Als Werkstoff für Gleichrichtergefäße scheiden Gußeisen u. Stahlguß im allg. wegen ihrer Poren u. Lunker aus. Schmiedbares Eisen kann längs zur Walzrichtung wegen

eingeschlossener Gashohlräume undicht sein. Wegen der Durchlässigkeit von Eisen für Wasserstoffionen bei höheren Temp. darf keine W.-Kühlung für Gleichrichter verwendet werden; sie ist zu ersetzen z. B. durch Kühlung mit chlorierten KW-stoffen, oder die Eisenwand wird mit einem bes. metall. oder nichtmetall. Überzug versehen. Die Verb. der Metallteile hat durch Schweißen zu geschehen. Die Orte von Undichtigkeiten können z. B. durcherspülen mit CO₂ oder Dämpfen niedrigsiedender KW-stoffe u. Beachten des Farbumschlages einer Glimentladung auf der anderen Seite der Gefäßwand festgestellt werden. Als besonderes Verf. zur Dichtigkeitsprüfung wird das Einfüllen von Ammoniak unter hohem Druck in das Gleichrichtergefäß ausgeführt. Alle verdächtigen Stellen werden mit einem Gewebe abgedeckt, das mit einer farblosen Hg-Verb. getränkt ist, die bei Austritt des Ammoniaks geschwärzt wird. (Elektrotechn. u. Maschinenbau 61. 593—601. 10/12. 1943.) FRANK

Max Pfender und Richard Schulze, *Zink als Zusatz für Kabelmünten*. Kabelmünten aus Reinblei zeigen zu geringe Festigkeit gegen Schwingungsbeanspruchung, so daß seit Jahren Verss. mit Bleilegierungen gemacht wurden (1—3% Sn oder 0,8% Cd oder 0,5—0,8% Sb). Sn entfällt zur Zeit wegen Beschaffungsschwierigkeiten, Cd wegen Oxydationsneigung, Sb gibt der Legierung einen zu hohen Verformungswiderstand beim Pressen, zeigt ebenfalls Oxydationsneigung, ist schwer zu beschaffen. Auch Verss. mit Cu, Te u. Ca sowie mit verschied. Mehrstofflegierungen haben nicht befriedigt. Neuerliche Verss. mit Zn zeigten, daß es bei einem Zusatz von 0,5—1% die Festigkeitseigg. bei zügiger u. schwingender Beanspruchung verbessert. Der Legierungsvorgang ist außerdem techn. einfach, die Legierung zeigt einen geringen Preßwiderstand bei der Verformung. Die Pb-Zn-Legierungen sind daher den bisher bekannten Pb-Sb-Legierungen ebenbürtig. (Z. Metallkunde 36. 94—100. April 1944. Berlin, AEG., Kabelwerk Oberspree.) REUSSE

—, *Synthetische Isoliermassen für Drähte und Kabel*. Als Ersatz für den zeitbedingten Ausfall von Gummi als Kabelisolator haben sich bes. die Polymeren des Polyvinylchlorids bewährt, bes. wegen ihrer Widerstandsfähigkeit gegen Öle, Säuren usw. sowie wegen ihrer Nichtbrennbarkeit. Ihre prakt. Verwendbarkeit beschränkt sich allerdings auf geringere Spannungen. Bei höheren Spannungen hat sich ein Kabel bewährt, dessen Gummiisolation noch zusätzlich durch einen Neoprenüberzug geschützt ist. Mit *Bunasorten* liegen hinsichtlich der Kabelisolation noch keine abschließenden Ergebnisse vor. Für Kabel, die bes. dem Einfl. der Feuchtigkeit ausgesetzt sind (unterird. Leitungen), hat sich *Thiokol* als Isoliermasse gut bewährt. (Iron Coal Trades Rev. 147. 465. 24/9. 1943.) REUSSE

A. Brookes, *Ersatzstoffe für die Isolierseide feiner Drähte*. Vf. stellt zunächst die Forderungen dar, die von der Technik an die Isolation sehr feiner Drähte gestellt werden, wobei die trop. Bedingungen bes. Behandlung erfahren. Bis zum Jahre 1942 konnten sie prakt. nur von seideumspinnenen Drähten erfüllt werden. Neuerdings stellen synthet. Lacke vom Typ *Nylon* oder *Formvar* befriedigende Ersatzstoffe dar. Wo die Raumfrage keine Rolle spielt, kommen auch Baumwolle in Betracht, bzw. imprägnierte Papiere oder Glasfaser. Bes. eingehend wird die Kunstfaser im engeren Sinne, z. B. Celluloseacetatfaser, behandelt, deren Eigg. u. Herstellungsverf. beschrieben werden (z. B. *Fortisan*, *Durafil*, *Tenasco*). Neben der Chemie von *Nylon*, *Lewmex*, *Cotopa* werden vor allem die Spinnetechnik u. diejenige des Aufbringens der Faser auf den Draht beschrieben u. verschied. für die Praxis wichtige Eigg. der bewickelten Drähte diskutiert. (Engineering 157. 263—64. 281—83. 14/4. 1944.) REUSSE

H. E. Butler, *Umhüllte Kupferoxydsicherungen für Wechselstrom-Serienbeleuchtung*. Vf. beschreibt Sicherungen, wie sie vorwiegend bei Straßenbeleuchtung eingebaut werden, um bei Ausfall einer Lampe infolge Durchbrennens die anderen in Serie geschalteten Lampen weiter brennen zu lassen. Die eigentliche Sicherung besteht aus einer Cu-haltigen Ag-Legierung, deren Oberfläche oxydiert ist. Die Oxydschicht wird bei einer Spannung, die nur wenig höher als die n. Brennspannung der Lampe liegt, durchbrochen u. über die beiden anliegenden Al-Kontakte kurzgeschlossen. Die Al-Kontakte sind voneinander durch eine gefärbte Unterlegscheibe isoliert. Die Farbe der Faser gibt den Spannungsbereich an. Die Sicherungen sind mechan. absol. widerstandsfähig u. schlagen bei einer definierten Spannung durch, wobei sie durch den äußeren Druck, den der Lampensockel in der Fassung ausübt, nicht beeinflusst werden. Die Betriebsdaten der einzelnen „Novalux“-Sicherungen werden in Tabellen u. Diagrammen wiedergegeben. (Gen. electr. Rev. 41. 53)—55. Sept. 1941. General Electric Company, Labor. für Beleuchtungswesen.) K. SCHAEFER

J. E. Yarmack, *Selengleichrichter zur Erzeugung sehr konstanter Gleichspannungen*. Vf. berichtet über die Kennlinien u. elektr. Eigg. von S-Gleichrichtern u. über Brücken-

schaltungen für ihren techn. Einsatz zur Gleichrichtung von Wechselströmen. (Electronics 14. 46—49. Sept. 1941.)
REUSSE

W. A. Günther, *Lichtwandler*. Allg. verständliche, zusammenfassende Darstellung: 1. Lichtelektr. Zellen, 2. Sperrschichtzellen, 3. Widerstandszellen (Photowiderstände), 4. Thermozellen. Zum Schluß Hinweis auf die zahlreichen Anwendungen, genauere Beschreibung der Tonfilmtechnik. (Schweiz. techn. Z. 1944. 309—16. 329—32. 15/6.)
REUSSE

Akt.-Ges. Brown, Boveri & Cie., Baden, Schweiz, *Elektrischer Isolierstoff*, bestehend aus Schichten eines organ. Stoffes (Papier), die mittels eines Bindelacks zusammengeklebt sind, dem ein besser als der organ. Stoff wärmeleitender krystallin. Stoff (Quarz, Speckstein) in Pulverform beigemischt ist. (Schwz. P. 229 705 vom 11/7. 1942, ausg. 1/2. 1944.)
STREUBER

Comp. Française pour l'Exploitation des Procédés Thomson-Houston, Frankreich, *Elektrischer Isolierstoff*, bestehend aus einer Mischung von halogenierten Polyphenylverb. u. einem in wenigstens einem Kern nitrirten oder nitrirten u. halogenierten mehrkernigen KW-stoff. Geeignet sind z. B. Mischungen von Tetrachlor-o-nitrodiphenyl u. Pentachlordiphenyl, von Trichlor- α -nitronaphthalin u. Pentachlordiphenyl u. von techn. Tri- oder Tetrachlorderiv. des Diphenyls mit Chlorderiv. von o-Nitrodiphenyl oder 2,4-Dinitrophenyl. (F. P. 875 308 vom 21/8. 1941, ausg. 16/9. 1942. A. Priorr. 6/3. u. 6/9. 1940.)
STREUBER

Allgemeine Elektrizitäts-Gesellschaft, Berlin, *Isolieren von elektrischen Leitungen*, bei denen Naturstoffe u. Kunstseide auf den Leiter aufgebracht u. durch Behandlung mit Lösungsm. für die Kunstseide (u. mit Hitze u. Druck) diese ganz oder teilweise aufgelöst wird u. dabei auf dem erhalten gebliebenen Faserstoffgerüst einen zusammenhängenden Film bildet. Die Faserstoffe u. die Kunstseide werden in Fadenform im Gemisch gewebt oder geflochten auf den Leiter aufgebracht. (D. R. P. 746 121 Kl. 21c vom 6/11. 1935, ausg. 25/4. 1944. E. Prior. 5/11. 1934.)
STREUBER

Naamlooze Vennotschap Maatschappij tot Beheer en Exploitatie van Oktrooien, Den Haag, Holland (Erfinder: Fred J. Baird, Kent, O., V. St. A.), *Isolierung von Kommutatoren für elektrische Maschinen*. Die Isolationslamellen bestehen aus gefilzten oder gewebten Lagern von Glasfasern, die zweckmäßig von einem isolierenden Bindemittel (Natur- oder Kunstharz) durchsetzt sind. Sie können mit einem dünnen Überzug aus regenerierter Cellulose versehen sein. Die Glasfasern haben einen Durchmesser von 0,003—0,005 mm u. eine durchschnittliche Länge von mehr als 1,25 cm. (D. R. P. 745 728 Kl. 21d¹ vom 12/11. 1926, ausg. 19/5. 1944. A. Prior. 12/11. 1935.)
STREUBER

Siemens-Schuckertwerke Akt.-Ges. (Erfinder: Wilhelm Peinecke), Berlin, *Isolierkörper für Bürsten elektrischer Maschinen* aus anorgan. nichtmetall. Werkstoff (Glas, Quarz, keram. Stoff), der als Träger für die Bürsten (-Halter) dient u. mit den angrenzenden Metallteilen der elektr. Maschine über elast. Zwischenglieder verbunden ist. (D. R. P. 745 676 Kl. 21d¹ vom 7/6. 1939, ausg. 19/5. 1944.)
STREUBER

Robert Bosch G. m. b. H., Stuttgart, *Kohlekabel mit einem Kabelkopf für elektrische Maschinen*. Die Kabel werden in einer durchgehenden Bohrung der hohlen befestigt. Vor dem Anstauchen des Kopfes werden sie auf die zur Bldg. des Kopfes erforderliche Länge außen mit einer für die Lötung erforderlichen, abgemessenen Lotmenge versehen. (Schwz. P. 229 503 vom 17/6. 1942, ausg. 1/2. 1944. D. Prior. 12/7. 1941.)
STREUBER

Siemens-Schuckertwerke AG., Berlin-Siemensstadt (Erfinder: Lawrence E. Moberly, Wilkinsburg, V. St. A.), *Verbesserung der Eigenschaften gebrannter Kohlekörper*. Die Kohlekörper werden in Ggw. von KW-stoffgasen einer Hitzebehandlung bei Temp. ausgesetzt, bei denen die KW-stoffgase sich aufspalten u. Kohlenstoff in verteilter Form in den Poren des Kohlekörpers abscheiden. (D. R. P. 746 195 Kl. 21d¹ vom 22/11. 1941, ausg. 24/5. 1944. A. Prior. 23/11. 1940.)
STREUBER

Allgemeine Elektrizitäts-Gesellschaft, Berlin, *Elektrischer Kondensator für Hochspannung mit einem das Dielektrikum darstellenden rotationssymmetrisch ausgebildeten keramischen Hohlkörper, auf den die Kondensatorbeläge durch Spritzen, Gießen od. dgl. aufgebracht sind*, wobei der innere Belag aus einem Metallzylinder mit kugelförmigen Metallkappen besteht, von denen eine außerhalb des Dielektrikums liegt u. zum elektr. Anschluß dieses Belages dient, während der äußere Belag eine der im Inneren des Kondensators liegenden halbkugelförmigen Metallkappe entsprechende Kappe besitzt. Der keram. Körper besteht aus Titan- oder Rutil-Verb. mit einer DE. nicht unter 10. Der äußere Belag an seinem Rande u. das über den äußeren Belag an dieser Stelle vorstehende Dielektrikum ist mit einem Halbleiter aus einer metallhaltigen M. hohen Widerstandes

oder aus Asbestband umkleidet. (D. R. P. 746 287 Kl. 21g vom 6/12. 1935, ausg. 17/6. 1944.)

STREUBER

Westinghouse Electric & Mfg. Co., East Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Einrichtung zur Lichtbogenlöschung*. Zwischen den Elektroden befindet sich wenigstens eine halbleitende Oberfläche (aus Siliciumcarbid), ferner ein Stoff, der unter der Wrkg. des Lichtbogens ein Gas abgibt (Borsäure, Phenolharz). (Schwz. P. 222 048 vom 11/6. 1940, ausg. 16/9. 1942. A. Prior. 13/6. 1939.)

STREUBER

Allgemeine Electricitäts-Gesellschaft (Erfinder: Erich Pallas), Berlin, *Elektrischer Gasschalter, bei welchem die zur Löschgaserzeugung dienenden Wandungen an Stelle der unmittelbaren Lichtbogeneinwirkung dem Einfluß einer heißen, durch den Abschaltlichtbogen hervorgerufenen Luftströmung unterliegen*. Zum D. R. P. 732 879 ist nachzutragen, daß der zur Löschgaserzeugung dienende Stoff in Pulver-, Körner- oder Faserform verwendet wird u. bes. unter Benutzung einer filterartigen Patrone in die Schaltkammer eingesetzt ist. (D. R. P. 734 174 Kl. 21e vom 6/5. 1937, ausg. 9/4. 1943. **Zus. zu D. R. P. 732 879; G. 1943. II. 654.**)

STREUBER

Etablissements Merlin & Gerin, S. A. (Erfinder: André Latour) Grenoble, Frankreich, *Elektrischer Schalter mit Lichtbogenlöschung durch ein gasförmiges Löschmittel u. mit einem beweglichen, rohrförmigen Kontakt, durch welchen das Löschmittel abströmt u. welcher an seinem dem kontaktgebenden Ende entgegengesetzten Ende eine oder mehrere Öffnungen aufweist, die mit einem als Kühler u. Schalldämpfer wirkenden Auspufftopf verbunden sind*. (D. R. P. 745 613 Kl. 21e vom 12/5. 1939, ausg. 24/3. 1944.)

STREUBER

C. Lorenz A. G., Berlin-Tempelhof, *Herstellung vakuumdichter Verbindungen zwischen den Teilen elektrischer Entladungsröhren*. Man spritzt auf die Verbindungsstelle aus einer Spritzpistole ein dünnfl. Glas, wobei, falls ein Teil der zu verbindenden Teile metall. ist, dieser bes. durch Wirbelstrom vorgewärmt wird. (Dän. P. 61 442 vom 23/5. 1940, ausg. 18/10. 1943. D. Prior. 25/5. 1939.)

J. SCHMIDT

C. Lorenz A. G., Berlin-Tempelhof, *Schmelzmasse für die Verbindung von Teilen für elektrische Entladungsröhren*. Die Schmelzm. besteht aus mindestens 65% PbO, höchstens 15% SiO₂, mindestens 10% B₂O₃ u. mindestens 3% BaO oder CaO. Z. B. wird eine M. aus 69% PbO, 15% SiO₂, 11% B₂O₃ u. 5% BaO verwendet. Die Schmelzm. dient bes. zum Verbinden von unmagnet. Fe-Ni-Legierungen mit Glas, was bisher wegen des großen Ausdehnungskoeff. dieser Legierungen nicht gelang. (N. P. 65 936 vom 5/9. 1940, ausg. 15/3. 1943. D. Prior. 16/10. 1939.)

J. SCHMIDT

Licentia Patent-Verwaltungs-G. m. b. H., Deutschland, *Vereinigung von Kupferteilchen, insbesondere bei Außenanoden elektischer Entladungsgefäße*. Die beiden Teile werden unter Zwischenlage einer außen überstehenden Kupferfolie aneinandergelegt, die dann im Vakuum durch Hochfrequenzerhitzung zum Schmelzen gebracht wird. (F. P. 890 974 vom 15/2. 1943, ausg. 23/2. 1944. D. Prior. 16/2. 1942.)

STREUBER

Telefunken Gesellschaft für drahtlose Telegraphie m. b. H., Berlin-Zehlendorf, *Entladungsgefäß mit leicht vergiftbarer Kathode*. Wenigstens ein Teil der übrigen Elektroden (Anode, Abschirmblech) besteht aus einer Fe-Legierung mit 0,03—0,5% C u. mindestens einem wenigstens zweiwertigen Metall (0,01—1%) mit einem Atomgewicht zwischen 9 u. 27,5 (Al, Be). Außerdem kann die Legierung (0,1—1%) Mn, Cu u. Si enthalten. (Schwz. P. 229 515 vom 13/11. 1941, ausg. 1/2. 1944. D. Prior. 26/11. 1940.)

STREUBER

Osram G. m. b. H. Komm.-Ges. (Erfinder: Hans Joachim Spanner), Berlin, *Elektrische Bestrahlungseinrichtung mit einer als Ultraviolettstrahler dienenden Metalldampfhochdrucklampe mit festen (durch die Entladung aufgeheizten) Elektroden und einem als Vorschaltwiderstand für die Hochdrucklampe dienenden Glühkörper*. Als Hochdrucklampe wird eine solche verwendet, bei der alles Metall schon beim Einbauvorgang völlig verdampft. Zur Erhöhung der Temp. des Glühkörpers nach dem Einbrennvorgang sind (selbsttätig wirkende) Mittel vorgesehen, die den Glühkörperstrom steigern, z. B. ein kurzschließbarer Anlaufwiderstand, oder die Wärmeabgabe des Glühkörpers herabsetzen, z. B. ein mit einer Hilfshelzwicklung versehener Tragkörper, auf dem der Glühkörper aufgewickelt ist. (D. R. P. 746 201 Kl. 21g vom 18/3. 1936, ausg. 13/6. 1944.)

STREUBER

Walter Rogowski, Aachen-Siegel, *Kathodenstrahlröhre mit elektrostatisher Linse für Oscillographen-, Fernseh- oder Mikroskopzwecke*. Die Linsenelektroden bestehen aus zwei konzentriert angeordneten Zylindern, von denen entweder der innere Zylinder auf Kathodenpotential u. der äußere auf Anodenpotential liegt, oder umgekehrt. Die Mantelfläche des inneren Zylinders ist mit symmetr. liegenden Aussparungen oder Unter-

brechungen versehen, deren Größe so gewählt ist, daß das Feld von dem äußeren Zylinder bis zur Zylinderachse durchgreift. (D. R. P. 746 200 Kl. 21g vom 16/11. 1933, ausg. 19/6. 1944.)

STREUBER

○ **Conradin Kreutzer**, Nürnberg, *Elektrode mit Selenüberzug*. Auf eine Metallfolie wird eine amorphe Se-Schicht aufgebracht. Diese Schicht wird in innige Berührung mit einer Elektrode gebracht u. wird dann unter Druck auf die Umwandlungstemp. des Se in den kristallinen. Zustand erwärmt. Nach dem Abkühlen wird dann die Folie abgezogen. (A. P. 2 254 429 vom 16/12. 1938, ausg. 2/9. 1941. D. Prior. 17/12. 1937. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 2/9. 1941.)

STREUBER

IV. Wasser. Abwasser.

Bernh. Schmidt, *Die Gewinnung, Entseuchung und Speicherung des Trinkwassers*. Überblick über den nach Herkunft zu erwartenden Verschmutzungsgrad, die bekannten Verf. der Entkeimung u. die Methoden der Trinkwasseraufbereitung im Felde durch Vorklärung mit Flockungsmitteln, Entkeimung durch Cl- oder Ag-Präpp. oder Filterung durch Asbest-Cellulose-Scheibenfilter u. Maßnahmen zur keimfreien Speicherung von Trinkwasservorräten. (Desinfekt. u. Schädlingsbekämpf. 36. 39—41. Juni 1944.)

MANZ

—, *Überchlorung und Entchlorung*. Die Chlorung vor der Flockung vermindert die Störung der Flockung durch organ. Stoffe u. faulenden Schlamm, ermöglicht längere Einw. höherer Cl-Konz. u. führt bei Absättigung des Cl-Bedarfs zu gleichmäßigen Rest-Cl-Werten im Netz. Bei starker Verschmutzung der Filter u. geschmacklicher Beeinflussung des Reinw. u. bei schnellem Absinken des Cl-Überschusses durch Besonnung ist Hochchlorung mit anschließender Entchlorung zweckmäßig. (Munic. Engng., sanit. Rec. munic. Motor 109. 89. 26/2. 1942.)

MANZ

P. W. Peel, *Das Problem der Wasserenthärtung und ein vollständiges für Kleinanlagen geeignetes Verfahren*. Grundlagen der Speisewasserenthärtung, Erläuterung eines empir. Verf. der Härtebest. mittels Seife zur Einstellung u. Kontrolle der Kalk-Sodaenthärtung. (Glass 21. 89—90. 106. April 1944.)

MANZ

Fritz Braun, *Leistungssteigerung von Wasserenthärtungsanlagen*. Auszug eines Berichtes von VINT über die Steigerung der Leistung eines kleinen Kalk-Sodaenthärtes durch Aufstellung eines mit Hochofengas beheizten Vorwärmers, durch Zusatz von Alaunslg. als Flockungsmittel u. von Hexametaphosphat zum Kesselwasser. (Stahl u. Eisen 64. 342—43. 25/5. 1944.)

MANZ

G. Seelmeyer, *Erfahrungen mit dem Permutit-Elektroschutzverfahren*. Es werden die Ergebnisse des Permutit-Elektroschutzverf. an 61 Anlagen zusammengestellt u. die Beobachtungen hinsichtlich des Einfl. der W.-Zus., der Heißw.-Temp., der Zus. der entstehenden Schutzschichten usw. ausgewertet. Bei Wässern mit weniger als 50° Härte kann die Steinbildg. mit großer Sicherheit verhindert, alter Stein aber nicht abgelöst werden. Anfrassungen werden bei Wässern mit über 4,5° Härte gemindert, wenn die ständig zugeführte Stromstärke nicht unter 2 Amp. je cbm Speicherinhalt sinkt, die Anoden in regelmäßigen Zeitabschnitten von 3—4 Monaten gereinigt werden, die W.-Temp. 70° nicht übersteigt u. das Schutzverf. vor Inbetriebnahme der Warmwasserversorgung eingebaut wird. (Fortschr. Korrosionsverh. 1943. Nr. 1. Sonderdr. aus Heiz- u. Lüft. 1942. Nr. 7. 79—87. Berlin.)

MANZ

—, *Abwasserfragen in Betrieben der Oberflächenveredlung*. Es wird die Aufarbeitung von Brennen auf Cu u. Zn mittels Fe-Abfällen u. Kalkmilch u. die Aufarbeitung von Beizereiabwässern auf Ferrosulfat nach bekannten Verf. besprochen. (Schleif-, Polier- u. Oberflächentechn. 21. 71—73. Mai 1944. Berlin.)

MANZ

B. G. Kirk, *Chigwell Hauptkläranlage*. Das Abwasser wird nach Entsandung, Absiebung, Zerkleinerung der Siebrückstände geklärt, auf Tropfkörpern nachgereinigt u. nachgeklärt, der Schlamm ausgefaut u. auf Trockenbeeten entwässert. Bei der großen Höhe des Faulraumes entstanden Schwierigkeiten durch die starke Trübung des Faulraumablaufs. (Munic. Engng., sanit. Rec. munic. Motor 109. 76—77. 19/2. 1942.)

MANZ

—, *Abwasserreinigung in Brighthouse*. Das nach p_H-Kontrolle bei Einleitung von Beizereiabwasser gekalkte Abwasser wird, geklärt, zu 1/4 in einer Simplexbelüftungsanlage, zu 3/4 auf Tropfkörpern nachbehandelt. (Munic. Engng., sanit. Rec. munic. Motor 113. 278. 15/6. 1944.)

MANZ

Friedrich Frodl, *Zur Frage der Reinigung und landwirtschaftlichen Verwertung der Brüner Abwässer*. Der Entwurf der neuen Kläranlage ist mit Rücksicht auf die

geringe W.-Führung des Vorfluters durch mechan. Klärung des Mischw. u. vollbiolog. Reinigung des Trockenwetterabflusses in einer Schlammbelebungs- u. Tropfkörperanlage zu ergänzen, da die Verregnung der Abwässer örtlichen Schwierigkeiten begegnet. (Techn. Gemeindebl. 47. 105—11. Mai 1944. Brünn, Landwirtschaftliche Landesforschungsanstalten.)
MANZ

Hermann Harrassowitz, *Wasseranalysen*. Erläuterung der Analysennormen für die Unters. der deutschen natürlichen Heilwässer, der Vorteile der Ionenberechnung gegenüber der veralteten Salzberechnung u. der Berechnung auf Äquivalenzbasis bei der Deutung des Härtebegriffes. (Z. prakt. Geol. 52. 45—52. 61. Mai 1944. Gießen.)
MANZ

J. L. Du Toit, *Analysen von Kesselspeisewasser (Zusatzwasser) in Natal*. Es werden die Untersuchungsergebnisse von Zusatzspeisewässern in 24 Zuckerfabriken zusammengestellt. (Int. Sugar-J. 46. 123—24. Mai 1944.)
MANZ

F. W. Gilcreas, *Schnellmethoden zur Prüfung der Wasserbeschaffenheit*. Zur Rest-Cl-Best. mittels o-Tolidin ist stark saures Reagens zu verwenden u. sind die Proben bis zum Farbvergleich nach 5 Min. im Dunkeln zu halten. Die unmittelbar nach dem Zusatz eintretende Färbung gibt einen Anhalt für das vorhandene freie Cl, während Chloramin u. Cl-Additionsprodd. erst allmählich einwirken. Verdünnt man das Reagens mit Cl-Bedarf-freiem W. u. setzt kleine Probemengen zu, so können auch Cl-Mengen über 1 mg/l annähernd bestimmt werden. Zur Sicherung der Entkeimung sollen Cl-Bedarf u. pH-Wert öfter kontrolliert werden. (Water and Water Engng. 47. 13—15. Jan. 1944. Albany, N. Y. State Dep. of Health.)
MANZ

Julius A. M. von Clossmann, Wien, *Kalksättiger zur Verwendung für Wasserreinigung*, dad. gek., daß im Sättigungsgefäß dachartig im Abstand übereinander angeordnet abwechselnd kegelförmige u. kegelmuldenförmige Leitflächen vorgesehen sind, welche dem Kalkwasser einen schlangenförmigen Weg vorschreiben. — Zeichnung. (Schwz. P. 228 449 vom 2/6. 1942, ausg. 16/11. 1943. D. Prior. 23/6. 1941.)
M. F. MÜLLER

Laurits Thorkild Schouboe Madsen, Holte, Dänemark, *Wasserenthärtungsmittel*, bestehend aus einer Mischung, die mindestens einen alkal. reagierenden u. mindestens einen festen, feinverteilten unlösl. Stoff enthält, z. B. CaCO₃ oder MgCO₃. — Man mischt 100 (Toile) kalzinierte Soda u. 13,3 CaCO₃. Diese Mischung wird einem W. von 19 deutschen Härtegraden u. 12° Wärme in einer Menge von 1,7 g pro Liter zugesetzt. Die Enthärtungszeit beträgt 1 1/2 Minuten. (Schwz. P. 228 943 vom 8/12. 1941, ausg. 16/12. 1943. Dän. Prior. 30/12. 1940 u. 21/5. 1941.)
M. F. MÜLLER

Georg Kuzmányi und Stefan Kuzmányi, Váradszöllös, Ungarn, *Entfernung von Kesselstein bzw. Verhinderung von Kesselsteinlagerungen in Lokomotiv- oder Lokomobilkesseln durch Einführung von Chemikalien in den Wasserraum des Kessels*, dad. gek., daß die auf die ganze W.-Menge des Kessels errechnete Chemikalienmenge in den W.-Raum des Kessels bei der Kropfwand, d. i. im Raume zwischen derselben u. der nach unten reichenden Fortsetzung der Feuerkastenrohrwand, als jeweils einmalige Dosis eingeführt wird. (Schwz. P. 229 193 vom 19/12. 1941, ausg. 3/1. 1944. Ung. Prior. 14/12. 1940.)
M. F. MÜLLER

L. von Roll Akt.-Ges. für kommunale Anlagen, Zürich, *Kläranlage*, bei welcher das Abwasser von einem Einlauf zu einem den Umfang wenigstens teilweise umspannenden Ablauf geführt wird, dad. gek., daß an der Klärbeckenwand mindestens eine mindestens angenähert horizontale Leitung angeordnet ist, die mit einem horizontalen, unterhalb des Wasserspiegels liegenden Schlitz mit dem Klärbecken in Verb. steht u. außerhalb des Klärbeckens mit einem Mündungsstück versehen ist, dessen Überfall höher als die Sohle der Leitung liegt. — Zeichnung. (Schwz. P. 229 433 vom 19/9. 1942, ausg. 17/1. 1944.)
M. F. MÜLLER

August Schreiber, Berlin, *Mehrhammerkläranlage* mit Schlammnahmeverrichtung, dad. gek., daß 1. die Schlammnahmeverr. einen über dem gemeinsamen Schnittpunkt der verschied. Schlammraumkammer rennwände angeordneten Tauchschaft aufweist, in den absperrbare Schlammleerungsrohre aus den einzelnen Kammern eingeführt sind; — 2. ein Klärbecken mit durch Zwischenwände gebildeten Kammern vorhanden ist, die untereinander durch schlitzförmige Öffnungen in Verb. stehen; — 3. die schlitzförmigen Öffnungen je durch zwei einander gegenüberstehende Kanten des Mauerwerks des Klärbeckens begrenzt sind; — 4. das Klärbecken im Querschnitt kreisrund ist, dessen radial verlaufende Zwischenwände sektorförmige Kammern begrenzen. Vgl. Schwz. P. 216 171; C. 1942. I. 2810. (Schwz. P. 230 708 vom 19/11. 1942, ausg. 17/4. 1944. D. Prior. 23/12. 1941.)
M. F. MÜLLER

L. von Roll Akt.-Ges. für kommunale Anlagen, Zürich, *Verfahren zur Beschleunigung der Schlammfäulung in Abwasserreinigungsanlagen durch Kombination von Umwälzung und Beheizung des Schlammes in einem Faulraum*, dad. gek., daß die Beheizung des Schlammes durch eine glatte Heizfläche an derjenigen Stelle im Faulraum erfolgt, an welcher die durch eine Umwälzungsvorr. erzeugte Strömung am größten ist. — Zeichnung. (Schwz. P. 229 194 vom 19/11. 1942, ausg. 3/1. 1944.)

M. F. MÜLLER

VI. Silicatechemie. Baustoffe.

H. J. Ingenbrand, *Das Schleifen der Werkzeuge*. Behandelt werden Spiralbohrer, Gewindebohrer, Schneideisen, Dreh- u. Hobelstähle, Reibahlen sowie Stoßmesser für die Zahnradbearbeitung. (Schleif-, Polier- u. Oberflächentechn. 21. 98—99. Juli 1944. Chemnitz.)

PLATZMANN

G. Pahlitzsch, *Ergänzende Untersuchungen diamantfreier Abrichtgeräte*. Es wird über weitere Versuchsergebnisse mit diamantfreien Abrichtgeräten berichtet. Sie betreffen den Einfl. der Abrichtbedingungen auf Oberflächengüte u. Rädchenverschleiß, den spezif. Schleifschleibenverschleiß, die auftretenden Normalkräfte u. die Änderung des Lagerspieles für verschiedenartige Legierungen. Diese neuen Versuchsergebnisse beweisen ebenfalls, daß sämtliche Vorurteile gegen diamantfreie Abrichtgeräte unberechtigt sind. Richtige Handhabung u. sorgfältige Wartung vorausgesetzt, geben sie in der Mehrzahl aller Abrichtfälle die Möglichkeit, die zur Zeit schwer zu beschaffenden Abrichtdiamanten weitgehend einzusparen. (Schleif-, Polier- u. Oberflächentechn. 21. 93—98. Juli 1944. Braunschweig, Techn. Hochschule.)

PLATZMANN

Escher-Desrivieres, *Sondergläser in der Beleuchtungstechnik*. Beschreibung ihrer Eig. u. Anwendungen mit bes. Berücksichtigung der Sonderfälle. (Bull. Soc. franç. Electriciens [6.] 4. 138—44. Mai 1944. Labor. des Glaceries Comp. de St.-Gobain.)

FREYTAG

T. C. Baker, *Wasserhammerbruch von Glasbehältern*. II. Als Wasserhammerbruch wird jene Erscheinung bezeichnet, die bei plötzlicher Abwärtsbewegung des Glasgefäßes Zertrümmerung des Flaschenbodens oder der wände bewirkt infolge des Abhebens des Inhalts des Behälters u. beim Aufschlagen nach Abwärtsbewegung. — Neben dieser allg. Druckwrkg. gibt es auch noch eine andere starke u. örtlich begrenzte. Beim plötzlichen Fortreiben einer Fl. von einer festen Oberfläche entsteht ein leerer Raum, der später unter äußerem oder hydrostat. Druck zusammenbricht. Die Fl. gelangt mit großer Beschleunigung wieder auf die Oberfläche, so daß auf sehr beschränkter Fläche außerordentlich hohe Drucke zur Wrkg. kommen. Im Verlauf des Wasserhammerbruchvers. bilden sich in der Flasche einzelne größere oder Serien kleinerer Blasen, in der Fl. selbst, an den Wänden oder am Boden. Beim Zusammenbrechen der Blasen am Glase entsteht in seiner Oberfläche ein kleiner, zumeist kreisförmiger Sprung, der erst durch Abätzen mit HF sichtbar gemacht werden kann. Später entstehen an der Stelle dieses sog. „Pickeffektes“ benachbart, weitere Sprünge, wenn sich dort das Zusammenbrechen der Blasen wiederholt. Dadurch wird an der gewissermaßen erodierten Fläche die Festigkeit so stark vermindert, daß der lokale mit dem allg. Druckeffekt den eigentlichen Wasserhammerbruch zur Folge hat. Mit dem *Kathodenstrahlscillographen* läßt sich der Pickeffekt nicht verfolgen. Seine Dauer kann auf etwa 5—10 Mikrosek. geschätzt werden, die wirkenden Drucke auf 3500 bis 35 000 kg · cm⁻². — Verss., mittels Schutzüberzügen aus *Wachs* oder *Schellack* der Pickeffekt auszuschalten, blieben ohne Erfolg, da sie nach anfänglicher Schutzwrkg. selbst erodiert wurden. — Beschreibung verschied. Brucherscheinungen, die in 9 Klassen eingeteilt wurden. (Glass Ind. 22. 469—74. 485—86. Nov. 1941. Hartford-Empire Comp.)

FREYTAG

W. Steger, *Die wissenschaftlichen Grundlagen der neuzeitlichen Verwendung keramischer Rohstoffe*. Zusammenfassender Vortrag, bei dem die keram. wichtigen Ein- u. Zweistoffsysteme besprochen werden unter bes. Berücksichtigung elektrokeram. Werkstoffe. (Chalmers tekn. Högskolas Handl. Nr. 32. 3—23. 1944.)

HENTSCHEL

—, *Die Vorteile des Sandes*. Es werden die Vorteile der Kieselsäure, sei es als Bestandteil von Tonen (freie SiO₂, SiO₂ in den Tonmineralen) oder als Zusatz erörtert. Der Hauptvorteil liegt in der Herabminderung des Schwindens des Tons beim Brennen. (Brit. Clayworker 50. 84. 15/11. 1941.)

PLATZMANN

—, *Die Erzeugung mehrfarbiger Ziegel und antiker Ziegel*. Es wird die Wrk. reduzierender wirkender Gase auf die in Ziegeln enthaltenen Metalloxyde u. die damit verknüpfte Färbung der Ziegel, z. B. blau u. schwarz im einzelnen erörtert, wobei die betriebsmäßig einzuhaltenden Bedingungen in den Vordergrund der Betrachtung gerückt werden. (Brit. Clayworker 51. 151—53. 15/3. 1943.)

PLATZMANN

G. E. Glossop, *Anthrazitstaub zum Ziegelbrennen*. Bei Verwendung von Anthrazitstaub in Zusammenhang mit automat. Beschickung tritt keinerlei Verlust an unverbrannter Kohle ein. (Brit. Clayworker 52. 4. 15/4. 1943. South Wales, Onllwyn bei Neath, Evans & Bevan Ltd., Brickworks.) PLATZMANN

T. Swinden und J. H. Chesters, *Dolomitsteine für Stahlwerke*. Um geeignete bas. feuerfeste Steine aus Dolomit herzustellen, wobei diese raumbeständig bleiben sollen, muß der Brand so geführt werden, daß neben MgO Tricalciumsilicat entsteht. Dieses wird erreicht durch einen Mischbrand von Dolomit u. Serpentin. Hinzu kommen noch geringe Mengen von Stabilisatoren. Auf dieser Grundlage sind verschied. Dolomitzklinker mit verschied. Eigg. für die einzelnen Anwendungen als Futter in der Stahlindustrie entwickelt worden. (Brit. Clayworker 50. 114—17. 16/2. 1942.) PLATZMANN

Celec Corp. Ltd., London und Charles Samuel Townsend, Ungava, Middlesex, England, *Thermisches und akustisches Isoliermaterial*. Man befreit Sisalbaumstämme von Zweigen u. Blättern, schält sie, schneidet sie in Stücke von bestimmter Größe, trocknet diese vorsichtig, damit die porige Beschaffenheit nicht verloren geht u. klebt sie gegebenenfalls zu größeren Isolierkörpern zusammen. Die Körper oder Stücke können noch in bekannter Weise wasser- u. feuerfest gemacht werden. (E. P. 531 488 vom 24/7. 1939, ausg. 30/1. 1941.) SARRE

Ardor Engineering Co. Ltd. und George Richardson, Orpington, Kent, England, *Wasserfestes wärme- und schallisolierendes Material*, bestehend aus gewelltem wasserfestem Papier o. dgl. (I), auf dessen einer Seite eine ebene Schicht aus I u. auf dessen anderer Seite eine ebensolche aus Metallfolie, z. B. aus Al oder aus metallisiertem Material befestigt, z. B. aufgeklebt ist. Dabei ist das I aus einer Innenschicht aus Bitumen u. zwei äußeren Schichten aus Papier o. dgl. zusammengesetzt. (E. P. 531 059 vom 11/7. 1939, ausg. 23/1. 1941.) SARRE

Dynamit-Actien-Ges. vormalis Alfred Nobel & Co., Troisdorf, *Herstellung eines Wärmeschutzmaterials*, dad. gek., daß man ohne Zugabe von Bindemitteln im Wege der Naßaufbereitung durch Ansauen einer wss. Aufschlammung von Pflanzenfasern mit anderen nicht verfilzbaren, hohlraumbildenden Teilchen auf durchlässiger Unterlage einen Verband verfilzter Fasern mit eingeschlossenen kleinen Lufträumen herstellt. Das Prod. hat ein Raumgewicht von weniger als 150 kg/cbm. — Eine Aufschlammung von 13,2 (kg) Natroncellulosefasern u. 7,0 Strohalmstücken von etwa 5 cm Länge in 700 l W. wird durch ein feinmaschiges Sieb von 1,10 × 1,60 m bei 700 mm Unterdruckdifferenz abgesaugt. Man saugt 8 Min. ab u. erhält eine zähverfilzte Materialschicht von 50 mm Dicke mit einem Raumgewicht von 230 kg/cbm. (Schwz. P. 228 161 vom 3/7. 1941, ausg. 1/11. 1943. D. Prior. 26/9. 1940.) M. F. MÜLLER

Baustoff Aarau AG., Suhr, Schweiz, *Isolierwand*, dad. gek., daß sie mindestens einen Hohlraum aufweist, der mit lockerem Isoliermaterial gefüllt ist u. der zwecks Kontrolle u. Auswechselfens des Isoliermaterials durch mindestens eine verschließbare Öffnung zugänglich gemacht ist. Die Isolierschicht besteht z. B. aus Kork. Zur Durchlüftung kann sie mit der Außenluft in Verb. stehen. — Zeichnung. (Schwz. P. 230 228 vom 21/11. 1942, ausg. 16/3. 1944.) M. F. MÜLLER

Hans Roth, Bern, *Gegen Feuchtigkeit und Wasser isolierender Belag*, gek. durch mindestens ein gewelltes Metallblatt, das in plast. Schichten eingebettet ist. Der Belag besteht aus in beiden Richtungen aneinandergereihten Metallblättern, wobei die Metallblätter in der Längs- u. Querverbindung übereinandergreifen. — Zeichnung. (Schwz. P. 229 566 vom 15/11. 1941, ausg. 1/2. 1944.) M. F. MÜLLER

VII. Agrikulturchemie. Schädlingsbekämpfung.

Kliitsch, *Gedanken zur Nährstoffversorgung unserer Kulturpflanzen*. Für die Erhaltung unserer Felderträge steht die Erhöhung der Ergiebigkeit der boden- u. wirtschaftseigenen Nährstoffquellen im Vordergrund. Sie ist anzustreben durch Verwertung der Ernterückstände, zweckmäßige Fruchtfolge, Pflege der Wirtschaftsdünger. Höchstleistungen sind aber nur durch überlegte Anwendung der zur Verfügung stehenden Handelsdünger zu erreichen. Hierbei ist bes. auf die zeitlich richtige Anwendung der Stickstoffgaben zu achten. (Mitt. Landwirtsch. 59. 377—79. 403—04. 29/4. 1944.) JACOB

L. Decoux und M. Simon, *Der Kunstmist*. Herst., Düngewert u. Anwendung des Kunstmistes werden untersucht; bes. das Heißvergärverfahren nach KRANTZ, das Kaltverfahren nach ADCO u. die Meth. der französ. Versuchsstationen. Das direkte

Unterpflügen von Stroh wird abgelehnt. (Publ. Inst. belge Améliorat. Betterave 11. 485—508. Sept./Okt. 1943. Tirlemont, Inst. Belge pour l'Amélioration de la Betterave.)

JACOB

L. Decoux und M. Simon, *Die Verbesserung des Stallmistes*. Um eine gleichmäßige Rotte zu erzielen, soll der Düngerhaufen für ein möglichst großes Volumen eine möglichst kleine Oberfläche haben. Auf Grund einer Betrachtung der Ergebnisse der Verss. mit neuzeitlichen Stallmistaufbereitungsverfahren wird dem unregelmäßigen Stapelmistverf. der Vorzug gegeben. Dies ist am billigsten u. arbeitsmäßig am einfachsten. (Publ. Inst. belge Améliorat. Betterave 11. 441—83. Sept./Okt. 1943. Tirlemont, Inst. Belge pour l'Amélioration de la Betterave.)

JACOB

A. Heilmann, *Die gemeindliche Abfallwirtschaft*. IV. *Die landwirtschaftliche Verwertung des Mülls*. Es werden die Müllauslesung zur Erfassung u. Verwertung von Alt- u. Abfallstoffen neben der Haussammlung, die Erfassung der Küchenabfälle u. die landwirtschaftliche Verwertung des frischen u. verrotteten Mülls in Anlehnung an die Richtlinien des Deutschen Gemeindetages besprochen. (Techn. Gemeindebl. 47. 113—16. Mai 1944. Berlin.)

MANZ

Alfred Balló, *Die gemeindliche Abfallwirtschaft*. V. *Dünger aus Müll*. Bei der kriegsbedingten Knappheit an Stall- u. Kunstdünger sind auch städt. Abfallstoffe als Dungstoffe heranzuziehen. Die Zus. des Mülls ist in den einzelnen Städten u. jahreszeitlich sehr verschieden. Vor der Verwertung sind wertlose Sperrstoffe, Alt- u. Abfallstoffe auszusondern, der Rest durch Zerkleinerung u. geeignete Sonderverf. nach BECCARI u. DANO vorzubereiten. (Techn. Gemeindebl. 47. 116. 121—23. Mai 1944. Budapest.)

MANZ

W. Wittich, *Untersuchungen über den Verlauf der Streuzersetzung auf einem Boden mit Mullzustand*. III. (II. vgl. C. 1943. II. 561.) Bereits in der frischen Streu war ein erheblicher Teil in Acetylbromid unlösl., mithin vereinbarungsgemäß als humifiziert zu bezeichnen. Die eigenen Ver s. werden mit denen der Streuzersetzungsverss. von MATTSON u. ANDERSON verglichen, die zu ähnlichen Ergebnissen kamen. Der Abbau der Streu der Weißtanne entspricht dem der übrigen Nadelstreu. Die schlechte Zers. der Lärchenstreu wurde bestätigt. (Forstarch. 20. 78—80. 15/3. 1944.)

JACOB

VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung.

M. H. Berns, *Auskleidungsmaterialien für die Gießerei von Nichteisenmetallen*.—*Die Ofenbedingungen im Verhältnis zu den Eigenschaften*. VI. bespricht die Anforderungen, die an Auskleidungsmaterialien für Schmelzöfen gestellt werden, u. gibt eine tabellar. Übersicht über die Eigg. (Erweichungspunkt; Lastbeständigkeit bei hohen Temp.; Beständigkeit gegenüber Metallen, bas. u. sauren Schlacken, Oxydation u. Red.; Festigkeit; Porosität; Abriebfestigkeit; Leitfähigkeit für Wärme u. Elektrizität; spezif. Gew.; Wärmeausdehnungskoeffizient u. chem. Zus.) verschied. Auskleidungsmaterialien (gesinterte Magnesia, Siliciumcarbid mit u. ohne Graphit, Graphit, Graphit, Kiesel säure, Feuertone, Mullite u. gesintertes Aluminiumoxyd). (Metal Ind. [London] 64. 217—18. 7/4. 1944.)

G. GÜNTHER

Felix Singer, *Überzogener künstlicher Formsand*. Durch Behandlung von Ton mit Ammonoxalat u. Wasserglas wird derselbe in einen solchen Zustand übergeführt, daß nach Vermengung mit Formsand, ein dünner Tonüberzug auf jedem Sandkorn entsteht. Solche MM. haben hohe Fließbarkeit bei geringer Kohäsion, u. dies bewirkt einerseits bei entsprechender Pressung etwa gleich hohe Werte der Trockenfestigkeit, wie bei Bentonit + Sandformmassen, u. andererseits geringe Grünfestigkeit. Eine Steigerung der letzten sogar über den bei langem Mischen von Rohton erzielten Wert, allerdings unter gleichzeitiger beträchtlicher Verringerung der Trockenfestigkeit, ist bei nachträglicher Behandlung des Tonüberzugs mit Kalk gegeben. Auch bei einer Rohton + Sandformmasse wird die Grünfestigkeit durch Kalkzusatz erhöht. Alle genannten Behandlungen u. das Mischen erfolgen am besten in Sondermaschinen. Die physikal.-chem. Grundlagen der Vorgänge werden theoret. besprochen u. die Versuchsergebnisse zeichner. u. zahlenmäßig wiedergeben. (Foundry Trade J. 72. 261—64. 285—88. 6/4. 1944.)

POHL

M. E. Gantz, *Sand für Magnesiumgießereien, nach dem Verfahren der American Magnesium Corporation*. Mitteilungen über geeignete Zus. (89% Sand, 3,0 Bentonit, 2,0 B₂O₃, 1,5 S, 2,0 Diäthylenglykol, 2,5 W.), Siebanalyse u. gießtechn. Eigg. von Formsand für Magnesiumsandguß. (Metal Ind. [London] 64. 91. 11/2. 1944.)

G. GÜNTHER

E. W. Harding, *Eigenschaftsüberwachung bei der Herstellung hochwiderstandsfähigen Gußeisens*. Die Besprechung der üblichen metallurg. Meß- u. Untersuchungsweisen

führt zum Schluß, daß sich die Überwachung der Metallherst. am zweckmäßigsten durch Eigenschaftsprüfung der fertigen Erzeugnisse ausführen läßt. Die Häufigkeit der unveränderlichen Eigenschaftswerte bzw. Abweichungen kann nach zeichner. Verf. erfaßt werden, wobei derartige Kurven die relative Lage der Meßwerte in der Meßskala u. die Größe des Mittelwerts sowie die Verteilung der abweichenden Werte von letzterem sehr übersichtlich veranschaulichen. Daraus lassen sich dann die Durchschnitts- u. Standardabweichungen ermitteln, die eine Voraussage der zu erwartenden Eigenschaftsgrenzwerte ermöglicht. Grundsätzlich werden sie entweder durch eine größere Anzahl kleinerer, einzeln bedeutungsloser Ursachen oder durch eine bestimmte wichtige Einzelursache herbeigeführt, wobei ihre Ermittlung u. Verfolgung an Hand der vorgenannten Kurven möglich ist. Gestützt auf diese Tatsachen u. die besprochenen Abweichungsschaubilder werden neue Schaubilder zur prakt. Überwachung des Herstellungsvorgangs abgeleitet. An Hand ermittelter Zugfestigkeitswerte für die hochwiderstandsfähigen Gußeisensorten *Meehanite GC, GM* u. *GD* wird ihre Aufstellung, Benutzung, Auswertung usw. erörtert; Fehlerquellen werden genannt, u. an Beispielen wird die Ursache von Eigenschaftsverschlechterungen bzw. ihre Behebungsmöglichkeit besprochen. Meist genügt die verhältnismäßig wenig zeitraubende Aufstellung solcher Schaubilder für den Gesamt-C- bzw. Si-Geh. u. die Zugfestigkeit des Gußeisens. Der Vorteil des geschilderten Verf. ist die damit gegebene frühzeitige Erfassung einer Verschlechterung in den Herstellungsbedingungen u. die Möglichkeit ihrer raschen Abhilfe. (Foundry Trade J. 72. 219—23. 239—42. 265—70. 30. 3. 1944. Intern. Meehanite Metal Ltd.) POHL

C. A. Payne, *Schrumpfung und Porigkeit in leichten Eisenabgüssen*. Theoret. Grundlagen werden besprochen u. Betriebserfahrungen angeführt. Leichte Fe-Abgüsse enthalten meist 2—2,5(%) C u. 3,2—3,5 Si. Die höheren Werte des C- u. Si-Geh. sind vom Standpunkte verringerter Schrumpfung aus günstig, während die Porigkeit hierbei zunimmt. Bei einem P-Zusatz ohne gleichzeitige Korrektur des Geh. an den anderen Bestandteilen findet eine Zunahme zuerst der Porigkeit u. später der Lunkerbildg. (ohne D.-Verringerung) statt, wobei die Lunker aberundet sind u. ihre Größe dem P-Geh. proportional ist. Der Einfl. von eingeschlossenem bzw. gelöstem H ist nach BOYLES ein ausgeprägt ungünstiger. (Foundry Trade J. 73. 23—29. 11/5. 1944.) POHL

J. S. Vanick, *Fortschritte in der Wärmebehandlung von Gußeisen*. (Vgl. C. 1944. II. 1108.) Der Einfl. der Stahlzus. u. Wärmebehandlung auf seine Endeigg. ist zeichner. u. zahlenmäßig veranschaulicht. Bei der Zähigkeitssteigerung durch Halten im Abschreckbad sind längere Haltezeiten bei tieferen Temp. günstiger als kurzes Halten bei hohen (z. B. 1—2 Stdn. bei 260° sehr günstig). Diese Behandlung steigert auch die Verschleißfestigkeit. Ein Überblick der Härtung durch Verstickung u. mit der Gasflamme bzw. mit Induktionsströmen wird gegeben. Für die letztgenannte Behandlung hat sich ein Gußeisen mit 2,8—3,1(%) C (davon 0,6—0,8 gebundener C), 0,5—1 Ni, 0,25—0,5 Cr u. einer Zugfestigkeit >20 t/sq. in. bestens bewährt. In Tiefen >0,07 in nimmt die Härte rapide ab. (Iron and Steel 17. 235—38. Jan. 1944.) POHL

Fritz Harms, *Der kernlose Induktionsofen in der Stahlgießerei*. Beschreibung einer Induktionsofenanlage mit 2,5 u. 0,5 t Einheiten. Fast allg. wird die saure Zustellung benutzt, was den Schmelzvorgang allerdings zu einem reinen Umschmelzverf. mit kurzer Feinigungszeit macht. Hierbei ist der Metallabbrand jedoch sehr gering (z. B. betrug er nur 8—10(%) V, 3 Cr u. 2,5 W, während sich der Ferromanganverbrauch auf 11 kg/t Stahl mit 1,2—1,5%ig. Mn-Geh. gegenüber 12,5—13 kg im bas. Lichtbogenofen stellte), so daß diese Ofenart bes. zur Herst. von hochlegiertem Guß für verschleiß-, korrosions- u. hitzefeste Teile geeignet ist. Der Ofen zeichnet sich ferner durch gute Temp.-Regelbarkeit (keine Überhitzungen), ständige Betriebsbereitschaft, das Fehlen von Stromstößen u. unerreicht kurze Schmelzdauern (< 2 Stdn. gegenüber 3,5—4 bzw. 5 Stdn. beim Lichtbogen- bzw. SIEMENS-MARTIN-Ofen) vorteilhaft aus. Seine Nachteile sind die hohen Anlagekosten, der geforderte gute Füllgrad u. die Empfindlichkeit gegenüber der Einsatzbeschaffenheit; so z. B. kann nur sauberer Schrott erschmolzen werden, da keine Entschwefelung bzw. Entphosphorung stattfindet, u. die in Mengen bis zu 20% mit verwertbaren Späne dürfen nicht bauschig sein. (Stahl u. Eisen 64. 175—79. 16/3. 1944.) POHL

H. W. McQuaid, *Kriegsmäßige Herstellung von Baustählen im basischen Lichtbogenofen*. Eine rasche Entkohlung u. Entphosphorung von Gußeisen mit Erz im Lichtbogenofen ist möglich, wenn bei Beschickungsmengen von 60 t u. Leistungen von 20 t/Stde. das Erz auf die Sohle u. darauf das heiße Metall mit 3,5(%) C, 0,125 P u. verringertem S-Geh. eingebracht wird. Die Beschickung darf nicht zu dicht sein. Der übliche Kalkzusatz schwankt zwischen 2 u. 4%; in

neuzeitlichen Anlagen, bes. bei großen Öfen, wird die untere Grenze eingehalten, da größere Kalkmengen den Widerstand des Lichtbogens steigern. Hohe Entphosphorungsgeschwindigkeiten werden bei Einhaltung eines hohen bzw. geringen C- bzw. H-Geh. im Bad u. rasche Schmelzung erreicht. Der Oxydationsgrad des Bades hängt von der chem. u. physikal. Schrottschaffenheit ab (bes. gering wenn der Schrott P- bzw. Si-arm u. oberflächlich ölfrei ist). Am Ende des Oxydationsabschnitts muß sich die Badtemp. auf 1600° stellen, wobei der Mn-Geh. 0,2% u. der Si-Geh. fast 0% betragen, während der C- bzw. P-Geh. 0,1% unter dem Sollendwert bzw. <0,02% liegen muß. Beim Schlackenabstich soll die Badtemp. nach Erfahrungen des Vf. >1600° betragen, da bei tieferer Temp., bes. bei C-armem Stahl, ein zu zähes Bad entsteht, das die restliche Beseitigung nichtmetall. Einschlüsse hindert. Die Schmelzdauer läßt sich verringern, wenn das Mn sofort nach Erreichung des C-Sollwerts (unter Umständen noch vor dem Schlackenabstich, sonst als erstes danach) u. sodann die Hauptlegierungsbestandteile (außer Si) eingeführt werden. Die Feinungsschlacke muß bas. sein u. geringes Oxydationsvermögen besitzen; dies wird durch Aufstreuen von Koks bzw. (bei sehr geringem C-Endgeh.) Ferrosilicium auf die Schlacke erreicht. Die Si-Einführung (als Ferrosilicium) muß zur Vermeidung übermäßiger Silicateinschlüsse erst nach Erreichen des Gleichgewichts zwischen Bad u. Feinungsschlacke, d. h. bei einem etwa 0,5% g. FeO-Geh. der Schlacke erfolgen. Sobald dieses Gleichgewicht bei <0,75 bzw. >65% ig. Geh. an FeO bzw. Kalk in der Schlacke erreicht ist, kann der Abstich beginnen, der bei mittlerem bzw. geringem C-Geh. des Stahls bei 1650° geführt wird. (Iron and Steel 17. 43—48. 21/10. 1943. Republ. Steel Corp.)

POHL

Hans-Joachim Krabiell, *Entkohlungsgeschwindigkeit und Sauerstoffgehalt des Stahles im basischen Siemens-Martin-Ofen*. Überblick bisheriger Forschungen zur Frage. Eigenvers. des Vf. mit SIEMENS-MARTIN-Schmelzen (C-Geh. meist 0,1—0,15%) unter Probeentnahme mit dem ausgearbeiteten Eintauchgerät bestätigten die Befunde von SCHENK über die weitgehende Beeinflussung des O-Geh. durch den C-Geh. u. die Entkohlungsgeschwindigkeit. Die Einwanderungsgeschwindigkeit des O₂ aus der Schlacke ist jedoch nicht so groß, so daß die SCHENKschen Beziehungen gewisser Einschränkung unterliegen. Die Erklärung des Entkohlungsvorgangs von KÖRBER u. OELSEN (vgl. C. 1935. II. 2873) ist zutreffend. Nach Eigenbefunden wird der Flüssigkeitsgrad der Schlacke vom Tonerdegeh. in proportionaler Weise beeinflusst u. nimmt von 150 g bei 1580° auf 420 g bei 1750° zu. Bei gleicher Temp. übt sie einen, wenn auch geringen Einfl. (proportionale Abhängigkeit) auf den Gesamt-Fe-Geh. der Schlacke aus. Das Metallblockviscosimeter hat sich bei den untersuchten Schlacken (CaO/SiO₂ >2,8) als ungeeignet erwiesen. (Stahl u. Eisen 64. 399—404. 22/6. 1944. Aachen, Techn. Hochschule Inst. für Eisenhüttenkunde.)

POHL

H. E. Priston, *Die Verwendung von Öl bei der Wärmebehandlung von Stählen*. Die Abkühlungsgeschwindigkeit des abgeschreckten Stahls ist nur zwischen 400 u. 600° hoch, da die Abkühlung zwischen 600 u. 800 bzw. 200 u. 400° durch Wärmeleitung durch das sich um das Metall bildende Dampfpolster bzw. das fl. Abschreckmittel erfolgt. Mineral. Öle haben den Hauptvorteil hoher Oxydationsbeständigkeit u. geringer Reaktionsfähigkeit bzw. Verharzungs- u. Verseifungsneigung usw. Die geforderten Eig. sind: geringe Zähigkeit (am besten 150—350 Sek. bei 70° F bzw. bei großen Werkstücken 90—110 Sek. bei 140° F), mäßige Verdampfungsfähigkeit u. hoher Flammpunkt. Oxydationspunkt. Gegenwärtig werden in England, ausgehend von Sonderölen, nach geeigneter Behandlung hochwertige, obigen Anforderungen gerecht werdende Öle erzielt. Die Eig. verschied. Sorten nach genormten Unters. sind angegeben. Beim häufig ebenfalls im Ölbad von 200—300° erfolgenden Anlassen ist eine rasche Abkühlung des Stahls nicht erforderlich, so daß auch zähe Öle benutzt werden können, jedoch müssen sie einen hohen Flammpunkt, einen geringen Pechgeh. u. eine gute Temp.-Beständigkeit aufweisen. (Iron Coal Trades Rev. 148. 711—12. 12/5. 1944. Shell-Mex & B. P. Ltd.)

POHL

E. K. Spring, P. T. Lansdale und C. W. Alexander, *Bewertung von tierischen und mineralischen Abschreckölen*. Die Eig. verschied. untersuchter Abschrecköle sind tabellar. zusammengestellt. Der Flammpunkt ist nur vom Standpunkte des Arbeitsschutzes aus wichtig. Die Abschreckmerkmale wurden an Hand von 18/8% ig. Cr-Ni-Stahl u. Temp. von 80, 130, 220, 300 bzw. 400° F. untersucht u. sind zeichner. wiedergegeben. Gleichmäßig erwärmtes Öl von geringer Zähigkeit lieferte beste Ergebnisse. Größte Eigenschaftsänderung bei wiederholter Benutzung (33% ig. Verringerung der Abschreckgeschwindigkeit) wiesen tier. Öle auf. Im allg. wurden höchste Abschreckgeschwindigkeiten entgegen aller Voraussicht nicht mit Leicht-, sondern mit Schwerölen erzielt. Bei einer Anfangstemp. von 221° F. lagen die gemessenen Ab-

schreckgeschwindigkeiten zwischen 66, 8 u. 4° F./Sekunde. (Iron Coal Trades Rev. 148. 599—601. 603. 21/4. 1944.) POHL

E. F. Law und Vernon Harbord, *Erhärtung und Abkühlung von Stahlblöcken*. (Vgl. C. 1944. II. 1002.) Schließlich wurde noch ein sehr P-armer unberuhigter Metallblock mit 0,05% C, Si-Spuren, 0,05 Mn, 0,017 S u. 0,005 P untersucht u. auch darin der Sondergefügebestandteil aufgedeckt, der hier gleichmäßig im ganzen Block verteilt war. Das Gefüge enthielt dafür prakt. keinen Perlit. Die Sulfideinschlüsse stellten eine reine Mischung von MnS u. FeS dar (wobei das MnS vom FeS umgeben war, was ihre gegenseitige Unlöslichkeit in allen Verhältnissen beweist), während sie beim beruhigten Stahl reines MnS darstellten u. in den bes. rasch abgekühlten Abschnitten, von einer Ferritschicht umgeben, im Perlit eingebettet waren u. beim P-reicheren unberuhigten Metallblock komplexe Art (mit Vorherrschaft von MnS gegen den Kern zu) aufwiesen. (Engineering 156. 338—40. 22/10. 1943.) POHL

E. F. Law und Vernon Harbord, *Erhärtung und Abkühlung von Stahlblöcken*. Auszug aus der C. 1944. II. 1002 u. aus der im vorst. Ref. besprochenen Arbeit. (Iron and Steel 17. 53—57. 21/10. 1943.) POHL

K. L. Clarks, H. F. Bishop und H. F. Taylor, *Wärmebehandlung von Stahlguß mit mittlerem Kohlenstoffgehalt*. Nach Erfahrungen der Vff. kann die lange Glühdauer großer Stahlabgüsse mit mittlerem C-Geh. ohne Eigenschaftverschlechterung des Werkstoffs um $\frac{2}{3}$ gekürzt werden; 2 Arbeitsweisen haben sich bewährt: Die Behandlungsart Nr. 1 (Gesamtdauer 36 Stdn.) beruht auf einer Erhitzung während 6 u. je 3 Stdn. auf 989 u. 898 bzw. 704° mit Zwischenabkühlung an der Luft bis 510 u. 482° sowie letzter Abkühlung im Ofen bis 510°. Die Behandlungsart Nr. 4 (Gesamtdauer 22 Stdn.) beruht auf einer 5- bzw. 2std. Erhitzung auf 982 bzw. 898° (unter Zwischenabkühlung an der Luft bis 398°), anschließendem Abschrecken in W., 4std. Erhitzung auf 665° u. völliger Abkühlung an der Luft. Das letztgenannte Verf. ergibt ein besseres Verhältnis von Festigkeit u. Dehnung als einfaches Glühen bzw. Normalisieren u. Anlassen. (Foundry Trade J. 72. 250. 23/3. 1944.) POHL

Hermann Josef Schiffler, *Das Verhalten verschiedener Stähle bei tiefen Temperaturen*. Zur Bewertung der Stahleigg. in der Kälte ist der Kerbschlagvers. bes. geeignet u. wird hinsichtlich Beeinflussung der Meßwerte durch die Probenform besprochen. Die Alterungsbeständigkeit ist kein Maß der Kerbzähigkeit bei tiefer Temperatur. Von niedriglegierten Stählen sind die 3%ig. Ni-Stähle bes. mit 0,1—0,2%ig. Ti-Geh. allen anderen überlegen. Auch ein 2%ig. Mo-Geh. ist sehr günstig. Bei Mn-Stählen wurde die Kerbzähigkeit durch 0,5% Ti verschlechtert, durch Si unbeeinflußt u. durch V (1,5%) bzw. Al verbessert; bes. bewährt hat sich die Sorte mit 0,1% C, 0,9 Mn u. 0,4 Al, die nur den Ni-Stählen unterlegen war. Vergütete Stähle sind wegen Umständlichkeit der Vergütung weniger zweckmäßig als weichglühete. Von austenit. Austauschstählen hat sich der 21%ig. Mn-Stahl mit 0,35% C bis —185° bestens bewährt. Ein Austausch von 2% Mn durch 1% Ni brachte eine 60—100%ig. Steigerung der Kerbschlagzähigkeit in der Kälte. Der 19/3—5%ig. Mn-Cr-Stahl hatte etwa die gleichen Eigg. u. ist gut schweißbar. Von austenit. Stahlelektroden hat sich die 10/18/1,5%ig. Cr-Mn-Ni-Elektrode am besten bewährt. (Chem. Techn. 16. 273—76. 31/12. 1943.) POHL

Eugen Piwowarsky, *Dauerschlagfestigkeit von Grauguß und Stahlguß bei Querschnittabmessungen von Flugmotorenkolbenringen*. Die vergleichende Schlagprüfung dünnwandiger Gußeisen- u. Stahlgußteile sowie Tiefziehbleche unter Änderung des P-Geh. im Gußeisen von 0,27 auf 0,87% ergab, daß sich dadurch sogar ein Anstieg der Dauerhaltbarkeit erzielen läßt. Unabhängig vom P-Geh. in den genannten Grenzen waren die neu entwickelten Sorten mit 3,43 bzw. 3,51% C, 2,73 bzw. 2,79 Si u. 0,83 Mn, Zugfestigkeit 38,3—46,4 kg/qmm u. BRINELL-Härte 300—318 allen übrigen Werkstoffen weit überlegen. Weniger gut hat sich das Gußeisen mit 3,69% C, 3,12 Si, 0,45 Mn u. 0,87 P, Zugfestigkeit 30,9 kg/qmm, BRINELL-Härte 250 bewährt. Beim Stahlguß muß das Glühen der Dünnwandigkeit angepaßt sein, da sonst ein starker Abfall der mechan. Eigg. eintritt. (Stahl u. Eisen 64. 405—06. 22/6. 1944.) POHL

T. Swinden, *Mangan-Molybdänstahl mit Bleigehalt*. Die Unters. von Stählen mit 0,36% C, 0,225 Si, 1,43 Mn, 0,43 Mo, 0,16 Ni, 0,11 Cr, 0,032 S u. 0,045 P mit bzw. ohne 0,19%ig. Pb-Geh. ergab, daß der Pb-haltige Stahl grobkörniger u. besser (auch tiefer) härtbar ist. Die Steigerung der Bearbeitbarkeit gegenüber der Pb-freien Sorte betrug 38%. Die Zug-, Kriech- u. Ermüdungsfestigkeit bzw. Dämpfungsfähigkeit waren sehr ähnlich, die Kerbschlagzähigkeit, Streckgrenze u. Dehnung etwas geringer. Der Elastizitätsmodul, der bei 56,8 t/sq. in Festigkeit bei beiden Stahlsorten etwa gleich war, nahm mit steigender Zugfestigkeit beim Pb-haltigen Stahl stärker zu. Bei höheren Temp. (bes. bei 400°) war die Dehnung u. Einschnürung des Pb-haltigen Stahls deut-

lich schlechter, während die Kerbzähigkeit bei 500° geringer u. bei 600° höher lag. (Iron and Steel 17. 102—05. 21/10. 1943.)
POHL

T. Swinden, *Mangan-Molybdänstähle. Einfluß von Blei auf die mechanischen Eigenschaften.* Auszug aus der in vorst. Ref. besprochenen Arbeit. (Iron Coal Trades Rev. 147. 635—36. 22/10. 1943.)
POHL

L. Northcott und D. McLean, *Das Gefüge und die Seigerung von zwei Gußblöcken, davon einer mit Bleigehalt.* Durchgeführte Unterss. von Gußeisenblöcken mit bzw. ohne Pb-Geh. (die chem. Analyse ergab auch einen 0,1—0,13%ig. Cu-Geh.) ergaben folgende mechan. Eiggg.: Zugfestigkeit 18,2 bzw. 18,4 t/sq. in., Streckgrenze 8,4 bzw. 8,3 t/sq. in., Dehnung 48 bzw. 43%, Einschnürung 78 bzw. 77%. u. VICKERSHÄRTE 84 bzw. 85. Die maschinelle Bearbeitung war in Ggw. von Pb um 25% größer, u. zwar bes. bei Proben aus den äußeren Blockabschnitten. Die Pb-Seigerungen waren ähnlich denen von S u. P. Ferner wurden noch grobkörnige Pb-Ausscheidungen im unteren Blockabschnitt aufgedeckt. Allg. fand eine Pb-Ausscheidung gegen die Blockmitte zu statt. (Iron and Steel 17. 106—08. 21/10. 1943.)
POHL

—, *Einfluß von Blei auf das Gefüge und die Seigerung von Gußblöcken.* Diskussion der in vorst. Ref. besprochenen Arbeiten u. Antworten der Verfasser. Nach Wragge betragen die Steigerung der Bearbeitbarkeit von Pb-haltigem Stahl bei Unters. in einem anderen als dem von SWINDEN benutzten Prüfgerät nicht 38 sondern 17%. Das Pb wird nicht vollständig an Sulfide gebunden. Nach SWINDEN könnten die grobkörnigen Pb-Ausscheidungen durch Verbesserung der Pb-Zusatzweise vermieden werden. Nach GRAHAM findet bei gleichzeitigem Cu-u. Pb-Geh. im Gußblock eine gewisse Aufslg. von Cu im Pb statt. Für eine qualitative Makro- u. Mikroermittlung von Pb im Stahl ist die Behandlung des Schiffs mit verd. HNO₃ u. KJ brauchbar. Nach WHITELEY kann die Kornvergrößerung durch Pb vielleicht auf eine Teilverdrängung des Al im fl. Metall (bei 1500° sind rd. 7% Al im Pb lösl.) zurückgeführt werden. (Iron Coal Trades Rev. 147. 623—26. 22/10. 1943.)
POHL

William Bull, *Mit Aluminium behandelte Stähle. Untersuchung ihrer Schweißbarkeit.* Zur Klärung der Frage, ob, wie häufig behauptet wird, die Stahldesoxydation mit Al durch Umhüllung der fl. Metalltropfen mit einem Al₂O₃-Film u. der Steigerung der Porigkeit beim Schweißen bzw. Verschlechterung der mechan. Eiggg. nachteilig ist, wurden Verss. mit unberuhigten bzw. mit Al beruhigten Stählen mit 0,19 bzw. 0,16—0,18(%) C, 0,5 bzw. 0,43—0,62 Mn, 0 bzw. 0,06—0,2 Si, 0,015 bzw. 0,017—0,024 P, 0,039 bzw. 0,021—0,042 S u. 0 bzw. 0,013—0,2 Al durchgeführt. Die Schweißung erfolgte durch Legung einzelner bzw. zusammenhängender Linsen bei U- bzw. V-Zuschnitt der $\frac{3}{4}$ bzw. $\frac{1}{4}$ in. Bleche mit $\frac{3}{16}$ in. Elektroden u. Cellulose- bzw. mineral. Umhüllung. Es zeigte sich, daß bei mineral. Umhüllung, einer Pendelbewegung der Elektrode u. hoher Schweißgeschwindigkeit keine Abnahme der Schweißbarkeit oder Neigung zur verstärkten H-Aufnahme bzw. H-Versprödung sogar bei 0,2%ig. Al-Geh. gegenüber den Al-freien Sorten eintritt, während bei Celluloseumhüllungen, langsamer Schweißung u. geringen Stromstärken eine erhöhte Porigkeit in der Schweißung zu beobachten ist. Eine mehrstd. Wärmebehandlung der Naht bei 750° F bedingt durch Dispersion der H-Einschlüsse eine Steigerung der Dehnung von 8,5 auf 12 u. 15% u. bestätigte damit die auch in anderen Industriezweigen bei solcher Wärmebehandlung gesammelten günstigen Erfahrungen. (Welding 12. 109. Febr. 1944. Battelle Memor. Inst.)
POHL

T. Scott Glover, *Kettenseile.* Überblick der Herstellungsverf. für Ankerketten durch Guß, Schweißung, Schmiedung bzw. Schmiedung u. Schweißung. In Amerika ist das zweitgenannte Verf. üblich; es dient ein Werkstoff mit 0,5(%) C u. 3,5 Ni, der nach der Wärmebehandlung eine Festigkeit von 58—64 t/sq. in. besitzt. Nach engl. Bestimmungen wird als Werkstoff Stahlguß bzw. Schmiede-Fe u. -Stahl benutzt, was gegenüber gußeisernen Ketten eine 19—26%ig. Gewichtsabnahme bedingt (die Bruchlast ist um 40% größer). Nach der Schweißung muß der Werkstoff eine Zugfestigkeit von 22—26 t/sq. in. u. eine Mindestdehnung bei 8 in. von 25% besitzen; die Längenzunahme der Ketten darf beim Zugverss. 5% nicht überschreiten. Es kann mit dem Lichtbogen oder in Widerstandsschweißmaschinen gearbeitet werden; vorher ist eine Entzunderung der Oberfläche durch heißes Abblasen, nachher eine mechan. Abtragung der Wulstüberhöhung zweckmäßig. Anschließend wird im Ofen mit genauer Temp.-Einhaltung 1 Stde. bei 850—870° erhitzt u. an der Luft ausgekühlt. (Welding 12. 91—98. Febr. 1944.)
POHL

—, *Lagerbüchsen aus Sintereisen.* Selbstschmierlager aus Sintereisen werden bes. in der Geräte- u. Kleinmaschinenindustrie verwendet. Selbstschmierlager können leicht u. schnell eingebaut werden. Selbstschmierlager aus Sintereisen sind sehr porig. Die

Büchsen werden auf einen Einpreßdorn gesteckt u. auf diesem mit einer kleinen Dornpresse in die Gehäusebohrung eingedrückt. Die Belastbarkeit dieser Lager ist um so größer, je niedriger die Umfangsgeschwindigkeit der Welle ist. Im Vgl. mit Sinterbronzelagern können Sinterisenlager gleicher Porigkeit rund fünfmal höher belastet werden. (Fertigungstechn. 1944. 34. Febr.)

FRICK

A. B. Sidey, *Rückgewinnung von Nichteisenmetall- und -legierungsschrott bei den südafrikanischen Eisenbahnen*. Zur Schrottverwertung des im Lokomotivenbau benutzten Weißmetalls wurde Druckluft durch das geschmolzene Bad gepreßt, war zwar die Verunreinigungen beseitigte, aber auch starken Metallabbrand verursachte. Beim Austausch der Druckluft durch trockenen Dampf wurden jedoch beste Ergebnisse (ein gleichmäßiges Korn u. von Oxyden freies Gefüge des U-Metalls) erzielt. Trotz Pb-Geh. des Schrotts (nach der Vorschrift muß das Weißmetall Pb-frei sein u. 83% Sn, 11% Sb sowie 6% Cu enthalten) waren seine Eigg. durchaus zufriedenstellend. Dies bewog zur Durchführung von Verss. mit künstlicher Einführung von Pb in Mengen bis zu 15%, wobei sich folgende Metallzus. am besten bewährt hat: 74,6(%) Sn, 10 Sb, 5,4 Cu u. 10 Pb. Die Umschmelztemp. muß je nach der Weißmetallsorte 300 bzw. 350° betragen. 3000 lbs Schrott werden in etwa 45 Min. verflüssigt, wonach während je 15 Min. zuerst Luft u. dann Dampf durchgeblasen, die Badoberfläche mit einem Pb-Sn-Flußmittel „Astia“ (1 oz./100 t Metall) besprengt, nach 1 Min. kräftig durchmischt u. nach Beseitigung der Aschen vergossen wird. Bei dieser Arbeitsweise war es innerhalb der letzten 10 Jahre unnötig gewesen, Sn zum U-Metall zuzusetzen. Es empfiehlt sich den Schrott nach Härtegrad zu sortieren u. getrennt umzuschmelzen. Auch Messingabfälle werden mit Erfolg umgeschmolzen u. dabei die genauen Zuss. der Sorten „B. M.“ bzw. „F. M.“ mit 85 bzw. 78(%) Cu, 5 bzw. 2 Sn, 5 bzw. 13 Pb u. 5 bzw. < 1 Zn gewonnen. (Foundry Trade J. 72. 249—50. 23/3. 1944.)

POHL

A. G. Arend, *Die Darstellung des Kupfers mittels elektrischer Öfen*. Kurze krit. Darst. der verschied. them. Verff. der kupfergewinnung unter bes. Berücksichtigung der Verwendung elektr. Öfen. (Electrician 132. 535—37. 23/6. 1944.)

REUSSE

G. L. Bailey und A. P. C. Hallows, *Die Eigenschaften von Handelskupfer mit Selen-, Tellur- und Wismutgehalten*. (Metal Ind. [London] 62. 6—9. 18—20. 8/1. 1943. — C. 1943. II. 2312.)

KLEVER

T. F. Pearson und W. A. Baker, *Die Ursache der Porigkeit von Zinnbronzeguß*. Durchgeführte Unterss. von 90/10%ig. Cu-Sn- u. 89,5/10/0,5%ig. Cu-Sn-P-Legierungen ergaben, daß sie zu interdendrit. Ribldg. neigen, die sich durch sehr langsamen Verguß in Kokillen bekämpfen läßt. Von den möglichen Gaseinschlüssen haben CO₂ bzw. N keinen u. CO bei kleiner Löslichkeit im fl. Metall nur geringen schädlichen Einfl. auf die mechan. Eigenschaften. Kleine H-Mengen verbessern zwar letztere, sind aber infolge D.-Minderung des Gusses unerwünscht. Überdies findet bei gleichzeitigem O-Geh. W.-Dampfbdg. statt. Als Abhilfe wird je nach der Gasart, eine oxydierende bzw. desoxydierende Wrkg. oder Bindung des Gases z. B. unter Bldg. inerter Oxyde, genannt. In Ggw. von Legierungselementen mit hoher O-Affinität (z. B. P-Bronze) ist die O-Auflsg. überhaupt nur gering. Bei solchen Legierungen kann hingegen die sonst bewährte Arbeitsweise (oxydierende Schmelzung mit Desoxydation vor dem Verguß) nicht als wirksames Mittel zur Erzielung dichter Abgüsse angesehen werden. Die Zugprobe allein gibt keinen verlässlichen Aufschluß über die Gußgüte u. sollte stets durch eine D.-Prüfung ergänzt werden. (J. Inst. Metals 67. 231—55. Aug. 1941. Cambuslang, Clydebridge Stahlwerk u. London, Engl. Nichteisenforschungs-Vereinig.)

POHL

Leopold Frommer und A. Murray, *Dämpfungsfähigkeit von Leichtmetalllegierungen und Kohlenstoffstahl bei schwachen Spannungen, mit einigen Beispielen der zerstörungsfreien Prüfung* (Vgl. C. 1944. II. 792.) Feinste Risse u. Poren, die noch zu keinem Ausschluß des Gußstücks veranlassen, bedingen eine merkliche Steigerung der Dämpfung, was, da sie örtlich erfassbar ist, auch die Möglichkeit zur Aufdeckung dieser Fehler gibt. Die Dämpfung von Al-Legierungen ist vom Gefügezustand stark abhängig, u. zwar erweist sie sich bei festen Lsgg. bzw. im geglühten Zustand am größten bzw. kleinsten. Bis zu einer Scherbeanspruchung von 30 lb./in. ist sie unveränderlich. Die Versuchsergebnisse waren mit denen von anderen Forschern nach ähnlichen Verff. ermittelten gut vergleichbar, jedoch lagen die Meßwerte viel niedriger als die von FÖPPL u. PERTZ bei wesentlich höheren Spannungen gefundenen. (J. Inst. Metals 70. 1—50. Diskussion 215—25. 1944. High Duty Alloys Ltd., Forsch.-Laborr.)

POHL

—, *Interkristalline Sprünge in Blechen. Bestimmung mit Ultraschallwellen*. Von den üblichen zerstörungsfreien Prüfungen ist das röntgenograph. Verff. für Blech oft unbrauchbar, da die Fehler meist senkrecht zur Strahlrichtung verlaufen. Das magnet. Verff. kommt nur für Stahlblech u. dann in Frage, wenn die Fehler nahe zur Ober-

fläche auftreten. Das auf Messung des elektr. Widerstands beruhende Verf. verlangt polierte, reine Oberflächen. Allg. Verwendbarkeit hat dagegen das akust. Verfahren. Ein Überblick deutscher Erfahrungen über seine prakt. Anwendung wird gegeben. (Iron Coal Trades Rev. 148. 167—68. 4./2. 1944.) POHL

R. G. Harper, Weichlote. Grundsätzliche Überlegungen und Grundeigenschaften. Allgemeines. Grundlagen der Cu- u. Al-Lötung. Die Befunde von NIGHTINGALE über die Verringerung des Cu-Angriffs durch Sn bei Geh. desselben an Sb haben sich bei Verss. des Vf. mit einer 95/5%ig. Sn-Sb-Legierung nicht bestätigt. Vf. schreibt diese Wrkg. nur dem Pb zu, u. zwar wird die Angriffsgeschwindigkeit bei 20% Pb um die Hälfte verringert u. nimmt mit steigendem Pb-Geh. ab. Beim Arbeiten mit Austauschloten (Sn-Geh. 18 statt 50%) muß die Cu-Oberfläche bes. sorgfältig gereinigt werden. Ein Ag-Geh. von 0,2→1,5% bei 10→50%ig. Sn-Loten bewirkt eine verbesserte Benetzung zusammen mit einer gewissen Angriffssteigerung des Cu. Die geringe Korrosionsfestigkeit weichgelöteter Al-Verbb. (in kochendem W. findet je nach der Größe des Lots nach 3—48 Stdn. eine Lsg. der Verb. statt) kann durch einen Lacküberzug oder Farbanstrich verbessert werden. *Zn-Legierungen* mit 4%ig. Al-Geh. sind sehr schwer, am besten noch in gleicher Weise wie Al, lötbar. Die engl. u. amerikan. Konservosenindustrie benutzt mit gutem Erfolg die eutekt. Pb-Legierung mit 2,5% Ag (F. 304°). Schwierigkeiten begegnete man aber im Betrieb durch die Niederschlagung eines metall. Kuchens an der Beschickungsseite des Bads, der bei zweimaliger Analyse einen 27 bzw. 18,3%ig. Ag- u. einen 10,7 bzw. 7,4%ig. Sn-Geh. aufwies. In Fortsetzung entsprechender Unterss. von EARLE (vgl. C. 1943. II. 949) wurde von STRAUSS beobachtet, daß ein derartiger Kuchen nach Absorption von 1% Sn u. einer Temp.-Senkung des Bads < 345° stets niedergeschlagen wird. Eine wirksame Abhilfe schuf die Verringerung des Ag-Geh. der Legierung auf 1,5%, wobei auch die Badtemp. tiefer gehalten werden konnte. (Metal Ind. [London] 64. 242—44. 21/4. 1944. Fry's Metal Foundries Ltd.) POHL

A. Leroy, Die Schweißbarkeit. Grundlagen der Begriffsbest.: Schweißung, Lötung, Zusatzmetall, Grundmetall. Unterteilung der Verff. in Preß- u. Schmelzschweißung mit chem., d. h. Gas-, u. elektr. Energie. Einflußfaktoren in bezug auf das Grundmetall bzw. die Arbeitsführung, Bewertung der Schweißbarkeit vom Standpunkt des Betriebs- u. metallurg. Faktors u. des Endergebnisses durch elementare u. zusammengesetzte Versuche. Bedeutung u. Auswertung der Untersuchungen. (Rev. Métallurg. 41. 26—32. Jan. 1944.) POHL

P. P. Bustedt, Selbsttätige Überkopfschweißung. Durchgeführte Verss. ergaben, daß die selbsttätige elektr. Überkopfschweißung bei guter dynam. Charakteristik des Schweißkopfs möglich ist. Die Voraussetzungen zur Erzielung der letzteren werden genannt. Bei ihrer Einhaltung konnte eine Fernsteuerung u. Unveränderlichkeit der gewählten Lichtbogenlänge erzielt werden, trotzdem die benutzte Elektrodenumhüllung „T-2“ aus 90(%) TiO₂ u. 10 MnO₂ infolge rascher Schmelzung u. Bldg. eines langen Lichtbogens sogar für die Überkopfschweißung im Handverf. nicht sehr geeignet scheint. Bei Elektroden von 5 mm Durchmesser liegt die oberste Grenze der Stromstärke bei 180 Amp. gegenüber 300 Amp. bei der waagerechten selbsttätigen Schweißung, was allerdings eine 2fache Verringerung der Schweißleistung bedingt. (Донбаска Академія Наук УРСР [Rep. Acad. Sci. Ukr. SSR] 1939. Nr. 1. 23—27. Kiew, Ukr. Akad. d. Wiss., Elektroschweißinst.) POHL

S. H. Griffiths, Schmelzschweißung von Trommeln und Druckbehältern. Die Vorteile der Schmelzschweißung gegenüber anderen Schweißverff. u. der Nietung sind: höhere Arbeitsleistung, größere zulässige Wandstärke der Behälter, Gewichtsabnahme der letzteren, Vermeidung von Laugensprödigkeit u. örtlicher Spannungen im Werkstoff. Als solcher wird fehlerfreier saurer oder bas. SM-Stahl mit 0,1—0,2(%) C, 0,5 bis 0,6 Mn, < 0,2 Si u. je < 0,05 P bzw. S, Festigkeit 28—32 t/sq. in. u. für Hochdruckbehälter C-Mo-Stahl genannt. In Amerika ist das Hand- bzw. maschinelle Lichtbogen-schmelzschweißverf. vorgeschrieben. Bei der Handschweißung dienen 1/4 in. Elektroden. Ein Blech wird unter die Schweißstelle gelegt u. die Naht in dünnen Lagen (10 je in.) ausgeführt, wodurch große Kornfeinheit u. verbesserte Kerbzähigkeit bzw. Dehnung erzielt wird. Bei kleinen Wandstärken der Behälter ist auch die Gasschweißung brauchbar. (Weld. Ind. 12. 122—26. Febr. 1944.) POHL

H. W. G. Hignett, Legierte Stähle für die Schweißung. Einige Bemerkungen über den Schweißvorgang. Überblick bisheriger Erfahrungen über die Abhängigkeit der Härte u. Schweißbarkeit von Stählen. Die Abhängigkeit zwischen Abkühlungsgeschwindigkeit u. Härte bzw. Dehnung u. die theoret. Grundlagen der Gefügewandlungen werden besprochen. Vor kurzem wurde ein Stahl mit 0,185(%) C, 0,19 Si, 0,54 Mn, 1,97 Ni,

0,25 Cr, 0,27 Mo, 0,04 S u. 0,037 P entwickelt, der gewalzt bzw. normalisiert eine Streckgrenze von 30 t/sq. in. besitzt u. mit Elektroden aus Weichstahl bzw. einem Stahl mit hoher Zugfestigkeit ohne Sondervorkehrungen geschweißt werden kann, da er hohe Umwandlungsgeschwindigkeiten zwischen 500 u. 600° aufweist, sich aber >600° nur schwer umwandelt, was die Gefahren der martensit. Umwandlung verringert. Bei einer VICKERS-Härte des $\frac{1}{2}$ —1 in. Bleches von 211—227 hatten die Schweißen eine solche von 189—206, wobei bei Kehlnähten keine Ribldg. aufgedeckt wurde. Die mechan. Eigg. von Stumpfschweißen als solche bzw. nach 1 std. Anlassen bei 500 u. 550° sind wiedergegeben. (Iron Coal Trades Rev. 146. 791—95. 28/5. 1943.) POHL

H. Gerbeaux, *Fortschritte in der Herstellung geschweißter Rohre und in der Schweißung von Leitungen*. Überblick. Die Rohrschweißung mit Wassergas wurde früher nur bei Durchmessern zwischen 10 u. 80 mm u. zwar unter bzw. über 15 mm von Hand aus bzw. maschinell ausgeführt. Gegenwärtig wird im Ofen bei Schweißhitze (1500° unter Erwärmung des Guts auf 1450°), mittels elektr. Widerstandsschweißung (in Frankreich werden auf diese Weise Rohre bis 100 mm Durchmesser mit Wechselstrom von 50 Perioden in Maschinen nach JOHNSON, TRINKWALTER, SÖNNICHSEN HARMATTA u. SCIACKY hergestellt) oder mit Gas unter Druck gearbeitet. Im letzten Fall werden bei 1,2, 1,5, 2 u. 3 mm Blech Geschwindigkeiten von 8,5, 6, 3,5 u. 2,5 m/Min. bei einem O-Verbrauch von 15, 19, 27 u. 50 l/m erzielt. Elektr. geschweißte Bleche müssen vorgebeizt werden, was bei der Gasschweißung nicht erforderlich ist. 18,8%ig. Cr-Ni-Stahl sollte in red. Atmosphäre geschweißt werden. Für größere Rohre bewährt sich die Schweißung mit Kohlelichtbogen, red. Atmosphäre u. magnet. Feld zur Stabilisierung des Lichtbogens, die bei 3, 4 u. 6 mm Blech Arbeitsgeschwindigkeiten von 30 20 u. 12 m/Stde. ergibt, oder mit Metalllichtbogen bei 300—400 bzw. bis 800 Amp. u. 4 bzw. 5—6 mm Elektrodendurchmesser für Bleche bis bzw. über 10 mm Dicke. Von Sonderschweißweisen haben sich das UNIONMELT- u. das ELIN-HAFERGÜTVERF. bewährt. Einzelheiten über die genannten Schweißverf. u. Beispiele geschweißter Rohrleitungen werden gebracht. (Machine mod. 38. 101—07. Juni 1944. Gasschweißinst.) POHL

P. D. Liddiard, *Das technische Beizen von Metallen*. Kurzer Überblick über Zus. u. Wirkungsweise der sauren Beizen u. ihrer Zusätze, wie Glanzmittel, Inhibitoren u. Netzmittel. (Chem. Age 50. 435—38. 6. Mai 1944.) HENTSCHEL

Walter Mindach, *Entzunderungsverfahren besonders für Hartlötstellen*. Beschreibung einer Beizeinrichtung zum Entzundern von Hartlötstellen, die mit gutem Erfolg in die Serienfabrikation eingeschaltet wurde. Die Beizlösung besteht aus kaltesätt. Kaliumbisulfat u. wird zweckmäßig bei Zimmertemp. angewendet. (Fertigungstechn. 1944. 45—46. Febr.) FRICK

J. S. Jones und P. M. Walker, *Schutzüberzüge*. Zusammenfassender Vortrag über galvan. Metallüberzüge u. anod. Schutzschichten unter bes. Berücksichtigung der Kriegsverhältnisse. (J. Instn. Product. Engr. 23. 64—83. März 1944.) HENTSCHEL

J. Homer Winkler, *Kupferniederschläge und Kupferformen aus saurem Bade*. Beschreibung der verschied. Anwendungen der Kupfergalvanoplastik bei der Herst. von Elektrotypen u. Schallplatten. (Metal Ind. [London] 60. 25—28. 9. Jan. 1942.) HENTSCHEL

Myron B. Diggin, *Galvanische Verbleiung*. Genügend starke u. porenfreie Pb-Überzüge können vorteilhaft solche aus Cd u. Zn bei bes. starker Korrosionsbeanspruchung ersetzen. Es wird das Fluorobatbad empfohlen u. seine Arbeitsweise angegeben, nebst Diagramm u. Tabelle für die erforderliche Nd.-Stärke beim Sprühnebelvers. bzw. für die erforderliche Zeitdauer für die Abscheidung bestimmter Schichtdicken bei verschied. Stromdichte. (Metal Ind. [London] 63. 250—52. 15. Okt. 1943.) HENTSCHEL

L. Schuster und R. Krause, *Phosphatierung bei Raumtemperatur*. Folgende Faktoren, deren Einfl. auf die Ausldg. der Deckschichten erläutert wird, sind beim Aufbau eines bei Raumtemp. zur Deckschichtenldg. führenden Phosphatbades zu beachten: 1. pH-Wert der Phosphatierungslsg. (ca. 1 Einheit größer als in heißen Bädern). 2. Konz. der Phosphatierungslsg. an Metallphosphat. 3. Konz. der Phosphatierungslsg. an schichtbildenden Metallen. 4. Auswahl geeigneter Beschleuniger. 5. Konz. der Phosphatierungslsg. an Beschleunigungsmitteln. 6. Auswahl eines geeigneten Hilfsbeschleunigers. — Das seit einigen Jahren in großtechn. Maßstab zum Rostschutz von Fe, Zn u. ihren Legierungen u. zur Kaltverformung von Stahl angewandte Kaltbäderverf. ist ein Kurzzeitphosphatierungsverf. (2—10 Min.), das sowohl als Tauch- wie als Druckspritzverf. einsetzbar ist. Es wird auf die Unterschiede im Verh. dieses Bades gegenüber heißen Phosphatierungsbädern hingewiesen; die Vorteile des Kaltphosphatierens werden kurz dargelegt u. die wichtigsten Eigg. von bei Raumtemp. aus zinkphosphat-

haltigen Lsgg. erhaltenen Deckschichten erwähnt (bei gleicher chem. Zus. hellere u. feinkörnigere Niederschläge). Auch wird auf die vielseitigen Anwendungsmöglichkeiten (bes. bei der Kaltverformung) hingewiesen. (Korros. u. Metallschutz 20. 153—61. Mai 1944.) HENTSCHEL

F. Robtzeischer, *Die Anwendung von Chloraten als Oxydationsmittel beim Phosphatrostschutzverfahren*. Für 2 neue, der I. G. FARBENINDUSTRIE patentierte Phosphatierungsverf. werden folgende Vorzüge aufgezählt: 1. Das Bad ist sofort betriebsfähig. 2. Die Badbehälter bestehen aus ungeschütztem Schmiedeeisen. 3. Der Fe-Geh. des Bades ist äußerst gering u. bleibt konstant. 4. Das Bad behält bei Ergänzung der verbrauchten Chemikalien seine ursprüngliche Wirksamkeit. 5. Die Schicht zeigt nur ein geringes Dickenwachstum, auch bei langer Behandlungsdauer. 6. Die Schutzschicht bildet sich schnell, ist außerordentlich dünn (1,5—5 μ) u. daher biegsam. 7. Der Chemikalienverbrauch (bes. an H_3PO_4) ist sehr gering. 8. Die Schichten eignen sich sehr gut zur Zieherleichterung bei der Kaltverformung des Eisens. (Korros. u. Metallschutz 20. 165—66. Mai 1944.) HENTSCHEL

A. Durer und E. Schmid, *Über die Beschaffenheit von Phosphatschichten und ihr Verhalten bei der spanlosen Formung*. Nach Hinweis auf die zieherleichternde Wrkg. der Phosphatschichten u. Beschreibung des Aufbaus derartiger Schichten wird bes. das Verh. der Phosphatschichten bei Verformungsvorgängen behandelt. Hierbei wird auf Grund mkr. u. röntgenograph. Unterss. nachgewiesen, daß die Phosphatkörner bei der Verformung des Ziehgutes zertrümmert werden u. die Kristalltrümmer ohne wesentliche Mitwrkg. des Schmiermittels zu festhaftenden durchsichtigen Schichten zusammenwachsen. Eine Aufnahme des Schmiermittels erfolgt bei gut ausgebildeten Schichten im wesentlichen nur an der Oberfläche. Wird in schwammigen Schichten das ganze Vol. mit Schmiermittel getränkt, so führt dies beim Ziehen zur Ausbildg. von unerwünschten Pasten (Öl-Phosphat-Gemische) an Stelle glatter durchsichtiger Schichten. (Korros. u. Metallschutz 20. 161—64. Mai 1944.) HENTSCHEL

W. Machu, *Die Bestimmung der Porosität von nichtleitenden Deckschichten, insbesondere von Phosphatschichten, auf Eisen*. Das Verf. zur Best. der Porosität nichtleitender Deckschichten beruht auf dem von MÜLLER angegebenen Flächenbeziehungs-gesetz: $\log(F_0 - F) = (\log t_p - \log B + n \log i_0) / n$. Hierbei bedeutet $F_0 - F$ die freie (gesamte) Porenfläche in qcm/qcm, t_p die Passivierungszeit in Sek., i_0 die Anfangsstromdichte in Amp/qcm u. B u. n Konstanten (3,50 bzw. 1,57). Zur experimentellen Prüfung wird an einer geschützten Elektrode in 1 n- Na_2SO_4 als Elektrolyt die Strom-Zeit-Kurve oscillograph. aufgenommen. Als Beweis für die Brauchbarkeit der Meth. dient die gute Übereinstimmung der nach 3 verschied. Verf. ermittelten t_p -Werte. Die Alterung der Langzeitbäder u. der Einfl. des Einarbeitens frischer Parkerbäder läßt sich, wie aus den prakt. Beispielen hervorgeht, nach dieser Meth. genau verfolgen. (Korros. u. Metallschutz 20. 6—11. Jan. 1944. Wien.) HENTSCHEL

W. Machu, *Über zwei neue, unmittelbare Beweise der elektrochemischen Porenprüfmethode*. (Vgl. vorst. Ref.) Das von MÜLLER u. MACHU ausgearbeitete Porenprüfverf. wird nochmals nach 2 verschied. Methoden überprüft u. die Richtigkeit dieses Prüfverf. bestätigt. Nach dem ersten Verf. wurde das Ausmaß einer nicht gestrichenen Eisenelektrode elektrochem. nachgemessen. Es ergab sich dabei an Porenflächen von 1,00—0,002 qcm/qcm sehr gute Übereinstimmung zwischen gemessener u. berechneter Porenfläche. Beim zweiten Kontrollverf. wurde von der Beobachtung ausgegangen, daß die durch 2std. Erhitzen von Schmiedeeisenelektroden auf 450° an der Luft entstandene (blaue) Oxydschicht durch Berührung mit Zn sich nur schwer u. stufenweise reduzieren oder beseitigen läßt. Die nach verschied. starker Aktivierung erhaltenen Porenflächen bestätigen das qualitative Aussehen der stufenweisen Zerstörung der Oxydschicht. Bei gleicher angelegter Spannung ändert sich mit zunehmender Porenfläche prakt. nur die Passivierungszeit. Für die anod. Passivierung ist es somit gleichgültig, ob diese an einer zusammenhängenden größeren oder an einer in sehr viele Einzelporen unterteilten Metalloberfläche vor sich geht. Maßgebend ist nur die Summe aller Einzelporen, u. diese für das Verh. bei der Korrosion wichtige Größe wird durch die elektrochem. Porenprüfmeth. erfaßt. (Korros. u. Metallschutz 20. 12—16. Jan. 1944. Wien.) HENTSCHEL

R. Krause, *Überblick über die Phosphatierung von Zink und Zinklegierungen*. Schriftumsübersicht. (Korros. u. Metallschutz 20. 167—69. Mai 1944.) HENTSCHEL

W. Köhler, *Fortschritte auf dem Gebiete der Korrosion und des Korrosionsschutzes der Metalle*. Inhaltsangabe der im Halbjahr 1942/43 von der Gesellschaft für Korrosionsforschung u. Werkstoffschutz in Berlin abgehaltenen Vorträge. (Korros. u. Metallschutz 20. 63—76. Jan. 1944.) HENTSCHEL

—, *Korrosion der Metalle*. Überblick über den Korrosionsschutz bei Leichtmetallen nebst einer Zusammenstellung über das Verh. des Al u. seiner Legierungen gegenüber verschied. techn. wichtigen Stoffen. (Eisen-Ind.-Handel 26. 267—71. 30/6. 1944.)

HENTSCHEL

J. C. Hudson, *Naturversuche über atmosphärische Korrosion. Angaben über nicht angestrichene Proben*. Die in 5jährigen Verss. beobachteten Abtragungen von Weichstahl betragen durchschnittlich 4,21 mils/Jahr; danach wäre die $15 \times 10 \times 3/8$ in. Probe in Sheffield, Khartoum, Abisko, Nigeria, Basrah u. Singapore nach entsprechend 15, 1400, 250, 80, 140, 140 u. 110 Jahren zerstört. In einem Klima mit geringer relativer Feuchtigkeit u. Temp. der Luft bieten nicht abblätternde, d. h. dünne, gleichmäßige Rostschichten genügenden Schutz. Unter n. Umständen ist die Korrosion der Zeit annähernd proportional. Schwachlegierter Cu- bzw. Cr-Stahl ist widerstandsfähiger als unlegierter. Z. B. lag die Gewichtsabnahme des 0,2%ig. Cu-Stahls um 20—30% tiefer; die Korrosionsfestigkeit dieser Sorte ist etwa gleich der von unlegiertem engl. Schmiedeeisen, während die des mit Cu schwachlegierten Schmiedeeisens mit der von Cu-Cr-legiertem Stahl vergleichbar ist (im allg. hängt die Widerstandsfähigkeit des Schmiedeeisens auch von der Sorte bzw. Reinheit des Ausgangserzes ab). Sehr günstig ist der gleichzeitige Geh. von Cu u. Cr im Stahl (gut bewährt hat sich eine Sorte mit 0,5% Cu, 1% Cr u. 0,8% Mn) oder ein Si- bzw. As-Gehalt. 3,12%ig. Ni-Stahl ist doppelt so korrosionsfest wie unlegierter, u. bei Cu-Ni-Stahl wird die Widerstandsfähigkeit durch je 1% Cu bzw. Ni um 10 bzw. 17% gesteigert. Die Langzeitkorrosion wird im allg. durch den Anfangszustand der Oberfläche wenig beeinflusst, jedoch scheint sie bei gesandeten Proben, wohl infolge anfänglicher Korrosionsverzögerung durch den Sandrest, geringer zu sein. Die Beseitigung der Walzhaut verspricht in England rd. 1 Jahr u. zwar bei Cu-Stahl etwas weniger Zeit als bei unlegierten Sorten. Durch einmalige (nicht aber mehrmalige) Wiederholung der Walzung wird die Widerstandsfähigkeit etwas erhöht. Die Abhängigkeit zwischen Korrosion u. Probelage wird durch das Klima beeinflusst. Bei auf 0,0035 in. Dicke verzinkten Proben betrug die durchschnittliche Gewichtsabnahme 0,111 oz./Jahr. Der 0,5%ig. Cu-Zusatz zum Verzinkungsbad bedingte keinen Unterschied. Die Gewichtsabnahme von reinem Zn stellte sich je nach dem Versuchsort auf 0,025—0,4 oz./sq. ft. u. Jahr. (Iron and Steel 17. 78—83. 21/10. 1943.)

POHL

H. Bennek, *Spannungskorrosionserscheinungen bei Eisenlegierungen*. Als gemeinsame Gesichtspunkte, die für die Spannungskorrosion der verschied. Legierungen des Fe bisher bekannt sind, lassen sich anführen: 1. Bei allen Gefügetypen des Fe u. anscheinend bei allen Legierungskombinationen (nicht dagegen bei reinen Metallen) kann Spannungskorrosion sowohl in interkristalliner Form wie in transkristalliner Form auftreten. Der Kornzerfall ohne Spannungen ist dagegen nur bei den sog. rostbeständigen Stählen in bes. Wärmebehandlungszuständen bekannt. 2. Die Neigung zur Spannungskorrosion entsteht, wenn der Mischkristall durch Legierung oder Wärmebehandlung in einen Zustand der Übersättigung gebracht wird; sie verschwindet oder verringert sich um so stärker, je mehr dieser Übersättigungszustand durch Ausscheidung aufgehoben wird. Die Neigung zum Kornzerfall ist dagegen im übersättigten Zustand nicht vorhanden u. tritt erst mit beginnender Ausscheidung auf. 3. Der Verlauf der Spannungskorrosion hängt von der spezif. Wrkg. des Korrosionsmittels ab, kann aber bei ein u. demselben Korrosionsmittel durch die Konst. des Stahles beeinflusst werden, indem Wärmebehandlungen, die einen Ausscheidungsvorgang hervorrufen, den Bruchverlauf vom Korninnern an die Korngrenzen verlagern. Schließlich deuten die verschied. Erscheinungsformen darauf hin, daß die trans- u. die interkristalline Spannungskorrosion wahrscheinlich auf die gleiche Ursache (Ausbildung eng begrenzter Zonen verschied. Energiegeh. im Krystall) zurückzuführen sind. (Korros. u. Metallschutz 20. 133—41. April 1944.)

HENTSCHEL

R. Beythien und K. Siebert, *Verhalten von Feinzinklegierungen und Verzinkungen gegenüber Feuerlöschmitteln*. Die in einer früheren Veröffentlichung (C. 1941. II. 1556) gezogene Schlussfolgerung, daß Feinzinklegierungen unbedenklich für solche Teile von Handfeuerlöschern verwendbar sind, die nur gelegentlich mit der Löschflüssigkeit in Berührung kommen, aber nicht dauernd von ihr benetzt werden, wird durch diese Unters. im wesentlichen bestätigt. Durch Berührung von Zn mit Fe u. anderen Metallen innerhalb der Löschmittel erfahren die Korrosionsprobleme jedoch eine wesentliche Verschärfung. Schlagarmaturen aus Feinzinklegierungen lassen sich nicht allg. einführen, da bei ihnen neben der Korrosionsgefahr die Kaltsprödigkeit zu beachten ist. Druckhebelventile aus Feinzink für CCl_4 - u. Bromidlöscher lassen sich nur unter Vorbehalt verwenden; kaum geeignet sind ähnliche Ventile für Löscher mit wss. Lösungen.

Nicht geeignet sind Zn-Legierungen gegenüber Luftschaumbildnern, die NH₄-Verb. bzw. freies NH₃ enthalten. Gut widerstandsfähig sind Feinzinklegierungen gegenüber Bicarbonaten bzw. nicht zu hoch konz. alkal. Lösungen. Verzinkung auf Messing ist gegenüber allen wss. Lsgg. nicht widerstandsfähig. Mit bes. hoch konz. KHCO₃-Lsg. ergibt handelsübliches Zn, Feinzinklegierung u. auch Verzinkung auf Fe bereits bei gewöhnlicher Temp. H₂-Entw., die durch Ausldg. von Schutzschichten nach einigen Tagen zum Stillstand kommt. (Korros. u. Metallschutz 20. 142—47. April 1944.)

HENTSCHEL

K. Wickert, *Bleikorrosion in Schwefelsäurebetrieben*. Bei den nach dem Intensivsystem arbeitenden Schwefelsäurebetrieben erfolgt die Korrosion des Pb vorzugsweise durch die Nitrosylschwefelsäuren u. das durch den Cl-Geh. des W. entstandene Nitrosylchlorid. Die stark korrosionsfördernden Beimengungen im techn. Pb lassen sich durch Zulegieren bestimmter Metalle nicht in ihrer schädlichen Wrkg. in allg. befriedigender Weise herabsetzen. Neben der Korrosion an voll eingetauchten Bleiteilen spielt auch die Grenzlinienkorrosion u. die Berührungskorrosion eine wesentliche Rolle. Wie durch Laboratoriumsverss. nachgewiesen wird, sind auch hierfür neben der H₂SO₄-Konz. bes. die Nitrosylverb. verantwortlich. (Korros. u. Metallschutz 20. 147—51. April 1944.)

HENTSCHEL

R. M. C. Logan, *Korrosionsprobleme bei Verpackung in Tuben*. Kurze tabellar. Zusammenstellung der Ergebnisse über das korrosive Verh. einiger meist kosmet. Erzeugnisse beim langen Aufbewahren in Tuben aus reinem Sn oder verzinnem Pb. Als vorteilhaft haben sich gewisse Speziallacke erwiesen, während Tuben mit einem Kupfstück aus reinem Zinn sich nicht bewährten. (Manufact. Chemist pharmac. fine chem. Trade J. 11. 263—64. Okt. 1940.)

HENTSCHEL

Fides Gesellschaft für die Verwaltung und Verwertung von gewerblichen Schutzrechten m. b. H., Berlin, (Erfinder: P. Schumacher), *Verbessern der magnetischen Eigenschaften bei reinem Eisen*. Das Fe wird mehrfach kalt gewalzt u. dazwischen ausgeglüht, sowie zum Schluß nochmals gegläht. Die letzte Kaltwalzung soll einen Deformierungsgrad von 40—90%, bes. von 50—75%, erreichen. Die Zwischenglühungen werden bei 500—1000°, die letzte Glühung vorteilhaft bei etwa 550—750° durchgeführt. Man erzielt eine bes. gute Konstanz der Permeabilität des Eisens. (Schwed. P. 109 635 vom 22/4. 1942, ausg. 1/2. 1944. D. Prior. 26/5. 1934.)

J. SCHMIDT

Hans Eckstaedt, Wuppertal-Barmen, *Zinnarmes Lot* besteht aus >85(%) Pb, <10 Sn u. <5 Cd. Beispiel: 88 Pb, 9 Sn u. 3 Cd. Das Lot wird zweckmäßig aus der fl. Legierung zu Draht verpreßt. Als Flußmittel für Zinklegierungen benutzt man zweckmäßig eine Emulsion eines Mineralöls mit ZnCl₂- u. NH₄Cl-Lauge u. geringem Zusatz von ZnSO₄ unter Verwendung eines Stabilisators aus einem Polyglykoläther hydroxylhaltiger organ. Verbindungen. Beim Lötten von Blei wird zweckmäßig Kolophonium oder Stearin als Flußmittel verwendet. Beim Zusammenlöten von Blei mit einer Zinklegierung wird die Zinklegierung an der Lötstelle verkupfert oder mit einer Cu-Legierung überzogen. Es wird eine widerstandsfähige porenfreie Lötverb. erzielt. (Schwz. P. 229 240 vom 29/12. 1941, ausg. 17/1. 1944. D. Prior. 17/2. 1940, 30/8. 1941.)

GEISSLER

O. Spengler, Babelsberg bei Berlin, *Maschinelles Verlöten von Konservendosen*. Man verwendet als Lötmedium ein ausschließlich aus ZnCl₂ u. SnCl₄ bestehendes Gemisch, mit dem die dekapierten Eisenbleche ohne sonstige Vorbehandlung, also auch ohne Verzinnung, nach dem Tauchlötverf. verlötet werden. (Schwed. P. 109 425 vom 11/12. 1940, ausg. 28/12. 1943.)

J. SCHMIDT

Scintilla AG., Solothurn, Schweiz, *Verfahren zur adhäsiven Verbindung von zwei Metallkörpern* unter Ausschluß der atmosphär. Luft in einem aus geschmolzenen Salzen bestehenden Salzbad, dad. gek., daß die einander angepaßten Metalloberflächen unmittelbar, ohne Verwendung von Lot, unter Druck u. bei einer den Schmelztemp. dieser Metallkörper angenäherten, jedoch unterhalb derselben liegenden Temp. des Salzbades miteinander verbunden werden, u. daß hierauf mindestens einer der miteinander verbundenen Metallkörper durch eine Nachbehandlung gehärtet wird. Es werden z. B. ein Metallkörper aus Eisenmetall u. ein solcher aus Nichteisenmetall, z. B. Leichtmetall, miteinander verbunden. Das Salzbad besteht z. B. aus BaCl₂, NaCl u. KCl. (Schwz. P. 230 301 vom 26/3. 1942, ausg. 16/3. 1944.)

M. F. MÜLLER

IX. Organische Industrie.

Ruhrchemie A. G., Oberhausen-Holten, *Gewinnung von Äthylen aus solchen enthaltenden Gasen* durch Absorption mit akt. Stoffen. Der größte Teil des Äthylens wird durch Adsorptionsmittel in früheren Phasen entfernt. Das restliche Äthylen wird

mittels geringer Mengen eines fremden Gases abgetrennt, worauf die äthylenfreien Gase die Vorr. verlassen. Zeichnung. (Belg. P. 446 917 vom 22/8. 1942, Auszug veröff. 29/5. 1943.) **NOUVEL**

Gesellschaft für Linde's Eismaschinen A. G., Höllriegelskreuth bei München, *Entfernen von Phosphorwasserstoffen aus Acetylen u. a. Gasen durch Waschen mit konz., nicht selbst oxydierbaren u. von oxydierend wirkenden Stoffen freien Mineralsäuren*, dad. gek., daß die absorbierten Phosphorwasserstoffe nach dem Waschprozeß durch Zusatz eines Oxydationsmittels (bes. Sauerstoff in Ggw. eines Katalysators) in der Mineralsäure unschädlich gemacht werden, woraufhin die Säure weiter zum Auswaschen verwendbar bleibt. Zeichnung. (Holl. P. 56 297 vom 15/11. 1941, ausg. 15/5. 1944. D. Prior. 30/3. 1939.) **GANZLIN**

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., (Erfinder: Arthur Wolfram, Frankfurt a. M.-Rödelheim, Helmut Joekusch, Bad Soden und Albert Perlick, Münster, Taunus), *Aliphatische Polymere des Acetylens* erhält man in Ggw. von Kontakt-Fil., die aus einer nichtwss. Lsg. von Cuprosalzen mit Amin- oder Alkalisalzen u. wenig Halogenwasserstoffsäure bestehen, dadurch, daß als nichtwss. Lösungsm. Formamid (I) oder geschmolzenes Acetamid verwendet werden. — In ein lotrechtes Reaktionsrohr (Durchmesser zur Höhe = 1 : 25) von 4 l Vol. wird Acetylen (II) am Boden eingeleitet. Das Rohr enthält 1,955 l Kontakt, bestehend aus 1,1 l I, 100 cem I mit 10% HCl, 1 kg CuCl u. 535 g NH₄Cl. Durch diesen Kontakt werden bei 80° u. gewöhnlichem Druck 200 l II je Std. durchgeleitet u. durch Tiefkühlung auf ca. —80° je Std. 55,5 g Rohprod. aus dem Reaktionsgas abgeschieden, also je Liter Kontakt 28,2 g. Die fraktionierte Dest. ergab: 2,01 (Gewichts-%) II, 1,25 *Monovinylacetylen*-Vorlauf, 57,0 rein, 12,75 Nachlauf, 26,9 *Divinylacetylen* u. höhere Polymere. (D. R. P. 743 373 Kl. 12 o vom 4/8. 1938, ausg. 18/1. 1944.) **GANZLIN**

Bata A. G., Zlin, Böhmen-Mähren, *Halogenierte ungesättigte Kohlenwasserstoffe* durch Einw. von Halogenwasserstoffsäuren auf *Monovinylacetylen* in Ggw. von Katalysatoren, dad. gek., daß man in der Gasphase, bes. bei Temp. über dem Kp. des Reaktions-Prod. u. in geschlossenem Kreislauf, in Ggw. fester Katalysatoren arbeitet, die Metalle der 1., 4. oder 7. oder Metalloide der 3., 4., 5. oder 6. Gruppe des period. Syst. bzw. beide — mit Ausnahme von CuCl₂ bei gleichzeitiger Ggw. von NH₄Cl — enthalten. (Versuchs-Tabelle.) (F. P. 887 063 vom 22/10. 1942, ausg. 3/11. 1943. D. Prior. 3/9. 1941.) **GANZLIN**

Solvay et Cie., Brüssel, *Vinylchlorid*. Dichloräthan wird in einem glatten Rohr ohne Katalysator bei etwa 650° zersetzt. Temp. u. Durchsatzgeschwindigkeit werden so geregelt, daß das Maximum der Zers. 70% beträgt. Man wäscht die Zersetzungsrödd., entfernt HCl u. C₂H₂ mit W. u. gewinnt das Vinylchlorid durch Kondensation. Das nichtzers. Dichloräthan wird nach dem Reinigen in den Kreislauf zurückgeführt. (Belg. P. 448 632 vom 6/1. 1943, Auszug veröff. 15/9. 1943.) **NOUVEL**

Solvay et Cie., Brüssel, *Synthese von Vinylchlorid*. Der benutzte Katalysator enthält HgCl₂ u. eine Verb. (Al-Hydrat), die dem Chlorid eine genügende Aktivität verleiht, um die Vereinigung von C₂H₂ u. HCl bei der Temp., bei der die Dampfspannung des HgCl₂ vernachlässigt werden kann, vollständig zu gestalten. (Belg. P. 448 831 vom 21/1. 1943, Auszug veröff. 15/9. 1943.) **NOUVEL**

Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vorm. Roessler A. G., Frankfurt a. M., *Umsetzen von α β-ungesättigten Carbonylverbindungen zu den entsprechenden Alkoholen*. α, β-ungesätt. Aldehyde oder Ketone oder Verbb., die solche zu bilden vermögen, werden in Ggw. von H₂ bei erhöhtem Druck über Cd-enthaltende Katalysatoren geleitet. Daneben kann der Katalysator noch andere hydrierend wirkende Stoffe enthalten. — 1 (Mol) Cd- u. 2 Cu-Nitrat werden auf Bimsstein niedergeschlagen u. bei gewöhnlichem oder erhöhtem Druck im H₂-Strom in der Hitze reduziert. Leitet man über den so erhaltenen Kontakt bei 275° *Acrolein* u. H₂ mit 200 at, so erhält man durch fraktionierte Dest. des Reaktionsgemisches mit guter Ausbeute *Allylalkohol*. (Holl. P. 56 516 vom 6/11. 1940, ausg. 15/6. 1944. D. Prior. 8/2. 1940.) **GANZLIN**

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Tertiäre Amine*. Man läßt Alkylenoxyd auf NH₃ oder prim. oder sek. Amine in Ggw. von W. u. schwachen Säuren einwirken. Die entstandenen Salze zers. sich beim Erhitzen in Amin u. Säure. (Belg. P. 450 421 vom 1/5. 1943, Auszug veröff. 15/2. 1944. D. Prior. 27/5. 1942.) **NOUVEL**

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Halogenalkylamine*. Man läßt substituierte organ. Sulfohalogenide auf Salze von Aminoalkoholen mit flüchtigen Säuren (Halogenwasserstoffsäuren) in der Hitze einwirken. (Belg. P. 451 090 vom 16/6. 1943, Auszug veröff. 29/2. 1944. D. Prior. 16/6. 1942.) **NOUVEL**

○ **Wingfoot Corp.**, Wilmington, Del., übert. von: **John R. Long**, Akron, O., V. St. A., *Methylvinylketon*. Man acetyliert 3-Chlor-2-butanon u. unterwirft das Reaktionsprod. einer Hitzebehandlung. (A. P. 2 256 149 vom 4/6. 1940, ausg. 16/9. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 16/9. 1941.) NOUVEL

Dr. Alexander Wacker Ges. für Elektrochemische Industrie G. m. b. H., München, *Herstellung eines Gemisches von Carbonsäuren*, dad. gek., daß 1. man *n-Hexanol-1* mit *Hexylat* durch Erhitzen kondensiert, das entstehende W. durch Dest. aus dem Reaktionsgemisch entfernt u. hierauf nach Zugabe von festen alkal. reagierenden Stoffen bis zur Bldg. von carbonsauren Salzen erhitzt, aus denen man durch Ansäuern die freien Carbonsäuren abscheidet; — 2. im Umsetzungsgemisch immer eine dem entstehenden Metallhydroxyd zur Alkoholatldg. entsprechende Menge Hexylalkohol zugegen ist; — 3. im Umsetzungsgemisch Hexylalkohol immer im Überschuß vorhanden ist; — 4. dem Umsetzungsgemisch der Hexylalkohol fortlaufend zugeführt wird; — 5. im Umsetzungsgemisch wasserabspaltende Mittel zugegen sind; — 6. in Ggw. von Beschleunigern gearbeitet wird; — 7. das W., das bei der Umsetzung entsteht, in Form eines azeotropen Gemisches abdest. wird; — 8. im Umsetzungsgemisch Hilfsfl. zugegen sind; — 9. in ununterbrochenen Arbeitsverf. gearbeitet wird; — 10. bei Überdruck gegebenenfalls unter Durchleiten von indifferenten Gasen gearbeitet wird. — Ein Gemisch von 1 kg *n-Hexylalkohol*, 56 g Ätzkali u. 2 g Kupferkatalysator wird unter Rückführung des Hexa ols 16 Stdn. dest., wobei innerhalb 20 Stdn. 100 cem W. übergehen. Hierauf werden 945 g Ätzkali zugegeben u. während 3½ Stdn. auf eine Temp. von 200—250° bei einem Überdruck von etwa 2—5 at erhitzt u. der entstandene H₂ fortwährend abgeblasen. Hierau werden 1660 g konz. H₂SO₄ zugegeben, das Öl wird abgetrennt u. unter Vakuum fraktioniert. Es gehen 855 g esterfreie Carbonsäuren mit 6—18 C-Atomen über. In dem Gemisch sind enthalten: 14,1(%) Capronsäure, 14,9 Capronsäure-Butylcaprylsäure, 58,0 Butylcaprylsäure, 5,9 Butylcaprylsäure-Dibutylcaprylsäure, 7,1 Dibutylcaprylsäure. (Schwz. P. 229 423 vom 12/10. 1942, ausg. 17/1. 1944. D. Prior. 11/10. 1941.) M. F. MÜLLER

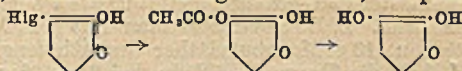
Dr. Alexander Wacker Gesellschaft für Elektrochemische Industrie G. m. b. H., München (Erfinder: **L. Beer**, **H. Berg** und **W. Gruber**), *Temperaturregelung bei chemischen Reaktionen, besonders bei der Herstellung von Vinylestern aus Acetylen und Carbonsäuredämpfen*. Man läßt durch den Reaktionsraum Isophoron (I), gegebenenfalls unter Zusatz von schmierend wirkenden Ölen, zirkulieren. Um eine Verharzung des I zu verhindern, muß das Kühl- oder Heizaggregat, in dem das I umläuft, gegen Luft abgeschlossen sein. An Stelle von reinem I kann auch eine zwischen 161 u. 187° oder zwischen 188 u. 211° sd. Fraktion von Acetonölen verwendet werden. (Schwed. P. 110 077 vom 13/3. 1941, ausg. 21/3. 1944. D. Prior. 15/3. 1940.) J. SCHMIDT

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Langkettige schwefelhaltige Amino-carbonsäuren*. Aminoalkylester starker Säuren werden mit Mercapto-carbonsäuren behandelt, die mindestens 4 C-Atome zwischen der SH- u. der COOH-Gruppe enthalten. Gegebenenfalls werden die Kondensationsprodd. verseift. (Belg. P. 450 640 vom 15/5. 1943, Auszug veröff. 15/2. 1944. D. Prior. 15/5. 1942.) NOUVEL

Thüringische Zellwolle Akt.-Ges. und Zellwolle- & Kunstseide-Ring G. m. b. H., Deutschland, *Herstellung von substituierten Carbonsäureestern*, bes. von *alkylierten Urethanen*. Man geht aus von *Halogenamiden von Carbonsäuren*, bes. von *Dicarbon säuren*, oder von *Halogendiamiden*. Diese werden mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen in wss. alkal. oder in wasserfreiem Medium umgesetzt. Die Halogendiamide liefern in wasserfreiem Medium die entsprechenden Urethane. Mit Mercaptanen in wss. alkal. Lsg. geben die Halogenamide, bes. von *Dicarbon säuren* die substituierten *Thiourethane*. — Geeignete Halogenamide sind z. B. das *Chloramid* der *Essigsäure* u. *Capronsäure*, ferner das *Chlordiamid* der *Adipinsäure* u. *Pimelinsäure*. Geeignete alkoh. Komponenten sind *Methylalkohol*, *A.*, *Phenol*, *Glykol*, *Trimethylenglykol*, *Hexamethylenglykol*. Daraus gewinnt man z. B. das *symm. Hexamethylenäthylurethan*, *symm. Tetramethylenäthylurethan*, *symm. Äthylendimethylurethan*. — 1 Mol *Capronsäurechloramid* wird in eine genau eingestellte methylalkoh. NaOH eingetragen. Es entsteht dabei das *Urethan*. — Aus dem *Chlordiamid* der *Adipinsäure* entsteht in methylalkoh. NaOH das *Tetramethylen-dimethylurethan* u. mit *Phenol* wird das *1,4-Tetramethylen-di-phenylurethan* von der Formel C₆H₅·OOC·NH·CH₂·CH₂·CH₂·CH₂·NH·COOC₆H₅ erhalten. (F. P. 888 814 vom 7/12. 1942, ausg. 23/12. 1943. D. Prior. 8/12. 1941 u. 30/4. 1942.) M. F. MÜLLER

Koninklijke Industriele Mij. voorheen Noury & van der Lande N. V., Deventer, *Herstellung von Dioxo-2,3-cyclopenten-2-on-1* aus der 3-Halogenverb. des *Cyclopent-*

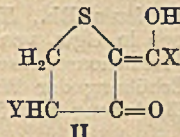
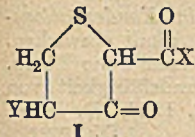
tendon-1,2 durch vorsichtige Hydrolyse, wobei das Halogenatom durch einen Essigsäureest ersetzt wird, u. durch Verseifung des Acetats, entsprechend dem Schema:



(Holl. P. 56162 vom 8/4. 1942, ausg. 15/4. 1944.)

M. F. MÜLLER

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Verbindungen der Tetrahydrothiophenreihe*. Thioäther von Acylmethyläthylcarbonsäureestern werden unter dem Einfl. von alk. Kondensationsmitteln einer intramol. Kondensation unterworfen, die von einer Ringbildg. begleitet ist. Die entstehenden Verb. haben die Formel I oder II, wobei X für H, Alkyl oder Carbalkoxyl u. Y für H oder Alkyl steht. (Belg. P. 451 550 vom 20/7. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944. D. Priorr. 25/7. u. 27/7. 1942.) NOUVEL



I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., (Erfinder: Herbert Nordt, Leverkusen-Schlebusch), *Abspaltung von Alkylgruppen aus Homologen des Pyridins*. Abänderung des Verf. des Hauptpatents, dad. gek., daß metall. Teile der App. usw. vor oder während der Durchführung des Verf. durch Behandlung mit S bzw. Se oder mit flüchtigen S- bzw. Se-Verb. oberflächlich verändert werden. Geeignet sind u. a. H₂S, SO₂, Se-Dampf, die zusammen mit den Pyridin homologen u. H₂ eingeleitet werden können. Die zersetzende Wrkg. (Abscheidung von Kohle) gewisser Metalle, wie Fe, wird dadurch verhindert. Die entstehenden sulfid. Verb. können auch einen positiven Einfl. auf die Rk. ausüben. (D. R. P. 740 248 Kl. 12p vom 8/6. 1939, ausg. 15/10. 1943. Zus. zu D. R. P. 738 494; G. 1943. II. 2108) DONLE

Byk-Guldenwerke Chemische Fabrik A. G., Berlin, *Sulfonamidabkömmlinge des Xanthins*. Sulfonamide werden mit halogenierten Xanthinen umgesetzt. (Belg. P. 451 086 vom 15/6. 1943, Auszug veröff. 29/2. 1944. D. Prior. 17/7. 1942.) NOUVEL

F. Hoffmann-La Roche & Co. Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Herstellung eines Lösungsmittels für Glucoside der Flavongruppe und deren Aglucone*, wie Quercitrin, Neohesperidin oder Hesperetin, dad. gek., daß man Sarkosinhydrin in W. löst. (Schwz. P. 229 525 vom 1/4. 1942, ausg. 1/2. 1944.) GRÄGER

XI. Farben. Anstriche. Lacke. Harze. Plastische Massen.

—, *Die Prüfung der Eigenschaften von Kunstharzen*. Hinweis auf die Notwendigkeit laufender Prüfung der Eigg. der die Fertigung verlassenden Kunstharzwerkstoffe. Beschreibung der verschied. Meßanordnungen zur Best. der Dehnbarkeit, der Torsionseigg., des elektr. Widerstandes, der Spannungsfestigkeit, der dielektr. Eigg. usw. (Electr. Rev. 134. 870—74. 23/6. 1944.) REUSSE

Entreprises Albert Cochery (S. A.), Paris (Erfinder: R. Sentz), *Phenolharze*. Phenolgemische werden mit einer kondensierbaren Verb. in der Weise behandelt, daß nur die reaktionsfähigsten Phenole in Rk. treten. Nach Abtrennung des gebildeten Prod. wird der Vorgang unter verschärften Reaktionsbedingungen wiederholt. Diese Maßnahme wird bis zur Erschöpfung fortgesetzt. (Belg. P. 448 972 vom 30/1. 1943, Auszug veröff. 15/9. 1943. F. Priorr. 9/4. u. 10/11. 1942.) NOUVEL

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Kondensationsprodukte*. Man läßt CH₂O in Ggw. eines sauren Katalysators auf ein Gemisch von alkylsubstituierten arom. KW-stoffen u. Phenolen, bei denen 1 oder 2 o- bzw. p-Stellungen durch KW-stoffreste substituiert sind, einwirken. Man kann einen Überschuß von CH₂O anwenden u. die entstehenden Prodd. einer ergänzenden Behandlung mit anderen kondensierbaren Verb. unterwerfen. (Belg. P. 448 789 vom 19/1. 1943, Auszug veröff. 15/9. 1943. D. Prior. 4/7. 1941.) NOUVEL

Dr. Alexander Wacker Gesellschaft für Elektrochemische Industrie G. m. b. H., München, *Aldehydharze*. Weiche Aldehydharze werden unter energ. Bewegung u. in feiner Verteilung, z. B. in einer Kugelmühle oder Knetmaschine, einer intensiven Behandlung mit W. unterworfen. (Belg. P. 450 400 vom 30/4. 1943, Auszug veröff. 13/1. 1944. D. Prior. 1/5. 1942.) NOUVEL

Beck, Koller & Co. (England) Ltd., Liverpool, England, *Polymerisieren von härteren modifizierten oder nicht modifizierten Harnstoff-Formaldehyd- und Harnstoff-Phenol-Formaldehyd-Kondensationsprodukten* bei gewöhnlicher oder leicht erhöhter Temp. dad. gek., daß man die Polymerisation unter Verwendung von sauren Alkyl-

phosphaten (I) als Härtungskatalysatoren vornimmt, wobei die Alkylgruppe zweckmäßig eine Kette von wenigstens 3 C-Atomen besitzt u. das I auch ein saures Phosphat des Ricinusöls (II) sein kann. Z. B. befeuchtet man 14,3 g P₂O₅ mit 10 g einer von 3—400° sd. Erdölfraction u. 10 g Monobutyläther des Äthylenglykols, vermengt die Mischung mit 85,7 g II, hält die Temp. 6—8 Stdn. bei 25—50° u. gewinnt so ein viscoses leicht gefärbtes Prod., von dem man 5—10 g 100 g einer 60%ig. Lsg. eines Harnstoff-Formaldehyd-Butanol-Kondensationsprod. in Butanol zusetzt. Mit einer solchen Lsg. kann man Anstrichfilme herstellen, die in 2—4 Stdn. lufttrocken werden. (E. P. 535 669 vom 18/10. 1939, ausg. 15/5. 1941.) SARRE

Knoll A. G. Chemische Fabriken, Ludwigshafen a. Rh., *Harzartige Kondensationsprodukte*. Man läßt Crotonaldehyd auf Ketone in Ggw. von wss. Alkali einwirken. Nach Entfernung der wss. Schicht wird das Reaktionsgemisch auf sehr hohe Temp. erhitzt. Das entstandene Harz dient zur Erhöhung der Widerstandsfähigkeit von Kautschuk. (Belg. P. 451 209 vom 23/6. 1943, Auszug veröff. 29/2. 1944. D. Prior. 26/9. 1942.) NOUVEL

Dr. Alexander Wacker Ges. für elektrochemische Industrie G. m. b. H., München, *Herstellung von Polyvinylformiat*, dad. gek., daß *Polyvinylalkohol* in *Ameisensäure* gelöst u. deren Einw. so lange ausgesetzt wird, bis ein Reaktionsprod. entstanden ist, in dem mindestens der größte Teil der ursprünglich vorhandenen Hydroxylgruppen des Polyvinylalkohols durch Ameisensäurereste ersetzt ist, das in organ. Lösungsm., wie Aceton, Ameisensäure, Dioxan, Pyridin, klar lösl., ferner in konz. HCl lösl., unschmelzbar u. an sich farblos ist. — 100 g *Polyvinylalkohol* werden in 900 ccm reiner *Ameisensäure* bei 20° gelöst. Man läßt einige Tage bei Raumtemp. stehen u. setzt dann Methanol zu, bis keine Fällung mehr eintritt. Es scheidet sich das Polyvinylformiat aus. Es läßt sich ebenso wie andere polymere Vinyl ester in der Industrie der Lacke, Klebmittel, plast. MM., Preßmm. u. dgl. verwenden. (Schwz. P. 228 656 vom 1/2. 1940, ausg. 1/12. 1943. D. Prior. 2/2. 1939.) M. F. MÜLLER

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Polyvinylchloridpulver*, das Zusatzstoffe enthält. Die Zusatzstoffe u. das Pulver werden im Zustand sehr feiner Teilchen in wss. Lsg. oder Suspension oder in Ggw. eines organ. Lösungsm. pulverisiert. Die festen Stoffe werden durch Trocknen mit heißer Luft abgetrennt. (Belg. P. 448 974 vom 30/1. 1943, Auszug veröff. 15/9. 1943. D. Prior. 13/2. 1942.) NOUVEL

○ Union Carbide and Carbon Corp., New York, N. Y., übert. von: Victor H. Turkington, Caldwell, N. J., V. St. A., *Überbindung*. Es handelt sich um eine Verb., die beim Erhitzen durch Polymerisation ohne Oxydation zu einer homogenen M. härtet u. die für Überzüge geeignet ist. Sie besteht aus einem Reaktionsprod. aus einem einwertigen *Phenol* u. einem *fetten Öl* mit einer konjugierten Doppelbindung sowie aus einem Härtungsmittel. Das Reaktionsprod. soll nicht mehr als 5% freies Phenol enthalten. Das Härtungsmittel besteht aus einem härtbaren öllösl. Harz aus CH₂O u. einem *Alkyl- oder Arylphenol*. (A. P. 2 242 489 vom 16/11. 1938, ausg. 20/5. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 20/5. 1941.) NOUVEL

Deutsche Celluloid-Fabrik, Eilenburg, *Erhöhung der Haftfestigkeit von Schichten aus Nitrocellulose auf Schichten aus Phenolaldehydharzen*. Polyamide werden den Bestandteilen einer oder beider Schichten zugefügt, oder eine Polyamidschicht wird zwischen ihnen angebracht. Die Menge des Polyamids soll 10—50%, berechnet auf Phenolaldehydharz, betragen. (Belg. P. 448 658 vom 9/1. 1943, Auszug veröff. 15/9. 1943. D. Prior. 10/1. 1942.) NOUVEL

Aug. Nowack A. G. und R. Hessen, Bautzen, *Preßmasse aus Kunstharz und Abfällen*. Papier- oder Gewebeabfälle werden mit einem fl. Novolak imprägniert, der mit der zur Bindung des CH₂O notwendigen Menge NH₃ u. gegebenenfalls mit Hexamethylentetramin versetzt ist. (Belg. P. 449 507 vom 6/3. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944. D. Prior. 18/3. 1942.) NOUVEL

Aug. Nowack A. G. und R. Hessen, Bautzen, *Preßmasse aus Kunstharz und Abfällen*. Fasermassen werden mit einem Novolak imprägniert, der mit der zur Bindung des CH₂O notwendigen Menge NH₃ versetzt ist. Der Novolak wird in Form einer wss. Emulsion oder Lsg. in Ggw. eines Stabilisators angewandt, wobei die Flüssigkeitsmenge genau ausreichen soll, um die zu imprägnierende M. gleichmäßig zu befeuchten. (Belg. P. 450 452 vom 4/5. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944. D. Prior. 24/6. 1942. Zus. zu Belg. P. 449 507; vorst. Ref.) NOUVEL

Lonza-Werke Elektrochemische Fabriken G. m. b. H., Weil/Rhein, *Überführung von thermoplastischen Massen in Preßpulver*. Der Ausgangsstoff wird mit Lösungsm. u. /oder Quellungsmitteln geknetet u. von einem Teil dieser Mittel unter dauerndem Um-

rühren bis zur Trockne befreit. Dann wird das Prod. einer raschen Abkühlung unter Kneten der M. unterworfen. Der Rest des Lösungsm. wird durch Erhitzen u. Kneten entfernt. (Belg. P. 451 552 vom 20/7. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944. D. Prior. 21/7. 1942.) NOUVEL

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Verbesserung von Gegenständen aus wasserunlöslichen Polymerisationsprodukten*. Man behandelt die Gegenstände bei über 50° mit wss. Dispersionen von wasserunlös. Ketonen, Ketoalkoholen oder Salzen von Carbon-, Carbamin- oder Phosphorsäuren, die mindestens einen arom. Rest enthalten, u. mit wss. Dispersionen von wasserunlös. Farbstoffen, die zum Färben von Celluloseestern in wss. Medium geeignet sind. (Belg. P. 451 695 vom 30/7. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944. D. Prior. 20/2. 1942.) NOUVEL

Kast & Ehinger G. m. b. H., Stuttgart-Feuerbach, *Gleitmittel*. Bei der Herst. von synthet. Harzen bewirkt ein sehr kleiner Zusatz neutraler oder bas. Zn-Salze von hochmol. synthet. Fettsäuren ein leichteres Herausstoßen der Preßstücke aus den Formen. (Belg. P. 451 469 vom 13/7. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944. D. Prior. 20/7. 1942.) NOUVEL

Andreu Grau, Brüssel, *Stopfmasse*. Das benutzte synthet. Harz besteht aus einem Acetylderiv., z. B. *Acrylsäure-, Metacrylsäure-* oder *Vinylharz*. Die M. wird unmittelbar in die Formen gegossen. (Belg. P. 451 598 vom 24/7. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944.) NOUVEL

Emile Beduneau, Frankreich, *Neue Verwendung von Celluloseacetat und synthetischen Harzen auf Grundlage von Harnstoff o. dgl.* zur Herst. von allen Teilen von Kugel- oder Walzenlagern, wie Innen- oder Außenringen, Kugeln oder Walzen usw. Derartige Lager zeichnen sich durch geringes Gewicht, geringen Reibungskoeff. u. Einfachheit der Herst. aus. (F. P. 883 376 vom 18/6. 1942, ausg. 2/7. 1943.) SARRE

XII. Kautschuk. Guttapercha. Balata.

Forschungs- und Verwertungsgesellschaft m. b. H., Berlin (Erfinder: Kurt Hess, Max Ulmann und Nicolaus Wenssowitsch), *Kautschuk aus Pflanzenteilen*. Die kautschukhaltigen Pflanzenteile (Wurzeln) werden in einer Kugelmühle unter Zusatz einer 70 bis 100° heißen, gesätt. oder 1%ig. Kalklsg. zu Pulver zerrieben. (Belg. P. 451 669 vom 28/7. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944. D. Prior. 10/7. 1942.) NOUVEL

Forschungs- und Verwertungsgesellschaft m. b. H., Berlin (Erfinder: Kurt Hess, Max Ulmann und Nicolaus Wenssowitsch), *Kautschuk aus Pflanzenteilen*. Die mechan. Behandlung der Pflanzenteile, deren Zellgewebe vorher zu Pulver zerrieben ist, erfolgt in einer heißen verd. Lsg. eines Neutralsalzes, bes. NaCl. (Belg. P. 451 670 vom 28/7. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944. D. Prior. 10/7. 1942.) NOUVEL

United States Rubber Co., New York, N. Y., V. St. A., (Erfinder: E. J. Hart und R. T. Armstrong), *Oxydationsschutzmittel für Kautschuk*, bestehend aus Verb. der Formel Ar-NH-Ar'-O-A-COOX, in der Ar u. Ar' Arylgruppen, A eine aliph. Gruppe u. X ein salzbildendes Radikal oder H bedeuten. Bes. genannt sind: *ω-(p-Anilinphenoxy)-undecylsäure*, *p-Anilinphenoxyessigsäure*, *p-Naphthylaminphenoxyessigsäure*, *p-Methylanilinphenoxyessigsäure*, *p-Anilinphenoxy-palmitinsäure*, *p-Anilinphenoxybuttersäure* u. *p-Anilinphenoxy-8-heptadecylcarbonsäure*. (Schwed. P. 109 360 vom 30/4. 1941, ausg. 21/12. 1943. A. Prior. 1/5. 1940.) J. SCHMIDT

P. Kummel, Rudolstadt, *Schützen von Kautschuk*. Als Alterungsschutzmittel für Kautschuk verwendet man Paraffin, bes. isoparaffinreiches, das bei der Bzn.- oder Paraffinsynth. von FISCHER-TROPSCH gebildet wird u. bei 60—66° schmilzt. (Belg. P. 450 170 vom 14/4. 1943, Auszug veröff. 13/1. 1944. D. Prior. 24/1. 1942.) NOUVEL

Montecatini Societa Generale per l'Industria Mineraria e Chimica, Mailand, Italien, *Weichmacher für natürlichen und synthetischen Gummi*. Die Verb. werden durch Umsetzung von arom. Mercaptanen mit Hexamethylentetramin in Ggw. von Lösungsmm. bei Temp. von 80—120° erhalten. Je nach den Reaktionsbedingungen entstehen Verb. der Formeln N(CH₂·S·R)₂ oder NH(CH₂·S·R)₂ oder NH(CH₂·R·SH)₂ oder HS·R·CH₂·N·CH·R·SH, worin R ein arom. Rest ist. (Belg. P. 451 425 vom 9/7. 1934, Auszug veröff. 17/3. 1944. It. Prior. 9/7. 1942.) NOUVEL

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Synthetischer Kautschuk*. Methyl-2-butanol-1-eton-3 wird einer Mischpolymerisation mit Butadien oder dessen Derivv. u. gegebenenfalls Vinylverb. unterworfen. (Belg. P. 450 072 vom 8/4. 1943, Auszug veröff. 13/1. 1944. D. Prior. 9/5. 1941.) NOUVEL

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: Herbert W. Walker, Woodstown, N. J., V. St. A., *Halbbare Polymere des Chloroprens*. Es handelt sich um

ein Gemisch aus einem Polymeren der Verb. $\text{CH}_2 = \text{CX} - \text{CR} = \text{CH}_2$ (X = Halogen R = H oder KW-stoffrest) u. einem Stabilisator. Das Polymere ist mit Hilfe von H_2S , einem Mercaptan oder einer Mercaptocarbonsäure als Katalysator erhältlich (A. P. 2 259 122 vom 26/1. 1940, ausg. 14/10. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 14/10. 1941.) NOUVEL

W. Kachele, Weilheim/Reck, *Entfernung von Hohlkörpern, wie Fingerlingen aus Kautschuk, von ihren Formkernen*. Preßluft oder eine Fl. wird unter Druck zwischen den Hohlkörper u. die Form, die beide durch Federkraft oder auf ähnliche Weise zusammengehalten werden, gepreßt. (Belg. P. 451 282 vom 29/6. 1943, Auszug veröff. 29/2. 1944. D. Prior. 31/3. 1943.) NOUVEL

J. Barville, Paris, *Vollball*. Der Ball wird aus Kautschuk u./oder einer plast. M. u. aus einem Füllmittel hergestellt, dessen D. durch aufeinander folgende Schichten vom Kern nach der Außenfläche variiert. (Belg. P. 451 266 vom 28/6. 1943, Auszug veröff. 29/2. 1944. F. Prior. 19/11. 1941.) NOUVEL

S. A. des Pneumatiques Dunlop, Montluçon, Frankreich, *Aufbringen von Naturkautschuk auf Metall*. Man überzieht das Metall mit einer Lsg. (I) von chloriertem Naturkautschuk in einem organ. Lösungsm. u. trägt auf das so überzogene Metall eine Schicht von mit 20—40% künstlichem Kautschuk gemischtem Naturkautschuk auf. I kann ein oder mehrere Plastifizierungsmittel enthalten. Beispiel für die Zus. der Mischung aus Natur- u. Kunstkautschuk: 100 (Gewichtsteile) smoked sheet, 35 Neopren E 0,75 Beschleuniger, 1 Harz, 3 Magnesia, 20 ZnO, 60 Ruß, 1,25 S. (Schwz. P. 228 07 vom 18/12. 1941, ausg. 16/6. 1943. F. Prior. 28/7. 1939.) DONLE

○ B. F. Goodrich Co., New York, N. Y., übert. von: James W. Schade, Akron, O. V. St. A., *Haftverbindung von Kautschuk an Messing*. Man überzieht Messing mit einer dünnen, kontinuierlichen, hauptsächlich aus Schwefel bestehenden Film, so daß diese in direkter Berührung mit der Messingoberfläche steht, bringt nun eine Kautschuk-schicht auf u. erhitzt das Ganze unter Druck. (A. P. 2 240 862 vom 16/12. 1937, ausg. 6/5. 1941. Ref. nach Off. Gaz. Unit. States Patent Office vom 6/5. 1941.) DONLE

XV. Gärungsindustrie.

Ch. Mariller, *Die industrielle Bilanz der Erzeugung von Alkohol. Ihre möglichen Verbesserungen*. Die Behandlung des Ausgangsmaterials für die A.-Gewinnung wird besprochen. Die Dest., Rektifikation u. Entwässerung des A. wird beschrieben u. die für diese Maßnahmen notwendige Wärmeaufwand mitgeteilt. (Énergie 28. 155 Juni 1944.) WITT

Carbonaro, *Der Alkohol und die Versorgung Frankreichs mit Treibstoffen*. Drei Wege stehen zur Gewinnung von A. zur Verfügung. Gewinnung von A. 1. aus Pflanzen 2. aus Cellulose u. 3. auf synthet. Wege. Nach Angabe der A.-Ausbeute aus verschied. Feldpflanzen wird vorgeschlagen, durch Abbau von Runkelrüben u. Topinambur 8 Mill hl, aus Melasse 750 000 hl zu gewinnen. Aus Holz könnte man 1 800 000 hl erzeugen, während synthet. 5 000 000 hl Methylalkohol gewonnen werden könnten. Insgesamt würde man auf diesem Wege 15 550 000 hl A. gewinnen, die 970 000 t Bzn. entsprechen. (Énergie 28. 154—55. Juni 1944.) WITT

K. R. Dietrich, *Das Gewinnen von Alkohol aus Backschwaden*. Zusammenfassend Darst. der Möglichkeiten, den bei der Teiggärung entstehenden u. beim Backprozeß freierwerdenden A. zu gewinnen. Da der als etwa 1% ig. wss. Lsg. anfallende A. an Ort u. Stelle in einer bes. Kolonne auf etwa 94% verstärkt werden muß, kommt die A.-Gewinnung nur für Großbäckereien in Frage. Abb. (Apparatebau 56. 27—30. März/April 1944.) SCHINDLER

V. V. Žila, M. Trkan und F. Škvor, *Über die Vermälzung von gesonderten Siebanteilen einer Gerste*. Inhalt ident. mit der C. 1944. II. 1128 ref. Arbeit. (Gambrinus 71. 21—24. 26/1. 1944.) SCHINDLER

G. Chabot, *Der Nährwert des Bieres unter neuen Gesichtspunkten betrachtet*. Inhaltlich ident. mit C. 1943. I. 688. (Bières et Boissons 3. 227—30. 245—51. 11/6. 1942) POETSCH

Viggo Berglund, *Wasser. V. Brauereiwasser*. Nach einer Übersicht über die geschichtliche Entw. des W.-Problems in England, Deutschland u. Dänemark führt Vf. die Schlußfolgerungen an, die aus der Zus. des Brauereiwassers (I) von Pilsen, München, Burton on Trent, Dublin u. Kopenhagen gezogen wurden. Eingehende Besprechung der verschied. Ionenreaktionen in I zeigen, daß saure Carbonat-Ionen

(HCO₃) auf das Phosphatsystem der Würze als Base wirken, indem die andere Pufferstoffkomponente, CO₂, weitgehend bei der Erwärmung der Maische u. der Würze entfernt wird, daß die Ca-Ionen des I mit den vom Malz herstammenden Phosphationen Fällungen stark bas. Phosphate geben, wodurch die Würze verhältnismäßig reicher an prim. Phosphaten u. damit saurer wird, daß aber nicht nur die pH-Verschiebungen, sondern auch die weniger bekannten Einflüsse anderer Ionen des I (Cl, Sulfat, Nitrat, Fe u. SiO₂) Bedeutung für den Charakter des Bieres haben. Kurze Angaben über gebräuchliche Verf. zur Verbesserung des W. durch Entfernung von Bicarbonat-, Mg-, Cl- u. SO₄-Ionen sowie kolloidaler SiO₂, wobei hervorgehoben wird, daß erst weitere Erfahrungen notwendig sind, um die geeignetsten Methoden zur Erlangung eines guten Brauerewassers feststellen zu können. (Svenska Bryggarefören. Månadsbl. 59. 99—111. 146—58. 184—90. Juni 1944. Kopenhagen, Skandinavische Brauereihochschule.)

E. MAYER

Maurice Martraire, *Chemische Alkoholbestimmung in Brennerieien. Einfluß oxydierbarer Stoffe — außer Äthylalkohol — auf die Bestimmungsergebnisse.* (Vgl. C. 1938. I. 766.) Ausführlich beschriebene u. durch Zahlentafeln belegte Versuchsergebnisse zeigen, daß 1. die Ggw. von Glycerin, Milchsäure u. Buttersäure bis zu 1% in den alkohol. Fil. die A.-Best. nicht beeinträchtigt, wenn die Dest. auf $\frac{4}{5}$ des Vol. beschränkt u. wenn sie genügend langsam (etwa 1 ccm/Min.) ausgeführt wird; 2. daß die höheren Alkohole, wie Propyl-, Isobutyl- u. Amylalkohol, durch die CrO₃-H₂SO₄ unter Bldg. der entsprechenden Fettsäuren ebenso wie der A. oxydiert werden. (Bull. Assoc. Chimistes 60. 375—82. Nov./Dez. 1943.)

ECKSTEIN

XVI. Nahrungs-, Genuß- und Futtermittel.

F. A. Wilson, *Hefe als Nahrungsmittel.* Tabellar. Angaben über den Geh. von Hefe an Eiweißstoffen u. Vitamin B₁+B₂. Durch Bestrahen mit Sonnenlicht u. UV-Licht läßt sich außerdem ein größerer Geh. an Vitamin D₂ anreichern. Hefe hat daher große Bedeutung als zusätzliches Nahrungs- u. Heilmittel. Kurze Angaben über die Gewinnung u. Trocknung dieser hochwertigen Hefen (bes. aus *Torula utilis*). (Int. Sugar-J. 46. 154—56. Juni 1944.)

DÖRFELDT

L. H. Pulkki, *Über die Bedeutung des Hektolitergewichts für die Beurteilung des Weizens.* Die Unters. umfaßte 16 finn. Diamantschmerweizen der Ernte 1942 mit 81,0—50,9 kg/hl. Die 1000-Korngewichte fielen mit dem hl-Gewicht stark u. regelmäßig ab. Der Geh. an Rohprotein schwankte wenig u. völlig willkürlich. Der Aschengeh. betrug bei allen etwa 2% u. stieg lediglich bei den allerleichtesten wenig an. Die Mehlausbeute verminderte sich mit fallendem hl-Gewicht sehr stark, von 80 kg auf 70 kg um etwa 1%, von 70 kg abwärts um etwa 1,5% je abnehmendes kg des hl-Gewichtes, so daß aus 51 kg Weizen nur knapp die Hälfte der n. Mehlmenge erhalten wurde. Die Helligkeit des Mehles nahm mit sinkendem hl-Gewicht ab. Desgleichen nahm die Klebermenge stark ab, während dagegen in den Quellzahlen keine deutliche Regelmäßigkeit festzustellen war. Der hl-Gewichtsabnahme folgte eine äußerst steile Erhöhung der Amylaseaktivität. In den Normalfarinogrammen kam eine sehr deutliche Abschwächung zum Vorschein, die bemerkenswert regelmäßig dem Abnehmen des hl-Gewichtes folgte. Gleichzeitig nahm das Absorptionsvermögen etwas zu. Die Abnahme des Vol. der Versuchsbrote, ebenso die starke Verschlechterung ihres Baus u. Aussehens erwiesen, daß die Backfähigkeit der Mehle um so schwächer war, je kleiner das hl-Gewicht des Weizens war. (Maataloustieteellinen Aikauskirja 16. 97—113. 1944. OTK-Mühlenlabor., Helsinki. [Orig.: dtsch.]

HAEVECKER

Lieken, *Das neue Horlebeck-Backverfahren.* (Vgl. BECCARD C. 1943. II. 2322.) Das Verf. ist anwendbar für alle angeschobenen Brot- u. Gebäckarten, soweit sie keine harte u. spröde Rinde benötigen, also bes. Pumpnickel u. Vollkornbrot. Die erhöhte Brotausbeute stellt keine Benachteiligung des Verbrauchers dar, denn nach Unters. von HEUPKE u. KITTELMANN (vgl. C. 1943. II. 1508) ist der Geh. an Vitamin B₁ in Kruste u. Krume der nach dem HORLEBECK-Verf. hergestellten Gebäcke erheblich höher als in den heute üblichen Brotsorten. (Mehl u. Brot 43. 386. 5/11. 1943.)

HAEVECKER

Martin Vogel, *Vitaminverluste im Brot durch die Backofenhitze.* (Vgl. LIEKEN, vorst. Ref.). Vi. kritisiert die Unters.-Ergebnisse von HEUPKE u. KITTELMANN, wcnach die Angaben über das Mengenverhältnis von Kruste u. Krume nicht allgemein gültig sein können. Die von diesen Autoren festgestellten ganz außerordentlichen Unterschiede in den Verlusten an Vitamin B₁ können in keiner Weise erklärt werden u. führen zu absolut falschen Schlußfolgerungen. (Mehl u. Brot 44. 180—81. 9/6. 1944.)

HAEVECKER

Gerhard Mueller, *Die Backhilfsmittel*. Es werden besprochen **Zus.**, Wirkungsweise u. Anwendung von diastasehaltigen Mitteln u. sonstigen Enzymträgern, Quellmehle, Teig säuerungsmitteln, Stärkeabbauzeugnissen, backtechn. Milcherzeugnissen u. Zubereitungen aus den vorerwähnten Backhilfsmitteln, auch unter Verwendung von anderen Stoffen. (Dtsch. Mülerei 1944. 123—24. 14/7. 1944.) HAEVECKER

W. Ziegelmayr, *Wasserhärte und Kochgut*. Die durch LOCHMÜLLER bestätigte günstige Wrkg. sulfatharter Wasser auf das raschere Weichkochen von Erbsen gegenüber carbonathaltigen u. sogar härtefreien Wässern wird durch das erhöhte Quellungsvermögen der Sulfate erklärt. Die durch Säurezusatz erreichte Umhärtung u. die Aufhärtung kalter armer Wasser ist im Hinblick auf die Vermehrung der Kalkzufuhr bei der Einschränkung im Verbrauch kalkreicher Nahrungsmittel erwünscht. (Gemeinschaftsverpfl. 1944 Suppl. 7. Jan. Frankfurt a. M., Inst. für Kochwissenschaft.) MANZ

Osman Jones, *Infektion von Konserven nach der Herstellung und die Chlorung des Dosenkühlwassers*. Die unter Kriegsverhältnissen (Verwendung schwächer verzinnter ungleicher Bleche, schlechtere Verpackung, daher häufigere Undichtheit des Deckels) gestiegene Zahl der Bombagen ist durch Chlorung des Dosenkühlwassers auf 1—2 mg/l Cl-Überschuß zu vermindern. Die Wirksamkeit der Chlorung ist durch bakteriolog. Unters. des Dosenkühlwassers vor u. nach der Verwendung zu kontrollieren wobei nur eine geringe Steigerung des Keimgeh. eintreten soll. (Food 12. 88—90. April 1943.) MANZ

Ernest J. Clyne, *Die Behandlung von Rohstoffen*. 4. (3. vgl. C. 1944 II. 1019. Kurzer Bericht über die in der Schokoladen- u. Zuckerwarenindustrie benötigten ungebrauchlichsten Fette: natürliche Fette (Kakaobutter, Kokosnußfett), „Ersatz“ Fette (Stearine, gehärtete, hydrierte Öle). Bemerkungen über das Ranzigwerden dieser Fette. (Confect. Product. 19. 129—31. Mai 1944.) DÖRFELDT

R. P. Donnelly, *Trocknen von Ernteprodukten*. (Vgl. CASHMORE C. 1943. II. 2116. Es ist billiger, andere Futterquellen als Gras zu benutzen, mit Ausnahme der Fütterung von Geflügel. Da die Landwirte bereits zur Trocknung von Getreide übergegangen sind, sollte man sie auf diesem Wege an das Trocknen von Gras gewöhnen. Die Konstruktion u. der Preis für Heißlufttrockner befriedigen noch nicht. (Chem. and Ind. 62. 311. 14/8. 1943. Richmond, Surrey.) JACOB

K. Scharrer und R. Schreiber, *Über die Verwendung von Milchsäure als Sicherungszusatz bei der Gärfutterbereitung*. Säuerungsverss. mit Amasil, Zucker u. Milchsäure wurden zu Luzerne durchgeführt. Die Säuerung mit Milchsäure zeitigte in den Konz. $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ u. 1% nicht die erhofften Ergebnisse. Gut schnitt die Konservierung mit Zucker, bzw. Melasse ab. (Z. Tierernähr. Futtermittelkunde 7. 260—83. 1944. Gießen, Univ. Agrikulturchem. Inst.) JACOB

Tiemann, *Einmietungs- und Säuerungsversuche mit Zucker- und Futterrüben*. Beim Einmieten waren die Gewichtsverluste der Gehaltsrüben kleiner als die der Massenrüben. Die Verluste entstehen hauptsächlich durch zu warmes Einlagern im Herbst. Die Verluste an Trockensubstanz sind höher als die Gärungsverluste, sie betragen im Durchschnitt 31%. Die Verluste an Rohweiß waren durchschnittlich 24%. Die Zuckerrübe ist in der Miete haltbarer als die Futterrübe. Es wird empfohlen, sie bis Frühjahr einzumieten u. dann einzusäuern, falls Sickersaftverluste in den Erdgruben zu befürchten sind. In Behältern eingesäuerte fein zerkleinerte Zuckerrüben ergaben sehr gutes Gärfutter. (Mitt. Landwirtsch. 59. 310—12. 1/4. 1944. Kraftborn, Inst. für Grünlandwirtschaft.) JACOB

K. Nehring und W. Schramm, *Über die gemeinsame Säuerung von Kartoffeln und Grünfutter und die Ausnutzung der eingesäuerten Kartoffel-Grünfuttermische durch die Schweine*. (Vgl. C. 1943. I. 343.) Bei der Säuerung von Kartoffeln mit Grünfutter war ein Verhältnis von 3 : 1 am günstigsten. Bei Verwendung von Zuckerrüben- oder Wrukenblatt kann man bis auf 2 : 1 heruntergehen. Das erhaltene Gärfutter war einwandfrei. Die Verdaulichkeit wurde durch den Zusatz des Grünfutters nur in geringem Maße vermindert; die Verdaulichkeit der Rohproteine war erhöht. (Z. Tierernähr. Futtermittelkunde 8. 67—81. 1944.) JACOB

G. Fingerling, Br. Hientzsch, K. Reiferst, G. Knaut und H. Kunze, *Die Nährwirkung des Maisschrotes beim Schwein*. Der Stärkewert von 100 kg Maisschrot trocken-substanz war 88,4 kg. Der Ansatzwert von 100 g betrug 301,4 cal, auf verdaute organ. Substanz bezogen 327,8 cal. Die nutzbare Energie des Maisschrotes wurde mit 74,07% verwertet. Die Wertigkeit betrug 90,9%. (Z. Tierernähr. Futtermittelkunde 8. 1—24. 1944.) JACOB

Gustav Fingerling, *Der Nährwert der Kakaoschalen*. Die Nachprüfung der Werte von O. KELLNER ergab etwas höhere Werte für die Verdaulichkeit der Nährstoffe. Es

bestätigte sich, daß das Reineiweiß durch den Röstprozeß unverdaulich geworden war. Im Respirationsvers. ergab sich ein Stärkewert von 33,1 kg b z e n auf eine Ware mit 90% T. S. Die Wertigkeit wurde zu 87,1% gefunden. (Z. Tierähr. Futtermittelkunde 8. 25—59. 1944.) JACOB

G. Fingerling, *Der Stärkewert von getrocknetem ungewaschenem und getrocknetem gewaschenem Rübenkraut*. Die Waschung steigerte die Menge der verdauten organ. Substanz um 19,7%. Der Verdauungskoeff. wurde um 7,3% erhöht. Die Verdaulichkeit des Eiweißes ging durch die Trocknung zurück, sie war beim gewaschenen Blatt um 26,1%, beim ungewaschenen Blatt um 42% niedriger als beim frischen Rübenblatt. Der Stärkewert des gewaschenen u. getrockneten Rübenblattes war 20% höher als beim ungewaschenen u. getrockneten. Die Waschung des Rübenblattes vor dem Trocknen ist anzustreben. (Z. Tierähr. Futtermittelkunde 7. 201—31. 1944. Leipzig, Versuchs- u. Forschungsanstalt für Tierernährung.) JACOB

K. Scharrer und R. Schreiber, *Über die Verdaulichkeit von Rispen- und Kolbenhirse in getrocknetem und angesäuertem Zustand*. Das Stroh der untersuchten Kolben- u. Rispenhirse war gut verdaulich. Der Futterwert von Heu u. Gärfutter war bei Rispenhirse höher als bei Kolbenhirse. (Z. Tierähr. Futtermittelkunde 7. 241—59. 1944. Gießen, Univ. Agrikulturchem. Inst.) JACOB

Paul Ehrenberg, *Beispiele für die Fütterung mit aufgeschlossenem Stroh*. Aufgeschlossenes Stroh kann beim Schwein die Kartoffel oder Zuckerrübe nicht ersetzen; es ist dagegen sehr wertvoll für Wiederkäuer u. Pferde, vorausgesetzt, daß genügend Eiweißfutter zugegeben wird. Vor allem eignet sich aufgeschlossenes Stroh für Arbeitspferde u. Zugochsen. Fütterungsrezepte für Arbeitspferde, säugende Stuten u. Milchkühe, sowie Jungrinder, Mastlämmer u. niedertragende Schafe werden angegeben. Die Mineralstoffversorgung ist bei Verwendung von aufgeschlossenem Stroh bes. zu beachten. (Mitt. Landwirtsch. 59. 312—15. 1/4. 1944. Breslau, Univ. Agriculturchem. Inst.) JACOB

F. Haagen Petersen, *Fütterungsversuche an Silberföchsen*. Die in den Jahren 1941—43 durchgeführten Verss., an 8—15 Wochen alten Silberföchsen die mit Knochenmehl, gekochten Kartoffeln, Muskelfleisch, Lunge, Fleisch- u. Fischabfall, sowie A.I.V.- bzw. kalkensiliertem Fleischfutter gefüttert wurden, deren Planung u. Resultate im Orig. eingesehen werden müssen, ergaben in bezug auf Wachstum u. Fellqualität keine sicheren Schlüsse. Mit Ausnahme von kalkensiliertem Fleischabfall u. mit „Amasil“ konserviertem Fleischfutter, die schlechten Erfolg aufzeigten, konnte ein Unterschied gegenüber den Kontrolltieren nicht festgestellt werden. Das in den einzelnen Jahren verschied. Wachstum der Kontrolltiere konnte nicht aufgeklärt werden, u. Vf. vermutet andere Ursachen als die Zus. des Futters während der Versuchszeit. (Beretn. Forsøgslab., kgl. Veterin.-og Landboløjskoles landøkonom. Forsøgslab. 211. 9—64. 1944. Kopenhagen.) E. MAYER

B. Maymone und M. Tiberio, *Die Methoden der Analyse bei Verdaulichkeitsversuchen und die sich daraus ergebenden Variationen der Verdaulichkeitskoeffizienten der Rohfaser in den Futtermitteln*. Die WEENDER-Meth. wird mit anderen Methoden verglichen. Solange keine rationelleren Verf. zur Best. der Rohfaser gefunden sind, wird die Beibehaltung der WEENDER-Meth. empfohlen. (Z. Tierähr. Futtermittelkunde 8. 82—96. 1944.) JACOB

Jean Schmidt, Frankreich, *Konservierung von Lauch in flüssigem Zustand*. Der zu einer Paste zerkleinerte Lauch wird mit 10% A. u. 5% Kochsalz verrührt. (F. P. 888 829 vom 27/2. 1941, ausg. 23/12. 1943.) M. F. MÜLLER

XVII. Fette. Seifen. Wasch- und Reinigungsmittel. Wachse. Bohnermassen usw.

B. L. Manjunath, *Ricinusöl und seine Verwendung mit speziellem Hinweis auf die Textilindustrie*. Allg. Angaben über die Ricinuspflanze, Zus. des Öles u. dessen Verwendung als Schmiermittel u. für Türkischrotöl. (Indian Text. J. 54. Nr. 637, 33. Okt. 1943.) BÖSS

S. M. Nanal, *Beobachtungen an Ricinusöl*. Herst., Eigg. u. Anwendbarkeit von Türkischrotölen aus Ricinusöl. (Indian Text. J. 53. 358. Aug. 1943. Cambay, Vijay Laxmi Cotton Mills Ltd.) O. BAUER

Kurt Lindner, *Fettchemische Arbeitsvorgänge und ihre wirtschaftliche Gestaltung*.

VII. Die Bedeutung der Seetierwache und des Wollfettes für die fettchemischen Probleme

der Gegenwart. (VI. vgl. C. 1944. I. 1149.) Angaben an Hand der Literatur über die Zus. der Seetierwache u. des Wollfettes sowie deren prakt. Verwendung. (Fette u. Seifen 50. 551—55. Dez. 1943. Berlin-Lichterfelde-Ost.) NEU

Kurt Lindner, *Fettchemische Arbeitsvorgänge und ihre wirtschaftliche Gestaltung. VIII. Naturfette oder synthetische Fettsäuren in der Seifen- und Waschmittelindustrie.* (VII. vgl. vorst. Ref.) Der Einfl. der Kettenlänge der Fettsäuren sowie der von Doppelbindungen auf die Wirkungsweise von Seifen wird an Hand der Literatur beschrieben. (Fette u. Seifen 51. 143—45. April 1944. Berlin-Lichterfelde-Ost.) NEU

Ludwig Mannes, *Über die Nebenprodukte der Paraffinoxidation.* Bei der Luftoxydation von Paraffin-KW-stoffen entstehen neben den Fettsäuren mit 4—25 C-Atomen auch verschied. Nebenprodd., die das Verf. bereichern u. wirtschaftlicher gestalten. Aus den gerad- u. ungeradzähligen Rohfettsäuren mit 4—25 C-Atomen lassen sich durch Dest. die niedermol. Fettsäuren (I) von 4—9 C-Atomen, die fast ausschließlich geradkettig sind, u. die höhermol. (II) von 20—25 C-Atomen abtrennen. Die I oder Vorlauffettsäuren können z. B. folgende Zus. u. Konstanten aufweisen: C₄ etwa 2%, C₆ etwa 9%, C₈ etwa 20%, C₇ etwa 23%, C₈ etwa 23%, C₉ etwa 18% u. über C₉ etwa 5%; SZ.: 435; VZ.: 440; Hydroxylzahl: 3; Carbonylzahl: 6; JZ.: 8; Unverseifbares: 0,3%; C: 64,1% u. H: 10,7%. Wegen der kurzen C-Kette sind die Alkalisalze nicht als Schaum- oder Waschmittel einzusetzen. Durch Vergrößerung der C-Kette werden Prodd. mit Seifeneigg. erhalten, die als Textilhilfsmittel u. Emulgiermittel verwendet werden. Der unangenehme Geruch der I u. ihrer Salze wird durch Umwandlung in Ketone, prim. u. sek. Alkohole, Ester, Äthercarbonsäuren usw. beseitigt. Die Verwendungszwecke werden angegeben. Die II oder Nachlauffettsäuren enthalten Fettsäuren mit 20—25 C-Atomen u. noch solche mit 18—19 C-Atomen. Ein Teil der Fettsäuren ist in der Kette durch O substituiert (Carbonylzahl: 30—40), ferner sind auch ungesätt. Fettsäuren (JZ.: 40—45) vorhanden. Die SZ. beträgt etwa 160 u. die VZ. etwa 175. Die Verf. zur Verwertung der II werden beschrieben. Aus der Abluft werden die flüchtigen Bestandteile abgeschieden, u. zwar werden erhalten: 1. wss. Kondensat mit 20—35% Ameisen-, Essig- u. Propionsäure u. geringe Mengen Butter- u. Valeriansäure, Lactone, Aldehyde, Alkohole u. Ester. Die SZ. beträgt etwa 250. 2. Öliges Kondensat mit 3% leicht flüchtigen Alkoholen, Ketonen, Carbonsäuren u. KW-stoffen, ferner Ester, Lactone, Aldehyde usw. 3. Leicht flüchtige Stoffe, die hauptsächlich Aldehyde, Ester, Alkohole u. Ketone enthalten. Die bei der Paraffinoxidation noch entstehenden Oxyfettsäuren werden bei der sog. Aufarbeitungsstufe des Verf. in ungesätt. Fettsäuren u. unbekannte Reaktionsprodd. umgewandelt. Aus den Rohfettsäuren lassen sich wasserlös. u. wasserunlös. Dicarbonsäuren gewinnen. Im Unverseifbaren finden sich Alkohole, Aldehyde u. Ketone, deren Gewinnung zur Zeit nicht erfolgt, da sie erneut der Oxydation unterworfen werden. Als anorgan. Abfallprod. entsteht Natriumsulfat bei der Spaltung der Seife, die als Zwischenstufe bei der Verarbeitung des Oxydationsprodd. zu der vom Unverseifbaren befreiten Fettsäure eingeschaltet ist, mit H₂SO₄ in Mengen von etwa 50% des eingesetzten Paraffins. Gewinnung u. Verwertung der Nebenprodd. werden an Hand der Patentliteratur beschrieben. (Chemie 57. 6—11. 8/1. 1944. Düsseldorf, Versuchsabtlg. der Fa. Henkel & Cie.) NEU

—, *Die Fettsäuresynthese und ihre Nebenprodukte.* Inhaltlich ident. mit vorst. ref. Arbeit. (Chemie-Arb. Werk Labor. 67. 77—78. April 1944.) NEU

Victor Boyer, *Die Invert- oder kationaktiven Seifen und ihre Verwendung.* Allg. Ausführungen über Sapamine, Solidogene, Soromine, Velan usw. sowie deren Verwendung für Reinigungszwecke, Imprägnierung von Geweben, zur Desinfektion für kosmet. Zwecke u. zur Gewinnung von Carotin. (Rev. Prod. chim. Actual. sci. réun. 47. 1—2. 17—19. Febr. 1944.) Böss

O. Uhl, *Untersuchungen über die Einwirkung verschiedener synthetischer Waschmittel auf Wasserstoffperoxyd.* Laboratoriums- u. prakt. Verss. haben ergeben, daß in neutralen Lsgg. Sulfonat D u. H sowie Tylose eine leicht stabilisierende Wrkg. ausüben. Bei den Kombinationen von Sulfonat + Fettalkoholsulfonat u. Sulfonat + Fettsäure-Kondensationsprod. war die Wrkg. unterschiedlich. Während das Sulfonatprod. stabilisierend wirkt, führte das Kondensationsprod. eine stärkere u. schnellere O₂-Abspaltung herbei. In alkal. Lsg. trat bei allen Verss. eine erheblich stärkere Zers. des H₂O₂ auf. Wasserglas u. bes. Magnesiumsilicat stabilisieren bei allen verwendeten Waschmitteln u. auch in Kupferwaschmaschinen sehr gut. (Fette u. Seifen 51. 64—66. Febr. 1944.) Böss

O. Viertel, *Untersuchung über die Reinigungswirkung enzymatischer Einweichmittel. I. Enzymatische Einweichmittel in der Hauswäsche.* Vf. prüft zunächst mit Hilfe von

Labormethoden die Reinigungswrkg. von Einweichmitteln an künstlich beschmutzten Baumwollstreifen. Für die künstliche Beschmutzung werden vier verschied. Verff. geprüft, wobei eine aus Blutalbumin, wasserlös. Stärke, Vollmilch mit bestimmtem Fettgeh. u. Ölruß bestehende Beschmutzung die Unterschiede in der Reinigungswrkg. der geprüften Einweichmittel am besten erkennen läßt, da sie auf Alkali u. Enzyme gleich gut anspricht. Mit Hilfe von Labormethoden gelingt es, schnell eine Bewertung von Einweichmitteln zu finden. Die Bewertung erfolgt durch Best. der Weißgrade der künstlich beschmutzten Stoffstreifen vor u. nach dem Einweichen. Bei prakt. Einweich- u. Waschvers. treten die Unterschiede jedoch nicht so stark hervor wie bei Laborversuchen. Zwischen der Einweichwrkg. von enzymat. Einweichmitteln u. Bleichsoda an n. beschmutzter Haushaltwäsche sind keine nennenswerten Unterschiede vorhanden, bei stärker beschmutzter Wäsche ergeben sich dann mit den enzymat. Einweichmitteln u. nach dem Fortigwaschen etwas bessere Reinigungseffekte, wenn die Wäsche größere Mengen fett- u. eiweißhaltige Verunreinigungen enthält. Bei Berufswäsche, die durch Blut, Eiweiß u. Fett stark beschmutzt ist, wirken enzymat. Einweichmittel besser als Bleichsoda, wobei sich Unterschiede zwischen den verschied. handelsüblichen enzymat. Prodd. zeigen. Einweichmittel mit entsprechenden Mengen Alkali können als Wasserenthärtungsmittel HDJN 8101 dienen, wenn die Menge pro 10 l W. 15—20 g beträgt. (Fette u. Seifen 51. 145—48. April 1944. Berlin-Dahlem, Staatl. Materialprüfungsamt, Hauptabtlg. Faserstoffe.)

NEU

T. V. Punnoose, *Emulsionsreinigung und Lösungsmittelreinigung*. Allg. Betrachtung über Oberflächenspannung, Emulsionen, Reinigung mit Seife u. Lösungsmitteln. (Indian Text. J. 54. Nr. 637, 34. Okt. 1943. Trivandrum, Indien.)

Börs

A. J. C. Cosbie, *Das Waschen von Flaschen*. Zur sterilen Reinigung von Flaschen werden Na-Metasilicat, Trinatriumphosphat, Na₂CO₃, Na-Hexametaphosphat als Zusätze zur Natronlauge empfohlen. Das Spülen durch Einspritzen ist dem Einweichen vorzuziehen. Sterilisation wird durch Dampf u. Lauge erreicht. Warmes Spülwasser begünstigt Bakterienwachstum. (Bottling 1944. 18—22. April 1944. Beilage zu: Brewing Trade Review.)

Börs

G. Gorbach, *Anwendung von Mikromethoden auf dem Fettgebiet VI. Eine Schnellmethode zur Phosphatidbestimmung*. (III. vgl. C. 1943. I. 2361.) Eine Schnellmeth. zur Best. des Phosphatidgeh. in Ölsaaten in 2—3 Stdn. nach der Arbeitsweise von SCHRAMME (vgl. C. 1940. I. 1243) u. die elektrophotometr. Best. des Phosphatidphosphors mit 5—10 mg Material werden beschrieben. Die auf der Torsionswaage nach LOEBE u. KÜHN abgewogene, feinst zerleinerte Saat wird mit der gleichen Menge geglühtem Seesand unter Zusatz von etwas Bzl.-A.-Gemisch oder A. allein in der Achatreibschale 1 Min. verrieben. Das Lösungsm. wird mit dem Filterpapierstäbchen (Durchmesser des Stäbchenkopfes 5 mm) an der Filtrierpipette abfiltriert u. zweimal unter kurzem Zerreiben mit dem Pistill mit dem Lösungsm. nachgewaschen. Die in der Filtrierpipette vereinigten blanken Extrakte werden nach dem Abziehen des Filterstäbchens u. Ausblasen in ein großes Spitzröhrchen abgelassen. Das Lösungsm. wird im elektr. Luftbad (105°) verdampft. Der trockene Extrakt wird am großen Mikrorückflußkühler mit Ä. gekocht, die Lsg. an der Filtrierpipette mit dem Filterstäbchen abfiltriert, zweimal mit wenig Ä. nachgewaschen u. in ein zweites Spitzröhrchen abgelassen. Nach dem Verdampfen des Ä. wird der Extrakt nach Zusatz von 3 Tropfen konz. H₂SO₄ u. zeitweiligem Zusatz von H₂O₂ (30%ig.) verascht. Die farblose Lsg. wird mit dest. W. verd. u. in einen 100 ccm Maßkolben gebracht, zur Hälfte aufgefüllt u. mit 3 ccm Mo. H₂SO₄ (1 Vol. 10%ig. Ammonmolybdatlsg. + 3 Vol. 50%ig. H₂SO₄) versetzt, mit W. bis fast zur Marke aufgefüllt, 4 Tropfen SnCl₂-Lsg. (0,5 g SnCl₂ p. a. MERCK in 5 ccm konz. H₂SO₄ gelöst u. mit 45 ccm W. verd.) zugesetzt, bis zur Marke aufgefüllt, nach 30 Min. Stehen im Dunkeln mit dem Elektrophotometer nach B. LANGE, Modell III, colorimetriert. Beleganalysen mit verschied. Einwaagen u. Extraktionsmitteln. (Fette u. Seifen 51. 93—94. März 1944. Graz, Inst. f. Landwirtschaftl. Technologie der Techn. Hochschule.)

NEU

G. Gorbach, *Anwendung von Mikromethoden auf dem Fettgebiet VII. Bestimmung der festen und flüssigen Fettsäuren nach dem Twitchell-Bleisalzverfahren*. (VI. vgl. vorst. Ref.) Die Best. der festen u. fl. Fettsäuren ist mit Hilfe der Mikrometh. schon mit 10 mg Substanz durchführbar, im allg. werden jedoch 20—30 mg verwendet, wobei die Durchführung etwa zwei Tage in Anspruch nimmt. Zur Vermeidung des Umkrystallisierens der Bleiseifen werden diese mit 70%ig. A. ausgewaschen u. mit demselben Lösungsm. unter Zusatz von 25% Ä. nachgewaschen. Im Orig. ist die Abtrennung des Unverseifbaren, der festen Fettsäuren u. die Gewinnung der fl. Fettsäuren mit Hilfe der Mikromethoden ausführlich beschrieben. Die erhaltenen Werte an festen Fettsäuren aus Olivenöl, Kürbiskernöl u. Schweinefett werden mit Werten nach einer unveröffent-

lichten Mikro-BERTRAM-Meth. verglichen. Aus einer Versuchsmischung mit 14,95% Palmitin-, 5,46% Stearin- u. 79,59% Ölsäure werden von 21,41% festen Gesamtfettsäuren prakt. 19,82% wiedergefunden. (Fette u. Seifen 51. 94—96. März 1944. Graz, Inst. für Landwirtschaftl. Technologie der Techn. Hochschule.) NEU

G. Gorbach und A. Jurinka, *Anwendung von Mikromethoden auf dem Fettgebiet. VIII. Eine Mikroschnellmethode zur Bestimmung des Wassergehaltes.* (VII. vgl. vorst. Ref.) Als Grundlage für die Mikroschnellmeth. zur W.-Best. in Ölsaaten diente das Verf. von JAKOWENKO (C. 1925. II. 2010), das entsprechend verfeinert wurde. Das Prinzip der Meth. beruht auf der Rk. von CaC₂ mit dem W. der Substanz, wobei eine dem W. proportionale Menge an Acetylen entwickelt wird, das volumetr. gemessen wird. Das Verf. wird mit Mengen von 50—200 mg durchgeführt. Einzelheiten im Original. Vergleichsverss. mit der Destillationsmeth. nach FISCHER u. HAUSER (C. 1942. II. 1153) ergaben gut übereinstimmende Werte, während bei der Trockenschrankmeth. sich beträchtliche Unterschiede zeigen, die vermutlich auf flüchtige Anteile in den Ölsaaten zurückzuführen sind, wie aus Verss. mit Drogen, die äther. Öle u. a. flüchtige Stoffe enthielten, hervorgeht. (Fette u. Seifen 51. 129—31. April 1944. Graz, Inst. für Landwirtschaftl. Technologie, Forschungsstelle für Mikrobiologie u. Lebensmittelchemie der Techn. Hochschule.) NEU

Th. Hinko, *Die natürliche Rohtalgfärbung, ein relativer, optischer Qualitätsindikator.* Die natürliche Eigenfarbe der Rohtalge ist nur als relativer Indikator zur Gütebeurteilung heranzuziehen, da sie von der Fütterung abhängig ist. Daher ist die Aufstellung eines Farbtestes weder erstrebenswert noch maßgebend für die Beurteilung der Qualität von Roh- u. Fertigtalgen. Die Farbtiefe von Premierjus (I) ist ohne Einfl. auf die Güte des Produktes. Eine künstliche Anfärbung von I mit natürlichen Carotinen kann durch Einw. von Licht unerwünschte Folgen haben. Bei der Entfernung des natürlichen Talgfarbstoffes wird zwar das Prooxygen Carotin entfernt, dabei wird aber gleichzeitig das Provitamin A u. das Kennzeichen für natürlich erschmolzenes I entfernt. Die Vernichtung des natürlichen Talgfarbstoffes muß bei der Gewinnung möglichst vermieden werden. Als Schutz gegen die Lichteinw. wird eine Filterung des akt. Strahlenbereiches vorgeschlagen, was durch Verwendung eines Lichtschutzlackes möglich ist, der als Anstrich der Fenster der Fabrikationsräume aufgetragen wird. (Fette u. Seifen 51. 149—51. April 1944. Wien.) NEU

Pante, *Beitrag zur „Neutralrot-Fettprüfung“ nach Schönberg.* Die Prüfung nach SCHÖNBERG (vgl. C. 1943. I. 1231, vgl. auch RAUTMANN u. TILGNER, C. 1943. II. 1426), die in einer Serienprüfung an 500 Proben angewandt wurde, kann, wenn es nur auf *Ranzigkeit* ankommt, die Geschmacksprobe voll ersetzen, was bei solchen Massenunterss. von großer Bedeutung ist. Andere Geschmacksabweichungen, z. B. nach Darmfett, werden jedoch nicht erkannt, so daß auf die Geschmacksprobe nicht ganz verzichtet werden kann. Es wird eine geringe Abweichung von der Originalmeth. mitgeteilt. (Z. Fleisch- u. Milchhyg. 54. 71—72. 15/1. 1944.) O. BAUER

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, *Spalten von Fetten und Ölen.* Für die Reaktivspaltung verwendet man Spalter, die man aus Oxyarylsulfonsäuren durch Ersatz eines H-Atoms durch einen cycloaliph. Rest erhält. Bes. geeignet sind die sulfonierten Kondensate aus *Terpenen u. Oxyarylen*, wie z. B. aus *Naphthol u. Dipenten* oder aus Phenol u. Terpeneol. — 17 (Teile) 4-Oxydiphenyl u. 15 Dipenten werden mit 28 Monohydrat sulfoniert, das Sulfonat wie üblich aufgearbeitet u. davon etwa 1% beim Spalten von Olivenöl zugesetzt. (Schwz. P. 230 909 vom 2/4. 1942, ausg. 17/4. 1944.) MÖLLERING

J. H. Wiglevan N. V., Rotterdam, Holland, *Füllen von Seifen.* Frisch hergestellten heißfl. Seifen, die frei von Alkali sind, setzt man ein *Kieselsäuresol* zu, das prakt. nicht sauer reagiert. Man erhält eine homogene Seifenmasse mit sehr guten Wascheigenschaften. — Ansatz: 75 (kg) Sojafettsäure, 24 Palmolivenfettsäure, 28 Natronlauge von 30° Bé, 24 Kalilauge von 47,5° Bé u. 80 l W. Man verseift bei 70° u. setzt dann 230 l Kieselsäuresol, das aus 115 l Wasserglas-Lsg. (1 Vol. 38° Bé auf 2 Vol. W.) u. 115 l verd. Salzsäure erhalten worden ist, zu. (Holl. P. 56 339 vom 31/12. 1940, ausg. 15/6. 1944.) MÖLLERING

„Novag“ Akt.-Ges. Zürich, Zürich, Schweiz, *Seifenfreies Körperreinigungsmittel* in Stückform, das schaubildende Netzmittel u. Mineralstoffe in koll. Form enthält. dad. gek., daß mindestens ein Teil der schaubildenden Netzmittel aus Salzen der gegebenenfalls alkylierten oder arylierten *Polyhydronaphthalinsulfosäuren* besteht, z. B. aus *tetrahydronaphthalinsulfosäurem Na* oder der *Isopropyltetrahydronaphthalinsulfosäure-Triäthanolamin-Verbindung*. Außerdem kann das Reinigungsmittel enthalten:

Bindemittel, wie Stärke oder Dextrin, Ligninsulfonat, lösl. Eiweißstoffe, lösl. Milchsäure oder die Festigkeit oder Abnutzungsbeständigkeit erhöhende Stoffe von wachsartiger Konsistenz, wie Paraffin oder Ceresin. (Schwz. P. 229 305 vom 17/12. 1941, ausg. 17/1. 1944.) GRÄGER

Chemische Fabrik Joh. A. Benckiser G. m. b. H., Ludwigshafen a. Rh., Herstellung einer zur Kompleksatzbildung mit Metallionen geeigneten Stickstoffphosphorsäureverbindung, dad. gek., daß man Phosphorsäuren, die in wasserfreiem Zustande einen P₂O₅-Geh. zwischen 72,55 u. 88,75 besitzen, mit Harnstoff so lange u. auf solche Temp. erhitzt, daß die anfangs schwächere u. später stürm. Rk. wieder zurückgeht u. wesentliche CO₂-Dämpfe nicht entweichen u. im Anschluß daran noch weiter auf höhere Temp. erhitzt. Die Umsetzungsprodd. besitzen die Fähigkeit, mehrwertige Metallionen, bes. Erdalkalisalze, komplex zu binden. Sie zeigen waschaktive Eigenschaften. Je nach dem Verwendungszweck können sie mit Soda oder Wasserglas durch Zusatz von Alkalien oder NH₃ neutralisiert werden. — 110 (g) einer 89%ig. H₃PO₄ werden mit 60 Harnstoff vermischt u. zunächst auf 135° erhitzt, später noch mehrere Stdn. auf 200°. (Schwz. P. 228 924 vom 1/2. 1940, ausg. 1/12. 1943. D. Priorr. 21/2. u. 24/8. 1939.) M. F. MÜLLER

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, Kondensationsprodukt. Man erwärmt 1 Mol. techn. 1-Phenyl-3-methylpyrazolon-4'-sulfonsäure in Ggw. von NaOH einige Stdn. mit 1 Mol. ar-2-Chlormethyltetrahydronaphthalin. Beim Aufarbeiten erhält man ein in W. leicht lösl., als Netzmittel geeignetes Pulver. (Schwz. P. 230 679 vom 6/3. 1942, ausg. 1/4. 1944.) NOUVEL

August Chwala, Wien, Hochmolekulare Esterglucoside. β-Chloräthylglucosid wird mit den Alkalisalzen von hochmol. Fettsäuren in der Wärme umgesetzt. Z. B. erhitzt man β-Chloräthylglucosid mit aus Talg- oder Cocosfettsäuren bereiteter Na-Seife in Ggw. von Na₂CO₃ auf 100—120°, geht innerhalb von ½ Stde. auf 140° u. hält bei dieser Temp., bis eine in W. gelöste Probe nach dem Ansäuern nur schwach opalesziert. Es entsteht ein Gemisch von Oleoyl-, Palmitoyl- u. Stearoyläthylglucosid. Wasch- u. Reinigungsmittel. (Schwz. P. 228 926 vom 15/7. 1939, ausg. 16/12. 1943. D. Priorr. 15/7. u. 31/10. 1938.) NOUVEL

XVIII. Faser- u. Spinnstoffe. Holz. Papier. Cellulose. Kunstseide. Linoleum usw.

G. F. Davidson, Beobachtungen über die Ursachen der Trübung in Dispersionen von Baumwolle oder modifizierter Baumwolle in Kupferammon. Nach Arbeiten von WHISTLER, MARTIN u. HARRIS (C. 1941. II. 129) gibt Baumwolle, die nur durch Extraktion mit A. u. Ä. vom Wachs befreit wurde, wolkige Lsgg. in Cuoxam, während mit NaOH ausgekochte Baumwolle klare Lsgg. gibt. Die genannten Autoren führten dies auf die Anwesenheit von Pektinprodd. zurück. Vf. konnte an Baumwolle, die mit Alkali, aber nicht mit einem flüchtigen Lösungsm. extrahiert war, zeigen, daß auch das Wachs eine Ursache der Trübung sein kann. Als Baumwolle wurde eine pulverige Hydrocellulose benutzt, bei der durch die Säurebehandlung das Pektin wenig, das Wachs garricht gelitten hatte. In dem in Cuoxam unlösl. Anteil konnte bis 60% Baumwollwachs nachgewiesen werden. Rohe Baumwolle gab bis 0,68% unlösl. Anteile, mit CHCl₃ entwachste Baumwolle nur 0,05%. Das Auftreten ungelöster Celluloseanteile ist oberhalb einer gewissen Konz. möglich; Vf. fand, daß sich in 100 ccm Cuoxam 4—5 g Hydrocellulose lösten. (J. Textile Inst. 34. T. 97—102. Nov. 1943.) FRIEDEMANN

T. J. Ward und C. Ainsworth Mitchell, Identifizierung von Zerstörungstaub. Beschreibung der Erfassung von Zerstörungstaub auf neuen Kleidungsstoffen mit Hilfe eines Seidenfilters u. eines üblichen Staubsaugers. Mikroskop. (3 Abb.) u. chem. Nachw. von Holz, Farbteilchen, CaSO₄ u. Al-Salzen. Gewöhnlicher Straßenstaub enthält im Gegensatz hierzu hauptsächlich SiO₂-haltiges Material u. organ. Stoffe. (Analyst 69. 121. April 1944.) ECKSTEIN

Phrix-Arbeitsgemeinschaft, Hamburg, Avivagemittel aus Tallöl. Die benutzte Fettsäure besitzt einen Harzsäuregeh. von 1—80%. (Belg. P. 448 956 vom 29/1. 1943, Auszug veröff. 15/9. 1943. D. Priorr. 31/12. 1941.) NOUVEL

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Umsetzungsprodukt aus Hexamethylolmelamin (I) u. Äthylenoxyd (II). Durch Umsetzen der beiden Stoffe im Molverhältnis 1:6 erhält man ein fast farbloses, viscoses, schwach bas. Öl, das in W. klar lösl. ist, gute Stabilisier-Wrkg. für leicht weiterkondensierende Prodd. besitzt u. sich

zur Appretur von Textilien eignet. — 306 (Teile) I werden in 300 W. unter Erwärmen aufgelöst, 0,1 Ätznatron zugesetzt u. unter Rühren bei 80—100° solange II eingeleitet, bis die Gewichtszunahme 265 Teile beträgt. Nach Abfiltrieren der entstandenen Lsg. von Verunreinigungen wird das Filtrat bei 70—80° im Vakuum bis zur Gewichtskonstanz eingedampft. (Schwz. P. 230 185 vom 6/2. 1942, ausg. 1/3. 1944. D. Prior. 22/2. 1941. Zus. zu Schwz. P. 227 351; G. 1944. I. 833.)

GANZLIN

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Hydroxylgruppen enthaltende basische Kondensationsprodukte* erhält man durch Umsetzen der Alkyloxyverb. arom. heterocycl. oder schwach bas. aliphat. NH₂- oder NH-Gruppen haltiger Verb. mit prim., sek. oder tert. Alkylolaminen unter weiterer Einw. eines Aldehyds oder mit deren Abkömmlingen, die durch Einw. von Aldehyden erhalten werden, in Ggw. oder Abwesenheit ein- oder mehrwertiger Alkohole. Die Komponenten werden vorzugsweise bei Temp. über 70° so lange erhitzt, bis der gewünschte Kondensationsgrad erreicht ist. Die Prodd. sind zur *Textilveredelung*, z. B. für die *Animalisierung* von Fasern oder Geweben aus Cellulose geeignet. Durch weitere Umsetzung mit hochmolekul. Fettsäuren erhält man salzartige, in wss. Lsg. stark schäumende, z. B. zum *Weichmachen von Kunstseide* geeignete Stoffe. — 126 (kg) Melamin werden in 243 CH₂O (37%ig.) unter Zusatz von 0,5 MgCO₃ bei 70—75° gelöst, 65 Monoäthanolamin innerhalb 15 Min. u. nach Abkühlen auf 55° nochmals 81 CH₂O bei 55—75° zugesetzt u. die Temp. ca. 20 Min. auf 75° gehalten. Nach Abkühlen auf 50° u. Filtrieren erhält man 510 einer viscosen, farblosen Lsg., die beliebig mit W. verd. werden kann. Zur Bldg. des Endprod. wird zunächst im Vakuum u. zuletzt bei gewöhnlichem Druck entwässert, wobei man die Temp. bis ca. 105° steigen läßt. (Schwz. P. 229 608 vom 17/2. 1942, ausg. 1/2. 1944. D. Prior. 17/3. 1941.)

GANZLIN

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Imprägnieren von Faserstoffen*. Die Fasern werden mit Mischungen aus *Phenolen* u. *Ethern* von hochmol. Fettsäuren, gegebenenfalls unter Zusatz von Weichmachern, Trockenstoffen, Harzen, Lösungsmitteln u. Insektiziden, imprägniert. Die Ester können durch Kondensationsprodd. aus hochmol. Fettsäuren, Polycarbonsäuren u. mehrwertigen Alkoholen ersetzt werden. Sie verhindern die Verteilung der Phenole durch Wasser. (Belg. P. 448 629 vom 6/1. 1943, Auszug veröff. 15/9. 1943. D. Prior. 7/7. 1939.)

NOUVEL

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Imprägnierung von Stapelfasern*. Fein gepulverte, durch Vulkanisation erhältliche Prodd. werden der frisch bereiteten Stapelfaser einverleibt. Die entstandene M. wird zwecks Herst. von Lederimitationen mit Dispersionen oder Lsg. von Polymerisationsprodd. behandelt. (Belg. P. 450 444 vom 4/5. 1943, Auszug veröff. 15/2. 1944. D. Prior. 25/3. 1942.)

NOUVEL

Hans Dieter Gewecke, Bamberg, *Imprägnieren von Holz in Trögen*. Die Tränkung erfolgt mittels wss. Lsgg. fungicider Salze in offenen Trögen, in die das Holz in saftfrischem Zustand eingebracht wird. Zwecks Erleichterung des Eindringens der Tränkl. wird mit Hilfe von Vakuum Saft u. Luft mindestens an einer Stelle der Oberfläche aus dem Holz herausgesaugt. Bei länglichen Holzstücken wird Saft u. Luft an einer Stirnseite oder an beiden Stirnflächen gleichzeitig oder an mindestens einer Stelle der Mantelfläche oder gleichzeitig an mindestens einer Stelle der Mantelfläche u. an mindestens einer der Stirnflächen herausgesaugt. Zweckmäßig unterstützt man das Eindringen der Fl. noch durch in das Holz eingetriebene Schlitze. Die Tränkl. soll mit einer Temp. von 25—30° zur Anwendung gelangen. (Schwz. P. 228 253 vom 14/2. 1942, ausg. 1/11. 1943. N. Prior. 21/5. 1941.)

BEIERSDORF

Paul Friedrich Habegger und Hans Habegger, Wiedlisbach (Bern, Schweiz), *Imprägnieren von Holzkörpern, insbes. Leitungsmasten*. Annähernd über die ganze Länge des Holzkörpers wird ein Loch gebohrt, durch das dem Holz Imprägniermasse unter Druck zugeführt wird, wobei das Kernholz von innen nach außen durchtränkt wird. Nach Beendigung dieser Imprägnierung wird das Loch noch mit einer als Reserve dienenden Imprägniermasse gefüllt, z. B. *Fuornatrium*, *Dinitrophenol*, *Arsensäure*, *Teeröl*. Um ein zu starkes Absinken der Imprägniermasse im Laufe der Zeit zu verhindern, werden beim Einfüllen in gewissen Abständen Holzzapfen oder andere Zapfen in das Loch geschoben, um dieses zu unterteilen. (Schwz. P. 229 4.9 vom 13/8. 1941, ausg. 1/2. 1944.)

BEIERSDORF

Soc. d'Exploitation des Brevets Charles Tellier, Paris, *Cellulosepaste*. Der pflanzliche Ausgangsstoff besteht aus Sambrecus (Sambrecus Nigra u. Sambrecus Ebulus), gegebenenfalls gemischt mit einer bestimmten Menge Helianthus oder einem andern Stoff mit langen Fasern. (Belg. P. 451 531 vom 19/7. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944. F. Prior. 16/4. 1942.)

NOUVEL

Soc. d'Exploitation des Brevets Charles Tellier, Paris, *Cellulosepaste*. Der Ausgangsstoff wird mechan. in der Kälte in Ggw. einer verhältnismäßig geringen Menge eines

geeigneten Mittels zu Pulver zerkleinert, bis es in ausreichendem Maße angegriffen ist Vor oder nach der Zerkleinerung kann die Maschine gewaschen werden. Zeichnung. (Belg. P. 451 533 vom 19/7. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944. F. Prior. 22/2. 1943.)

NOUVEL

Alliance Européenne S. A., Brüssel, *Hydrophiles Cellulosegel*. Das Alkali einer 18—40%ig. Lsg. wird auf Cellulose durch Befeuchten fixiert, derart, daß ein bestimmter Feuchtigkeitsgeh. in dem gebildeten Prod. verbleibt. Dieses wird zu einem hydrophilen Gel entpolymerisiert, dessen Faserstruktur nicht wieder hergestellt werden kann. (Belg. P. 451 725 vom 31/7. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944.)

NOUVEL

Scherling A. G., Berlin, *Formkörper aus Folien von Celluloseestern*. Die gequollenen Folien werden getrocknet u. dann unter Druck geformt. Anschließend kann erhitzt werden, um Reste des Lösungsm. auszutreiben. (Belg. P. 451 517 vom 17/7. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944. D. Prior. 18/7. 1942.)

NOUVEL

Scherling A. G., Berlin, *Formkörper aus Schichten*. Folien von prim. Celluloseestern werden gequollen, geschichtet u. nach dem Trocknen unter eventueller Anwendung von Wärme gepreßt. (Belg. P. 451 518 vom 17/7. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944. D. Prior. 18/7. 1942.)

NOUVEL

Kalle & Co. A. G., Wiesbaden-Biebrich, *Überziehen von Folien aus Hydrocellulose mit hydrophoben Schichten*. Die Folien werden mit Lsgg. von Isocyanaten behandelt u. dann mit den hydrophoben Schichten bedeckt, oder die Isocyanate werden den Lsgg., die zur Herst. der hydrophoben Schichten dienen, zugefügt. (Belg. P. 451 441 vom 10/7. 1943, Auszug veröff. 17/3. 1944. D. Prior. 4/8. 1942.)

NOUVEL

E. I. du Pont De Nemours and Co., Wilmington, Del., V. St. A., *Plastische Massen, Fasern, Filme und ähnliche Gebilde*, dad. gek., daß sie aus einem Eiweißstoff (I) u. einem einfachen Polyamid (II) oder Mischpolyamid (III) bestehen. Zur Herst. solcher MM. od. dgl. verfährt man vorzugsweise so, daß man Lsgg. von I mit Lsgg. von II oder III mischt oder die genannten Stoffe in gemeinsamen Lösungsmm. löst. Als I verwendet man z. B. Gelatine, Casein, Zein, Fibroin usw. Z. B. löst man ein III aus 68,2 (Gewichtsanteilen) Hexamethyldiaminadipinat u. 45,5 Caprolactam in einer Mischung von 642 Chloroform (IV) u. 183,6 Methanol (V), setzt der Lsg. 96,6 Toluolsulfonäthylamid als Weichmacher zu u. vermischt diese Lsg. mit einer Lsg. von 104 Zein in einem Gemisch von 310 IV u. 83 V. Aus dieser Lsg. kann man klare, dauernd elast. Filme gießen, die bedeutend widerstandsfähiger sind als solche aus reinem I. (Holl. P. 55 385 vom 14/6. 1941, ausg. 15/10. 1943. A. Prior. 14/6. 1940.)

SARRE

„Montecatini“ Soc. Gen. per l'Industria Mineraria et Chimica, Mailand, *Behandlung von Fäden aus synthetischen Linearpolyamiden*. Ein synthet. Linearpolyamidfaden, der mit TiO₂ lichtundurchlässig gemacht worden ist, wird mit einer Lsg. eines mit Borsäure teilweise verseiften Polyvinylacetats imprägniert u. danach mit einer wss. Lsg. behandelt, die 0,45(%) Seife, 0,45 Na₂PO₄ u. 0,45 des Na-Sulfonats einer Säure mit 12—18 C-Atomen enthält. Die Behandlung findet mit der 98,8° heißen Lsg. etwa 15 Min. lang statt. Danach wird durch Zugabe von kaltem W. die Temp. der Lsg. auf 82° abgekühlt u. das Fasermaterial dabei 40 Min. lang behandelt. Anschließend wird das Prod. bei 71° mit einer wss. Farblsg. behandelt, dann geschleudert u. mit gesätt. Dampf behandelt. (It. P. 395 169 vom 4/10. 1941.)

M. F. MÜLLER

„Montecatini“ Soc. Generale per l'Industria Mineraria e Chimica, Mailand. *Leimen und Überziehen von Fäden, Bändern und dergleichen aus synthetischen Linearpolyamiden*. Die Fäden od. dgl. werden mit einer verd. wss. Gerbsäurelsg., der ein wenig Oxalsäure zugesetzt wurde, um Spuren von Eisen zu vernichten, behandelt, u. anschließend wird ein Überzug aus einem Polyhydrosilicat u. einem Protein, z. B. Gelatine, oder aus einem teilweise verseiften Polyvinylacetat aufgebracht, z. B. in Form einer 8%ig. Lsg. davon. (It. P. 395 611 vom 1/10. 1941.)

M. F. MÜLLER

XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle.

W. A. Kirkby, *Bemerkungen zu jüngsten Fortschritten der Brennstofftechnik*. Ultrafeinstruktur der Kohle. Vermiculit für Wärmeisolierung. Brennstoffmengen u. -bedarf in USA. Ein neuer kohlenstaubgefeuerter Ofen. Eigv. von Brennstoffaschen. Kohlenabbau in Amerika. (Fuel Sci. Pract. 23. 55—57. Mai/Juni 1944.)

SCHUSTER

J. G. King, *Das „Backen“ von Kohle*. Beziehungen zwischen der Backfähigkeit einerseits u. dem Geh. an Kohlenstoff, Sauerstoff u. flüchtigen Bestandteilen in der Reinkohle andererseits. (Fuel Sci. Pract. 23. 61—64. Mai/Juni 1944. London.)

SCHUSTER

W. Landsberg, *Die Verwendung von Ersatztreibstoffen auf dem Kontinent*. Allg. wirtschaftliche Betrachtungen über die Verwendung von Holzgas, hochkomprimierten

Gasen u. Flüssiggas in Deutschland u. den angrenzenden Ländern. (Engineering 153. 114—15. 6/2. 1942.)
ROSENDAHL

Maurice Dérivé, *Tagungen in der S. I. A. über die Gasindustrie und Austauschtreibstoffe.* Bericht über eine Reihe von Vorträgen, die die Bedeutung der Gasindustrie für die Erzeugung von Austauschtreibstoffen, die Herst. von komprimiertem Gas, die Kosten der Kompression u. die Reinigung des Gases behandeln. Ferner wird die Erhöhung des Gasheizwertes durch chem. u. physikal. Verff., die Gewinnung von Öl u. Bzl. aus den Kondensaten, die Beschaffenheit der Gasflaschen, die Ausrüstung der Fahrzeuge u. die Verwendung von komprimiertem u. nichtkomprimiertem Gas im Fahrzeug besprochen. Weiter wird über den Generatorokoks, seine Herst., Eigg., Verteilung, Verwendung u. die Verkokung von Holz u. Braunkohlen in Gaswerken berichtet. Zum Schluß wird auf die Gewinnung von Bzl. u. Ölen in Gaswerken eingegangen u. ein zusammenfassender Überblick über die Rolle, die die Gasindustrie für die Herst. von Austauschbrennstoffen spielt, gegeben. (Energie 28. 144—47. Juni 1944.)
WITT

Paul-Otto Veh, *Die Beseitigung des Schwelwassers bei mittleren und kleinen Generator-Kaltgas-Erzeugungsanlagen.* Auf Grund des vorliegenden Schrifttums wird über die Reinigung der Schwelwässer mit Hilfe biolog. Verff. berichtet. Im Anschluß daran erfolgt eine Darst. der Schwelwasserbeseitigung durch Zugabe zur Vergasungsluft des Generators oder durch unmittelbare Verbrennung. Die verschied. Verff. werden durch Schaubilder schemat. dargestellt. Angaben über den Wirkungsgrad der einzelnen Verfahren. (Stahl u. Eisen 64. 222—26. 6/4. 1944.)
ROSENDAHL

Martin A. Elliott und L. B. Berger, *Die Verbrennung im Dieselmotor. Die Wirkung des Zusatzes von gasförmigen Brennstoffen zur Verbrennungsluft.* Aus den durchgeführten Verss. wird entnommen, daß eine gute Verbrennung im Dieselmotor wahrscheinlich lediglich in dem Raume der örtlichen Konzentrierung des Brennstoffes stattfindet u. wahrscheinlich einen Mindestwert wie die Mindestgrenze der Entflammbarkeit hat. Gebiete, in denen die Konzentration des Treibstoffes geringer ist, werden als „mager“ bezeichnet, weil keine Entflammung eintritt, es sei denn, daß eine unmittelbare Flammenzündung eintritt. Die Wichtigkeit solcher „magerer“ Zonen als Que le für das Kohlenoxyd u. die Aldehyde im Auspuff wird dargelegt. Die Best. der Menge der Stickoxyde offenbart die möglichen Beziehungen zwischen den beobachteten Ergebnissen u. den Zonen, die in intensiver Verbrennung stehen. — Diese gemachten Beobachtungen waren wichtig, um die Wrkg. des Zusatzes von Erdgas zum Sauerstoff richtig beurteilen zu können. Ein abschließendes Urteil konnte jedoch noch nicht abgegeben werden, doch scheint hierdurch eine neue Phase der Technik des Betriebes von Dieselmotoren anzufangen. (Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 34. 1065—71. Sept. 1942. Pittsburg, U. S. Minenbüro, Zentral-Vers.-Stat.)
ROSENDAHL

Louis Mantell, *Gebleitete Treibstoffe, gegenwärtige Maschinenprobleme und Vorschläge zu ihrer Lösung.* In neuester Zeit sind durch die Verwendung gebleiteter Treibstoffe mit einer hohen OZ große Schwierigkeiten in der Maschine aufgetreten. Die größten Unannehmlichkeiten bereiten dabei die bleihaltigen Ablagerungen, die sich im Laufe der Zeit bilden. Diese enthalten in der Hauptsache Bleioxyde, die bei den herrschenden hohen Temp. beschleunigende Wrkgg. ausüben können u. somit zu oxydativen Zerstörungen der Metalle (bes. an den Ventilen) führen. Es handelt sich also in der Hauptsache darum, dafür zu sorgen, daß die an den Ventilen auftretenden hohen Hitzgrade möglichst vermieden werden. Vf. führt die hierzu von den verschied. Seiten gemachten Vorschläge auf. Auch wird darauf hingewiesen, daß durch die Verwendung von verzweigt-kettigen KW-stoffen Treibstoffe zur Verfügung stehen, die ohne Zusatz von Blei eine gleich hohe OZ aufzuweisen haben. Von der Maschinenseite her wurde festgestellt, daß durch Verwendung von Ventilen mit Kupferkernen die Ventile viel widerstandsfähiger gegen die Einw. der hohen Hitzgrade sind. (Automobile Engr. 34. 183—85. Mai 1944.)
ROSENDAHL

S. S. Mackeown und Victor Wouk, *Über die Bildung elektrischer Aufladungen durch strömendes Benzin.* Die in Rohrleitungen strömenden Bznn. können unter Umständen so starke elektr. Spannungen hervorrufen, daß es zur Funkenbildg. kommt, wodurch wiederum ein Bzn.-Luft-Gemisch zur Entzündung kommen kann. Die auf diese Weise entstehenden Spannungen sind jedoch z. B. so klein, daß sie mit den n. App. nicht gemessen werden können. Vf. haben daher mit Hilfe von Vakuumröhren der Radiotechnik einen Meßapp. gebaut, der eingehend an Hand eines Schaltschemas beschrieben wird. Es wurden von seiten der Industrie bereits verschied. Vorsichtsmaßnahmen getroffen, um diese Spannungsbildung zu vermeiden, damit keine Funkenbildg. eintritt. Der Hauptzweck der Arbeit war der, festzustellen, wie groß die durch strömendes Bzn.

verursachten Spannungen sein können. Die Messungen wurden in der Hauptsache an Tankstationen unter n. Bedingungen durchgeführt, insbes. beim Beladen der Tankwagen u. beim Entleeren dieser Tankwagen in die Gruben der Tankstationen. Es konnten dabei Werte bis zu 80×10^{-7} Amp. je Gallone u. Min. ermittelt werden. (Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 34. 659—64. Juni 1942. Pasadena, Calif., Kaliforn., Inst. f. Technologie.)

ROSENDAHL

B. L. Harrington und Mortimer P. Starr, *Ein ätherunlösliches Hahnschmiermittel*. 9 g lösl. Stärke werden in 22 g Glycerin suspendiert u. das Ganze auf 140° erhitzt. Nach kurzem Stehen wird die klare Lsg. von dem gebildeten Bodensatz abgegossen u. dann erkaltet gelassen. Am andern Morgen hat das Gemisch die Konsistenz eines schweren Maschinenfettes. Es hat sich als sehr gut brauchbar erwiesen. (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 14. 62. Jan. 1942. Ithaka, Cornell Univ. u. Brooklyn, Coll.)

ROSENDAHL

C. G. Gray, *Eigenschaften und Verwendung von Erdölparaffin („wax“)*. Eigg. der verschied. Paraffine, die aus dem Erdöl gewonnen werden können. Die aus den C₁₈ bis C₃₅-KW-stoffen bestehenden Paraffine können zu Kerzen, Nachtlichtern u. Wachsstöcken verarbeitet werden, deren Herstellungsgang geschildert wird. Eine zweite Verwendung ist die Herst. von Wachspapieren verschied. Art. Schilderung des Fabrikationsganges. Daneben werden noch andere Verwendungsarten kurz aufgeführt, wie Poliermittel, Wachsgarne, Imprägnieren von Streichhölzern, Überziehen von Museumstücken usw. Andere Paraffine, die in der Hauptsache aus den Rückständen der Dest. des Erdöls gewonnen werden, haben nicht einen so großen Anwendungsbereich gefunden. Ihre Verwendungsmöglichkeit wird kurz zusammenfassend dargestellt. (J. Inst. Petrol. 30. 57—67. März 1944.)

ROSENDAHL

—, *Torfparaffin aus Neuseeland*. Das neuseeländ. Torfparaffin läßt sich gut für Poliermittel verwenden. (Chem. Trade J. chem. Engr. 113. 487—88. 19/11. 1943.)

ROSENDAHL

Friedrich Jödicke, *Das Verhalten der Asphaltbeläge gegenüber der Einwirkung von Bomben*. Erfahrungen haben ergeben, daß Stabbrandbomben ein wenig in die Asphaltdecke eindringen ohne sie wesentlich zu beschädigen. Das Feuer findet in dem Belag keine Nahrung u. breitet sich deshalb nicht weiter aus. Es bildet sich eine verkolhte Oberfläche, unter der der übrige Asphalt unversehrt bleibt. Die gleichen Erscheinungen zeigen sich auch beim Aufschlag von Phosphorkanistern. Asphaltbeläge behindern demnach das Ausbreiten des Feuers. Auch bei Feuerlöschteichen haben sich Asphaltmastixabdichtungen aus den gleichen Gründen bewährt. Bei Einw. von Sprengbomben werden die Asphaltbeläge nicht so stark zerstört wie Beton. (Techn. Gemeindebl. 47. 74—76. März 1944.)

ROSENDAHL

R. Belcher und C. E. Spooner, *Die Mikroanalyse fester Brennstoffe*. II. *Die Elementaranalyse*. Die Best. von C u. H erfolgt nach einer Abänderung der Methode von FRIEDRICH, der N wird nach einem abgeänderten KJELDAHL-Verf. ermittelt. Die Best. des S könnte nach einer für organ. Verb. ausgearbeiteten Meth. durch Übersichten der Probe mit Aluminiumoxyd u. Verbrennung bei 1350° erfolgen. (Iron Coal Trades Rev. 148. 134—36. 28/1. 1944.)

SCHUSTER

R. Belcher und C. E. Spooner, *Die Mikroanalyse gasförmiger Brennstoffe*. III. (II. vgl. vorst. Ref.) Zusammenfassende Übersicht der bei der Unters. gasförmiger Brennstoffe gebräuchlichen Mikromethoden. (Iron Coal Trades Rev. 148. 165—66. 4. Febr. 1944.)

SCHUSTER

O. Niezoldi, *Die Kohlenuntersuchungen beim Abnahmeversuch an Dampfkesseln*. Vf. versucht die Ursachen von starken Abweichungen in den Ergebnissen von Heizwertbestimmungen verschied. Laboratorien zu klären. Sie liegen teils in der Probe-entnahme, teils in der Laboratoriumsarbeit. Notwendig erscheint eine einheitliche strenge Beachtung der einschlägigen Normvorschriften. (Anz. Maschinenwes. 65. Nr. 46. Suppl. 67—68. 12/11. 1943. Berlin.)

SCHUSTER

A. E. Beet, *Die Bestimmung von Kohlendioxyd in Kohlen*. Beschreibung einer App. u. Arbeitsweise zur gasometr. Best. von Kohlendioxyd in Kohlen. Vergleichsunters. zur Meth. von SINNATT u. HARRISON. Sonstige Anwendungsmöglichkeiten der Apparatur. (Fuel Sci. Pract. 23. 58—60. Mai/Juni 1944. Sheffield.)

SCHUSTER

J. G. de Voogd, *Die Wertbestimmung von frischer-Gasreinigungsmasse*. An Stelle der Ermittlung des Fe-Geh. u. Umrechnung auf Fe(OH)₃ hält Vf. das Schwefelwasserstoffaufnahmevermögen für den richtigeren Maßstab. Durch Vergleichsunters. von 46 Proben wurde festgestellt, daß bei natürlichen Reinigungsmassen das Aufnahmevermögen für Schwefelwasserstoff im Mittel 0,408mal dem Geh. an Fe(OH)₃ ist, wäh-

rend für Luxmasse der Umrechnungsfaktor 3,35 beträgt. (Gas [s-Gravenhage] 64. 73—74. 1/7. 1944.) SCHUSTER

T. H. Blakeley und J. G. Mitchell, *Die Bestimmung der Zähigkeit von Teeren mit Hilfe einer Normalwichte und auf andere Weise*. Es werden zwei Verf. beschrieben, um die Zähigkeit von Pech- u. Ölgemischen vorher zu bestimmen. Das eine Verf. ist nur für Öle von einem bestimmten Rohteer geeignet u. beruht auf der Abstimmung der Wichte zu einem Wert, der sich durch einfaches Rechnen aus der gewünschten Zähigkeit ergibt. Das zweite Verf. ist viel umfassender anzuwenden u. beruht auf dem sog. EVT-Wert der Teeröle. Hierunter wird die Temp. verstanden, bei der innerhalb von 50 Sek. eine bestimmte Menge Teer oder Teeröl aus dem engl. BRTA-10 mm-Zähigkeitsmesser ausgelaufen ist. Der gewünschte EVT-Wert des Mischungszerzeugnisses wird dann aus dem EVT-Wert des Teeröles u. des Teeres oder Peches auf Grund der Mischungsregel bestimmt. (J. Soc. chem. Ind. 62. 179—181. Nov. 1943. Rotherham, South Yorkshire Chem. Works, u. Teddington, Chem. Res. Labor.)

ROSENDAHL

F. H. Williams, *Das Messen von Erdöl und Kreosotpech. Bemerkungen zu kriegsbedingten Maßnahmen*. Es werden die verschied. Meßeinrichtungen genau geschildert. (Petrol. Times 48. 46—51. 56. 22/1. 1944.)

ROSENDAHL

Stephan v. Thyssen-Bornemisza, *Eine spezifische Reaktion auf die leichtflüchtigen Bestandteile von Erdöl*. Vf. konnte feststellen, daß bei Wachstumsverss. mit Feldbohnenkeimlingen unter einer Glasglocke eine deutliche Verzögerung des Wachstums dadurch hervorgerufen wurde, daß die Erde mit geringen Mengen an rohem Erdöl getränkt wurde. Es wurde weiter festgestellt, daß Äthylmengen von 10⁻⁶ cem je Liter wachstumsfördernd, größere Mengen dagegen verzögernd wirken. Gereinigte Erdöle hatten auf das Wachstum keinerlei Einfluß, ebensowenig gesätt. KW-stoffe, wie z. B. Methan. Auf diese Weise kann eine qualitative Prüfung auf die Ggw. ungesätt. KW-stoffe durchgeführt werden. Schilderung von Versuchen. Es ist mit dem neuen Verf. leicht möglich, zu bestimmen, ob aus der Erde austretende Gase von Erdöllagerstätten herrühren oder einen anderen Ursprung haben. (Oel u. Kohle 40. 149—50. 1/3. 1944.)

ROSENDAHL

A. A. Williams und E. W. Dean, *Über die Bestimmungen des Anilinpunktes von dunkel gefärbten Flüssigkeiten*. Zur Best. des Anilinpunktes dunkler Öle wurde von den Vff. ein App. angegeben, der in der Hauptsache aus einem U-Rohr besteht, dessen Schenkel in halber Höhe durch eine Rohrbrücke miteinander verbunden sind. Dieses Verbindungsrohr wird in der Mitte auf etwa 1—2 mm abgeflacht, so daß eine „Zelle“ entsteht. Das zu untersuchende Gemisch wird mit Hilfe eines Rührers durch die App. befördert, so daß es ununterbrochen an der „Zelle“ vorbeistreichen muß. Ein hinter dieser „Zelle“ angebrachte Lichtquelle läßt dann genau den Trübungspunkt des Gemisches feststellen. Die anderen App.-Teile sind in einem Metallgehäuse untergebracht. Die nach dem neuen Verf. untersuchten Anilinpunkte stimmen sehr gut mit den nach dem ASTM-Verf. bestimmten überein. Die Fehlergrenze lag bei ± 2 . (Ind. Engng. Chem., analyt. Edit. 14. 63—64. Jan. 1942. Bayonne, Standard Oil Develop. Co.)

ROSENDAHL

G. Goffin, *Verfahren zur Bestimmung der elektrischen Eigenschaften von Mineralölen während der künstlichen Alterung*. Es wird ausführlich ein App. beschrieben, in dem die Verss. durchgeführt werden. Arbeitsvorschriften für die Durchführung der künstlichen Alterung u. der erforderlichen Probenahmen. Über durchgeführte Verss. wird nicht berichtet. (Bull. Soc. Belge Electriciens 60. 7—11. Jan./März 1944.)

ROSENDAHL

A. R. Ebberts, *Über die Oxydation von Asphalt in dünner Schicht*. Es wird ein Verf. beschrieben, um den Asphalt in einer dünnen Schicht mit einem Gemenge von konz. Schwefelsäure u. Na-Permanganat zu oxydieren. Zu diesem Zweck wird zunächst von dem Asphalt eine stark verd. Lsg. in Tetrachlorkohlenstoff hergestellt, die dann in einem Erlenmeyer zum Verdampfen gebracht wird, so daß man beim sorgfältigen Arbeiten auf dem Boden des Erlenmeyer eine sehr dünne Asphaltschicht erhält. Nunmehr wird die Schicht mit Schwefelsäure u. Na-Permanganat behandelt. Nach einiger Zeit wird eine Lsg. von Na-Oxalat in 50%ig. Schwefelsäure zugegeben u. der nicht verbrauchte Anteil an Oxalat mit Na-Permanganat zurücktitriert. Auf diese Weise wird der Sauerstoffverbrauch der Asphaltschicht festgestellt. Das Verf. dient in der Hauptsache dazu, um die Oxydationsbeständigkeit der Asphalte beim Verwenden im Straßenbau festzustellen. Mit dem Verf. soll vor allem auf graph. Wege nachgewiesen werden, daß durch das Spalten (also das Einwirken von Wärme) die Empfindlichkeit des Asphaltes gegenüber Sauerstoff zunimmt. Die Untersuchungsergebnisse mit verschied. natürlichen Asphaltarten u. solchen aus Spaltanlagen werden graph. dargestellt. Aus den Verss. geht hervor, daß wahrscheinlich die Oxydation nicht der einzige Faktor ist, um das koll. Gleichgewicht zu stören, wie sie auch nicht der einzige Faktor bei der Härtung ist. (Ind. Engng. Chem., ind. Edit. 34. 1048—51. Sept. 1942. Sacramento, Calif., Untersuchungs-Anst. von Kalifornien f. Autostraßen.)

ROSENDAHL