

A. Allgemeine und physikalische Chemie.

Charles Edmund Wood und Sydney Diggary Nicholas, *Eine neue Auffassung der relativen Konfiguration*. Eingehende physikal. Diskussion über die Bedeutung der anomalen Rotationsdispersion für die Stereochemie. Eine anomale Kurve besitzt gewöhnlich Kreuzungspunkt, Maximum u. Beugungspunkt, die so miteinander verknüpft sind, daß das Auftreten eines der drei Punkte im sichtbaren Gebiet für das Vorliegen einer anomalen Rotationsdispersion beweisend ist. Übersicht über die Methoden zur Best. relativer Konfigurationen. (Chem. News 139. 401—05. 27/12. 1929. Birmingham, Univ.) BERGMANN.

T. M. Lowry, *Konfiguration von vierwertigen Atomen*. Für eine Reihe von Gruppen $[MeX_4]$ liegen Beweise vor, daß es sich um Tetraeder handelt, während für andere, z. B. $Pt(NH_3)_2Cl_2$, von WERNER angenommen wurde, daß sie eben gebaut sind. Diese Frage ist in letzter Zeit lebhaft diskutiert worden u. es sind sehr starke Hinweise vorhanden, daß die WERNERSche Annahme richtig ist. Vf. weist nun darauf hin, daß röntgenographische Unterss. die Existenz der tetraedr. Form für $K_2[Zn(CN)_4]$ u. des entsprechenden Cd- u. Hg-Salzes bewiesen haben u. die der planaren für $K_2[PtCl_4]$, $K_2[PdCl_4]$ u. $(NH_4)_2[PdCl_4]$ (vgl. DICKINSON, C. 1922. III. 129. 1923. III. 532). Das tatsächliche Vork. der beiden Möglichkeiten scheint damit nach jeder Richtung sichergestellt. (Proceed. Cambridge philos. Soc. 25. 219—21. April 1929.) KLEMM.

A. Gillet und D. Guirchfeld, *Über das Bestehen eines chemischen Gleichgewichts bei Autoxydationsvorgängen*. Der Autoxydationsvorgang beginnt mit der Anlagerung von O_2 , es entsteht ein Peroxyd. Die Vff. schließen aus Oxydationsverss. an Kohlepulver, das in Anthracenöl suspendiert ist, daß für jede Temp. ein O_2 -Druck existiert, unterhalb dessen die Anlagerung an den autoxydablen Stoff nicht erfolgt, oberhalb dessen diese fortlaufend stattfindet. (Compt. rend. Acad. Sciences 189. 691—94. 28/10. 1929.) FABER.

H. C. Urey, L. H. Dawsey und F. O. Rice, *Der Mechanismus von homogenen Gasreaktionen*. II. *Das Absorptionsspektrum von Stickstoffpentoxyd und die Methode, nach der es sich zersetzt*. (I. vgl. C. 1928. II. 2438.) Es wird eine kurze, krit. Übersicht über die Ansichten gegeben, die über die therm. u. photochem. Zers. von N_2O_5 geäußert worden sind. Messungen über das *Absorptionsspektrum* ergaben, daß ein kontinuierliches Spektrum ohne Andeutung einer Bandenstruktur vorliegt, das etwa bei 3050 \AA beginnt u. bis ins SCHUMANN-Gebiet reicht. Nimmt man an, daß die FRANCK-Sche Theorie der Dissoziation 2-atomiger Moll. anwendbar ist, so berechnet sich eine Dissoziationswärme von 96 kcal; dies entspricht ziemlich genau der Gleichung $N_2O_5 = 2NO_2 + O$; dies dürfte die Primärrk. der photochem. Zers. sein. — Die Aktivierungswärme der therm. Zers. ist 24,7 kcal. Um ein mittleres N_2O_5 -Mol. bei 18° in NO_2 , NO u. O_2 so zu zersetzen, daß die Rk.-Prodd. keine Schwingungs- oder Rotationsenergie haben, braucht man 24,8 kcal; die Primärrk. der therm. Zers. dürfte also ein Zerfall in NO_2 , NO u. O_2 sein. Für den Mechanismus dieses Zerfalls scheinen 2 Möglichkeiten besonders zu beachten: Entweder kann — in Analogie zum radioakt. Zerfall, wie er kürzlich von GURNEY u. CONDON (C. 1928. II. 2858) diskutiert wurde — genügend Energie im richtigen Freiheitsgrade lokalisiert sein, um die Dissoziation hervorzurufen, u. trotzdem existiert das Mol. eine gewisse Zeit, ehe es spontan dissoziiert. Man kann aber auch annehmen, daß die Energie nicht in den Freiheitsgraden lokalisiert ist, wie es für die Dissoziation notwendig ist. Dies würde der Erklärung entsprechen, die BLACKETT u. FRANCK (C. 1926. I. 2773) für das Auftreten des kontinuierlichen Wasserstoffspektrums gaben, u. sich mit den Theorien von RICE u. RAMSPERGER (C. 1927. II. 1230) u. KASSEL (C. 1928. I. 1609) weitgehend decken. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3190—94. Nov. 1929. Baltimore [Maryland].) KLEMM.

Victor K. La Mer, *Chemische Kinetik in hoch verdünnter Lösung. Brom-, Acetat- und Thiosulfationen bei Gegenwart von Natriumion bei 25°*. Vf. ist z. Z. mit umfangreicheren Unterss. über die Gültigkeit der BRÖNSTEDSchen Theorie der Rk.-Geschwindigkeit bzw. des Grenzwertes der DEBYE-HÜCKEL-Gleichungen beschäftigt u. teilt die nachst. Verss. mit, da von KAPRIVIN (Ztschr. physikal. Chem. 82 [1913]. 439) ebenfalls die Kinetik der Rk. $\text{BrCH}_2\text{COO}^- + \text{S}_2\text{O}_3^{--} \rightarrow \text{S}_2\text{O}_3 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{COO}^- + \text{Br}^-$ untersucht worden ist. Die von diesem Autor bei mäßiger Verd. ausgeführten Messungen werden in das Gebiet größter Verd. (0,01-n. bis 0,0005-n.) ausgedehnt. Die erhaltenen Werte stimmen ausgezeichnet mit der BRÖNSTEDSchen Theorie überein. Die Neigung der $\log k/\sqrt{\mu}$ -Kurve entspricht von $1/1000$ -n. an genau dem theoret. Wert; bei höheren Konz. fällt die Neigung dann stark ab. — Die theoret. Überlegungen von SOPER (C. 1928. I. 1939) werden abgelehnt. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3341 bis 3347. Nov. 1929. New York [N. Y.], Columbia Univ.) KLEMM.

Max Trautz und Walter Ludewigs, *Die Reibung, Wärmeleitung und Diffusion in Gasmischungen*. VI. *Reibungsbestimmung an reinen Gasen durch direkte Messung und durch solche an ihren Gemischen*. (V. vgl. C. 1930. I. 322.) Die Reibungskoeffizienten von Luft u. von H_2 werden bei 20, 100, 200 u. 250° neu gemessen. Bei denselben Temp. werden H_2 -CO- u. H_2 -Ar-Gemische gemessen. Die Mischungsgleichung wird an diesen Messungen bestätigt u. das Querschnittsverhältnis dieser Paare von Gasmoll. berechnet. Als Beispiel eines Gases mit geringerer Reibung als H_2 wird $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{O}$ in Gemischen mit H_2 untersucht. Die Reibung hat ein Maximum nahe bei reinem H_2 . Mischungen von H_2 -Fe(CO)₅ ergeben gleichfalls ein Maximum; ferner wurden Messungen an CO-Fe(CO)₅-Gemischen ausgeführt. Obwohl sie sich nur über einen sehr geringen Konzentrationsbereich erstreckten, konnte der Reibungskoeffizient von Fe(CO)₅ bis auf $\pm 10\%$ abgeschätzt werden. (Ann. Physik [5] 3. 409 bis 428. 30/10. 1929. Heidelberg, Phys.-Chem. Inst. d. Univ.) EISENSCHITZ.

Max Trautz, *Die Reibung, Wärmeleitung und Diffusion in Gasmischungen*. VII. *Zusammenhänge mit den homogenen Gasreaktionen*. (VI. vgl. vorst. Ref.) Da sowohl die Diffusionsvorgänge, als auch die Geschwindigkeit chem. Umsetzungen in Gasen von der Zahl der Zusammenstöße abhängen, können einfache Beziehungen zwischen Geschwindigkeits- u. Gleichgewichtskonstanten einerseits, den Reibungskoeffizienten u. der SUTHERLAND-Konstante andererseits aufgestellt werden. Vf. gibt solche Gleichungen an; ihre experimentelle Prüfung soll die Genauigkeit der Voraussetzungen kontrollieren. Analoge Überlegungen werden über die chem. Konstante durchgeführt. Für diese ergibt sich als maßgebende Stoffeig. eine charakterist. Temp. Mit deren Hilfe gelangt man zu einer Best. des Querschnittes der Edelgasatome, die mit den gefundenen übereinstimmt. Dieselbe Methode wird auch auf mehratomige Gasmoll. angewendet. Die charakterist. Temp. steht mit der Ordnungszahl des Elements in Zusammenhang. Die Ergebnisse schließen sich gut an die NERNSTsche Theorie der Gasentartung an. (Ann. Physik [5] 3. 1102—18. 23/12. 1929. Heidelberg, Phys.-Chem. Inst. d. Univ.) EISENSCHITZ.

Alan Edwin Bradfield und Brynmor Jones, *Zwei augenscheinliche Fälle der Bildung von flüssigen Krystallen*. Die Bldg. von fl. Krystallen scheint vorzuliegen bei *p*-Propyloxy- u. *p*-Butyloxybenzoesäure (aus *p*-Oxybenzoesäure mit Butyljodid u. wss. KOH 4 Stdn. bei 110°), die nach wiederholtem Umkrystallisieren bei 145,6° bzw. 146,7° scharf schmelzen u. milchige Fl. ergeben, die bei 156 bzw. 160,2° plötzlich klar werden. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2660—61. Nov. Bangor, Univ. Coll. of North Wales.) BEHRLE.

G. D. Ljubarski, *Katalytische Chlorierung von Essigsäure*. Für die Geschwindigkeit der Essigsäurechlorierung sind nach Vf. zwei Faktoren maßgebend: Die Strömungsgeschwindigkeit des Chlors u. seine Aufnahmegeschwindigkeit. Der zweite Faktor kann durch Anwendung geeigneter Katalysatoren beschleunigt werden, die Strömungsgeschwindigkeit darf jedoch nicht unbegrenzt erhöht werden, da sonst das Chlor nicht aufgenommen wird. Vf. untersucht einige Katalysatoren in bezug auf ihre Wirksamkeit, u. stellt fest, daß der kombinierte Katalysator P-J-PCl₅ als einziger wirksam ist, während Verss. mit J-Fe u. S₂Cl₂ zu negativen Resultaten führen. Belichtung in Ggw. von Katalysatoren wirkt schwach verzögernd, während bei Abwesenheit von Katalysatoren die Rk. durch Belichtung beschleunigt wird, u. ein äußerst reines Prod. entsteht. Die Arbeitsweise bei Anwendung von P-J-PCl₅ wird ausführlich beschrieben. (Journ. angew. Chem. [russ.: Shurnal prikladnoi Chimii] 2. 621—27. 1929. Dnepropetrovsk, Ukrainer Wissensch. Intern. Inst. f. phys. Chemie.) GURIAN.

Hubert T. S. Britton, Hydrogen ions. New York: Van Nostrand 1929. (529 S.) 8°. Lw. § 9.—

A₁. Atomstruktur. Radiochemie. Photochemie.

A. Boutaric, *Das Werk de Broglie's und die Grundlagen der Wellenmechanik*. Übersicht über die Theorie des Nobelpreisträgers DE BROGLIE, die die Wellen- u. Korpuskulartheorie des Lichtes miteinander verknüpft, u. ihre experimentellen Bestätigungen. (La Nature 1930. I. 24—28. 1/1. Dijon, Fac. des Sciences.) BEHRLE.

A. S. Eddington, *Die Ladung eines Elektrons*. Ein weiterer Ausbau der Theorie des Vf. (C. 1929. II. 524) führt für die Größe $hc/2\pi e^2$ zu dem Wert 137. Die Veränderung beruht darauf, daß die zur Darst. der Wechselwrkg. zweier Elektronen eingeführte Rotation nicht eine der 136 möglichen symm. Rotationen eines Elektronen-paares ist, sondern eine antisymmetrische. (Nature 124. 840. 30/11. 1929. Cambridge, Obs.) LESZYNSKI.

Reinhold Fürth, *Versuch einer quantentheoretischen Berechnung der Massen von Proton und Elektron*. Die Theorie des Vf. (vgl. C. 1929. II. 1888. 2634) führt zu zahlenmäßiger Übereinstimmung mit der Erfahrung, so daß nicht nur das Verhältnis, sondern auch die Summe von Proton u. Elektron, u. damit diese Massen selbst auf die universellen Konstanten h , c , G zurückgeführt sind. Es lassen sich also durch die Hypothese des Vf. im Verein mit der EDDINGTONSchen Theorie (C. 1929. II. 514), die Massen der beiden Elementarbausteine der Materie aus den Fundamentalgrößen der Quantentheorie u. der Relativitätstheorie ableiten. (Physikal. Ztschr. 30. 895—98. 1/12. 1929. Prag, Vortrag auf d. V. Dtsch. Physikertag.) LESZYNSKI.

A. F. Richter, *Über die Stabilitätsverhältnisse der ausgezeichneten sowie der untergeordneten Konfigurationen*. Vf. diskutiert die Stabilität u. damit den Gang der Ionisierungsspannungen im period. System. Unter Voraussetzung der Elektronenkonfigurationen bei *Ce, Gd, Hf, Hg, Pb, Bi, Sn* u. *RaEm* wird der bekannte Gang der Ablösearbeiten qualitativ verständlich gemacht. Vf. sieht darin eine Stütze der vorausgesetzten Elektronenkonfigurationen. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 6. 111—14. Nov. 1929. Brünn.) EISENSCHITZ.

O. Laporte und L. A. Young, *Regelmäßigkeiten in den Ionisationspotentialen der leichten Elemente*. PEIERLS (C. 1929. II. 1766) stellte auf gruppentheoret. Wege Formeln zur Berechnung der Gesamtenergie des Systems (Kern + n Elektronen) auf; durch Subtraktion von Formeln für $n = Z$ u. $n = Z - 1$ erhielt er Ausdrücke für die ersten Ionisierungsspannungen bei verschiedenen Ordnungszahlen Z . Diese Ausdrücke enthielten noch 6 Integrale. Ohne diese Integrale auszuwerten, konnte man aber daraus numer. Beziehungen zwischen den Ionisierungsspannungen verschiedener Elemente berechnen. Die Vff. dehnen dieselben Überlegungen auf höhere Ionisierungsspannungen der leichten Elemente H bis Ne aus, u. erhalten einen allgemeinen Ausdruck:

$$\left(V_z^{(n)+} / Z \right) - \left(V_{z-1}^{(n-1)+} / Z - 1 \right) = R/4,$$

wo $V_z^{(n)+}$ die Ionisierungsspannung des n -wertigen Ions von der Kernladung Z bedeutet. Die Formel gilt für $2 < Z - n \leq 10$; für $Z - n = 1$ oder 2 ist R statt $R/4$ zu setzen ($R =$ Rydbergzahl). Der Vergleich mit der Erfahrung zeigt, daß die Differenzen zwischen den in vielfachen von $Z R/4$ berechneten Ionisierungsspannungen der aufeinanderfolgenden Elemente (z. B. des Li u. des Be^+ , des C^{++} u. des N^{+++} usw.) tatsächlich etwa 1 betragen, u. mit zunehmender Ionisierungsstufe sich dem Werte 1 immer mehr nähern. Auf Grund dieser Gesetzmäßigkeit interpolieren die Vff. einige unbekannte Ionisierungsspannungen: $\text{N}^{5+} \rightarrow \text{N}^{6+} = 5,770$; $\text{O}^{6+} \rightarrow \text{O}^{7+} = 6,766$; $\text{F}^{7+} \rightarrow \text{F}^{8+} = 7,764$; $\text{O}^{4+} \rightarrow \text{O}^{5+} = 4,084$; $\text{F}^{5+} \rightarrow \text{F}^{6+} = 5,019$; $\text{F}^{4+} \rightarrow \text{F}^{5+} = 3,710$; $\text{F}^{2+} \rightarrow \text{F}^{3+} = 1,905$; alle Zahlen verstehen sich in Einheiten $Z R/4$ ($R = 13,54$ Volt). (Physical Rev. [2] 34. 1225—26. 15/10. 1929. Univ. of Michigan, Dep. of Phys.) E. RAU.

L. A. Young, *Bindungsenergie leichter Atome*. Auf Grund der im vorst. Ref. besprochenen Gesetzmäßigkeiten erhält man die Möglichkeit, alle fehlenden Ionisierungsspannungen der leichten Elemente zu extrapolieren u. durch Addition aller Ionisierungsspannungen eines Atoms die Gesamtenergie seiner Bldg. aus einem Kern u. einzelnen unendlich entfernten Elektronen zu berechnen. Man erhält in dieser Weise folgende Werte (in Einheiten $R = 13,54$ Volt):

	H	He	Li	Be	B	C	N	O	F
$E_{\text{beob.}}$	1,000	5,807	14,87	29,25	49,08	74,91	108,65	149,85	198,6
$E_{\text{ber.}}$	1,153	5,811	14,97	29,29	49,30	75,43	108,09	147,61	194,3

Die Reihe $E_{\text{beob.}}$ enthält die nach oben beschriebener Methode erhaltenen Werte; die Reihe $E_{\text{ber.}}$ — die nach dem Prinzip von THOMAS u. FERMI berechneten Werte. Dieses Prinzip besteht in der Behandlung des Atoms als eines von einem entarteten Elektronengas umgebenen Kerns; es führt nach MILNE (vgl. C. 1928. I. 468) zu der Formel $E = aZ^2$. Wenn man die Konstante $a = 1,153$ setzt, so erhält man die unter $E_{\text{ber.}}$ tabellierten Werte, die mit den beobachteten — bis auf H — gut übereinstimmen. MILNE (l. c.) erhielt auf theoret. Wege $a = 1,23$. Die Zusammenstellung von $E_{\text{beob.}}$ u. $E_{\text{ber.}}$ beweist, daß die Theorie des entarteten Elektronengases schon für Atome mit 2 Elektronen genau zutrifft, während FERMI, THOMAS u. MILNE ihre Gültigkeit erst für Gebilde mit vielen Elektronen erwarteten. (Physical Rev. [2] 34. 1226—27. 15/10. 1929. Univ. of Michigan, Dep. of Phys.) E. RABINOWITSCH.

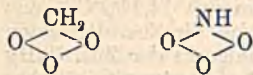
Henry A. Barton, *Eine neue Regelmäßigkeit in der Tabelle der bekannten Atomkerne*. Vf. stellt die Verteilung der bekannten Isotopen aller Elemente graph. dar, indem er als Ordinate die Protonenzahl (Atomgewicht A), als Abszisse die Elektronenzahl ($A - Z$) im Kern aufträgt. Auf einer solchen Figur erkennt er dann die Existenz von drei Häufungsstellen, die um drei Zentralpunkte symm. gelegen sind; so liegt das Zentrum der 2. Gruppe bei $A = 80$, $A - Z = 45$; von den 30 in der Umgebung dieses Punktes bekannten Atomkernen liegen 28 paarweise symm. zu ihm (z. B. $A = 84$, $A - Z = 48$, u. $A = 76$, $A - Z = 42$ usw.); nur zwei haben keine „Partner.“ Zur Erklärung dieser Symmetrie könnte man an die Bldg. aller Kerne dieser Gruppe durch Zerfall der Kerne $A = 160$, $A - Z = 90$ in zwei ungleiche Teile denken. (Physical Rev. [2] 34. 1228. 15/10. 1929. ROCKEFELLER Hall, Cornell Univ.) E. RAB.

E. Brüche, *Über die Wirkungsquerschnittskurven der Kohlenwasserstoffketten*. Vf. setzt seine Unterss. über den Wrkg.-Querschnitt der Gasmoll. gegenüber langsamen Elektronen von 1—50 Volt Geschwindigkeit fort (C. 1929. II. 2748). Der neuen Unters. liegt die Frage zugrunde: Sind Ähnlichkeiten zwischen den Wrkg.-Querschnittskurven der gesätt. KW-stoffe vorhanden, bzw. läßt sich aus der Kurvenschar etwas über ihren molekularen Bau aussagen? Die Messungen ergeben sehr ähnliche Kurven mit nur einem breiten Maximum bei rund 7 Volt Geschwindigkeit. Sie sind in ihrer Höhe entsprechend der Stellung des betreffenden Stoffes in der Reihe gestaffelt. — Vf. versucht, aus diesen Kurven den C-Kernabstand durch einfachste Überlegungen abzuleiten. Dazu nimmt er an, daß die Moll. Stäbchen vom Querschnitt der Methanmol. sind. Die Auswertung der gemessenen Kurven, die mit diesem Ansatz widerspruchsfrei möglich ist, liefert für den C-Kernabstand den Wert 2,3 Å. (Physikal. Ztschr. 30. 815—17. 15/11. 1929.) BRÜCHE.

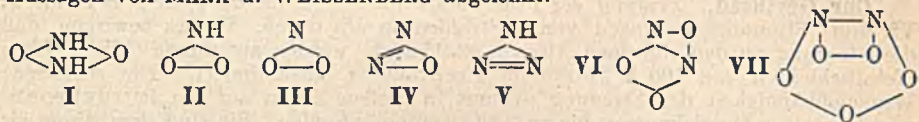
Richard Reinicke, *Nachtrag zur Lösung des Benzolringproblems*. Vf. gibt in Ergänzung seiner früheren Ausführungen (C. 1930. I. 327) ein etwas verändertes Benzolmodell, das nicht mehr der chem. Erfahrung (Substitutionsrkk.) so grundlegend widerspricht wie das alte. Die vierte Wertigkeit der C-Atome bleibt weiter latent („abgeschirmt“) u. kommt erst bei der Hydrierung zum Vorschein: Cyclohexan kann dementsprechend nicht eben sein. — Anschließend wird auch ein verbessertes Naphthalinmodell angegeben. (Ztschr. Elektrochem. 35. 877—80. Dez. 1929. München-Laim.) BERG.

Richard Reinicke, *Neue quantitative Betrachtungen über aus der Raumgittervorstellung abgeleitete Atomformen als Ursache für das räumliche Zusammentreten zu Molekül- und Kristallverbänden*. II. Sauerstoff und doppelt gebundener Kohlenstoff. III. Der Stickstoff. (I. vgl. C. 1930. I. 327; vgl. auch vorst. Ref.) Vf. überträgt seine Spekulation über den Aufbau der Elemente aus Orthonenwürfeln auf Sauerstoff, der aus einem halben Atom Neon u. einem halben Atom Kohlenstoff aufgebaut erscheint, wobei der ursprüngliche Kohlenstoffschwerpunkt um 0,1112 Å verschoben ist. W. ist gewinkelt; jedoch ergibt sich im Gegensatz zu den physikal. möglichen Winkeln von 110 u. 64° ein Knickwinkel von 97°. Das CO₂-Modell hingegen ist in Übereinstimmung mit der Erfahrung gestreckt, der Abstand der O-Atome 2,002 Å. Dem CO₂ ähnlich erscheint das Sauerstoffmolekül, jedoch sind im Gegensatz zu CO₂ u. zum Neon die neonähnlichen Pole nicht um 90° gegeneinander verdreht. Die Aldehyde werden vom CO₂ abgeleitet; für die relativen Abstände der Atome im Formaldehyd ergibt sich genügende Übereinstimmung mit der Erfahrung, ebenso für die Verhältnisse beim Paraformaldehyd, bei dessen Bldg. eine Drehung der oberhalb des Molekülschwerpunktes gelegenen CH₂-Gruppe um einen der beiden Valenzwürfel stattfindet; dessen Achse wirkt hier wie in einigen später zu besprechenden Fällen wie ein Scharniergelenk, oder besser wie ein Kugelgelenk. Dasselbe wird beim Übergang vom Äthylen in Äthan angenommen, weil nur so die beiden Angriffspunkte für den H₂, die sich im Äthylen

untereinander absättigen, freigelegt werden können. Es wird also eine Art freie Drehbarkeit um Äthylenbindungen angenommen. Da nach den Bildern des Vfs. Sauerstoff nur zweiwertig sein kann, kommt für Wasserstoffperoxyd nur die Formel $H \cdot O \cdot O \cdot H$ in Betracht, das allerdings unsymm. gebaut ist. Die beiden Wasserstoffatome bilden zusammen mit dem „Valenzwürfel“ (der die Kopplung der O-Atome bewirkt u. massiefrei zu denken sind) die Ecken eines rechtwinkligen Dreiecks. Ozon hat Ringstruktur. — Der leicht konstruierbare Ring aus 4 O-Atomen liegt nach Ansicht des Vfs. in den anorgan. Säuren mit 4 O-Atomen vor; er erscheint als Gürtel „gewissermaßen um die Taille des betreffenden Zentralatoms“ gelegt, an dem die H-Atome direkt gebunden sind. Dieser Gürtel ist jedoch bei den Säuren von Elementen mit „dickem Rumpf“ als gedehnt zu betrachten. Kohlensäure u. Salpetersäure sind als Vierringe zu betrachten.



Ferner werden Modelle für Essigsäure u. die höheren Fettsäuren angegeben, Modelle, die jedoch zu einer neuartigen Dissoziationstheorie führen, ebenso für Keten, Aceton, Dimethyläther, Diäthyläther, Methyl- u. Äthylalkohol. Für die beiden letzteren Verb. ergibt sich, daß ein H der Methylgruppen ebenso beweglich ist wie das OH-Wasserstoffatom, was nach Ansicht des Vfs. mit der Erfahrung übereinstimmt. Für den Pentaerythrit werden in ähnlicher Weise, wie es HÜCKEL getan hat, die bekannten Aussagen von MARK u. WEISSENBERG abgelehnt.



Für den Stickstoff, u. insbesondere für den Ammoniak, wird als Modell eine außerordentlich flache Pyramide angenommen (die Höhe beträgt 0,4281 Å), deren Spitze um 0,0173 Å seitlich nach der Mitte einer Grundseite hin abweicht. Es werden Modelle angegeben für Methylamin, Hydroxylamin (für das eine tautomere Form $H_3N=O$ nicht existieren kann), Hydrazin, untersalptryge Säure (I), salptryge Säure (II), NO_2 (III), N_2O (IV), N_3H (V). Für die beiden letzteren Verb. wird also im Gegensatz zu den bekannten Strukturformeln von ANGELI Ringstruktur angenommen. Besonders neuartig erscheinen die Formeln VI u. VII für Stickstoffsesquioxyd u. Stickstoffpentoxyd, während für Hexamethylentetramin das röntgenograph. ermittelte Bild als richtig angenommen wird. (Ztschr. Elektrochem. 35. 880—909. Dez. 1929. München-Laim.) BERGMANN.

Adolf Smekal, *Krystallbaufehler und physikalisch-chemische Eigenschaften*. Vf. gibt eine zusammenfassende Darst. seiner verschiedentlich referierten Arbeiten. (Ztschr. angew. Chem. 42. 489—94. 18/5. 1929. Halle a. S., Inst. f. theoret. Physik.) SKAL.

Einar Broch, *Die Krystallstruktur von Kaliumperhenat*. (Vgl. KIRKPATRICK u. DICKINSON, C. 1926. II. 2529.) Ein $KReO_4$ -Präparat wird nach der Methode von DEBYE-SCHERRER röntgenograph. untersucht. Das Diagramm ließ sich restlos tetragonal indizieren u. ergab eine körperzentrierte tetragonale Elementarzelle mit den Gitterkonstanten: $a = 5,615 \text{ Å}$, $c = 12,50 \text{ Å}$, $c/a = 2,226$; Dber. 4,887. Durch Vergleich der Intensitäten des Diagrammes mit denen einer Aufnahme von Scheelit ($CaWO_4$), das denselben Gittertypus aufweist, wird die Isomorphie beider Stoffe wahrscheinlich gemacht u. dem $KReO_4$ die Raumgruppe C_{4v}^6 zugeteilt, in der der $CaWO_4$ krystallisiert. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 6. 22—26. Nov. 1929. Oslo, Mineral. Inst. d. Univ.) WAGNER.

Ivar Oftedal, *Über die Krystallstruktur von Tysonit und einigen künstlich dargestellten Lanthanidenfluoriden*. An $(Ce, La)F_3$ (Tysonit), LaF_3 , CeF_3 , PrF_3 , NdF_3 , SmF_3 wird aus Pulveraufnahmen festgestellt, daß diese Salze völlig analoge Krystallstrukturen besitzen müssen. Die Strukturbest. wird durch die Verschiedenheit der im Gitter vorhandenen Atomgewichte erschwert, da es nicht möglich ist, neben den vom Metallgitter herrührenden Interferenzen auch die des F-Gitters zu erhalten. Man findet hexagonale Elementarzellen mit 2 Metallatomen, deren Größe durch sorgfältige Messungen genau festgelegt werden. Aus LAUE-Aufnahmen ergibt sich, daß diese Zelle mindestens zu verdreifachen ist. Das Achsenverhältnis dieser Zelle liegt bei den 6 Salzen zwischen 1,022 u. 1,025. Die Verwertung der Parameter ergibt nur eine plausible Strukturmöglichkeit, die auch mit den zu erwartenden Ionenabständen übereinstimmt. Die Raumgruppe ist D_3^6 . 6 Metallatome sind in 6-zähligen Lagen ($\frac{1}{3}, \frac{1}{3}, 0$ usw.); 18 F-Atome in 12-zähligen Lagen (x, y, z ; $\bar{x}, \bar{y}, z + \frac{1}{2}$ usw.); daraus

werden die Radiendifferenzen berechnet. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 5. 272—91. Sept. 1929. Oslo, Min.-Geol. Museum.)

EISENSCHITZ.

Nobuyuki Katoh, *Röntgenographische Untersuchung der Kupferamalgame*. Es wird auf elektrolyt. Wegen ein Hg-reiches Amalgam mit 10,0% Cu hergestellt, das aus einem festen u. einem fl. Anteil besteht. Durch Abpressen bei hohem Druck wird der feste Anteil mit 25,48—25,59% Cu isoliert u. nach der DEBYE-SCHERRER-Methode röntgenograph. vermessen. Das Diagramm ist sehr ähnlich dem des γ -Messings, die Ausmessung ergibt eine kub. Elementarzelle, Gitterkonstante $a = 9,401 \pm 0,005 \text{ \AA}$. Das gleiche Diagramm lieferte ein nicht abgepreßtes Amalgam mit 14,1% Cu, das deutlich 2 Phasen aufwies. Der Druck ist also ohne Wirkung auf die Zus. der festen Phase u. bewirkt nur ihre Abtrennung von der fl. Phase. Amalgame der Zus. CuHg mit 24,1% Cu, D.ber. 13,63, zeigen ebenfalls γ -Struktur, sind aber etwas plastischer als die abgepreßten Präparate, was auf das Vorliegen von 2 Phasen schließen läßt. Der Homogenitätsbereich der γ -Phase liegt zwischen 27,15 u. 29,9% Cu; bei höherem Geh. an Cu treten dessen Linien im Röntgendiagramm auf. Die Vermessung der α -Phase, die in Cu-reicheren Amalgamen neben der γ -Phase auftritt, ergibt unabhängig vom Hg-Geh. die Gitterkonstante des reinen Cu. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 6. 27 bis 39. Nov. 1929. Oslo, Mineralog. Inst. d. Univ.)

WAGNER.

Chr. Gerthsen, *Prüfung des Feldverlaufs an der K-Schale mittels H-Strahlen*. Vf. führt Streuungsmessungen von H-Strahlen an Mn durch. Um zu bewirken, daß die Streuung an den einzelnen Atomen stattfindet, werden auf dünne Celluloidfilme Metallschichten von 100 Å Stärke im Hochvakuum aufsublimiert. Die gemessene Winkelabhängigkeit der Streuung stimmt in großen Zügen auf die RUTHERFORDSCHE Theorie. Abweichungen bis zu 10% werden gefunden. Sie sind dem Sinne als auch dem Betrage nach nicht durch die Schirmwrkg. der K-Elektronen, sondern durch die schematisierte Verteilung verursacht. (Ann. Physik [5] 3. 373—408. 30/10. 1929. Kiel, Phys. Inst. d. Univ.)

EISENSCHITZ.

Johannes Laß, *Methode zur Messung der Polarisation bei Elektronenstoßleuchten*. Verss. über die Polarisation des von einem Elektronenstrahl homogener Geschwindigkeit erregten Lichtes sind wegen der dabei auftretenden, schwer definierbaren Raumladungen unsicher. Vf. wendet daher Strahlen an, in denen alle Geschwindigkeiten vertreten sind, u. läßt sie gegen ein Feld anlaufen, wobei sich die GEHRCKE-SEELIGERSCHEN Parabeln ausbilden. Längs dieser wird der Polarisationsgrad verfolgt. Messungen an der Hg-Linie 4358 werden bei verschiedener Elektronengeschwindigkeit (8—15 V) ausgeführt. Die Intensität hat in diesem Bereich ein Maximum u. wird dann konstant. Das Licht ist senkrecht zum Elektronenstrahl polarisiert. (Ann. Physik [5] 3. 701—20. 23/11. 1929. Kiel, Inst. f. theoret. Physik.)

EISENSCHITZ.

A. Leipunsky und **E. Strauff**, *Stöße zweiter Art zwischen Elektronen und angeregten Molekülen*. Vff. besprechen einleitend alle bisherigen Beobachtungen über die Stöße zweiter Art zwischen Atomen u. Elektronen u. kommen zur Schlußfolgerung, daß solche Stöße noch nicht einwandfrei nachgewiesen worden sind. Da zu ihrer Beobachtung hohe Dichte von angeregten Atomen nötig ist, wobei die Anregung durch Elektronenstoß nicht angewandt werden darf, so wählen Vff. zu ihrer Unters. ein Gemisch von O_2 mit P_4 -Dampf bei kleinen Drucken, dessen intensive Chemilumineszenz auf eine Entstehung von vielen angeregten Atomen oder Moll. deutet. In Vorverss. wird festgestellt, daß bei der betrachteten Rk. Ionenbildung nur in Anwesenheit von H_2O -Spuren auftritt; beim Arbeiten mit trockenem Gas ist daher eine Störung durch Ionenbildung nicht zu befürchten. Die eigentlichen Verss. bestanden darin, daß in ein reagierendes ($O_2 + P_4$)-Gemisch Glühelktronen von ca. 2 V hineingeschossen wurden u. der Elektronenstrahl nach dem Durchlaufen des Rk.-Raumes durch Gegenfelder auf das Vorhandensein von Elektronen mit einer größeren Energie untersucht wurde. Es wurden tatsächlich Elektronen beobachtet, die im Rk.-Raum bis 12 V Zusatzenergie erworben haben. Wenn man als Quelle für die Bildung angeregter Teilchen im Rk.-Gemisch den Vorgang $P_2O_3 + O_2 = P_2O_5 + 295 \text{ kcal.}$ betrachtet, so ergeben sich Anregungsenergien bis ca. 13 V, wodurch die Ergebnisse der Vff. plausibel gemacht werden. In der Chemilumineszenz des ($P_4 + O_2$)-Gemisches wären demnach Strahlungen im Gebiet von ca. 265 Å zu erwarten; dieses könnte die Erklärung für die Verss. von BLANC (Compt. rend. Acad. Sciences 158 [1914]. 1492) sein, der feststellte, daß die Strahlung dieser Rk. auch hinter einer dünnen Metallfolie noch die Luft zu ionisieren vermag. Vff. versuchen noch, die Wahrscheinlichkeit der Stöße zweiter Art aus

ihren Verss. zu ermitteln, u. erhalten dafür den Wert von etwa 10^{-4} . (Ztschr. Physik 58. 104—28. 14/10. 1929. Leningrad, Staatl. Phys.-Techn. Lab.) E. RABINOWITSCH.

E. L. Hill, *Relative Intensitäten in Kerndrallmultipletts*. Vf. berechnet nach den quantentheoret. Störungsmethoden die relativen Intensitäten der einzelnen Komponenten in einem Hyperfeinstrukturmultiplett bei beliebigem Kerndrall i . Für den Fall $i = 1/2$ ergibt sich — unter Heranziehung einer speziellen Annahme — eine Übereinstimmung mit den andersartigen Berechnungen von HARGREAVES (C. 1929. II. 2638). Zur Prüfung der Ergebnisse berechnet Vf. die theoret. Intensitäten für das Multiplett 4722 Å des Bi ($i = 3/2$); er erhält (5,4; 5,1; 3,4) (1,8; 5,1; 10) während BACK u. GOUDSMIT (C. 1928. I. 2349) empir. (8; 7; 4) (1; 8; 10) fanden. Vf. kann nicht angeben, ob die Differenz die Grenzen der Vers.-Fehler übersteigt. (Proceed. National Acad. Sciences, Washington 15. 779—84. Okt. 1929. Harvard Univ., Jefferson Phys. Lab.) E. RABINOWITSCH.

O. Halpern und Th. Sexl, *Zur Theorie des normalen Zeemaneffekts*. Vff. führen die Berechnung des ZEEMAN-Effekts unter Berücksichtigung des in der Feldstärke quadrat. Gliedes, nach der SCHRÖDINGERSchen Störungsrechnung durch. Da die Wellengleichung mit dem im Feld linearen Glied noch exakt integrierbar ist, kann die Wrkg. des quadrat. Gliedes als Störung 1. Näherung behandelt werden. Für H ergibt sich als größte Verschiebung der 13. BALMER-Linie unter Einw. eines Feldes von 30 000 Gauss 0,073 Å bei einer LORENTZ-Verschiebung von 0,190 Å. Ebenso wie nach der alten Quantentheorie findet die größte Aufspaltung bei kleinstem Wert der Drehimpulskomponente in der Feldrichtung statt. (Ann. Physik [5] 3. 565—74. 23/11. 1929. Wien, Inst. f. theoret. Physik d. Univ.) EISENSCHITZ.

Berthold Wrede, *Ist das kontinuierliche Spektrum des Unterwasserfunken Temperaturstrahlung?* Durch Veränderung der Entladungsenergie mittels vorgeschalteter Induktivität oder durch Variation der Länge der Anregungsfunkenstrecke wird das Spektrum des Unterwasserfunken im Sinne einer Temp.-Steigerung verändert. Mit Elektroden aus Zn, Cd, Cu, Pb, Sn wird eine deutliche Intensitätsverschiebung nach kurzen Wellen gefunden, weniger deutlich ist sie bei Al u. Mg-Elektroden. Im Luftfunkenpektrum wird eine solche Intensitätsverschiebung nicht gefunden. Aus der photometr. Ausmessung des Zn-Unterwasserfunken werden die Isochromaten ermittelt. Sie folgen dem WIENSchen Gesetz. Dieser Befund ist in Einklang mit den von WYNEKEN an Isothermen durchgeführten Messungen (vgl. C. 1928. II. 1744). Durch Vergleich mit dem positiven Krater des Kohlebogens wird die Temp. des Unterwasserfunken zu 7500—10 000° absol. bestimmt. (Ann. Physik [5] 3. 823—39. 4/12. 1929. Tübingen.) EISENSCHITZ.

J. C. McLennan und M. F. Crawford, *Niedrige Energieniveaus der Elemente der Sauerstoffgruppe*. Vff. teilen mit, daß sie die niedrigen metastabilen Terme 1D_2 u. 1S_0 in den Spektren des Se u. Te identifizieren konnten. Ihre Höhe über dem Grundterm 3P_2 ist aus folgender Tabelle ersichtlich:

	1D_2	1S_0	Schwerpunkt des Terms $^3P_{012}$
O	(10587)	(28512)	97
S	(9523)	(25723)	323
Se	9576	23370	1509
Te	10559	23199	3153

Die eingeklammerten Werte des O u. S sind von den Vff. extrapoliert auf Grund der Annahme der Konstanz des Ausdruckes [$^1D - ^3P$ (Schwerpunkt)]: [$^1S - ^1D$], für den man im Te 0,586 u. im Se 0,585 findet. Die Differenz $^1S - ^1D$ kennt man im O-Spektrum aus der Wellenlänge der grünen Nordlichtlinie. Die S-Termwerte sind durch Interpolation erhalten. Auf Grund der Tabelle können folgende Voraussetzungen gemacht werden: 1. Im Nordlichtspektrum u. im Spektrum des Nachthimmels wären zwei Triplettlinien bei 9530 u. bei 3520 Å zu suchen. 2. Im S-Spektrum müßte eine der grünen Nordlichtlinie analoge Linie bei 6300 Å zu finden sein. (Nature 124. 874. 7/12. 1929.) E. RABINOWITSCH.

W. F. Giauque und H. L. Johnston, *Ein Isotopes von Sauerstoff, Masse 17, in der Erdatmosphäre*. Vff. hatten früher (C. 1929. II. 970) Messungen von DIEKE u. BABCOCK dahin interpretiert, daß sie von einem Mol. O₁₆—O₁₈ herrührten; durch

neuere Angaben von BIRGE ist die Übereinstimmung noch besser geworden. Nun hat BABCOCK (C. 1929. II. 382) bei neueren Messungen noch weitere Linien gefunden, die von einem Mol. O_{10} — O_{17} herrühren. Über die Quantität können Intensitätsmessungen nur Maximalwerte geben, denn die isotropen Moll. müssen wegen der Unsymmetrie Nullpunktschwingungen besitzen u. die Absorption dürfte dadurch vergrößert werden. Es ist als Maximum zu schätzen, daß die Häufigkeit von $O = 18$ zu der von $O = 16$ sich wie 1:1250 u. von $O = 17$ zu $O = 16$ wie 1:10000 verhält. — O mit der M. 17 ist auch schon bei Zusammenstoßen zwischen α -Teilchen u. Stickstoffkernen beobachtet werden. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3528—34. Dez. 1929. Berkeley [Cal.], Univ. of California.) KLEMM.

P. Swings, *Über Resonanzserien im Schwefeldampf*. Vf. untersucht das Resonanzspektrum des Schwefeldampfes unter Bedingungen, die eine hohe Intensität des Fluoreszenzlichtes gewährleisten (Resonanzgefäß zylindr. vom Lichtbogen umgeben). In Ergänzung zu der von ROSEN (C. 1927. II. 782) beobachteten, durch die Hg-Linie 3132 Å. angeregten Resonanzserie beobachtet Vf. Resonanzserien, die durch die Linien 2894, 2968, 3126 u. 3655 Å. angeregt werden. Die Linie 3655 Å. ergibt eine Folge von Linien-doublets mit $\Delta = 34 \text{ cm}^{-1}$, in Abständen von ca. 670 cm^{-1} . Diese Serie ist bei 600° ($p = 15$ — 20 mm) am stärksten. Durch λ 3132, 3126 u. 2968 werden lange Doubletserien angeregt ($\Delta = 18$; 16,8 u. 16 cm^{-1}). Diese Serien sind bei kleineren Drucken stärker. Außer Doubletserien regen λ 2894, 2968, 3012, 3126 u. 3132 noch Multiplettserien mit 2, 3, 4, 5 u. 6 Gliedern an. (Compt. rend. Acad. Sciences 189. 982—83. 2/12. 1929.) E. RABINOWITSCH.

Suresh Chandra Deb, *Struktur des dreifach ionisierten Chlors*. (Vgl. C. 1929. II. 1893.) Vf. teilt mit, daß er die Spektrallinien identifiziert hat, die dem Elektronensprung $4p \rightarrow 4s$ im Ion Cl^{+++} entsprechen. Die Linien gehören dem Triplett- u. dem Singulettssystem an, liegen bei $\nu = 35$ — $38\,000 \text{ cm}^{-1}$ u. stellen Übergänge von den Termen 3D , 3P , 3S u. 1P zu den Termen 3P u. 1P dar. (Nature 124. 513. 5/10. 1929. Allahabad, Univ., Phys. Lab.) E. RABINOWITSCH.

James F. Duncan, *Experimentelle Untersuchung einiger Elektronenbanden des CO_2* . Vf. untersucht zwei von DUFFENDACK u. FOX (C. 1927. II. 1233) dem CO_2 zugeschriebene Banden mit einem 21-Fuß-Konkavgitter, um ihre Feinstruktur festzustellen. Als Lichtquelle diente ein Niederspannungsbogen im reinen, strömenden CO_2 , die Expositionen betragen 50—100 Stdn. Die beiden Banden (2880 Å. u. 2895 Å.) werden weitgehend in Einzellinien aufgelöst. Die Struktur beider Banden ist ähnlich. Sie scheinen aus je 3 Zweigen zu bestehen; Vf. bezeichnet sie als den positiven, negativen u. den Nullzweig, ohne behaupten zu wollen, daß sie „wirklich“ Zweige dieser Art sind. Der „Nullzweig“ hat die Form einer einzigen starken Linie.

Die beschriebenen Banden erscheinen nicht in Absorption. Nach den Verss. von DUFFENDACK u. SMITH (C. 1927. II. 541) über ihre Anregung in Gemischen von CO_2 mit den Edelgasen gehören sie dem CO_2^+ -Ion an. Die beiden untersuchten Banden gehören nicht zu dem von FOX, DUFFENDACK u. BARKER (C. 1927. II. 672) zusammengestellten CO_2 -Bandensystem, sondern scheinen ein eigenes System zu bilden. (Physical Rev. [2] 34. 1148—53. 15/10. 1929. Univ. of Michigan.) E. RABINOWITSCH.

Z. Bay und W. Steiner, *Das kontinuierliche Wasserstoffspektrum als Lichtquelle für Absorptionsversuche im Ultraviolett*. II. (I. vgl. C. 1928. I. 97.) Vff. beschreiben eine verbesserte Konstruktion der von ihnen in I. angegebenen Wasserstofflampe zur Erzeugung eines kräftigen Kontinuums im Ultraviolett. Die neue Röhre wird aus Supraxglas gebaut, was schon bei einfachen Röhren eine höhere Belastung erlaubt (z. B. 200 mAmp. im Dauerbetrieb, bei 2000 V Elektrodenspannung). Für besonders hohe Stromstärken wird eine besondere Konstruktion mit einem Porzellanrohr als Leuchtraum beschrieben; diese Lampe verträgt bis 0,5 Amp. Im zweiten Teil der Arbeit teilen Vff. die Ergebnisse der Messung der Intensitätsverteilung im Spektrum der beschriebenen Lampen mit. Es wird die Intensität der Gebiete 1900—3660 Å., 3660—6440 Å. u. 6440—10 000 Å. bei verschiedenen Stromstärken u. Drucken verglichen. Die Intensität der ultravioletten Strahlung nimmt mit der Stromstärke linear zu. Das Verhältnis Ultraviolett/Sichtbar ist bei $p = 0,5 \text{ mm}$ 4,2, bei $p = 3,5 \text{ mm}$ 6,4. Die wassergekühlten Lampen zeigen eine schwächere Ultrarotstrahlung als nichtgekühlte. Das Verhältnis Ultraviolett/Sichtbar ist bei der H_2 -Lampe etwa 10-mal günstiger als bei der Hg-Lampe. Die Gesamtenergie, die durch das Quarzfenster der Lampe austritt, ist aber nur gering (1500 er./sec. bei 500 mAmp. Beglastung). (Ztschr. Physik 59. 48—52. 18/12. 1929. Berlin, Univ., Phys.-Chem. Inst.) E. RAB.

Carl J. Christensen und G. K. Rollefson, *Natriumbogen von hoher Intensität und ohne Selbstumkehr*. Nach dem Prinzip der CARIO-LOCHTE-HOLTGREVEN-Lampe konstruieren die Vff. eine verbesserte Na-Bogenlampe für Resonanzunters. Die neue Lampe verträgt Ströme von 1,5 Amp. u. mehr. (Physical Rev. [2] 34. 1154—56. 15/10. 1929. Berkeley, Univ. of California, Chem. Lab.) E. RABINOWITSCH.

Carl J. Christensen und G. K. Rollefson, *Einfluß der Anregungsart auf die Übergangswahrscheinlichkeiten im Natriumdampf*. Mit Hilfe der in der vorst. Arbeit beschriebenen Na-Lampe als Lichtquelle regen die Vff. die Resonanzfluoreszenz im Na-Dampf an; durch Ausfiltern der D-Linien wird bewirkt, daß als anregendes Licht die zweite Hauptserienlinie, $3^2P \rightarrow 1^2S$ (3303 Å) dient. In Emission erscheint neben den eingestrahelten Linie 3303 auch die D-Linie. Aus ihrer relativen Intensität bestimmt Vf. die Wahrscheinlichkeiten dafür, daß ein Na-Atom in 3^2P -Zustand zum Normalzustand (a) direkt oder (b, c) indirekt, nach $3^2P \begin{matrix} \leftarrow 3^2D \\ \leftarrow 2^2S \end{matrix} \rightarrow 2^2P \rightarrow 1^2S$

zurückkehrt. Er erhält für das Intensitätsverhältnis $(b + c)/a = \text{ca. } 1,7$. Aus den Verss. von WEISS (C. 1929. I. 2388) über die relativen Linienintensitäten in Na-Bogen folgt für dieses Verhältnis ein Wert von der Größenordnung 50. Vf. schließen daraus, daß die Übergangswahrscheinlichkeiten vom 3^2P -Term nach den verschiedenen unteren Termen von der Art der Anregung des 3^2P -Terms abhängen; diese Auffassung steht im Gegensatz zu den üblichen theoret. Annahmen über die Übergangswahrscheinlichkeiten. (Physical Rev. [2] 34. 1157—66. 15/10. 1929. Berkeley, Univ. of California, Chem. Lab.) E. RABINOWITSCH.

K. Wurm, *Über die Struktur der roten Lithiumbanden*. Vf. teilt die Ergebnisse der Analyse der im Rot (6—8000 Å) gelegenen Li_2 -Banden mit; die Aufnahmen dieser Banden wurden gleichzeitig mit denen der [in einer vorhergehenden Arbeit (C. 1929. I. 1418) analysierten] grünblauen Banden nach der dort beschriebenen Methode gewonnen. Es wird zunächst ein Kantenschema von 11 roten Banden gegeben; die Kantenformel ist $1. \nu = 14\,022,0 + (251,7 n' - 1,5 n'^2) - (347,9 n'' - 2,4 n''^2)$. Das n'' -Glieder in 1. ist mit dem entsprechenden Glied in der Kantenformel der blaugrünen Banden ident.; die roten Banden haben also den gleichen Endterm ($1^2\Sigma$). Die roten Banden enthalten nur je ein P- u. ein R-Zweig; es handelt sich also um den Übergang $1^2\Sigma \rightarrow 1^2\Sigma$. Für 6 Banden wird die Feinstruktur ausführlich angegeben. Für die Rotationskonstanten ergeben sich aus der Feinstruktur folgende Werte:

$$\begin{array}{lll} B''_0 = 0,668 & B''_1 = 0,661 & B''_2 = 0,652 \\ B'_0 = 0,495 & B'_1 = 0,491 & B'_4 = 0,473 \\ & B'_5 = 0,469 & \end{array}$$

Aus diesen B-Werten ergeben sich dann die Trägheitsmomente u. Kernabstände:

Term	Trägheitsmoment	Kernabstand
$1^2\Sigma$ (oben)	$56,3 \cdot 10^{-40}$	3,12 Å
$1^2\Sigma$ (unten)	$41,4 \cdot 10^{-40}$	2,67 Å

Die Grundschwingungen sind $\omega_0 = 251,7$ u. $\omega'_0 = 347,9 \text{ cm}^{-1}$. Die Extrapolation der Schwingungszustände nach BIRGE u. SPONER gibt für den unteren Zustand eine Dissoziationsarbeit von 1,7 Volt. Die beiden oberen Zustände (1^2I , blaugrüne Banden u. $1^2\Sigma$, rote Banden) konvergieren, soweit sich feststellen läßt, gegen eine gemeinsame bei 3,2 V gelegene Grenze. Der Abstand von der Konvergenzstelle des Grundterms ist also 1,5 V, was der Anregungsenergie 1,8 V des Li ($2S \rightarrow 2P$) entspricht; eine bessere Übereinstimmung war nach Art der Extrapolation nicht zu erwarten. Der Grundzustand $1^2\Sigma$ entsteht also aus 2 normalen Li-Atomen ($2S$), die angeregten Zustände 1^2I u. $1^2\Sigma$ aus einem normalen u. einem angeregten Li-Atom im Zustand $2P$. (Ztschr. Physik 59. 35—41. 18/12. 1929. Potsdam, Astrophys. Obs.) E. RABINOWITSCH.

O. S. Duffendack, Clement L. Henshaw und Marie Goyer, *Anregung des MgII-Spektrums durch Stöße zweiter Art mit metastabilen Atomen und Ionen der Edelgase*. In dem elektr. Wolframofen, der in einer vorhergehenden Mitt. (C. 1929. II. 2531) beschrieben wurde, wird die Anregung des Mg^+ -Spektrums durch Stöße mit metastabilen u. ionisierten H_2^+ , Ar-, Ne- u. He-Atomen untersucht. In H_2^+ u. Ar wurden nur die Mg^+ -Linien angeregt, deren Ausgangsterme ($3p$, $3d$ u. $4s$) 12,02 bis 16,44 V über dem Grundterm des Mg liegen; im He u. Ne auch höhere Serienglieder, im He besonders stark die von $5p$, $4f$ u. $5f$ ausgehenden (19,19—20,41 V), im Ne die von $7s$ ausgehenden (21,04 V). Diese u. auch die anderen auftretenden Mg^+ -Terme stehen in guter energet. Resonanz mit den Termen H_2^+ (16,4 V), Ar^+ (15,69 u. 15,86 V), Ne^* (metastabil 16,6 V), Ne^+ (21,5 V), He^* (metastabil, 19,8 u. 20,5 V); sie werden also wahrscheinlich durch

Stöße zweiter Art mit neutralen Mg-Atomen angeregt, in einem Akt, nach dem Schema $Mg + Ne^* \rightarrow (Mg^+)^* + Ne + \text{Elektron usw.}$ Der maximale Betrag, der bei dieser Art der Anregung in kinet. Energie umgesetzt werden muß, beträgt 2,31 V (Anregung von $4f.^2F = 19,19$ V durch $Ne^* = 21,5$ V); aus der kinet. Energie werden Beträge von 0,23 V (Anregung des Terms $8f.^2F = 21,73$ V durch Ne^*) u. 0,58 V (Anregung von $3d.^2D$ durch Ar^+) entnommen. Trotz der Temp. von ca. 1000° ist die letzte Zahl zu groß; es wäre in diesem Fall an eine Mitwirkung von N_2^+ zu denken; der Stickstoff war im Argon als Verunreinigung enthalten. (Physical Rev. [2] 34. 1132—37. 15/10. 1929. Univ. of Michigan.) E. RABINOWITSCH.

J. G. Black, W. G. Nash und C. A. Poole, *Einfluß von Argon und Wasserstoff auf die Spektren des Zinkdampfes*. Im Niedervoltbogen im reinen Zn-Dampf sowie im Dampfgemisch Zn + H₂ u. Zn + Ar vergleicht Vf. die Intensität verschiedener Linien des Zn-Bogen- u. Funkenspektrens. Es ergibt sich, daß Ar u. H₂ die Linien λ 6479, 6214, 5894, 5772, 5182, 4924, 4911, 4298, 4292, 4113, 3965, 2801 u. 2770 Å stark schwächen. Die Resonanzlinie 3075 Å wird vom Ar nicht beeinflusst, vom H₂ vollständig ausgelöscht. Für diese letzte Wrkg. schlägt der Vf. als Erklärung eine Dissoziation des H₂ (wie bei der Auslöschung der λ 2537 Å des Hg durch H₂) vor; die Abschwächung der übrigen Linien kann noch nicht gedeutet werden. (Physical Rev. [2] 34. 1138 bis 1141. 15/10. 1929. Univ. of Kentucky, Georgetown Coll.) E. RABINOWITSCH.

E. D. Mc Alister, *Spektrum des neutralen Quecksilberatoms im Wellenlängengebiet 1 bis 2 μ* . Vf. untersucht das ultrarote Hg-Spektrum mit einem Prismenspektrograph u. Thermoclement. Es werden 45 Linien (9842 Å bis 1,9705 μ) ausgemessen; davon werden 32 (darunter 14 neue Linien) als Kombinationen bekannter Terme erkannt, 8 bleiben ungedeutet. Die drei Glieder des Triplets $1^3S_1 \rightarrow 2^3P_{0,1,2}$ zeigen relative Intensitäten, die dem theoret. Verhältnis 5:3:1 gut entsprechen, wenn man bei der Berechnung die von FOWLER (C. 1926. I. 2170) angegebene Verfeinerung der Summenregel benutzt. Die FOWLERSche Korrektur soll für Multipletts, deren Komponenten weit voneinander entfernt sind, gelten; ein solcher Fall liegt bei dem untersuchten Multiplett vor, da es ein Gebiet von 2600 Å überspannt. (Physical Rev. [2] 34. 1142—1147. 15/10. 1929. Univ. of Oregon, Phys. Lab.) E. RABINOWITSCH.

Gerald Kruger, *Ausdehnung des Funkenspektrums des Kupfers, Cu II*. Vf. untersucht das Funkenspektrum des Kupfers im entfernten Ultraviolett mit Hilfe einer Schüller-Lampe mit Hohlkathode u. eines Vakuumgitters. Es werden die Wellenlängen von ca. 100 Cu⁺-Linien im Gebiet 725—1663 Å angegeben; die Einordnung dieser Linien in das bekannte Cu⁺-Termschema führt zur Kenntnis einiger höherer Term-Serienglieder. Aus je 4 Seriengliedern zweier Seiten ($3d^9 n s^1 D$ u. $3D$) wird die Höhe der Grenze (Term $3d^9 \cdot 2D^{1/2}$ des Cu⁺⁺) berechnet; daraus ergibt sich der Grundterm $3d^{10} \cdot 1S_0$ des Cu⁺ zu 163 634,2 cm⁻¹, die Hauptionisierungsspannung Cu⁺ \rightarrow Cu⁺⁺ zu 20,2 Volt. Die Voraussage HUNDS über die Verteilung der Cu⁺-Serien auf die verschiedenen Grenzen werden bestätigt. (Physical Rev. [2] 34. 1122—31. 15/10. 1929. Ithaca, N. Y.. Cornell Univ.) E. RABINOWITSCH.

F. Lowater, *Titanoxydbanden im Orange, Rot und Ultrarot*. Kurze Wiedergabe der Ergebnisse der bereits C. 1929. II. 2861 ref. Arbeit. (Nature 123. 644. 27/4. 1929. South Kensington, Imper. Coll. of Sci.) E. RABINOWITSCH.

Brooks A. Brice, *Doppelter Schwingungsisotopeneffekt im Bandenspektrum des Silberchlorids*. Vf. teilt mit, daß man im AgCl-Spektrum in Absorption nicht nur die bereits in Emission beobachtete Cl-Isotopenstruktur, sondern auch die Ag-Isotopenstruktur beobachten kann. Die „Cl-Aufspaltung“ beträgt 3—30 cm⁻¹, die „Ag-Aufspaltung“ 1—4 cm⁻¹. Auf Grund der Isotopenstruktur hat Vf. die Zuordnung der Schwingungsquantenzahlen im AgCl-Spektrum durchgeführt. Die Nullbande liegt bei 31574,4 cm⁻¹; die Dissoziationsenergie ist 3,00 im Grundzustand u. 0,35 V im angeregten Zustand. (Physical Rev. [2] 34. 1227. 15/10. 1929. New York Univ., Univ. Heights.) E. RABINOWITSCH.

Takeo Hori, *Über die Struktur der CH-Bande 3143 Å und einer neuen NH-Bande 2530 Å*. Schon referiert nach einer vorläufigen Mitt. (C. 1929. II. 2861). (Ztschr. Physik 59. 91—101. 18/12. 1929. Port Arthur, Süd-Mandschurei, Phys. Inst. d. Techn. Hochschule.) E. RABINOWITSCH.

H. Ley und B. Arends, *Die Ultraviolettabsorption des Hydroxyliions*. Vorläufige Mitteilung. In Ergänzung der Absorptionsmessungen an Essigsäure u. Acetaten (vgl. C. 1929. II. 1134) wird der analoge Vers. mit H₂O u. OH⁻ ausgeführt. Verss. an verd. wss. NaOH, Ba(OH)₂ u. Ca(OH)₂ ergeben eine Absorptionsstelle bei 1860 Å. Vergleiche

werden mit reinem W. [ferner mit $Ba(ClO_4)_2$] zur Abschätzung der Eigenabsorption von Ba^{++} vorgenommen. Obwohl eine Verschiedenheit der Absorption an $Ba(OH)_2$ u. $NaOH$ gefunden wird, ist die gefundene Absorptionsstelle dem OH^- zuzuschreiben. Das Spektrum des OH^- ist gegenüber dem des H_2O gegen Rot verschoben. Ein analoger Effekt hatte sich an Essigsäure ergeben. In vorläufigen Verss. wird dasselbe an SH^- u. $C_2H_5S^-$ gefunden. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 6. 240—46. Dez. 1929. Münster, Chem. Inst. d. Univ.)
EISENSCHITZ.

B. Venkatesachar und **L. Sibaiya**, *Ramanspektren in der Atmosphäre um Metallbögen*. Bei der Unters. des Hg-Spektrums in CO_2 -Atmosphäre bei 6 cm Hg werden zwei Ramanlinien des CO_2 beobachtet ($d\nu$ 1280 u. 1379). Dieser Befund eröffnet eine Erklärungsöglichkeit für die in allen Spektren vorhandenen schwachen, unklassifizierten Linien. Im Bogen ist die Bldg. von Moll. — auch in den einatomigen Dämpfen — durch die Ggw. aktivierter Atome begünstigt. Die Hypothese kann rechner. an vielen Linien des Hg u. Zn bestätigt werden. Als Beispiel wird angeführt die Linie 2686,67 (Hg); anregende Linie 2536, $d\nu$ 2204, beobachtete Ultrarotfrequenz 2206. (Nature 124. 838. 30/11. 1929. Bangalore, Centrall Coll., Dep. of Physics.) LESZ.

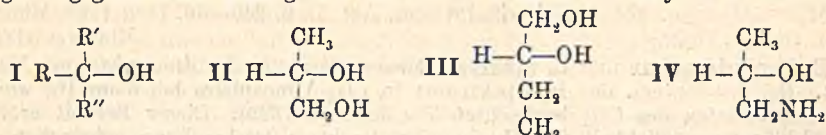
A. Petrikaln und **J. Hochberg**, *Zum Ramaneffekt hochschmelzender Substanzen*. Es wird eine Versuchsanordnung ausgearbeitet, die es gestattet, das Ramanspektrum hochschm. Substanzen (bis 280°) in fl. Zustand zu untersuchen. Beobachtungsrohr u. Heizmantel sind aus durchsichtigem Quarzglas hergestellt, als Heizfl. dient konz. Schwefelsäure, die in einem Spiralrohr aus Pyrexglas erwärmt wird. Alle Rohrleitungen aus Pyrexglas, Verbb. nur lange Schliffe. Zirkulation der H_2SO_4 durch zwei Ventile u. dazwischen angesetzte Pumpe. Es wird das bei 217° schmelzende Eutektikum $KNO_3 + NaNO_3$ aufgenommen u. eine einzige verschobene Linie, entsprechend der Frequenzdifferenz $\Delta\nu = 1045\text{ cm}^{-1}$ gefunden. Diese Linie gehört zum NO_3^- -Ion u. tritt auch in wss. Lsgg. der Nitrate auf. (Ztschr. Physik 59. 114—16. 18/12. 1929. Riga, Univ.)
DADIEU.

A. C. Menzies, *Ramaneffekt an Krystallpulvern*. Es wird gezeigt, daß das an gepulverten Kaliumnitratkrystallen reflektierte Hg-Licht zwei verschobene Linien entsprechend $\Delta\nu = 1053\text{ cm}^{-1}$ enthält. Da diese Frequenzdifferenz auch in wss. Lsgg. von $NaNO_3$ auftritt u. dem NO_3^- -Ion zugeordnet wird, andererseits gepulvertes KBr keine verschobene Linien ergibt, kann es als sicher gelten, daß die verwendete experimentelle Methode wenigstens die stärkeren Ramanlinien zu beobachten gestattet. Die unverschobenen Hg-Linien sind außerordentlich stark. (Nature 124. 511—12. 5/10. 1929. Leicester, Univ.)
DADIEU.

E. Litznerberger, *Die optischen Konstanten einer Kohle im infraroten Gebiet*. Aus den bekannten opt. Konstanten einer Bogenlampenkohle berechnet Vf. auf Grund der DRUDESchen Theorie den Brechungsindex u. die Absorptionskonstante u. deren Dispersion zwischen 6 u. $19\ \mu$. Die Übereinstimmung mit dem bekannten Reflexionsvermögen ist befriedigend. (Ann. Physik [5] 3. 800—02. 4/12. 1929. Darmstadt.) EITZ.

Werner Kuhn, *Über optische Drehung und chemische Konstitution*. Man kann linear polarisiertes Licht entstanden denken durch Superposition eines rechts- u. eines linkszirkularen Strahls. Drehungsvermögen tritt dann auf, wenn in dem betreffenden Medium die Brechungsexponenten für rechts- u. links-Licht verschieden sind, u. zwar Drehung nach rechts, wenn $n_r < n_l$. Opt. Aktivität hängt also mit der Lichtbrechung zusammen. Die Existenz des COTTON-Effekts — das Drehungsvermögen wird in der Nähe der Absorptionsbanden anomal; die Substanz absorbiert hier rechts- u. links-Licht verschieden — beweist, daß, wie die Dispersion, auch die opt. Aktivität abhängen muß von der Lage der Absorptionsbanden, ihrer Stärke u. von einem Anisotropiefaktor, der den relativen Unterschied der Absorption der Bande gegenüber rechts- u. links-Licht charakterisiert. Im Gegensatz zu den Verhältnissen bei der Refraktion tragen gerade die schwachen, nahe am Sichtbaren gelegenen Banden wesentlich zur Drehung bei, die sich aus den Beiträgen einzelner Absorptionsbanden zusammensetzt. Letztere sind wieder auf bestimmte Substituenten zurückzuführen. Die Bande jeder Gruppe wird durch die übrigen Substituenten anisotrop. Da sich zeigen läßt, daß die Drehungsbeiträge der im äußersten Ultraviolett gelegenen Banden sich größtenteils wegheben, wird verständlich, daß die schwachen, im näheren Ultraviolett gelegenen Banden besonders berücksichtigt werden müssen. Die Wrkg. einer Gruppe wird um so geringer, je weiter sie vom asymm. Zentralatom entfernt ist. — Vf. zeigt dann an einer Reihe von Beispielen, daß seine Überlegungen qualitativ

zu vernünftigen Schlüssen führen. Bei den sek. u. tert. Alkylhalogeniden, vielleicht auch bei den Alkoholen, wird die Drehung (im Sichtbaren!) wesentlich von der Anisotropie des Halogens bzw. Hydroxyls bestimmt. Die „vicinale Wrkg.“ von Alkylen (Fähigkeit, durch Kopplungskräfte einer gegebenen Bande eine Anisotropie zu erteilen) hängt bei gegebener Anordnung I von der relativen Größe der Alkyle ab: Die Drehung



ist positiv für $\text{R}'' > \text{R}' > \text{R}$. Die positive Drehung von Propylenglykol der Konfiguration II beweist, daß CH_2OH der größere Alkylrest, die von III, daß es kleiner ist als C_2H_5 . Analoges gilt für das (positiv drehende) Oxyamin der Konfiguration IV. Verbb., die in der Nähe des asymm. C-Atoms eine stark absorbierende Gruppe tragen, zeigen erwartungsgemäß mitunter Anomalien. Sicher ist so z. B., daß die Doppelbindung wesentlich das Drehungsvermögen eines Äthylenderiv. bedingt. In Vinylcarbinolen des Typs I nimmt die Doppelbindung die Stellung des kleineren Alkyls R' ein. Beim linksdrehenden Anylalkohol, dessen Konfiguration noch nicht feststeht, $(\text{CH}_3)\text{CH}(\text{C}_2\text{H}_5)\cdot\text{CH}_2\text{OH}$, besagt die Tatsache, daß alle durch Ersatz des OH gegen andere Reste erhaltenen Derivv. positiv drehen, daß die C_2H_5 -Gruppe das Drehungsvermögen bedingt. (Ber. Dtsch. chem. Ges. 63. 190—207. 8/1. Heidelberg, Univ.) BERGMANN.

Alfred Russell und Alfred Walter Stewart, Teslalumineszenzspektren. VIII. *Einige halogensubstituierte Benzolderivate.* (VII. vgl. C. 1930. I. 12.) Chlorbenzol gibt ein schwaches Teslalumineszenzspektrum von 12 scharfen engen Banden zwischen λ 2955 u. λ 2745; Wellenzahldifferenz zwischen den einzelnen Banden $\nu = 104$. — Fluorbenzol zeigt 45 scharfe Banden zwischen λ 2955 u. λ 2745; $\nu = \text{ca. } 100$. — Brom- u. Jodbenzol geben keine Lichtemission. — *o*- u. *p*-Dichlorbenzol geben Spektren sowohl im Grün wie im Ultraviolett; $\nu = 108$. — *m*-Dichlorbenzol zeigte nur schwache Emission im Grün, die nicht photographiert werden konnte. — *o*-, *m*- u. *p*-Chlortoluol sowie *p*-Fluortoluol geben sowohl ultraviolette Spektren wie auch sehr intensive Spektren im Grün; bei *p*-Chlortoluol $\nu = 80$ bei *p*-Fluortoluol $\nu = \text{rund } 80$ in Grün u. 81,5 im Ultraviolett. — *o*-Chlorphenol hat ein schwaches Spektrum im Ultraviolett mit 14 Banden, von denen 5 mit denen des Phenols übereinstimmen. Das schwache Spektrum von *p*-Chlorphenol, zwischen λ 2930 u. λ 2750, ist eine Fortsetzung dessen des Phenols gegen das sichtbare Gebiet. — *o*-, *m*- u. *p*-Chloranilin geben schwache kontinuierliche Spektren ohne Linien oder Banden, sehr viel weniger intensiv als das Anilins. — Auf die einfachen Wellenzahlenbeziehungen innerhalb der einzelnen Spektren wird hingewiesen. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2432—36. Nov. Belfast, QUEEN'S Univ.) BEHRLE.

Mary W. Monypeny und Alfred Russell, Die Fluoreszenzspektren der Dämpfe von Fluorbenzol und *p*-Fluortoluol. Die Dämpfe beider Verbb. geben bei Anregung durch das ultraviolette Licht einer Hg-Lampe (MARSH, C. 1924. I. 616) gut ausgebildete Bandenspektren, die ident. sind mit ihren Teslalumineszenzspektren (vgl. vorst. Ref.), nur weniger Banden enthalten. Fluorbenzol zeigte 22 scharfe Banden im Ultraviolett, $\nu = \text{ca. } 100$; *p*-Fluortoluol 18 Banden, die sich auf doppelte Art u. Weise gruppieren lassen, einmal mit $\nu = \text{ca. } 100$ u. das andere Mal mit $\nu = \text{ca. } 80$. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2436—38. Nov. Belfast, QUEEN'S Univ.) BEHRLE.

A. Steigmann, Photochemische Reduktions- und Oxydationsprozesse vom elektronischen Standpunkt. II. (I. vgl. C. 1929. II. 1616.) Im Hinblick auf den reinen Chromophor, z. B. Anthrachinon u. die Farbstoffe mit diesem Chromophor, z. B. die Anthrachinonfarbstoffe, hat sich die Annahme von lichtehtmachenden Gruppen u. Gruppenstellungen bzw. Koppelungen aufgedrängt, u. es wurde die Vermutung ausgesprochen, daß die Lichtempfindlichkeitserhöhung durch diese konstitutiven Momente, entweder durch eine mehr oder minder starke Elektronenabschirmung zustande kommt, ähnlich wie bei der photograph. Desensibilisierung, oder aber, wo bei den lichtehten Farbstoffen kein opt. Sensibilisierungsvermögen bemerkbar ist, durch Unterbindung einer Elektronenaktivierung seitens der absorbierten, dann aber in nicht genügend bekannter Weise transformierten Lichtenergie. (Ztschr. wiss. Photogr., Photophysik u. Photochem. 27. 268—72. Dez. 1929.) LESZYNSKI.

Philip Albert Leighton und **George Shannon Forbes**, *Die photochemische Zersetzung von Benzochinon in Wasser und in Alkohol*. Nach Literaturangaben wird Benzochinon in alkoh. (a) oder wss. (b) Lsg. durch Licht zers.; in a) bildet sich Acetaldehyd, Hydrochinon u. ein drittes kompliziertes Prod., in b) Hydrochinon u. mehr von diesem komplizierten Prod. Zur Messung benutzte man die Linien $\lambda = 5770, 5460, 4350, 3130, 3020, 2700$ u. 2537 eines Hg-Lichtbogens. Zur Messung des Umsatzes wurde jodometr. die Abnahme an Chinon bestimmt. Vorvers. ergaben u. a. eine Verminderung der Geschwindigkeit von Dunkel- u. Lichtkr. durch Säure, eine sehr erhebliche Vergrößerung durch Alkalizusatz. Die quantitativen Messungen zeigen in W. eine Induktionsperiode, die sich in 50%ig. u. reinem A. nicht wiederfindet. In der Quantenausbeute Φ zeigten sich Schwellen; sie liegt bei W. zwischen 4350 (0,16) u. λ 3660 (0,9); in alkohol. Lsgg. ist sie nach längeren Wellen verschoben u. liegt zwischen λ 4350 u. λ 5460; bei den Wellen kürzer als 4350 ist in alkoh. Lsg. Φ unabhängig von der Konz. u. ziemlich genau 0,5 (bei Abwesenheit von O₂; sonst ändern sich die Φ -Werte etwas mit der Rk.-Dauer). Der Gang der Φ -Werte wird mit der Lichtabsorption der alkoh. Lsg. verglichen; λ 4350 liegt innerhalb der ersten Absorptionsbande; von hier bis in die 2. Bande hinein ändern sich die Φ -Werte nicht. — Zur Deutung der Quantenausbeute 0,5 kann man entweder die Erklärung von WEIGERT u. BRODMANN (C. 1926. II. 336) für Nitrobenzaldehyd benutzen oder annehmen, daß jedes Quant aktiviert u. daß eine 50% wirksame Folgerk. für die beobachteten Ausbeuten verantwortlich ist. — Die Rk.-Geschwindigkeit scheint kaum temperaturabhängig zu sein. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3549—59. Dez. 1929. Cambridge [Mass.] Harvard Univ. u. Stanford [Cal.], Univ.) KLEMM.

K. L. Wolf, G. Briegleb und **H. A. Stuart**, *Kerreffekt, Lichtstreuung und Molekülstruktur*. Zusammenfassender Bericht über die Ermittlung der Konfigurationen von Moll. durch kombinierte Messung des elektr. Momentes, der elektr. Doppelbrechung u. der Depolarisation des Streulichtes. Die Theorie der „atomaren Dipole“ wird krit. erörtert, aus einer Reihe opt. u. chem. Tatsachen ergibt sich eine Einschränkung ihrer Gültigkeit auf nahegelegene Atome. Dementsprechend steigt die opt. Anisotropie langer Ketten nicht bis zum theoret. Grenzwert. Die Theorie stimmt bei den H-Verbb. nicht gut, führt aber bei einer Anzahl 2-atomiger Moll. auf brauchbare Abschätzungen, u. kann auch auf organ. Moll. angewendet werden. An den folgenden Substanzen werden unter Zugrundelegung der Kerr-Konstante, der opt. Anisotropie u. des Dipolmomentes eingehende Berechnungen durchgeführt: He, Ne, Ar, Kr, Xe, H₂, N₂, O₂, Cl₂, CO₂, CS₂, N₂O, (CN)₂, C₂H₂, CCl₄, CH₄, C₂H₆, n-C₅H₁₂, n-C₆H₁₄, C₆H₆, C₆H₁₂, HCl, CO, HCN, H₂S, SO₂, NH₃, CH₃Cl, CH₃Br, A., CH₃OH. Während genaue Rechnungen nur an verd. Systemen möglich sind, gelingt es auch, an Substanzen in reinem fl. Zustand qualitative Schlüsse zu ziehen. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 6. 163 bis 209. Dez. 1929. Karlsruhe, Phys.-chem. Inst. d. T. H., Königsberg, II. Phys. Inst. d. Univ.) EISENSCHITZ.

J. Barton Hoag, *Electron physics*. New York: Van Nostrand 1929. (217 S.) 8°. Lw. § 3.—

A₁. Elektrochemie. Thermochemie.

G. Scheibe und **E. Lederle**, *Quantitative Beziehungen zwischen Dipoleigenschaften und der Verschiebung von Absorptionsbanden homöopolarer Moleküle in Lösungen*. Vf. diskutiert die Verschiebung der Absorptionsbanden gel. Moll. in Abhängigkeit vom Dipolmoment u. den räumlichen Maßen der Moleküle. Das elektr. Feld eines Dipols ist proportional dem Moment durch dritte Potenz des Abstandes. Bei Annahme dichtester Kugelpackung in der Fl. ist für Berechnung des Feldes an Stelle der 3. Potenz des Radius das Volum eingesetzt. Die Verschiebung des Linienmaximums setzt Vf. gleich dem Prod. aus dem Quadrat der Feldstärke, einem LANGEVIN-Faktor u. der aus der Dispersionsformel entnommenen Deformierbarkeit des Chromophormoleküls, ohne eine neue Konstante einzuführen. Messungen an Aceton u. Jodäthyl in der Homologenreihe Methanol bis Pentanol u. Acetonitril bis Valeronitril ergeben einige mit der Formel im groben vereinbare empir. Regelmäßigkeiten. Eine Kontrolle der Formel liefert die Berechnung der Molekülgröße von Aceton, die der aus der dichtesten Kugelpackung berechneten nahe liegt. Auch die Temp.-Abhängigkeit ergibt sich in der in der Formel angegebenen Richtung u. Größenordnung. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 6. 247—49. Dez. 1929. Erlangen, Phys.-Chem. Abt. d. Inst. f. angew. Chemie d. Univ.) EISENSCHITZ.

A. Pützer, *Wirkung eines Magnetfeldes auf die Dielektrizitätskonstante von Gasen*. Vff. verwendet eine Schwebungsmethode; die Meßfrequenz entspricht 70 m Wellenlänge; die Schwebungen werden an den LISSAJOU-Figuren im opt. Telephon beobachtet. Es wird eine Empfindlichkeit von ca. 10^{-7} für die DE. erreicht. Untersucht werden O_2 , H_2 , CO_2 u. N_2 . Durch ein Magnetfeld von 8000 Gauss wird keine merkliche Änderung der DE. bewirkt. (Ann. Physik [5] 3. 333—58. 30/10. 1929. München, Phys. Inst. d. Univ.) EISENSCHITZ.

R. Sängner und O. Steiger, *Temperaturempfindlichkeit der Molekularpolarisation von Gasen und Dämpfen*. II. *Methyl-, Äthyl- und Propylchlorid*. (I. vgl. C. 1929. II. 1135.) Vff. bestimmen an *Methyl-, Äthyl- u. Propylchlorid* die Temp.-Abhängigkeit des Druckes bei konstanter Dichte zwischen ca. 300 u. 460° absol. Ferner wird die Dichte der 3 Dämpfe mit 0,2% Genauigkeit gemessen. Aus Messungen der DE. im gleichen Temp.-Bereich werden nach der DEBYESchen Theorie Dipolmoment u. ultrarote Polarisation ermittelt. Das Moment des *Äthylchlorids* ist größer als die der beiden anderen Verbb. Die über die untersuchten Stoffe vorliegenden Ergebnisse anderer Autoren werden erörtert; die Messungen der Vff. beanspruchen größere Sicherheit. (Helv. phys. Acta 2. 411—18. 1929. Zürich, Phys. Inst. d. E. T. H.) EISENSCHITZ.

C. P. Smyth und W. N. Stoops, *Die dielektrische Polarisation von Flüssigkeiten*. VI. *Äthyljodid, Äthanol, normal-Butanol und normal-Octanol*. (V. vgl. C. 1929. II. 1265.) Vff. bestimmen die DEE. von Äthyljodid in Heptan u. von Äthanol, n-Butanol u. n-Octanol in verschiedenen nicht polaren Fll. über ein großes Konz.-u. Temp.-Bereich (im Maximum -110° bis $+70^\circ$). Für die Wellenlänge 600 m fand man für die reinen Alkohole u. ihre Lsgg. qualitativ Anzeichen für anomale Dispersion. — Die P_2 -Werte der Alkohole sind wegen der großen Wrkg. der molekularen Orientierung stark von der Temp. u. der Konz. abhängig; doch bleibt für stark verd. Lsgg. die DEBYE-Gleichung $P_2 = a + b/T$ anwendbar u. die elektr. Momente der Moll. können berechnet werden. $\mu \cdot 10^{18}$ ist für Äthyljodid 1,66 (Literaturwerte 1,62—1,7), für A. bei 60° 1,68 (Literaturwerte 1,69—1,74), n-Butylalkohol 1,74, n-Octylalkohol 1,70. Die elektr. Momente der primären Alkohole sind also unabhängig von der Länge der Kette. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3312—29. Nov. 1929.) KLEMM.

C. P. Smyth und W. N. Stoops, *Die dielektrische Polarisation von Flüssigkeiten*. VII. *Isomere Octylalkohole und molekulare Orientierung*. (VI. vgl. vorst. Ref.) Vff. messen die DEE. u. D.D. von 22 isomeren Octylalkoholen, die von **H. B. Glass, G. B. Malone, G. L. Dorough u. E. Emmet Reid** hergestellt waren; leider standen von den meisten nur geringe Mengen zur Verfügung, so daß nur die reinen Stoffe selbst gemessen werden konnten, nicht aber auch Lsgg. verschiedener Konz. in nicht polaren Lösungsm., aus denen dann hätte das Dipolmoment berechnet werden können. Nur von 2-Methylheptanol-3 stand genügend Material zur Verfügung, um Lsgg. in Bzl. zu messen; das Dipolmoment beträgt $1,62 \cdot 10^{-18}$, ist also prakt. gleich dem von n-Octanol (vgl. vorst. Ref.). — Bei den anderen Isomeren zeigen sich sehr große Unterschiede, die offenbar auf verschiedene molekulare Orientierung zurückzuführen sind. Vff. versuchen, wenigstens qualitativ die Änderungen der DE. mit der Temp. u. Konst. des Alkohols zu erklären, indem sie von den Begriffen „Orientierung 1. u. 2. Ordnung“ ausgehen. Darunter ist verstanden, daß sich die Dipole entweder 1. mit entgegengesetzten Polen in Richtung ihrer Längsachse aneinanderlagern u. so verstärken oder aber 2. parallel zueinander u. so abschwächen. Depolymerisation wird demnach bei 2 zu einer Erhöhung der DE. führen, u. in der Tat findet man in den Fällen, in denen 1 wenig wahrscheinlich ist — bei den tertiären u. zwei sekundären Alkoholen —, daß die an sich recht niedrige DE. mit steigender Temp. sehr große DE. gefunden wurde (also Orientierung nach 1), Doppelmoll. vorherrschen. — Viele der untersuchten Alkohole zeigten anomale Dispersion u. Absorption für eine Wellenlänge von 600; insbesondere trat dies bei den Isomeren mit sehr hoher DE. hervor. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3330—41. Nov. 1929. Princeton [New Jersey], Univ.) KLEMM.

Arnold Weissberger und Rudolf Sängewald, *Über die elektrischen Momente aromatischer Paradiamine*. Vff. bestimmt nach der Schwebungsmethode die DE. von *N-Tetramethyl-p-phenyldiamin* u. *N-Tetramethylbenzidin* in benzol. Lsg. Beide Substanzen haben ein kräftiges Dipolmoment nahezu gleicher Größe. Verss., die Best. an *p-Phenyldiamin* u. *Benzidin* auszuführen, scheiterten an deren geringen Löslichkeit. Aus Analogie mit anderen *H-* u. CH_3 -Verbb. schließen Vff. aus ihren Messungen

auf das Vorhandensein eines Momentes in beiden letztgenannten Stoffen, u. halten einen von anderer Seite veröffentlichten entgegengesetzten Befund für irrig. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 5. 237—40. Sept. 1929. Leipzig, Chem. Lab. u. Phys. Inst. d. Univ.)

EISENSCHITZ.

O. Hassel und E. Naeshagen, *Die Messung einiger Dipolmomente organischer Moleküle in benzolischer Lösung*. Vf. führt an Dibenzylketon, *n*-Butyraldehyd, Paraldehyd, Benzoin, Benzil, Hydrochinondimethyläther u. Mononitrohydrochinondimethyläther Messungen der DE. in benzol. Lsg. aus u. berechnet obere Grenzen der Dipolmomente. Dibenzylketon hat dasselbe Moment wie aliphatic Ketone. Das Moment von Benzil läßt sich aus den Teilmomenten der beiden Benzoylgruppen unter plausiblen Annahmen abschätzen. Vergleich von Butyr- u. Benzaldehyd deutet auf eine Erhöhung des Momentes durch die Phenylgruppe. Das bei Paraldehyd gefundene große Moment ist mit der ebenen Ringformel kaum vereinbar. Das Moment des Hydrochinonäthers ist zwar wegen des Temp.-Einflusses auf die Konfiguration nicht aus der Temp.-Abhängigkeit der DE. zu ermitteln, hat aber bei einer Temp. eine definierte physikal. Bedeutung. Die Momente des Dimethyl- u. Diäthyläthers sind nahezu gleich. Das Moment des Mononitroderiv. kann aus den Teilmomenten berechnet werden. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 6. 152—58. Nov. 1929. Oslo, Mineralog. Inst. d. Univ.) EITZ.

H. Kallmann und B. Rosen, *Über Ionisations- und Dissoziationsvorgänge in einfachen Gasen*. Gekürzte Wiedergabe der bereits C. 1930. I. 634 ref. Arbeit. (Physikal. Ztschr. 30. 772—73. 1/11. 1929. Berlin-Dahlem, Kaiser Wilhelm-Inst. f. physik. Chemie u. Elektrochemie.)

E. RABINOWITSCH.

R. Seeliger und Th. Handt, *Über die Ungeordnetheit der Elektronenbewegung in Gasen*. Vf. verwenden Entladungsröhren, in die Hg-Dampf vom Sättigungsdruck bei Zimmertemp. eingefüllt ist. Während im Glimmlicht einer Wasserstoffröhre die Emission der Hg-Linie 4347 unpolarisiert gefunden wird, kann man aus einer etwa auftretenden Polarisierung der Hg-Linie unter anderen Entladungsbedingungen auf eine Vorzugsrichtung im Elektronenstrahl schließen. Mittels der photograph. Doppelbildmethode wird die Polarisierung dieser Linie in Wasserstoff, Neon, Neon + Luft, Neon + Wasserstoff in der Mitte des Glimmlichtes bei anomalem Kathodenfall, im Glimmsaum bei normalem u. anomalem Kathodenfall, in der ungeschichteten u. geschichteten positiven Säule, in Schichtkopf u. Schichtende gemessen. Die Messungen werden relativ zur Strahlung der unpolarisierten Vergleichslichtquelle ausgewertet, die denselben Strahlengang durchlaufen hat. In der 1. Kathodenschicht erweist sich das Hg-Licht als merklich polarisiert; in den anderen Teilen der Entladung ist der Polarisationsgrad kleiner als 0,03. Dort ist die Bewegung mindestens der langsamen Elektronen völlig ungeordnet. Der Glimmsaum u. die positiven Schichten werden daher nicht durch Elektronen angeregt, die in einem Querschnitt der Entladung entstehen u. im Bereich des Leuchtens noch einigermaßen geordnet sind. Die Ursache der Polarisierung in der 1. Kathodenschicht können geordnete Elektronen oder Ionen sein. (Ann. Physik [5] 3. 575—84. 23/11. 1929.)

EISENSCHITZ.

M. Laporte und La. Goldstein, *Über Aktivierung in Edelgasen*. Die Vf. versuchen, die Frage, ob die Zerfallsatome im Augenblick des Zerfalls alle positiv geladen sind, zu entscheiden. Sie bringen in eine Röhre, die mit stabförmiger Kathode u. gitterförmiger Anode versehen ist, eine bestimmte Menge Emanation u. legen eine Spannung (85 Volt) an. Dann müßten die positiv geladenen Zerfallsatome sich alle auf der Kathode sammeln. Dem wirkt aber das Abgeben der positiven Ladung an durch Stoßionisation entstandene Ionen des Füllgases — ein solches ist als Bremsmittel notwendig — entgegen. Die Vf. vermuteten nun, daß bei Edelgasen als Füllgas diese Stoßionisation geringer sein würde wie bei Luft, sie also mit steigendem Gasdruck eine erhöhte Aktivierung der Kathode erhalten würden. Dies ist aber nicht der Fall; bei Argon als Füllgas ist die Aktivierung der Kathode bei allen Gasdrücken geringer wie bei Luft als Füllgas. (Compt. rend. Acad. Sciences 189. 689 bis 691. 28/10. 1929.)

FABER.

E. Lau und O. Reichenheim, *Untersuchungen über Gasentladung in Wasserstoff*. I. Vf. untersuchen den Zusammenhang von kontinuierlicher u. geschichteter Entladung in Wasserstoff mit dem Vorhandensein von H bzw. H₂-Schichtung tritt mit dem Viellinienspektrum an einzelnen Stellen des Entladungsröhres u. nahe der Kathode auf. An den Elektroden ist das Viellinienspektrum, aber keine Schichtung vorhanden. In der Nähe eines die Rekombination befördernden Katalysators (z. B. Eisenblech) treten in der sonst kontinuierlichen Entladung Schichten auf. Die Schicht-

bildner wandern als negativ geladene Teilchen zur Anode. Durch Einführung molekularer Wasserstoffs wird keine Schichtung bewirkt. Vff. schließen auf einen Zusammenhang von Rekombination u. Schichtung. Verss. in einem von der Kathode zur Anode strömenden Gas ergeben dasselbe wie in ruhendem. Durch Umkehren der Strömungsrichtung verändert sich zwar die Zahl der Schichten nicht, aber ihre Lage wird in Richtung zur Kathode verschoben. Entweder ist also die Ionenwanderung langsamer als der Gasstrom (1 m/Sek.) oder die vom Gasstrom mitgeführten, Schichtung bedingenden Teilchen sind neutrale Zwischenprodd. (H_2O , H_2 usw.). — Die Zahl der Schichten, die sich über verschiedenen Katalysatoren bilden, ist ein Maß für die katalyt. Wirksamkeit. Sie beträgt an *Kohle* 26, an *Eisen* 19, an *Kupfer* 14, an *Aluminium* 12 Schichten. Entsprechend 100% H_2 hat die Zahl der Schichten bei gegebener Stromstärke einen Sättigungswert, der bei dem Vers. mit *Kohle* erreicht sein dürfte. (Ann. Physik [5] 3. 840—48. 4/12. 1929. Berlin, Phys.-Techn. Reichsanst.)

EISENSCHITZ.

Otto Gaertner, *Die Ionisierung der Halogene (außer Fluor) und ihrer CH_3 -Verbindungen durch Röntgenstrahlen*. Die Apparatur ist die bereits früher beschriebene (vgl. C. 1929. II. 1768). Zur Kontrolle, ob die durch Bestrahlung in dem Absorber erzeugte Temp.-Verteilung hinreichend gleichmäßig ist, wird dieselbe Strahlung mit je einem Absorber von 0,035 u. von 0,25 mm Stärke gemessen; die Übereinstimmung ist befriedigend. Untersucht wird die durch Cu-Strahlung bewirkte Ionisation in Halogenen u. Alkylhalogeniden. Die Konz. wurde entweder bis zur völligen Absorption der Strahlung erhöht, oder es wurde die Menge der durchgehenden Strahlung bestimmt. Der Energieverlust in Volt/Ionenpaar beträgt: in Cl_2 23,6; in Br_2 27,9; in J_2 28,8; in CH_3Cl 26,0; in CH_3Br 28,7; in CH_3J 29,8. (Ann. Physik [5] 3. 325 bis 332. 30/10. 1929. Bonn, Röntgen-Forschungs-Inst. d. Univ.)

EISENSCHITZ.

Anton Eisl, *Über die Ionisierung von Luft durch Kathodenstrahlen von 10 bis 60 kV*. Vf. mißt die durch Kathodenstrahlen in Luft erzeugte Gesamtladung der Ionen. Die Elektronen werden durch eine Wechselfeldspannung von ca. 10—60 kV beschleunigt u. durch ein Celluloidfenster in die Ionisierungskammer geführt. Zur Aussonderung von Elektronen konstanter Geschwindigkeit wird ein Magnetfeld verwendet. Die Elektronengeschwindigkeiten u. ihr Geschwindigkeitsverlust im Celluloid werden in einer besonderen Apparatur bestimmt u. sorgfältig kontrolliert. Aus den Messungen der Ionisierung ergibt sich, daß die kinet. Energie, die zur Erzeugung eines Ionenpaares verbraucht wird, $32,2 \pm 0,5$ Volt/Ionenpaar beträgt u. von der Elektronengeschwindigkeit im Bereich von 9—59 kV unabhängig ist. (Ann. Physik [5] 3. 277 bis 313. 30/10. 1929. München, Physik. Inst. d. Techn. Hochsch.)

EISENSCHITZ.

Klaus Sixtus, *Untersuchungen über Sekundäremission*. Die durch Elektronenbombardement erregte „Sekundär“-Emission wird in ihrem Zusammenhang mit der gewöhnlichen Elektronenemission untersucht. Aus Verss. an techn. Elektronenröhren mit *W*-, thorierten *W*- u. Oxydkathoden ergibt sich ein entscheidender Einfluß des Kathodenmaterials, welches vermutlich durch Sublimation auf die Anode gelangt, auf deren Sekundäremission. — Zur Unters. des Zusammenhangs zwischen Sekundäremission u. Austrittsarbeit wird diese in einer besonders konstruierten Röhre an *W*-Draht verschiedenen Thorierungsgrades gemessen, u. zwar einmal durch Vergleich mit der Emission von reinem u. von vollständig mit *Th* bedecktem *W*, zweitens aus der Temp.-Abhängigkeit der Emission. Diese Messungen werden durch Messung des Kontaktpotentials zwischen *W* u. thoriertem *W* kontrolliert (welches in einfacher Weise aus der Charakteristik einer Röhre mit Elektroden aus diesen 2 Materialien zu entnehmen ist). Das Kontaktpotential ergibt sich um 10% kleiner als die Differenz der Austrittsarbeiten. Die Sekundäremission ändert sich mit der Austrittsarbeit, aber in größenordnungsmäßig kleinerem Umfang als die Primäremission. Sie ist zwischen 300 u. 1000° absol. nicht von der Temp. des emittierenden Körpers abhängig. — Eine große Zahl weiterer Beobachtungen werden mitgeteilt u. diskutiert. (Ann. Physik [5] 3. 1017—54. 23/12. 1929. Dresden, Inst. f. Schwachstromtechnik.)

EISENSCHITZ.

P. W. Bridgman, *Thermoelektrische Erscheinungen und elektrischer Widerstand von Metalleinkristallen*. Vf. stellt Einkristalle von *Zn*, *Cd*, *Sb*, *Sn* u. *Bi* dar, indem die Schmelze dieser Metalle in einem System von Glas- oder Quarzröhrchen langsam aus dem Schmelzofen gesenkt wird; dabei wachsen in den verschieden geneigten Röhren Einkristalle verschiedener Orientierungswinkel θ der kristallograph. Achse zur Rohrachse. Mit diesem Material werden Messungen der Thermokraft gegen *Cu* zwischen 20 u. 88° ausgeführt u. zur Berechnung der Thermokraft, PELTIER-Wärme u. Differenz.

der THOMSON-Wärme zwischen verschieden orientierten Einkristallen desselben Metalls ausgewertet. Die Größe der PELTIER-Wärme von *Sb* u. *Bi* ist mit der SOMMERFELDSchen Theorie des metall. Zustandes nicht vereinbar, da nach den Verss. die Energiedifferenz der Elektronen in 2 senkrecht orientierten Krystallen von derselben Größenordnung erscheint wie in der klass. Statistik. Die Abhängigkeit der Thermokraft von der Orientierung der Krystalle ist bei *Zn*, *Cd*, *Bi* im Einklang mit der KELVIN-VOIGT-schen Regel (Thermokraft eine lineare Funktion des $\cos^2 \vartheta$), bei *Sn* u. *Bi* treten deutliche Abweichungen auf, die scheinbar ausschließlich von der PELTIER-Wärme herühren. Vom Standpunkt des NERNST'schen Wärmesatzes ergibt sich die gefundene Verschiedenheit der Symmetrie der THOMSON- u. PELTIER-Wärme als unwahrscheinlich. Bei *Bi* wurde die axiale Symmetrie der Thermokraft verifiziert. — Messungen der elektr. Leitfähigkeit wurden durchgeführt (an *Cd* unter besonderen Vorsichtsmaßnahmen, da es gegen mechan. Verformung sehr empfindlich ist). Die Leitfähigkeit erweist sich durchweg als axial symm. An *Bi* werden in sorgfältigen Messungen neue Werte erhalten, an *Sb* u. *Bi* wird die Druckabhängigkeit gemessen. — In einer theoret. Erörterung werden die Überlagerung der therm. Wrkg. von Strömen u. die Wärmewrkg. bei Durchgehen von Elektronen durch die Oberfläche im Zusammenhang mit den Versuchsergebnissen behandelt. (Proceed. Amer. Acad. Arts Sciences 63. 351—99. Febr. 1929. Cambridge, Mass., Harvard Univ. The JEFFERSON Phys. Lab.) EISENSCHITZ.

P. W. Bridgman, *Widerstand und thermoelektrische Erscheinungen bei Metallkrystallen*. Gekürzte Wiedergabe der vorst. ref. Arbeit. (Proceed. National Acad. Sciences, Washington 14. 943—46. Dez. 1928. Jefferson Phys. Lab., Harvard Univ.) LESZYNSKI.

Emil Bodemann, *Über eine Steuerung des glühelektrischen Stroms oxydbedeckter Metallfolien durch Bestrahlung mit ultraviolettem Licht*. Vf. untersucht den Photoeffekt einer geheizten u. mit *BaO* u. *CaO* bedeckten *Pt*-Folie im hohen Vakuum. Als Lichtquelle dient eine Quecksilberquarzpunktlampe. Bei Belichtung entsteht ein „Zusatzstrom“, der sich dem gewöhnlichen Glühelektronenstrom überlagert u. etwa 200-mal größer ist als der Photoelektronenstrom an der k. Folie. Durch Entgasen wird er zum Verschwinden gebracht; bei passender Behandlung der Kathode mit Luft erhält man den Zusatzstrom in der ursprünglichen Größe wieder. Die Größe des Zusatzstromes ist etwa proportional der belichteten Kathodenfläche. Vf. gibt zur Erklärung der Lichtwrkg. an, daß das in der Kathode enthaltene Gas Elektronen locker anlagert, die bei Bestrahlung leicht abgespalten werden. Die Verminderung der negativen Raumladung soll im Anwachsen des Glühelektronenstroms als Zusatzstrom in Erscheinung treten. (Ann. Physik [5] 3. 614—28. 23/11. 1929. Dresden, Phys. Inst. d. Sächs. Techn. Hochschule.) EISENSCHITZ.

Z. Gyulai, *Elektrische Leitfähigkeit und Verformung*. Der Vf. bespricht zusammenfassend den Zusammenhang zwischen Verformung u. elektr. Leitfähigkeit. — Ionenleiter (Steinsalz): Für diese sind charakterist.: der Stromabfall mit der Zeit nach Anlegen einer Spannung infolge innerer Raumladungen; die Stromsprünge bei plötzlicher Belastung; bei Entlastung tritt dann keinerlei Änderung der Leitfähigkeit ein, wie auch die Verfestigung erhalten bleibt; die absol. Größe der elektr. Leitfähigkeit fällt mit zunehmender Verformung zuerst, dann steigt sie wieder an; auch ihre Temp.-Abhängigkeit ändert sich mit der Verformung. — Elektronenleiter (Metalle). Hier gehen Verformung u. elektr. Leitfähigkeit einander nicht parallel; Widerstandsänderungen sind vielmehr mit einer besonderen Störung des Kristallgitters verbunden; das einfache Gleiten, das zu einer vergrößerten Verformung führt, verursacht keine Widerstandserhöhung. Weiter bespricht der Vf. noch den Temp.-Koeffizienten der elektr. Leitfähigkeit u. die Vorgänge bei der Rekrystallisation. (Metall-Wirtschaft 8. 1038—40. 25/10. 1929. Göttingen.) FABER.

Paul Jayles, *Über die elektrolytische Chlorierung von Benzol in methylalkoholischer Lösung*. Der Vf. unterwirft eine Lsg. von 532 g Bzl. in 2 l Methylalkohol, der mit *HCl*-Gas gesätt. ist, der Elektrolyse. Die Elektroden bestehen aus Graphit. — Vers. ohne Diaphragma: Stromstärke anfangs 8 Amp., später die Hälfte; Dauer 28 Stdn., Strommenge 180 Amp.-Stdn. Im Lauf des Vers. scheiden sich an der Anode Tröpfchen einer öligen Fl. ab, die dann abfallen u. die Elektrolytsg. unterschichten. Durch Abgießen u. *H₂O*-Dampfdest. gewinnt der Vf. ein festes u. ein fl. Rk.-Prod. Ersteres ist Monochlorbenzol, letzteres Hexachlorcyclohexan. Ausbeute: *C₆H₅Cl* 10,6%; *C₆H₆Cl₆* 0,3%; Stromausbeute 10,5%. — Vers. mit Diaphragma: Die Vers.-Be-

dingungen sind ähnlich; 141 Amp.-Std., Dauer 38¹/₂ Std., anfangs 6, später 3 Amp. Der Vf. erhält dieselben Rk.-Prodd. Ausbeute: C₆H₅Cl 35,3⁰/₀; C₆H₅Cl₂ 0,9⁰/₀; Stromausbeute 20⁰/₀. (Compt. rend. Acad. Sciences 189. 686—89. 28/10. 1929.) FABER.

August Glaser, *Über die beim Diamagnetismus der Gase gefundene Anomalie*. V. Mitt. (IV. vgl. C. 1929. II. 1901.) Vf. diskutiert den Einfluß der Adsorption von W. auf die Messungsergebnisse in seiner Apparatur. Eine Abschätzung ergibt, daß die absorbierten Wassermengen 1. überhaupt einen viel zu geringen Beitrag, u. 2. einen Beitrag in anderem Sinne liefern, als daß es möglich wäre, die vom Vf. gefundene Anomalie auf Adsorption zurückzuführen. Durch besondere Verss. über die Suszeptibilität eines Glasstäbchens, welches W. adsorbiert hat bzw. ausgeheizt wurde (in CO₂- u. Ar-Atmosphäre), werden die Schlüsse des Vfs. bestätigt. Zur Kontrolle wird die Suszeptibilitätsmessung an CO₂ u. Ar mit gewöhnlichen, angeätzten, in der Leuchtgasflamme reduzierten versilberten, vergoldeten u. platinieren Stäbchen durchgeführt. In allen Fällen wird die Anomalie bei CO₂ reproduziert. — Um die genauen Bedingungen zu finden, unter denen man ein O₂-freies Gas erhält, mißt Vf. die Dissoziation von CuO zwischen 900 u. 1100°. (Ann. Physik [5] 3. 1119—36. 23/12. 1929 München, Phys. Inst. d. Univ.) EISENSCHITZ.

Franz Preisach, *Untersuchungen über den Barkhauseneffekt*. Eine umfangreiche Unters. des Magnetisierungsvorganges an Fe, Ni u. deren Legierungen. Insbesondere wird auch der Einfluß mechan. Behandlung auf die magnet. Eigg. untersucht. Die Ergebnisse werden in Hinblick auf die Theorien des Ferromagnetismus erörtert. (Ann. Physik [5] 3. 737—99. 4/12. 1929. Dresden, Inst. f. Schwachstromtechnik d. Techn. Hochsch.) EISENSCHITZ.

R. Peierls, *Zur kinetischen Theorie der Wärmeleitung in Krystallen*. Ein Krystallgitter, dessen Punkte durch harmon. Kräfte an ihre Ruhelage gebunden sind, ferner ein elast. Kontinuum ergeben nach der statist. Theorie eine unendlich große Wärmeleitfähigkeit. Als Modell eines Krystalls verwendet Vf. ein Diskontinuum, dessen Punkte anharmon. gebunden sind. Die Rechnung wird ohne weitere wesentliche Schematisierung durchgeführt unter Verwendung der klass. Statistik für hohe, der Quantenstatistik für tiefe Temp. Sie erweist sich als erheblich komplizierter als die frühere, von DEBYE durchgeführte Behandlung desselben Modells unter vereinfachenden Annahmen. Es ergibt sich ein dem H-Theorem analoger Satz für den Zustand der Wellenzüge, der die Endlichkeit des Wärmeleitvermögens bedingt. Die Temp.-Abhängigkeit des Wärmeleitvermögens ergibt sich bei hohen Temp. wie bei DEBYE proportional der reziproken Temp., bei tiefen Temp. ergibt sich ein exponentieller Abfall, dem sich infolge der Gitterstörungen ein der Temp. proportionales Glied überlagern kann. (Ann. Physik [5] 3. 1055—1101. 23/12. 1929. Zürich, Phys. Inst. d. Eidg. Techn. Hochsch.) EISENSCHITZ.

K. P. Mischtschenko und **S. I. Tscherbow**, *Wrewskiformel, angewandt für die Berechnung der Wärmebilanz isothermischer Verdampfung*. (Journ. angew. Chem. [russ.: Shurnal prikladnoi Khimii] 2. 515—20. 1929.) GURIAN.

Evald L. Skau und **Harry F. Meier**, *Die Umwandlungstemperatur von Kohlenstofftetrachlorid als Fixpunkt in der Thermometrie*. McCULLOUGH u. PHIPPS (vgl. C. 1928. II. 2382) haben den Umwandlungspunkt von CCl₄, den sie zu —48,54° bestimmten, als Fixpunkt für die Thermometrie vorgeschlagen. Vf. bestimmten diesen Punkt neu; sie brachten dazu etwa 1 g sehr reines CCl₄ (von TIMMERMANS) in ein sehr dünnwandiges Glasrohr, in dessen Mitte sich ein Thermoelement befand, stellten dieses Rohr in einen Kryostaten, dessen Temp. nur wenig über oder unter der zu messenden Temp. war, u. nahmen Erhitzungs- bzw. Abkühlungskurven auf. Diese stimmten bei dem F. von C₆H₅Cl u. CCl₄ (—45,20 bis 45,23° bzw. —22,84 bis —22,87) sehr gut untereinander u. mit den Werten von TIMMERMANS (—45,2 bzw. —22,9) überein, nicht aber beim Umwandlungspunkt [—47,43 (Erhitzungskurve) bzw. —47,67 (Abkühlungskurve)]. Der Mittelwert —47,55 ± 0,12° liegt zudem 1⁰ höher als der von McCULLOUGH u. PHIPPS. Dieser Umwandlungspunkt ist also für die Thermometrie nicht geeignet. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3517—19. Dez. 1929. Hartford [Connecticut], Trinity College.) KLEMM.

Harvey N. Davis und **Joseph H. Keenan**, *Neuere Untersuchungen über die thermischen Eigenschaften von Wasserdampf*. Die Resultate neuerer, zuverlässiger Arbeiten über W. u. W.-Dampf werden tabellar. u. graph. wiedergegeben. 1. D. von fl. W. von —20 bis +10° bei 1—3000 at. — 2. Spezif. Wärme von fl. W., wo ein großes Chaos herrscht. Die Vff. treten für konsequente Angabe in Kilojoules ein u. geben

die neuen, noch unveröffentlichten Werte des Bureau of Standards (gesamter Wärmeinhalt von 1g W. unter dem Sättigungsdruck in internationalem Joules von 10—270°).

°C	JOULES/g	°C	JOULES/g	°C	JOULES/g
10	42,01	100	418,76	190	807,21
20	83,84	110	460,98	200	852,14
30	125,62	120	503,35	210	897,46
40	167,34	130	545,92	220	943,26
50	209,12	140	588,72	230	989,77
60	250,92	150	631,78	240	1037,03
70	292,77	160	675,09	250	1085,05
80	334,69	170	718,76	260	1134,07
90	376,66	180	762,78	270	1184,09

Die wahren u. mittleren spezif. Wärmen nach dem Bureau of Standards in Joules werden in Kurven gegeben. — 3. Die Dampfdrucke bei hohen Temp., von der P. T. R. u. von KEYES u. SMITH (unveröff.) gemessen, stimmen gut überein. Der krit. Punkt des W. ist noch nicht genau bekannt. — 4. Die Verdampfungswärmen sind bis 250° gut bekannt. — 5. Daten für überhitzten W.-Dampf. (Spezif. Voll., spezif. Wärmen, Gesamtwärmeinhalt, JOULE-THOMSON-Effekt), die in vielen Diagrammen u. Tabellen wiedergegeben werden. Die Daten werden miteinander verknüpft. Die letzten deutschen u. amerikan. Angaben über c_p von W.-Dampf bis fast 500° stimmen außerordentlich gut überein. Eine Entscheidung darüber, ob W. die n. krit. Erscheinungen zeigt oder nicht (CALLENDAR), läßt sich nicht treffen; Vff. glauben das erstere. Auf einige Lücken in unseren Kenntnissen wird hingewiesen, prakt. internationale Zusammenarbeit ist erwünscht. (Mechan. Engineering 51. 921—31. Dez. 1929. Hoboken, N. J., Stevens Inst. of Technol.) W. A. ROTH.

Walther A. Roth, Beiträge zur Thermochemie des Eisens, Mangans und Nickels. (Stahl u. Eisen 49. 1763—65. 5/12. 1929. Braunschweig. — C. 1929. II. 2759.) WILKE.

Charles E. Bills, Warren M. Cox und Godfrey E. Steel, Die Verbrennungswärmen von Ergosterin, Isoergosterin und Cholesterin. (Vgl. C. 1930. I. 390.) Das Ergosterin besaß in Chl. ein $[\alpha]_{D,46,1}^{30}$ von -157° , das Isoergosterin von -53° . Die Verb. werden 15 Min. bei 80° im Hochvakuum getrocknet, dann in einem adiab. Bombencalorimeter verbrannt. Die Umwandlung von Ergosterin in Isoergosterin ist mit keiner meßbaren Energieänderung verknüpft.

	cal/g	kcal/Mol
Ergosterin	10053	3844
Isoergosterin	10050	3843
Cholesterin	10289	3978

(Journ. biol. Chemistry 84. 655—56. Nov. 1929. Evansville, Ind., Res. Lab. Mead Johnson u. Co.) W. A. ROTH.

P. Laffitte und M. Prettre, Über die Entflammung von Gasgemischen. (Bull. Soc. chim. France [4] 45. 785—98. Sept. 1929. Paris, Sorbonne, Lab. f. anorgan. Chemie. — C. 1929. I. 728. II. 271. 973. 2422.) R. K. MÜLLER.

Georg Grube, Grundzüge der theoretischen und angewandten Elektrochemie. 2., erw. Aufl. Dresden: Th. Steinkopff 1930. (XII, 495 S.) gr. 8°. M. 28.—; geb. M. 30.—.

A₃. Kolloidchemie. Capillarchemie.

James W. Mc Bain, Charles R. Peaker und A. Millicent King, Absolute Messung der Oberflächenleitfähigkeit nahe der Grenzfläche von optisch poliertem Glas und Kaliumchloridlösungen. Man weiß aus einer Reihe von Unterss., daß Glas- oder Quarzpulver die elektr. Leitfähigkeit von Fl. erhöht. Vff. haben versucht, diese Erhöhung quantitativ in absolutem Maß zu messen. Diese Verss. gehen bis auf das Jahr 1919 zurück u. wurden, außer von den Vff., von W. F. Darke, R. T. Dale, C. S. Salmon und W. J. Elford ausgeführt. Man benutzte zunächst enge Capillaren aus geschmolzenem Quarz, später Quarzplatten mit opt. polierten Oberflächen, die mit engen Zwischenräumen übereinander gelegt waren. Die endgültigen Verss., über die eingehend berichtet wird, wurden mit Schlitzen, die von Glasflächen, die opt. poliert waren, begrenzt waren, durchgeführt. Diese Schlitze waren 1—2 mm breit, 10 cm lang u. 0,006—0,05 mm weit. Ihre Herst. wird beschrieben. Die genauen Abmessungen konnten auf mindestens 2% festgestellt werden. Diese Schlitze wurden

mit ihren polierten Stirnwänden zwischen größere Glasgefäße („Vorkammern“) eingespannt, die ebenfalls polierte Stirnwände hatten u. so die Verb. zu den Elektroden ergaben. Die Leitfähigkeitsmessungen erfolgten mit 0,001-, 0,002-, 0,01-, 0,1- u. 1,0-n. KCl-Lsg. u. waren durchweg auf mindestens 1% genau. Das Vorgehen war nun so, daß man aus den gemessenen Dimensionen der Schlitzte der „Vorkammern“ u. der Gefäße mit den Elektroden u. der spezif. Leitfähigkeit der benutzten Lsg. den Widerstand berechnete u. mit dem gemessenen verglich. Es zeigte sich dabei aber noch eine Schwierigkeit: Man mußte für die „Vorkammern“ eine größere „Kapazität“ einsetzen, als den wirklichen Abmessungen entsprach, da die Stromlinien vor den Mündungen der Schlitzte gewissermaßen abgequetscht wurden. Nun ist aber der prozentuale Einfluß der Grenzflächenleitfähigkeit bei den konz. Lsgg. am geringsten. Man berechnete daher aus der 1,0-n. Lsg. den „effektiven“ Widerstand der Zelle u. vernachlässigte die Grenzflächenleitfähigkeit völlig; dann konnte man für jede Konz. der Lsg. den theoret. Widerstand berechnen u. mit dem gemessenen vergleichen. Unter entsprechender Berücksichtigung des Widerstandes der Vorkammern ergab sich so, daß in den Schlitzten die Leitfähigkeit bei 0,001-n. Lsg. u. den engsten Schlitzten bis zu 53% größer war, als der berechneten entsprach. Vff. berechneten hieraus die „spezif. Oberflächenleitfähigkeit pro qcm“ u. fanden für opt. poliertes Glas, polierten Quarz u. geschmolzenen Quarz nahezu die gleichen Werte: für 0,1-n. KCl-Lsg. 9,3, 0,02-n. KCl-Lsg. 5,3, 0,01-n. KCl-Lsg. $4,3 \cdot 10^{-8}$ Ohm⁻¹/qcm. Diese ist nach Ansicht der Vff. frei beweglichen Ionen zuzuschreiben, denen unbewegliche Ionen von entgegengesetztem Vorzeichen auf der festen Grenzfläche entsprechen. Der Zahl nach dürften diese beweglichen Ionen nur etwa $\frac{1}{8}$ von der Menge ausmachen, die notwendig ist, um eine monomolekulare Schicht zu bilden. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3294 bis 3312. Nov. 1929. Stanford [California], Univ.) KLEMM.

B. Clifford Hendricks und Robert R. Ralston, *Die Durchlässigkeit von heißen Metallen für Wasserstoff*. DEMING u. HENDRICKS (C. 1924. I. 872) haben bereits früher Unterss. über die Durchlässigkeit von Metallen für H₂ durchgeführt u. bringen nun — nach einer nur wenig veränderten experimentellen Anordnung — Messungen an Zn, Cu u. Ni. Zn ist durchlässig bei Temp. zwischen 305° u. dem F. Reines (d. h. oxydfreies) Cu ist schon bei 500° durchlässig, nicht erst oberhalb 640°, wie SIEVERTS (Ztschr. physikal. Chem. 60 [1907]. 183) fand. Jedoch ändern sich die Werte für die Diffusionskonstante mit der Zeit, das Metall wird spröder. Vff. führen dies auf Wachsen der Krystalle u. damit der Gleitebenen zurück. Besonders zuverlässige Werte erhielt man für Ni, das sich während der Verss. nicht veränderte. Die Abhängigkeit von Druck u. Temp. wurde daher an Ni eingehend untersucht. Es gilt für konstante Temp. innerhalb der Vers.-Fehler $D = K \cdot \sqrt{P}$. Die Abhängigkeit von D von T wird am besten durch die von RICHARDSON (Philos. Magazine [6] 7 [1904]. 266) theoret. abgeleitete Gleichung $D = K/dP^{1/2} \cdot T^{1/2} \cdot e^{q/4T}$ (K u. d sind Konstanten) wiedergegeben, jedoch zeigen sämtliche bisherigen Messungen über Diffusionsgeschwindigkeit von Gasen durch h. Metalle die gleiche geringe Abweichung von dieser Gleichung, wenn auch meist innerhalb der Fehlergrenze. Es wird notwendig sein, noch genauere Messungen auszuführen. Die in dieser Gleichung auftretende Konstante q gibt die Dissoziationswärme des Gases; die entspricht hier dem Wert $20,8 \pm 2,2$ kcal. Dieser Wert ist sehr viel kleiner als die Dissoziationswärme des molekularen H₂ u. sogar kleiner als die von H₂ in Pt. Offenbar wird im Ni der Wasserstoff noch stärker adsorbiert als im Pt u. daher die Dissoziationswärme noch stärker verringert. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3278—85. Nov. 1929. Lincoln [Nebr.], Univ. of Nebraska.) KLEMM.

James W. Mc Bain und Robert Du Bois, *Weitere experimentelle Prüfungen des Gibbsschen Adsorptionstheorems. Die Struktur der Oberfläche von gewöhnlichen Lösungen*. MC BAIN u. DAVIES (C. 1927. II. 2269) haben früher Verss. mitgeteilt, aus denen hervorging, daß an der Grenzfläche durch strömende Gasblasen erheblich mehr gel. Stoffes adsorbiert wurde, als der GIBBSSchen Gleichung $-d\sigma/(RTd \ln a) = -a/R T \times d\sigma/da$ bzw. der Näherungsgleichung $-d\sigma/(RT d \ln c) = -c/R T \times d\sigma/dc$ entspricht (σ = Oberflächenspannung, a = Aktivität, c = Konz.). Die Verff. werden mit einer ähnlichen, dynam. Anordnung fortgesetzt; das Zählen der Bläschenzahl erfolgt elektrisch. Man benutzte wss. Lsgg. von *i*-Amylalkohol, Essig-, Butter-, Capron- u. Nonylsäure, Phenol, *p*-Toluidin, Resorcin, Thymol, Campher u. NaCl. Die von den Blasen aus den Lsgg. mitgeführte Substanzmenge war 2—8-mal so groß wie

das GIBBSsche Theorem voraussagt, gleichgültig, ob die exakte oder die genäherte Form benutzt wurde. Vff. sehen es daher als höchst bedenklich an, bei theoret. Rechnungen die Gültigkeit der GIBBSschen Gleichungen ohne weiteres anzunehmen. — Vergleicht man die überführten Mengen mit denen, die sich für eine monomolekulare Schicht in vertikaler Packung der Moll. ergeben, so findet sich experimentell das 2—4-fache der berechneten Mengen. Die Ergebnisse bestätigen damit das Bild, das MC BAIN u. DAVIES sowie HARDY (Journ. gen. Physiol. 8 [1927]. 641) über solche Grenzflächenfilme entwickelt haben. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3534—49. Dez. 1929. Stanford Univ. [California].) KLEMM.

Hajime Isobe und **Shuichi Mori**, *Adsorptionsgeschwindigkeiten von Wasser- und Benzoldampf*. Aktivierte Holzkohle adsorbiert aus dampfgesätt. Luft mehr Bzl. als Wasserdampf, saurer Ton umgekehrt. Aktivierte Kashikohle adsorbiert ein größeres Vol. Bzl.-Dampf aus gesätt. Luft als nichtaktivierte Kohle. Die scheinbare D. der aktivierten Kohle ist 0,7, die der nichtaktivierten Kohle 1,0. (Bull. Inst. physical chem. Res. [Abstracts], Tokyo 2. 92—94. Okt. 1929.) R. K. MÜLLER.

Hajime Isobe, **Yoshiomi Endo** und **Itaro Kunisue**, *Adsorption von Benzin- und Benzoldampf an saurem Ton*. (Vgl. vorst. Ref.) Die Adsorption von Bzn.- u. Bzl.-Dampf aus Luft auf 25° an verschiedenen japan. Tonen wird vergleichend untersucht. (Bull. Inst. physical chem. Res. [Abstracts], Tokyo 2. 94—95. Okt. 1929.) R. K. MÜ.

B. Anorganische Chemie.

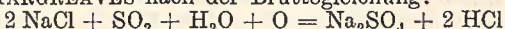
G. F. Hoffmann und **Victor Lenher**, *Gefälltes Selenioxyd*. WORSLEY u. BAKER (C. 1924. I. 542) glaubten gefunden zu haben, daß O_3 Se, das in $SeOCl_2$ gel. ist, in SeO_3 überführt; J. MEYER u. PAWLETTA (C. 1927. I. 2524) haben diese Angaben nicht bestätigen können; sie nehmen an, daß das von WORSLEY u. BAKER erhaltene Prod. SeO_2 + etwas Se_2Cl_2 war. Bei den Verss. der Vff. wurde auf sehr sorgfältigen Ausschluß von W. geachtet; es konnte kein Anzeichen für die Bldg. von SeO_3 erhalten werden; vielmehr erhielt man nach 20—70 Stdn. farblose Ndd., die sich als SeO_2 (meist mit etwas $SeOCl_2$ vermischt) erwiesen; auch ein Nd., der aus dem Filtrat mit CCl_4 fiel, war SeO_2 . — Das so erhaltene gefällte SeO_2 zog begierig W. an, bis die Zus. H_2SeO_3 erreicht war; die Dichte der so erhaltenen selenigen Säure war bei 20° 2,982, also gleich dem Literaturwert. Dagegen war die Dichte des gefällten SeO_2 (3,590—3,595) niedriger als die des sublimierten. Das Mol.-Gew. von SeO_2 , gefällt oder sublimiert, war sehr nahe $3 \times 111,2$. Gefälltes SeO_2 nimmt HCl lebhaft zu einer strohgelben, rauchenden Fl. auf, die WORSLEY u. BAKER als Chlorseleensäure ansprachen; Vff. zeigen, daß die Eigg. der erhaltenen Fl. ident. sind mit denen von Selenhydrochlorid ($SeO_2 \cdot 2 HCl$); allerdings wechselte die Zus. der einzelnen Präparate etwas. — Während $SeOCl_2$ normalerweise von O_3 nicht merklich verändert wird, findet eine Einw. statt, wenn man das O_2/O_3 -Gemisch durch eine Filterplatte in die Fl. eintreten läßt. Das Rk.-Prod. ist ebenfalls SeO_2 . (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3177—84. Nov. 1929. Madison [Wis.], Univ. of Wisconsin.) KLEMM.

Frank C. Mathers und **Frank V. Graham**, *Oxydation von Selenioxyd und Tellurdioxyd mit Bleidioxyd*. Bei der umfassenden Unters. von DE CARLI (C. 1926. I. 2897) über die Einw. von PbO_2 auf verschiedene Oxyde waren SeO_2 u. TeO_2 nicht einbegriffen. PbO_2 u. SeO_2 reagieren leicht unter Bldg. von $PbSeO_4$; die Rk. führt bei 100° in 12 Stdn. zu einem Umsatz von 100%, wenn man einen 10%_{ig}. Überschuß von PbO_2 verwendet, u. durch Verreiben mit einem geringen W.-Zusatz vor der Rk. dafür sorgt, daß ein inniger Kontakt stattfindet. Aus dem $PbSeO_4$ läßt sich sehr glatt $(NH_4)_2SeO_4$ gewinnen; besonders gute Ausbeuten erhält man, wenn man 10 ccm W. mit 5 g $PbSeO_4$ u. 3 g Ammoncarbonat 1 Stde. lang unter Rühren auf 47° erhitzt. — PbO_2 u. TeO_2 reagieren besonders gut bei 170°; auch hier ist ein geringer Überschuß an PbO_2 u. innige Durchmischung wichtig. Aus dem $PbTeO_4$ läßt sich durch Behandeln mit H_2SO_4 u. Einengen des Filtrats zur Krystallisation leicht $H_2TeO_4 \cdot 2 H_2O$ gewinnen. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3225—28. Nov. 1929. Bloomington [Indiana].) KLEMM.

Frank C. Mathers und **Gail M. Bradbury**, *Die Oxydation von Calciumtellurit durch Erhitzen und die Darstellung von Tellursäure aus dem Calciumtellurat*. Die bisherigen Methoden zur Darst. von H_2TeO_4 sind zeitraubend u. unbequem. Auf Grund der Beobachtung von LENHER u. WOLESENSKY (Journ. Amer. chem. Soc. 35 [1913]. 729), daß manche Tellurite beim Erhitzen in Tellurate übergehen, versuchten Vff.,

eine bequemere Methode zur Darst. von Tellursäure auszuarbeiten. Es zeigte sich, daß CaTeO_3 zu 90—100% in CaTeO_3 übergeht, wenn man es mit 5 Moll. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ oder CaCO_3 etwa 1 Stde. auf 975—1100° erhitzt. Die Menge soll dabei nicht allzu groß sein, damit die Luft überall Zutreten kann. Mit 25 g z. B. betrug die Oxydation in 1 Stde. 98,1%, mit 250 g in 2 Stdn. nur 87,2%. Mit konz. HNO_3 im Überschuß bildet sich aus dem Gemisch beim Kochen ll. $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ u. unl. H_2TeO_5 ; nach Entfernen alles Ca-Salzes durch mehrfaches Ausziehen mit HNO_3 läßt sich durch Umkrystallisieren reine Tellursäure gewinnen. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3229—32. Nov. 1929. Bloomington [Indiana], Univ.) KLEMM.

Bernhard Neumann und **Heinrich Kunz**, *Die Reaktion beim Hargreavesprozeß*. Bei der Rk. von HARGREAVES nach der Bruttogleichung:



scheint die Zwischenrk.: $\text{SO}_2 + \text{H}_2\text{O} + 2 \text{NaCl} = \text{Na}_2\text{SO}_3 + 2 \text{HCl}$ die Hauptrolle zu spielen. Die Wärmetönung der letzteren Rk. wird zu —18,94 kcal. berechnet, das Gleichgewicht liegt nach der NERNSTschen Näherungsformel stark auf der linken Gleichungsseite. Experimentell wird zwischen 350 u. 600° eine HCl-Konz. gefunden, die das 100-fache der berechneten Menge beträgt (K_{350} gefunden $0,011 \cdot 10^{-4}$, berechnet $0,028 \cdot 10^{-6}$; K_{600} gefunden $8,85-9,72 \cdot 10^{-4}$, berechnet $2,26 \cdot 10^{-6}$, Zwischenwerte vgl. Original). Es wird gezeigt, daß diese Abweichung aus der Zers. von Na_2SO_3 unter Bldg. von S zu erklären ist. Die aus der Best. des S berechnete HCl-Menge entspricht ziemlich genau dem gefundenen HCl-Überschuß. Die Rk. $3 \text{SO}_2 = 2 \text{SO}_3 + \text{S}$ dürfte in Ggw. von Wasserdampf ausscheiden. Die Unters. des obigen Gleichgewichtes von der anderen Seite her gelang nicht. (Ztschr. angew. Chem. 42. 1085—87. 23/11. 1929. Breslau, T. H., Inst. f. Chem. Technol.) R. K. MÜLLER.

K. P. Mischtschenko, *Einfachstes Verfahren zur Herstellung eines reinen Präparates der Salpetersäure und seine Eigenschaften*. Es wird eine einfache Anordnung beschrieben, die es gestattet, durch wiederholte Dest. der Salpetersäure mit Schwefelsäure unter vermindertem Druck nahezu 100%ig. Salpetersäure zu erhalten. Diese ist vollkommen farblos, wird zwar bei Zimmertemp. gelb, verändert sich jedoch nicht bei 0°. Der F. liegt bei etwa —41,1°, die Krystalle bleiben bis zum Schluß schneeweiß. Die Zus. bleibt wochenlang konstant. Bestst. des spezif. Gewichts ergaben bei 15° den Mittelwert 1,5215. (Journ. angew. Chem. [russ.: Shurnal prikladnoi Chimii] 2. 521—25. 1929. Leningrad, Phys.-Chem. Lab. d. Univ.) GURIAN.

H. C. Urey und **G. I. Lavin**, *Einige Reaktionen von atomarem Wasserstoff*. Die Einw. von atomarem H, der nach WOOD dargestellt war, auf einige feste u. gasförmige organ. Verbb. wird untersucht. *Feste Stoffe*. Atomarer Wasserstoff wirkt als mildes Reduktionsmittel. Azoxybenzol geht in Azobenzol u. dieses in Hydrazobenzol über; Anilin ist schließlich das Endprod. Eine Reihe von Farbstoffen wurde zu farblosen Verbb. reduziert, die sich zum Teil an der Luft wieder zu gefärbten Stoffen oxydierten. Benzoesäure u. Acetamid werden nicht merklich reduziert, katalysieren aber die Rekombination der H-Atome. *Gase*. In Ggw. von Ameisensäure rekombiniert der Wasserstoff; es wird daneben etwas Formaldehyd gebildet; wahrscheinlich zers. sich die Säure infolge der Erwärmung in $\text{H}_2\text{O} + \text{CO}$, u. das letztere reagiert dann mit atomarem Wasserstoff. Acetaldehyd wird zu Paraldehyd kondensiert; dabei wurde eine schwache blaue Lumineszenz beobachtet, die der von BONHOEFFER u. HARTECK (C. 1929. II. 152) bei der Einw. von H-Atomen u. KW-stoffen beobachteten ähnlich sein dürfte, jedoch zu lichtschwach war, als daß sie hätte spektral ausgemessen werden können. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3286—90. Nov. 1929.) KLEMM.

H. C. Urey und **G. I. Lavin**, *Reaktionen des dissoziierten Wasserdampfes*. (Vgl. vorst. Ref.) Besichtigt man eine WOOD-Apparatur nicht mit feuchtem H_2 , sondern H_2O -Dampf, so dissoziiert dieser. Die abgepumpten Gase enthalten $\text{H}_2 + \text{O}_2$, aber mehr H_2 , als $\frac{1}{2} \text{O}_2$ entspricht; der überschüssige Sauerstoff ist als H_2O_2 zurückgeblieben. Damit werden alte Beobachtungen von THOMPSON, sowie von KERNBAUM (Compt. rend. Acad. Sciences 151 [1910]. 319) bestätigt. Die das Entladungsrohr verlassenden Gase waren sehr aktiv. Sie zeigten zunächst die *Eigg. des atomaren H*, u. zwar in verstärktem Maße. CuO u. CuSO_4 wurden zu Metall reduziert, Indigo zu Indigweiß, Hg bildete Hydrid usw. Sogar NiCl_2 u. FeCl_3 , die von atomarem H allein nach BONHOEFFER nicht angegriffen werden, wurden zum Metall reduziert. Daß auch OH in den Abgasen vorhanden ist, wurde dadurch erwiesen, daß sich C_2H_4 mit den Abgasen zu Prodd. umsetzte, die nach Acetaldehyd rochen, die Jodoformprobe gaben u. FEHLINGSche Lsg. reduzierten. Die OH-Banden konnten allerdings in den

Abgasen nicht nachgewiesen werden. Ungesätt. Öle kondensierten zu weißen festen Stoffen, die in organ. Mitteln unl. waren. Es muß also ein oxydierendes Mittel vorhanden sein, vermutlich OH-Moleküle. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3290—93. Nov. 1929. Baltimore [Maryland], JOHN HOPKINS Univ.) KLEMM.

W. Semljanitzyn und P. Dobrowolski, *Einwirkung von Bariumchloridlösung auf Kupfer, Eisen, Blei und Aluminium in Abhängigkeit von Konzentration und Zeit*. Da die Reinheit des $BaCl_2$ vom Material der Apparatur abhängig ist, haben Vff. die Wrkg. von $BaCl_2$ -Lsgg. auf Fe , Al , Cu u. Pb untersucht. Sämtliche Verss. wurden beim Kp. der Lsg. ausgeführt: die Metallblechstreifen wurden vor u. nach Einw. des $BaCl_2$ gewogen. Die Löslichkeit des Cu nimmt mit steigender $BaCl_2$ -Konz. u. mit der Dauer der Einw. zu. Die Löslichkeit des Fe erreicht ihr Maximum in der 18 u. 25% $BaCl_2$ enthaltenden Lsg. In 30% ig. $BaCl_2$ nimmt das Eisenblech an Gewicht zu infolge Niederschlagen von $FeCO_3$ auf dem Blech. Pb wird durch 12- u. 30% ig. $BaCl_2$ stärker angegriffen, als durch die 18- u. 25% ig. Lsgg. Die Löslichkeit von Al erreicht in 12- u. 30% ig. $BaCl_2$ ihr Maximum nach 8 Stdn., in 18- u. 25% ig. Lsg. nach 18 Stdn., worauf die Löslichkeit des Al wieder abnimmt. (Journ. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyshlennosti] 6. 1047. Juli 1929.) SCHÖNFELD.

Thorbergur Thorvaldson und Norman S. Grace, *Die Hydratation der Calciumaluminat*. I. Eine neue kristalline Form von hydratisiertem Tricalciumaluminat. Vff. hatten früher (C. 1928. I. 2200) wahrscheinlich gemacht, daß die zerstörende Wrkg. von Na_2SO_4 -Lsgg. auf Portlandzement eine Einw. der Lsg. auf das $3CaO \cdot Al_2O_3$ darstellt; ferner war festgestellt, daß nach einer Behandlung im Dampfstrom die Angreifbarkeit durch Sulfatlsgg. verschwunden war. Es wurde daher im vorstehenden die Einw. von W. auf $3CaO \cdot Al_2O_3$ untersucht. Durch Einw. von Dampf bei 150° im Autoklaven erhielt man nach etwa 100 Stdn. Präparate, die nach Trocknen im Vakuumexsiccator die Zus. $3CaO \cdot Al_2O_3 \cdot 6H_2O$ hatten; die gleiche Verb. erhielt man aus $3CaO \cdot Al_2O_3$ u. fl. H_2O bei Zimmertemp. Die Kristalle sind isotrop, $n_D = 1,604 \pm 0,002$. Bei Temp.-Erhöhung erweist sich das Hydrat bei 100° stabil, bei 275—300° gibt es $3/4$ seines W.-Geh. ab u. bildet ein 1,5-Hydrat. Bei noch höherer Temp. wird weiter langsam W. abgegeben, die letzten Reste erst bei 1100°. Hand in Hand damit geht eine Zers. des Aluminats in $5CaO \cdot 3Al_2O_3 + CaO$, letzteres läßt sich chemisch u. röntgenograph. nachweisen. Zwischen 700 u. 800° ist diese Zers. prakt. vollständig. Bei noch höheren Temp. (1000—1100°) bildet sich dann $3CaO \cdot Al_2O_3$ langsam wieder zurück. — Das hier gefundene 6-Hydrat ist von dem Hydrat, das KLEIN u. PHILLIPS (Kolloid-Ztschr. 34 [1924]. 117) beschrieben, sicher verschieden, da das erstere isotrop, das letztere doppelbrechend ist. (Canadian Journ. Res. 1. 36—47. Mai 1929. Saskatoon [Canada], Univ. of Saskatchewan.) KLEMM.

—, *Auffallendes Verhalten von Sauerstoff beim Erhitzen über Bleichromat*. Beim Erhitzen der Bleichromatschicht im gewöhnlichen Verbrennungsrohr während des Durchleitens eines trockenen Sauerstoffstroms hat Vf. beobachtet, daß sich der O_2 beim Erhitzen auf schwache Rotglut in bekannter Weise mittels glimmenden Holzspanes nachweisen läßt, daß aber bei Steigerung der Temp. der Bleichromatschicht auf helle Rotglut eine deutliche Verdunkelung des glimmenden Spanes eintritt; geht man mit der Temp. wieder herunter, so entflammt der Span wieder. (Chem. Ztg. 53. 987. 21/12. 1929.) JUNG.

H. I. Schlesinger und Ruby K. Worner, *Untersuchungen an Komplexverbindungen*. I. *Entfernung von Ammoniak aus der Koordinationssphäre*. Vff. diskutieren die Möglichkeiten, die eintreten können, wenn man einem stabilen Hexamin eines Trichlorids mehr als 3 Moll. NH_3 entzieht; am wahrscheinlichsten ist die Bldg. mehrkerniger Verbb. Vff. lassen auf $[Cr^{III}Cl(NH_3)_5]Cl_2$ HCl-Gas einwirken. Bei 270° geht die Rk. unter lobhafter Wärmeentw. vor sich, die rosafarbte Substanz wird grün. Die so erhaltene Verb. ist $CrCl_3(NH_3)_3$; sie ist von der bisher bekannten Verb. der gleichen Zus. völlig verschieden; denn die neue Verb. ist ganz unl. in W. Es handelt sich also um ein neues Beispiel von Isomerie. — Dieses Triamin nimmt bei 175° 3 Moll. HCl auf zu einem rot-purpurnen, sehr hygroskop. Material, das ll. in W., in allen anderen Lösungsm. unl. ist. Läßt man die Einw. von HCl bei 270° erfolgen, so entsteht $2CrCl_3 \cdot 3NH_4Cl$ (purpur, aber deutlich von $(NH_4)_3[CrCl_6]$ verschieden). — Erwärmt man das $CrCl_3 \cdot 3NH_3$ mit wss. Oxalsäurelsg., so bildet sich unl. ziegelrotes $[Cl(C_2O_4)(NH_3)_2]_2Cr$, das beim Erwärmen mit konz. HCl wieder in das Ausgangsmaterial übergeht. Mit HCl-Gas bildet sich daraus bei 190° langsam $(NH_4)_6[Cr_2(C_2O_4)Cl_{10}]$.

das in seinen Eigg. dem $(\text{NH}_4)_3[\text{CrCl}_6]$ ähnlich ist. (Journ. Amer. chem. Soc. 51: 3520 bis 3523. Dez. 1929.) KLEMM.

H. I. Schlesinger und **D. N. Rickles**, *Untersuchungen an Komplexeionen*. II. Die bevorzugte Entfernung von Bromidion aus der Koordinationssphäre. (I. vgl. vorst. Ref.) Die Unters. hatte das Ziel, durch vergleichende Rkk. festzustellen, welches die relative Festigkeit sei, mit der die einzelnen einwertigen Ionen innerhalb eines Komplexes gebunden seien. Zunächst stellte man nach der in der vorstehenden Mitteilung gegebenen Vorschrift $[\text{Br}_3(\text{NH}_3)_3\text{Cr}]_x$, $[\text{ClBr}_2(\text{NH}_3)_3\text{Cr}]_x$ u. $[\text{Cl}_2\text{Br}(\text{NH}_3)_3\text{Cr}]_x$ dar. Die Eigg. dieser grünen Verb. sind dem Cl-Salz ähnlich. — *Dihalidotetrammin-Salze*. 1. *cis* (?) - *Typus*. $[\text{Cl} \cdot \text{C}_2\text{O}_4 \cdot (\text{NH}_3)_3\text{Cr}]_x$ setzte sich beim Kochen mit HBr zu grünem $[\text{Cl}_2(\text{NH}_3)_3\text{Cr}]\text{Br}$ um, das durch Lösen in W. u. Fällen mit HBr gereinigt werden kann; Br ist außerhalb des Komplexes, denn es ist leicht durch andere Reste zu ersetzen. Beim Erhitzen erhält man $[\text{Cl}_2\text{Br}(\text{NH}_3)_3\text{Cr}]_x$, mit Oxalsäure bildet sich wieder die Ausgangssubstanz. Die Umsetzung mit HJ ist analog. Die entsprechende Verb. $[\text{Br}_2(\text{NH}_3)_3\text{Cr}]\text{Br}$ läßt sich analog aus dem Br-Salz gewinnen; sie löst sich mit roter Farbe in W., A.-A. sowie HBr fällen jedoch daraus wieder die ursprüngliche Verb. Daß es sich um *cis*-Verb. handelt, wird mit allem Vorbehalt nach der Bldg. aus den Oxalatkomplexen geschlossen. 2. *trans* (?) - *Typus*. Erhitzt man $[\text{Br}_3(\text{NH}_3)_3\text{Cr}]_x$ mit HBr, so erhält man neben dem Pentamin eine dunkelrote Substanz, die aus dem Rk.-Gemisch mit Eiswasser gel. (rote Lsg.) u. mit HBr wieder gefällt werden kann. Es ist ebenfalls $[\text{Br}_2(\text{NH}_3)_3\text{Cr}]\text{Br}$, wahrscheinlich die *trans*-Verb. — Um nun die relative Festigkeit von Cl^- u. Br^- im Komplex zu prüfen, wurde $[\text{Cl}_2\text{Br}(\text{NH}_3)_3\text{Cr}]_x$ mit Oxalsäure gekocht; es bildete sich $[\text{Cl} \cdot \text{C}_2\text{O}_4 \cdot (\text{NH}_3)_3\text{Cr}]_x$, also war das Br leichter entfernt als das Cl. Aus $[\text{ClBr}_2(\text{NH}_3)_3\text{Cr}]_x$ u. Oxalsäure entstanden Gemische. Vers. mit NH_3 -Gas bei 200° führten bei $[\text{ClBr}_2(\text{NH}_3)_3\text{Cr}]_x$ u. $[\text{Cl}_2\text{Br}(\text{NH}_3)_3\text{Cr}]_x$ zu Gemischen von Pentaminen. Wurde aber der Partialdruck von NH_3 auf 182 mm reduziert, so reagierte nur $[\text{Br}_2\text{Cl}(\text{NH}_3)_3\text{Cr}]_x$; es bildete sich $[\text{Cl}(\text{NH}_3)_5\text{Cr}]\text{Br}_2$. Auch hier wurde also das Br leichter entfernt. Die nähere Diskussion behalten sich Vf. für später vor. (Journ. Amer. chem. Soc. 51: 3523—27. Dez. 1929. Chicago [III.], Univ.) KLEMM.

L. V. Steck, **Morris Slavin** und **O. C. Ralston**, *Das System Natriumsulfid-Ferrosulfid*. Das Diagramm wurde hauptsächlich aus Gründen der Technik aufgenommen, u. der Hauptwert auf die Festlegung der Schmelzkurve gelegt, während die Änderungen in der festen Phase weniger beachtet wurden. Ausgegangen wurde von einem Na_2S , das durch Entwässern des Hydrats gewonnen u. sicher nicht ganz rein war; es schmolz bei 970°. Ein Teil des benutzten FeS gewann man durch Erhitzen von sehr reinem Pyrit; der größte Teil war durch Synthese dargestellt, u. enthielt etwas zu viel Schwefel; F. 1174°. Mit diesen Ausgangsstoffen wurden von 11 Gemischen zwischen 40 u. 93,5% FeS Erhitzungs- u. Abkühlungskurven aufgenommen (Thermoelement, Graphittiegel, Stickstoffstrom). Die Analysen nach dem Erhitzen zeigten stets etwas Veränderung gegen die Zus. gemäß dem Mischungsverhältnis. Die Na_2S -haltigen Proben zersetzten sich an der Luft, u. zwar merkwürdigerweise um so schneller, je reicher sie an FeS waren. — Das Diagramm zeigt als besonders charakterist. zwischen 53 u. 73% FeS ein Gebiet zweier nicht mischbarer fl. Phasen, von denen eine eine mit FeS gesätt. Doppelverb., wahrscheinlich $\text{FeS} \cdot \text{Na}_2\text{S}$, darstellt, u. die andere FeS, das mit der Doppelverb. gesätt. ist. Außerdem findet sich ein wahres Eutektikum bei 46% FeS u. 585°. — Die therm. Analyse wurde ergänzt durch metallograph. Prüfung, deren Ergebnisse im Einklang mit der skizzierten Deutung des Schmelzdiagrammes sind. (Journ. Amer. chem. Soc. 51: 3241—49. Nov. 1929. Clarkdale [Arizona], United Verde Copper Co.) KLEMM.

Marie L. V. Gayler, *Bei hohen Temperaturen erhaltene allotrope Modifikationen von Mangan*. Im Anschluß an die Arbeit von PERSSON u. ÖRMAN (C. 1929. II. 2655), durch die der Befund des Vfs. (Journ. Iron Steel Inst. 115 [1927]. 393), daß Mn bei $1191^\circ \pm 3^\circ$ einen Umwandlungspunkt besitzt, u. daß der krit. Punkt mit keiner Strukturänderung verknüpft ist, bestätigt wurde, berichtet Vf. von weiteren Vers. über die Mikrostruktur des Mn. 3 Proben werden bei 975° 1076° bzw. 1220° 2 Stdn. in H_2 erhitzt u. abgeschreckt. Die Mikrostruktur der beiden ersten ist gleich, d. h. bei 1024° existiert kein Umwandlungspunkt, die dritte Probe zeigt die zu erwartende Veränderung. (Nature 124. 840. 30/11. 1929. Teddington, Middlesex, Nat. Physic. Lab.) LESZYNSKI.

Gaston Rapin, *Einwirkung einiger Dioxide auf sehr verdünnte Permanganatlösungen*. (Vgl. C. 1929. II. 2427.) Der Vf. untersucht die Zers. von verd. KMnO_4 -Lsgg. (1 g im l) durch die Dioxide MnO_2 , PbO_2 , SnO_2 . Er findet: Die zers. Menge von KMnO_4

ist proportional der zugefügten Gewichtsmenge des Dioxyds. Erhöhte Temp. u. Acidität der Lsg. beschleunigen die Zers. Die Zers. verläuft nach einer bestimmten Kurve (zers. Menge — Zeit); zuerst rasche Zers., dann Abklingen der Rk. Die Resultate sind nur für verd. Lsgg. gültig. Die zers. Menge hängt von der chem. u. physikal. Beschaffenheit (Korngröße) der zugesetzten Dioxyde ab. Al_2O_3 ist ohne Wrkg. (Compt. rend. Acad. Sciences 189. 699—701. 28/10. 1929.)
FABER.

P. H. Emmett und **J. F. Shultz**, *Gleichgewicht in dem System $\text{Co-H}_2\text{O-CoO-H}_2$. Änderung der freien Energie für die Reaktion $\text{CoO} + \text{H}_2 = \text{Co} + \text{H}_2\text{O}$ und die Reaktion $\text{Co} + \frac{1}{2}\text{O}_2 = \text{CoO}$.* Vff. messen in dieser sehr eingehenden Unters. — es wurden allein über 300 Vorvers. ausgeführt — das Wasserdampfgleichgewicht über CoO , für das bisher Messungen von CHAUDRON (C. 1922. II. 116) u. WÖHLER u. BALZ (C. 1921. III. 1396) nach der stat. Methode vorlagen. Vff. wendeten dagegen eine dynam. Methode an, ähnlich der von PEASE u. COOK (C. 1926. II. 325). Sie erhielten folgende Werte für das Gleichgewichtsverhältnis $\text{H}_2\text{O}/\text{H}_2$: ($335^\circ \sim 85 \pm 5$); $450^\circ 67 \pm 1$; $515^\circ 57,0 \pm 0,3$; $570^\circ 50,5 \pm 0,2$; dem entsprechen die ΔF° -Werte $-6,045$, $-6,335$ u. $-6,574$ kcal. für die Rk. $\text{CoO} + \text{H}_2 = \text{H}_2\text{O} + \text{Co}$; $\Delta F_{298}^\circ = -3,678$ kcal; $\Delta H_{298} = -1,646$ kcal. ist in guter Übereinstimmung mit der MIXTERschen Verbrennungswärme für Co zu CoO u. der Bildungswärme von H_2O ; denn aus diesen Daten berechnet sich für $\Delta H_{298} = -0,300$ kcal. — Für die Rk. $\text{CoO} = \text{Co} + \frac{1}{2}\text{O}_2$ berechnet sich für 1373° absol. ein Dissoziationsdruck von $0,5 \cdot 10^{-7}$ mm; in Übereinstimmung hiermit fanden FOOTE u. SMITH (Journ. Amer. chem. Soc. 30 [1908]. 1349), daß der Gleichgewichtsdruck bei dieser Temp. unmeßbar klein ist. — Röntgenograph. Unters. von S. B. Hendricks zeigten, 1. daß unter den Vers.-Bedingungen Co_3O_4 nicht gebildet wurde, ganz wie dies theoret. zu erwarten war; 2. daß CoO u. Co keine festen Lsgg. bilden; ein ganz leichter Gang der Gleichgewichtsverhältnisse ließ mit dieser Möglichkeit rechnen; wahrscheinlich liegt aber nur Verzögerung der Gleichgewichtseinstellung vor; 3. daß die Übergangstemp. zwischen hexagonalem u. kub. Kobalt zwischen 340 u. 360° liegt. — Die Werte der Vff. sind mit denen von CHAUDRON vereinbar, nicht aber mit denen von WÖHLER u. BALZ. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3249—62. Nov. 1929. Washington, D. C., Bureau of Chem. and Soils.)
KLEMM.

Lucien Bonneau, *Untersuchungen über die Zusammensetzung des Kaliumnatriumkobaltinitrits.* Vf. untersucht die Zus. des Kaliumnatriumkobaltinitrits bei der Herst. aus $\text{Co}(\text{NO}_2)_2$, NaNO_2 u. KCl mit verschiedenen Zusätzen von NaCl . Der Nd., der in Ä. prakt. unl., in A. wl., in W. merklich l. u. in wss. KCl -Lsgg. mit zunehmendem KCl -Geh. stärker l. ist, entspricht der Formel $\text{K}_2\text{Na}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \cdot x \text{H}_2\text{O}$, während VÜRTHHEIM (C. 1922. II. 4) bei der Herst. aus Co -Acetat eine Zus. $\text{K}_{1,5}\text{Na}_{1,5}[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \cdot x \text{H}_2\text{O}$ erhielt. Die Zus. ist erst oberhalb eines Konz.-Verhältnisses $\text{Na}:\text{K} = 20-25$ in der Lsg. konstant, bei einem niedrigeren Konz.-Verhältnis u. mit steigender Temp. reichert sich der Nd. an K an u. strebt der Zus. des FISCHERSchen Salzes $\text{K}_3[\text{Co}(\text{NO}_2)_6] \cdot x \text{H}_2\text{O}$ zu. (Bull. Soc. chim. France [4] 45. 798—808. Sept. 1929. Paris, Sorbonne, Chem. Unterrichts-labor.)
R. K. MÜLLER.

H. v. Steinwehr und **A. Schulze**, *Die Herstellung sehr reinen Quecksilbers.* Es wird die in der P.T.R. für die Herst. von Normalwiderständen, -barometern usw. gebrauchte Methode zur Darst. von sehr reinem Hg beschrieben. Das Handels- Hg wird mit verd. HNO_3 mehrfach durchgeschüttelt, dann mit W. nachbehandelt u. Fett mit Benzin oder A. entfernt. Staub usw. wird durch Filtern durch ein dünnes Lederläppchen (das vorher sorgfältigst mit Benzin entfettet ist) oder durch ein Spezialfilterrohr von HALDENWANGER entfernt. Zur Entfernung von Schwermetalloxyden wird im W.-Strahlvakuum dest. u. dabei dauernd Luft durchgeleitet. Erhitzung Sandbad; über dem Kolben ist ein „Kragen“ angebracht, so daß alles Hg , das in den oberen Teilen des Kolbens kondensiert wird, in das Abflußrohr gelangt. Schliffe sind weitgehend, Hähne ganz vermieden. Die Dest. muß zweimal erfolgen. Eine elektrolyt. Nachreinigung ist überflüssig. — Will man sehr reines Hg aufbewahren, so empfiehlt es sich, es dauernd in evakuierten Glasgefäßen zu halten, da sonst unter der Einw. der Luft sich durch Rk. zwischen Hg u. Glasoberfläche eine dünne Haut bildet. (Ztschr. Instrumentenkunde 49. 566—67. Nov. 1929. Charlottenburg, Phys.-Techn. Reichsanstalt.)
KLEMM.

Gmelin u. Kraut's Handbuch der anorganischen Chemie. 7. umgearb. Aufl. Hrsg. von C. Friedheim u. Franz Peters. Lfg. 230/231. (Bd. 6), Abt. 2, Bog. 25—32.) (S. 385 bis 512.) Heidelberg: Carl Winter 1929. gr. 8°. M. 8.—.

C. Mineralogische und geologische Chemie.

A. I. Zwetkow, *Über die Farbenänderung der Apatite beim Erhitzen*. Apatitstücke von 2—8 g wurden in einem Platintiegel in einem elektr. Ofen erhitzt, einige Zeit auf hoher Temp. gehalten u. dann langsam abgekühlt. Bei niederen Temp. geht die hellblaue Farbe des gewöhnlichen Apatits in grün über, wobei die Übergangsgeschwindigkeit mit der Temp. wächst. Bei 600° z. B. genügt schon einiges minutenlanges Erhitzen. Bei weiterer Temp.-Steigerung verliert der Apatit allmählich seine Farbe u. erscheint bei 1-std. Erhitzen auf 800° durchsichtig farblos. Bei 1000—1200° wird der Apatit milchigweiß, um dann bei weiterer Temp.-Erhöhung einen undurchsichtigen dunkelblauen Farbton anzunehmen. Bei 1500° geht das Blau in Gelbbraun über, u. bei 1600° schm. das Mineral. Beim Abkühlen der Schmelze bilden sich schöne Krystalle, welche mit denjenigen des gewöhnlichen Apatits ident. sind. — Verss., die Reversibilität des Vorganges der Farbenänderung festzustellen, fielen negativ aus. Es zeigte sich, daß jeder Temp. eine bestimmte Färbung entspricht, welche sich nur durch Temp.-Steigerung, nicht aber durch Temp.-Senkung verändern läßt. Man kann also grünen u. durchsichtigen Apatit in dunkelblauen undurchsichtigen umwandeln, der umgekehrte Vorgang ist jedoch nicht realisierbar. — Es wird die Möglichkeit erwogen, daß die Farbenänderung im Zusammenhang steht mit der Ausstrahlung seltener Elemente, deren Ggw. im Apatit nicht ausgeschlossen ist. (Compt. rend. Acad. Sciences. U. R. S. Serie A. 1929. 409—14.) GURIAN.

Georg Kalb und Leo Koch, *Die Krystalltracht der Zinkblende in mineralogischer Betrachtung*. Die Zinkblende wird zum oktaedr. isoharmon. Krystalltyp gerechnet, u. zwar kann man zwei Krystalltrachttypen mit mineralog. Bedeutung unterscheiden. Der ältere Typ I (Schlaggenwalder Typ) zeigt vornehmlich kubooktaedr. Ausbildung. Meist herrscht das negative Tetraeder vor. Die Farbe ist schwarz. Er tritt meistens in den kiesigen Pb-Zn-Lagerstätten auf. Der II., jüngere Typ (Alston Moor), ist dodekaedr. Die Farbe ist dunkelrotbraun bis rötlichgelb. Dieser Typ ist charakterist. für die siderit., fluorbaryt. u. metasomat. Pb-Zn-Lagerstätten. Es lassen sich auch beide Typen auf einmal als parallele Fortwachsung mit Trachtwechsel an Lagerstätten mit wechselnder Bldg. beobachten. (Ztrbl. Mineral., Geol., Paläont. Abt. A. 1929. 353—57. Köln, Mineralog. Inst. d. Univ.) ENSZLIN.

W. I. Wernadski, *Die Elemente der seltenen Erden in Gesteinen der Erdrinde*. Die quantitative Zus. der gesteinsbildenden, seltene Erden enthaltenden Mineralien ist weder für die Ortite, noch für die Monazite genügend klargelegt u. nichts deutet auf eine Identität der Zus. dieser Mineralien mit der Zus. der Mineralien aus Pegmatitadern hin. (Compt. rend. Acad. Sciences U. R. S. Serie A. 1929. 35—37.) SCHÖNF.

Fran Tucan, *Über eine Aluminiumkieselsäure von Allchar (Südserbien)*. Dieses Zersetzungsprod. schmilzt auf der Kohle vor dem Lötrohr zu einer weißen Emaile. Im Röhrchen erhitzt, entweicht W., welches saure Rk. hat. D.²² 1,9818. U. Mk. erscheint es kristallin. Mit W. angerührt, gibt es eine kolloidale Lsg. Schwach doppelbrechend. Es absorbiert Farbstoffe, wie Ponceau RRR (hellbraun), Safranin G extra (intensiv rot), Bismarkbraun (intensiv rotbraun), Methylengrün (?) (hellblau). Zus. 41,22 SiO₂, 23,85 Al₂O₃, 0,32 Fe₂O₃, 3,05 CaO, 0,39 MgO, 0,24 Na₂O, 0,09 K₂O, 14,41 H₂O (bis 110°), 14,20 H₂O (über 110°), 2,04 P₂O₅, 0,67 CO₂. Verliert über CaCl₂ 12,58% W. in 255 Tagen, über H₂SO₄ 12,80% W. in 202 Tagen u. über P₂O₅ 15,10% W. in 104 Tagen. Die Entwässerungskurve geht kontinuierlich. Bei 650° ist alles W. entfernt. Vf. betrachtet dieses Prod. als Aluminiumkieselsäure der Zus. Al₂O₃ · 3 SiO₂ · 7 H₂O, welche zu der Gruppe der Allophanoide gehört. (Bull. Soc. Franç. Minéral. 52. 42—47. März 1929.) ENSZLIN.

W. M. Kupletski, *Ein Mineral der Astrophyllitgruppe vom Berge Urma-Waraka im zentralen Gebiet der Halbinsel Kola*. In den Quarz- u. Permutitgängen, welche die Alkaligranite des Berges Urma-Waraka durchsetzen, wurden radialstrahlige Ausscheidungen eines gelblichbraunen Minerals entdeckt. Äußerlich ähnelte es dem Lamprophyllit, die Analyse zeigte jedoch bedeutende Unterschiede in der Zus. Das Mineral kommt seiner chem. Zus. nach dem Astrophyllit, seiner opt. Eigg. nach dem Lamprophyllit am nächsten. Mangel an experimentellem Material gestattet nicht die Aufstellung seiner Formel mit voller Sicherheit, jedoch vermutet Vf., daß das neue Mineral folgender Formel entspricht: R₂O · R₂O₃ · 5 RO · 12 RO₂ oder (Na₂, K₂)O · Fe₂O₃ · 2 (Si, Ti)O₂ · 5 (FeO · 2 SiO₂). Zum Schluß deutet Vf. an, daß das Mineral möglicherweise ein einfaches Umwandlungsprod. des Astrophyllits sei, dem teilweise MnO u.

Alkali entnommen wurden. (Compt. rend. Acad. Sciences U. R. S. S. Serie A. 1929. 343—47.)

GURIAN.

W. A. Silberminz, *Über die Fundstelle von Cerit, Bastnäsit und dem neuen Mineral Lessingit im Kychtymer Gebiet (Ural)*. Im Kychtymer Gebiet wurde eine Reihe Mineralien der seltenen Erden gefunden (Bastnäsit, Cerit, Lessingit u. Törnebohmit). Die chem. Zus. der 3 ersten Mineralien, sowie deren physikal. Eig. wurden untersucht u. in Tabellen wiedergegeben. Törnebohmit, der mit dem bloßen Auge selten erkennbar nur als Begleiter von Cerit auftrat, konnte nicht analysiert werden. — Der Bastnäsit enthält 75,84% Oxyde von Ce, Di, La, Y, Er, 19,55% CO₂ u. geringe Mengen SiO₂, CaO, F₂ u. H₂O. Cerit hat etwa dieselben Bestandteile wie Bastnäsit, weist aber außerdem geringe Mengen von Na₂O, K₂O, MgO, MnO auf. Er enthält nur 7,86% CO₂, dafür aber 15,6% SiO₂. Sein Geh. an seltenen Erden beträgt 33,65% Ce₂O₃ u. 37,49% (Di, La)₂O₃; Y u. Er fehlen. Der Lessingit enthält 3,42% (Y, Er)₂O₃, 22,48% Ce₂O₃ u. 36,65% (Di, La)₂O₃ neben 19,85% SiO₂, 11,71% CaO u. geringe Mengen anderer Bestandteile. (Compt. rend. Acad. Sciences U. R. S. S. Serie A. 1929. 55—60. Moskau, Inst. f. angew. Mineralogie u. Metallurgie.)

GURIAN.

Peter Tschirwinsky, *Petrographische Untersuchung eines Dolerits aus Achatala in Transkaukasien*. Der Dolerit bildet mächtige Decken, ist sehr frisch u. wahrscheinlich tertiären Ursprungs. Er besteht nach der mikrometr. Ausmessung dreier Dünnschliffe aus 65,35% Plagioklas, 21,29% Augit, 0,97% Pyroxen, 0,08% Hornblende, 5,23% Olivin, 6,22% titanhaltigem Magnetit, 0,29% Apatit u. 0,57% Glas. Der Plagioklas ist ein Labrador der Zus. Ab₁₅An₈₅ bis Ab₂An₉₈ (opt. Methode). (Ztrbl. Mineral., Geol., Paläont. Abt. A. 1929. 366—70. Nowotscherkassk, Inst. f. angew. Geol. u. Min. d. Donischen Polytechn.)

ENSZLIN.

A. N. Labunzow, *Fersmanit — ein neues Mineral aus dem Chibiner Gebirge*. Das neue Mineral, nach seinem Entdecker Fersmanit genannt, wurde kristallograph. u. chem. untersucht. Die Krystalle sind monoklin. Die Messung der Brechungsexponenten ergab $n_g = 1,939$, $n_m = 1,930$ u. $n_p = 1,886$. Die chem. Analyse zeigte, daß das Mineral in der Hauptsache aus TiO₂ (37%), CaO (26%), SiO₂ (23%), Na₂O (9%) u. F (3%) besteht, u. führte zur Aufstellung der den Befunden annähernd entsprechenden Formel $4 R TiO_3 \cdot 2 R_2 Si(O, F)_3 \cdot SiO_2$. (Compt. rend. Acad. Sciences U. R. S. S. Serie A. 1929. 297—301.)

GURIAN.

A. Pereira Forjaz, *Spektrochemische Untersuchung von portugiesischen Wässern*. (Vgl. C. 1928. I. 3046.) Der Vf. untersucht qualitativ das stark radioaktive W. von *Cambres* (Corredoura, Portugal) chem. u. spektroskop. Er findet auf chem. Wege: Na, K, Si, Ca, Sr, Ba, Mg, Al, Fe, Mn. Spektroskop. weist er außerdem noch nach: Ra, Pb, V, U, Zn, Cu, Ge, Tl (?). Im Original sind die Linien angegeben, durch die die einzelnen Elemente erkannt wurden. (Compt. rend. Acad. Sciences 189. 703—04. 28/10. 1929.)

FABER.

A. G. Frank-Kamenezki und N. M. Waksberg, *Die Mineralquelle von Gonja im Amurgebiet*. Das W. der Mineralquelle von Gonja hat eine Temp. von 2,5°. Es enthält im Liter 3 g freie Kohlensäure, 9,7 mg Eisen, 151,1 mg Na u. K in Form von kohlen-sauren Salzen, 1,585 g Ca(HCO₃)₂, 0,9471 g Mg(HCO₃)₂. Sulfate u. Chloride konnten nur in Spuren nachgewiesen werden. (Compt. rend. Acad. Sciences U. R. S. S. Serie A. 1929. 291—96. Irkutsk, Biolog.-Geograph. Forsch.-Inst. d. Univ.)

GURIAN.

Daniel Chalonge und F. W. Paul Götz, *Messungen der bei Tag und bei Nacht in den oberen Atmosphärenschichten vorhandenen Ozonmengen*. (Vgl. C. 1928. I. 1944.) Die Vff. finden aus Messungen in Arosa, daß unter unseren Breiten die Ggw. oder die Abwesenheit der Sonne keine meßbaren Unterschiede der in der Atmosphäre vorhandenen Ozonmenge bedingt. Die Differenzen der bei Messungen während des Tages u. während der Nacht erhaltenen Ergebnisse liegen innerhalb der Fehlergrenzen, die allerdings ziemlich groß sind. (Compt. rend. Acad. Sciences 189. 704—06. 28/10. 1929.)

FABER.

Alexander Fersmann, *Geochemische Migration der Elemente u. deren wissenschaftl. u. wirtschaftl. Bedeutg. erl. an 4 Mineralvorkommen. Chibina-Tundren — Smaragdgruben — Uran-Grube Tuja-Mujun — Wüste Karakumy. Tl. 2. Halle: W. Knapp 1930. gr. 8° = Abhandlungen zur prakt. Geologie u. Bergwirtschaftslehre. Bd. 19.*

2. (VIII, 86 S.) nn. M. 8.—

Carl Hintze, *Handbuch der Mineralogie. Bd. 1. Lfg. 32 = Der ganzen Reihe 44. Lfg. Hrsg. von Gottlob Linck (S. 4311—4470.) Berlin: W. de Gruyter & Co. 1929. gr. 8°. nn. M. 15.*

D. Organische Chemie.

M. C. Boswell und R. R. McLaughlin, *Über einige Faktoren, die die Wirksamkeit von Aluminiumchlorid und Eisenchlorid bei der Friedl-Craftsschen Reaktion beeinflussen.* Wird AlCl_3 aus Al u. HCl dargestellt, so enthält es pro Gramm 9 ccm HCl adsorbiert. Die Adsorptionsfähigkeit wird durch Sublimation im N_2 -Strom verringert. Am wirksamsten als Katalysator für die FRIEDL-CRAFTSSCHE Rk. hat sich ein äquimolekulares Gemenge von AlCl_3 u. FeCl_3 erwiesen; weniger wirksam ist AlCl_3 aus Al u. HCl , noch weniger AlCl_3 aus Al u. Chlor dargestellt. Dann folgt eine Mischung von AlCl_3 u. teilweise reduziertem Eisenchlorid, reines FeCl_3 u. schließlich teilweises reduziertes Eisenchlorid allein. Die Messungen wurden an der Rk. zwischen Bzl. u. Chf. ausgeführt. (Canadian Journ. Res. 1. 400—04. Nov. 1929. Toronto, Canada.) BERG.

V. Grignard und H. Blanchon, *Über die Enolisierung von Ketonen.* GRIGNARD fand, daß die Organo-Mg-Rk. bei Ketonen unvollständig ist; die Organo-Mg-Verb. ruft eine Enolisierung des Ketons hervor u. das gebildete Enol zersetzt die entsprechende Menge der Mg-Verb. unter Bldg. eines Enolats. Bei der Hydrolyse verwandelt sich das Enol wieder in die Ketoform. Gelegentlich der Unterr. über Pulegon (C. 1926. I. 2466) wurden erstmalig unbeständige Enole hergestellt. Die Methode ist allgemein gültig, jedoch werden infolge der Unbeständigkeit der Enole am häufigsten Keto-Enol-Gemische erhalten. Zur Best. des Grades der Enolisierung verwendeten Vff. die Methode von ZEREWITINOW (Ber. Dtsch. chem. Ges. 1907. 2023), die auf der Messung des KW-stoffvol. beruht, das sich bei der Einw. des Organo-Mg-Halogenids auf das Enol entwickelt. Untersucht wurden folgende Ketone: 1. Aceton, Butyron, Dibutylketon; 2. Acetophenon u. Dibenzylketon; 3. Cyclopentanon, Cyclohexanon, p-Methylcyclohexanon, Menthon u. Thujon, ferner Mesityloxyd u. Carvon. Bei sämtlichen Ketonen wurde die Enolisierung unter der Einw. von prim., sek. u. tert. Organo-Mg-Halogeniden untersucht. Aus den tabellar. zusammengestellten Ergebnissen der Dibutylketonenolisierung folgt, daß die prim. Organo-Mg-Verbb. eine Enolisierung von 6—8,5%, die sek. 13,5—16% u. die tert. eine Enolisierung von etwa 20% hervorgerufen. Organo-Mg-Chloride enolisieren weniger stark als die Bromide, diese weniger als die Jodide. Zwischen der Ketonstruktur u. der Enolisierung wurde keine Beziehung festgestellt. Während die Enolisierung unter dem Einfluß von tert. $\text{C}_3\text{H}_7\text{MgCl}$ bei Dibutylketon u. Carvon 20% betrug, war sie bei Dibenzylketon 24%, bei Aceton 30%, bei Acetophenon 31%, bei Cyclopentanon 32,5%, bei Thujon 41%, bei p-Methylcyclohexanon 46%, bei Butyron 49%, bei Cyclohexanon 50,5%, bei Menthon 51% u. bei Mesityloxyd 60%. Die meisten der untersuchten Ketone enthielten ursprünglich die Enolform überhaupt nicht (festgestellt nach JOB u. REICH, C. 1924. I. 1655). Nach GRIGNARD u. SAVARD (C. 1926. I. 2466) wurden Enolester so leicht hydrolysiert, daß W. für deren vollständige Verseifung ausreichend ist. Diese Methode — Rk. mit Organo-Mg-Verbb., Veresterung der gebildeten Enole u. deren Hydrolyse mit W. — stellt eine allgemeine Methode zur *Herst. von freien Enolen* dar. Bei Enolestern, die gegen W. beständig sind, kann die Hydrolyse mit Oxalsäure durchgeführt werden.

Cyclohexanon wurde durch $\text{i-C}_3\text{H}_7\text{MgBr}$ bei 40° zu 40% enolisiert. Das Rk.-Prod. wurde acetyliert u. mit W. behandelt; es lieferte bei der Dest. das *Acetat des Cyclohexanonenols* (Kp.₁₂ 75°). Die Verseifung des Esters mit sd. W. verläuft sehr langsam; Na_2CO_3 u. NaHCO_3 rufen eine Umwandlung in Keton hervor. Mit 10%ig. Oxalsäure ließ sich das Acetat zum 70%ig. Enol verseifen, $n_D^{15} = 1,4601$; nach 10 Stdn. fällt sie auf 1,45421, also den n_D des Ketons. In Ggw. von Oxalsäure wird die Ketonisation etwas verzögert, Mineralsäuren, Alkali u. Br beschleunigen die Umwandlung zum Keton. Außer dem Enol bildet sich bei obiger Rk. Isopropylcyclohexanol. — *Thujonenol* wurde analog aus Thujon hergestellt u. acetyliert. Die erste Fraktion, Kp. 84—86°, besteht vorwiegend aus dem Enol, dessen Acetylesther also sehr leicht gespalten wird; das Enol hatte $D.^{15} 0,9010$, $n_D^{15} = 1,45401$. Die Tautomerisation erfolgt sehr schnell, nach 1 Stde. verbleiben 69,9, nach 15 Stdn. nur 4,1% Enol. Phthalsäureanhydrid u. Oxalsäure verzögern die Umlagerung. Mineralsäuren, NH_3 , Na_2CO_3 u. Br beschleunigen sie. — *Carvonenol* wurde auf gleichem Wege mit $\text{C}_2\text{H}_5\text{MgBr}$ hergestellt. Ist beständiger als die oben beschriebenen Enole; Kp.₁₂ 114 bis 115°, $D.^{15} 0,957$, $n_D^{15} = 1,51510$. Enthält nach 1 Stde. noch 82,3% Enol, nach 25 Stdn. 1,5%. Außerdem bildet sich bei der Rk. *Athylcarveol*, Kp.₁₂ 135° (*Acetat*, Kp.₁₂ 142°). — Die Enolisierung des *Mesityloxyds* wurde mit $\text{i-C}_3\text{H}_7\text{MgBr}$ bei 35°

durchgeführt; das Rk. Prod. wurde in absol. Ä. acetyliert. Die Dest. ergab eine Fraktion vom Kp. 134°, bestehend aus einem enolreichen Ketoenolgemisch (D.¹² 0,8610, $n_D^{12} = 1,45001$). Das Enol wird sehr rasch tautomerisiert u. erreicht nach 5 Stdn. das Gleichgewicht (6,4% Enol). Eine Stabilisierung mit Phthalsäureanhydrid oder mit Oxalsäure war nicht möglich. Die nächste Fraktion, Kp. 140—145°, stellte ein Gemisch des Enolacetats u. des freien Enols dar. Die letzte Fraktion, Kp. 172°, erwies sich als *Trimethyl-2,3,5-hexenol-4,3.* — *Pulegonenol.* Pulegon wurde nach KLAGES (Ber. Dtsch. chem. Ges. 1889. 2564) in das Chlorhydrin verwandelt u. dieses mit Na-Acetat esterifiziert. Nach Behandeln mit W. u. Dest. wurde fast reines Enol (98,2%) erhalten. — *Acetophenon* wurde in PAe. mit PCl_5 behandelt. Das gebildete *Enol-Chlorhydrin*, Kp.₇₄₀ 195°, wurde durch 10-std. Erhitzen der alkoh. Lsg. mit geschmolzenem Na-Acetat esterifiziert, das Acetat mit W. behandelt usw. *Acetophenonenol* ist sehr unbeständig; in Ggw. von Mineralsäuren ist die Tautomerisation augenblicklich. (Roczniki Chemji 9. 547—80. 1929. Lyon, Univ., Chem. Inst.) SCHÖNF.

Henry Gilman und Robert E. Brown, Bildung von Magnesiumdimethyl bei der Destillation von Methylmagnesiumchlorid. Bei 9-std. Erhitzen von $Mg \begin{matrix} CH_3 \\ \diagdown \\ Cl \end{matrix}$ auf 190° in einem Vakuum von 0,2 mm dest. etwas $Mg(CH_3)_2$ über. Das Resultat steht im Einklang mit neueren Unterss. über die Konst. von GRIGNARD-Verbb. u. mit den Beobachtungen von GILMAN u. SCHULZE (C. 1928. I. 328) in der Berylliumreihe. (Rec. Trav. chim. Pays-Bas 48. 1133—35. 15/11. 1929. Ames, Iowa, U. S. A.) BERG.

S. W. Lebedew und G. G. Kobliansky, Untersuchungen auf dem Gebiete der Polymerisation. XII. Mitt. Über die polymeren Formen des Isobutylen. (XI. vgl. C. 1928. I. 1199.) *Isobutylen* polymerisiert sich nicht nur unter der Einw. von H_2SO_4 oder von Silicaten (wie Floridin), sondern auch durch bloßes Erwärmen auf 200° in CO_2 -Atmosphäre (von 50 at). Letzterenfalls wurde nur das *Trimer* $C_{12}H_{24}$ erhalten, Kp. 179—181°, enthält eine Doppelbindung. Beim Einleiten von Isobutylen in H_2SO_4 entsteht 1% Dimeres, 90% Trimeres u. als Rest Höheresiedendes. Das „Trimer“ enthielt außer dem obigen Körper noch ein höheres. *Isomeres*, Kp. 195—196°, das gleichfalls eine Doppelbindung enthält. Mit Floridin entstehen bei 10° — bei hoher Temp. wird die Polymerisation reversibel — neben einem hochsd. Rest *Diisobutylen*, C_8H_{16} , Kp. 101—102°, *Triisobutylen*, Kp. 179—180°, *Tetraisobutylen*, $C_{16}H_{32}$, Kp.₇ 106°, das auch durch Behandlung des Dimeren mit Floridin gebildet wird, *Pentaisobutylen*, $C_{20}H_{40}$, Kp.₇ 148°, das auch durch Vereinigung des Di- u. Trimeren entsteht, *Hexaisobutylen*, $C_{24}H_{48}$, Kp.₂₅ 158—161°, u. *Heptaisobutylen*, $C_{28}H_{56}$, Kp.₂ 183—186°. Alle Substanzen enthalten eine — wenn auch schwer — mit katalyt. erregtem H_2 nachweisbare Doppelbindung. (Ber. Dtsch. chem. Ges. 63. 103—12. 8/1.) BERGMANN.

William A. Bone, Verbrennung von Acetylen. Es wird darauf hingewiesen, daß die vom Vf. gemeinsam mit ANDREW (Journ. chem. Soc., London 87 [1905]. 1232) ausgeführten Verss. bereits den gleichen Rk.-Mechanismus aufgezeigt haben, zu dem die Verss. von KISTIAKOWSKY u. LENHER (C. 1930. I. 359) geführt haben. (Nature 124. 839—40. 30/11. 1929. Imp. Coll. of Science and Techn.) LESZYNSKI.

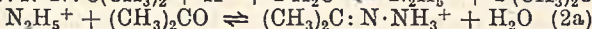
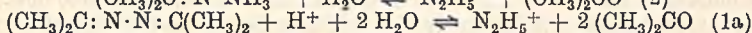
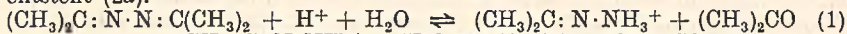
J. L. Kondakov Katalytische Reduktion von Dioximen. Herstellung von 2,3-Diaminobutan durch Reduktion des Dimethylglyoxims. Berichtigung. (Vgl. FREJKA u. ZAHLOVÁ, C. 1929. II. 547.) Vf. wendet sich gegen die von den angeführten Autoren angewandte Bezeichnung für das Red.-Verf. mit Pt-Schwarz als Methode von WILLSTÄTTER, dessen Urheber FOKIN sei u. die von WILLSTÄTTER nur vervollkommenet wurde. Im allgemeinen wird die Methode als „Red.-Verf. von FOKIN-WILLSTÄTTER“ bezeichnet. (Collect. Trav. chim. Tchecoslovaquie 1. 624—25. Nov. 1929.) POETSCH.

J. Frejka und L. Zahlová, Erwidern auf vorstehende Berichtigung. Vf. erwidern, daß infolge der engen Beziehung ihrer Arbeit mit denen von WILLSTÄTTER u. Mitarbeitern, besonders, was die Aufarbeitung der Katalysatoren betrifft, nur der Name WILLSTÄTTER erwähnt wurde. (Collect. Trav. chim. Tchecoslovaquie 1. 625. Nov. 1929.) POETSCH.

E. C. Gilbert, Untersuchungen über Hydrazin. Die Hydrolyse von Dimethylketazin und das Gleichgewicht zwischen Hydrazin und Aceton. (Vgl. C. 1930. I. 26.) *Dimethylketazin* löst sich leicht in W. u. die Lsg. reagiert alkal. Wird das freie OH-Ion mit Säuren neutralisiert, so bildet sich mehr OH^- u. in Ggw. starker Mineralsäuren ist die Verb. vollständig hydrolysiert. Die Hydrolyse vollzieht sich mit meßbarer Geschwindigkeit, u. ihr Verlauf läßt sich verfolgen, indem man die Säuremenge mißt, die zum Ersatz des bei der Rk. mit dem Ketazin verschwundenen

H⁺ nötig ist, indem man die Säure mit solcher Geschwindigkeit zufügt, daß p_H in der Lsg. konstant bleibt. Unters. der Rk. ergab die Wahrscheinlichkeit der Ggw. von *Acetonhydrazon*, wie auch eine starke Reversibilität, die bei p_H = 5,0 zu einem Gleichgewicht führt, wobei von 30—70% des Ketazins hydrolysiert sind u. der Hydrolysegrad nicht nur vom p_H abhängt, sondern auch von der Anfangskonz. des Ketazins.

Die Gesamtrk. kann daher sowohl formuliert werden als eine Rk. zwischen Dimethylketazin u. W. unter Bldg. von Acetonhydrazon (1), das weiter zu Hydrazin u. Aceton hydrolysiert wird (2), als auch als direkte Hydrolyse des Ketazins zu Aceton u. Hydrazin (1a), wobei das Hydrazon in einer Nebenrk. aus den beiden letzteren entsteht (2a).



Für die Gleichgewichtskonstanten der Rkk. gelten die Beziehungen:

$$K_1 \times K_2 = K_{1a} \quad \text{u.} \quad K_{2a} = 1/K_2.$$

Das Problem wurde daher in 3 Stufen der Lsg. nahegebracht: Best. der Gleichgewichtsbedingungen I. von 2 oder 2a, II. von 1 oder 1a, III. Unters. der Kinetik der Hydrolyse.

Teil I. Das Gleichgewicht zwischen *Aceton*, *Hydrazin* u. *Acetonhydrazin* wird durch Säuren nicht beeinflusst u. kann daher unabhängig von 1 oder 1a untersucht werden. Es wurde bestimmt zunächst durch Löslichkeitsmessungen u. dann durch Verteilungsvers. Für ersteres erwies sich als geeignet die Messung der Zunahme der Löslichkeit von *Hydrazinpicrat* bei Zufügen von *Aceton*. Diese Löslichkeit wurde bestimmt bei 15° in Ggw. von *Aceton*, 0,2 M NaCl-Lsg. u. 0,02 M HCl (letzteres zur Verhinderung der Bldg. von Dimethylketazin); weiterhin in *Aceton*, 0,2 M NaCl u. 0,01 M HCl; in *Aceton* u. 0,04 M Pikrinsäure u. schließlich in *Aceton*, 0,133 M NaCl, 0,067 M Na-Pikrat u. 0,0033 M HCl. Die Ergebnisse der Löslichkeitsmethode wurden bestätigt durch die Resultate der Messung der Verteilung von *Aceton* zwischen Bzl. u. Lsgg., die 0,2 M NaCl u. 0,02 M HCl mit u. ohne Zusatz von *Hydrazinhydrochlorid* enthielten. Nach beiden Verff. ergab sich ein Mittelwert von K_{2a} zu 10,3, der aber in Berücksichtigung der Unsicherheit in bezug auf etwaige Salzeffekte am besten auf 10,0 abgerundet wird.

Teil II. Mittels des Verff. von BRÖNSTED, KILPATRICK u. KILPATRICK (C. 1929. I. 1822) wurden Gleichgewichtsangaben für die Hydrolyse von *Ketazin* erhalten bei 15° mit einer *Ketazinkonz.* von 0,007—0,037 M u. p_H = 5,35 bzw. 4,95 mit *Bromkresolgrün* als Indicator. Bei p_H = 5,00 u. 4,60 wurde 1 M NaCl anstatt W. als Lösungsmittel benutzt. Hieraus wurden die Hydrolysekonstanten berechnet, u. es war z. B. für W. bei 15° K_{1a} im Mittel 37 u. K_1 im Mittel 370. Der Salzeffekt bei Verwendung der konz. (1 M) NaCl-Lsg. erhöhte die Gleichgewichtskonstante etwa auf das Doppelte. Die Messungen zeigen auch, daß bei der hier verwendeten geringen Acidität stets sowohl *Hydrazin* wie *Acetonhydrazon* in nicht zu vernachlässigender Menge vorhanden sind. — Teil III. Die Kinetik der Hydrolyse des Dimethylketazins konnte bei p_H = 5,35 sowohl bei 15 wie bei 20° gemessen werden, da sich die Geschwindigkeit der zuzufügenden Säure bei beiden Temp. gut ermitteln ließ. Aus den Berechnungen ergab sich ein Temp.-Koeffizient von 2,65 für eine Erhöhung der Hydrolysentemp. um 10°, d. h. Temp.-Zunahme begünstigt die Hydrolyse. — Da die Gleichgewichtskonstanten für zwei Temp. vorlagen, konnte auch einige der freien Energiewerte, wie z. B. die Änderung der freien Energie für die Rkk. 1 u. 1a errechnet werden. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3394—3409. Nov. 1929. Kopenhagen, Polytechn. Inst.) BEHRLE.

Fr. Fichter und Heinrich Lapin, *Über die Oxydation von Salzen einbasischer Fettsäuren mit Kaliumpercarbonat und Kaliumpersulfat*. (Vgl. C. 1929. II. 2757.) In der Hoffnung, durch Einführung von Cyan in die p-Stellung zur Carboxylgruppe die Molekel einer arom. Carbonsäure soweit gegen Oxydation zu stabilisieren (vgl. hierzu FICHTER, GRISARD, C. 1922. I. 408), daß eine KOLBESCHE Elektrosynthese möglich wurde, haben Vff. die p-Cyanhydrozimtsäure NC·C₆H₄·CH₂·CH₂·CO₂H nach MOSES (Ber. Dtsch. chem. Ges. 33. 2624ff.) dargestellt u. das Verh. ihrer Alkalisalze an der Anode untersucht. Abänderung der Methode von MOSES: Die Umwandlung von p-Cyanbenzylchlorid in den Aldehyd erfolgt unter Zusatz von wss. Kupfernitratlsg. im Einschmelzrohr bei 105—110°. Ausbeute: 50—60% der Theorie. p-Cyanzimtsäure: F. 248 bis 249°, p-Cyanhydrozimtsäure: F. 135—136°. Bei der Elektrolyse überzieht sich die Anode sofort mit einem isolierenden Überzug von p-Cyanhydrozimtsäure, Zusatz

von überschüssigem Na_2CO_3 hebt den Übelstand, führt aber nicht zur Bldg. von *p*-Cyanphenyläthylalkohol $\text{NC}\cdot\text{C}_6\text{H}_4\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{OH}$ im Sinne der elektrochem. Alkoholsynthese nach HOFER u. MOEST (LIEBIGS Ann. 323 [1902]. 284); neben Braunfärbung tritt geringe Menge eines oxydierend wirkenden Stoffes auf (organ. Persäure?). Ähnliche Ergebnisse zeigten die Verss. der Elektrolyse von *p*-Cyanbenzoesäure. Nach HOFER u. MOEST beruht die Alkoholbldg. einfach auf der gleichzeitigen Entladung von Säureanionen u. Hydroxytionen. Vff. dagegen fassen den Vorgang so auf (s. auch C. 1928. I. 1755. 1929. II. 26), daß das Salz der Fettsäure zuerst zum Diacylperoxyd oxydiert wird, das in saurer Lsg. in CO_2 u. den gesätt. synthet. KW zerfällt, während es in alkal. Lsg. hydrolysiert wird zu einer Molekel Carbonsäure u. einer Molekel Persäure, die dann ihrerseits in CO_2 u. den Alkohol zerfällt. Da Vff. den ganzen Komplex der KOLBESchen u. der HOFER- u. MOESTschen Elektrosynthesen als Oxydationsvorgänge auffassen, legen sie sich die Frage vor, inwiefern die von HOFER u. MOEST benutzten anorgan. Zusätze wie Perchlorate, Sulfate, Carbonate u. a. intermediär Oxydationsmittel bilden können. Sulfat u. Carbonat liefern an der Anode Persulfat bzw. Percarbonat; bei den Perchloraten ist die Beantwortung der Frage schwieriger. Vff. untersuchen daher die Wrkg. von Perchloraten, Percarbonaten u. Persulfaten. 1. *Perchlorate*. Wie bei der Elektrolyse der Perchlorsäure (F. FISCHER, MASSENZE, Ztschr. anorgan. allg. Chem. 53 [1907]. 244), so erhält man auch bei der ihrer Salze an der Anode ozonreichen Sauerstoff (8,72 Vol.-%). Die Oxydation von Kaliumacetatlsg. mit Ozon mit oder ohne Zusatz von K_2CO_3 , bei Zimmertemp. oder im Kältemisch führt allerdings stets nur zu Formaldehyd u. etwas CO_2 ; Methylalkohol war nie nachzuweisen. Demnach bildet sich weder Diacetylperoxyd, noch Essigpersäure, noch ihre Zerfallsprodd., sondern es handelt sich nur um einen oxydativen Abbau. Auch Kaliumpropionat liefert immer nur Formaldehyd. — 2. *Percarbonate*. Es wird 82%ig., nach CONSTAM u. v. HANSEN (Ztschr. Elektrochem. 3. 137) hergestelltes Kaliumpercarbonat in eiskalte, bei 0° gesätt. Kaliumacetatlsg. eingetragen, nach dem Stehen über Nacht destilliert u. die ersten Anteile nach der colorimetr. Methode von LYONS (C. 1923. II. 1138) auf Methylalkohol untersucht: Es finden sich immer deutlich nachweisbare u. bestimmbare, aber kleine Mengen; aber so geringe, daß die Wrkg. der Carbonate u. Bicarbonate bei der Rk. von HOFER u. MOEST kaum durch die intermediäre Bldg. von Percarbonat zu deuten ist. — 3. *Persulfat u. Acetat*. Ein Gemisch von Kaliumacetat, -persulfat- u. -carbonatlsg. wird am Rückflußkühler bis zum Aufhören der O-Entw. erhitzt u. destilliert; die Unters. des Destillates nach der oben erwähnten Methode zeigt, daß sich quantitativ Methylalkohol gebildet hat. Voraussetzung ist hierbei ein genügender Zusatz von Carbonat, so daß die Rk. bis zum Schluß alkal. bleibt. — 4. *Persulfat u. Propionat*. Der entstandene Äthylalkohol ließ sich gut durch die Jodoformprobe nachweisen; Best. der Ausbeute geschah nach ARGENSON (Bull. Soc. chim. France [4] 27 [1902]. 1000). Die entwickelten Gase enthalten außer etwas Luft u. CO_2 ein wenig CO , bis zu 20% Äthylen u. ein Gemisch gesätt. KW-stoffe. Die Ausbeute an Alkohol ist am höchsten, wenn das Persulfat sich in großem Überschuß zum Propionat befindet. — 5. *Persulfat u. Butyrat*. Hierbei entsteht kein Alkohol, sondern neben viel gesätt. KW-stoffen als wichtigstes Prod. Propylen. — 6. *Persulfat u. Isovalerianat*. Vor allem entsteht Isobutylen, außerdem gesätt. KW-stoffe u. CO ; daneben ließ sich etwas Isovaleriansäureisobutylester nachweisen. (Helv. chim. Acta 12. 993—1002. 1/10. 1929.)

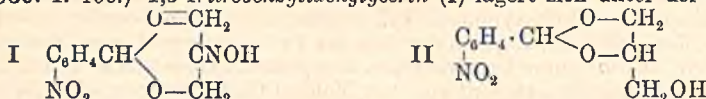
AMMERLAHN.

Winston Kennay Anslow und Harold King, Die Synthese von Glycin. Die Darst. von Glycin aus Methylenaminoacetonitril, $\text{CH}_2\cdot\text{N}\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CN}$ (I), durch Hydrolyse mittels 40%ig. $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -Lsg. (3 Stdn. Kochen) u. nachfolgendes 4-std. Kochen mit 3%ig. H_2SO_4 , bei der LING u. NANJI (C. 1923. I. 503) 90% Ausbeute angeben, ergab beim Nacharbeiten nur rund 50% Ausbeute, was sich bei Weglassen der 4-std. Hydrolyse mit 3%ig. H_2SO_4 auf über 60% verbesserte. — Empfehlenswert ist folgendes Verf.: Man führt I mittels eines kleinen Vol. w. alkoh. H_2SO_4 in Aminoacetonitril über, das als schwefelsaures Salz ausfällt u. von KLAGES (Ber. Dtsch. chem. Ges. 36 [1903]. 1506) durch Zufügen von viel Ä. in 91% Ausbeute erhalten wurde. Vff. erhielten hierbei 87,3% Ausbeute wie auch bei mehrtägigem Stehenlassen der Mischung bei 0° u. Vermeidung der Verwendung von Ä. Das Salz wird mit 27%ig. $\text{Ba}(\text{OH})_2$ -Lsg. gekocht, bis die NH_3 -Entw. aufgehört hat, was eine prakt. quantitative Ausbeute an Glycin liefert, das beim Umkrystallisieren aus W. 83% reines Glycin, berechnet auf angewandtes I, ergibt. — Verwendung von A. zum Umkrystallisieren von Glycin nach LING u. NANJI (l. c.) ist unprakt., da Glycin in sd. Spiritus fast unl. ist. (Journ. chem.

Soc., London 1929. 2463—66. Nov. Hampstead, N. W. 3, Nat. Inst. for Med. Res.)

BEHRLE.

Harold Hibbert, Muriel E. Platt und Neal M. Carter, *Studien an Reaktionen, die zur Chemie der Kohlehydrate und Polysaccharide in Beziehung stehen. XXIV. Ringveränderung bei Glycerincycloacetalen. Verhalten des p-Nitrobenzylidenglycerins.* (XXIII. vgl. C. 1930. I. 196.) 1,3-Nitrobenzylidenglycerin (I) lagert sich unter der Einw. von



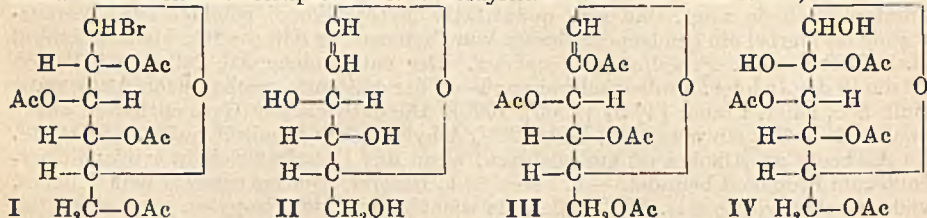
gasförmiger HCl oder $\frac{1}{10}$ -n. wss. HCl bei 100° bis zu einem Gleichgewicht in 1,2-p-Nitrobenzylidenglycerin (II) um. Im Gleichgewicht, das sich in ca. 3 Stdn. eingestellt hat, beträgt im letzten Fall das Verhältnis I: II = 0,37: 1. Bei Vers. zur Aufklärung der Ringstruktur von cycl. Acetalen, Kohlehydraten, Anhydrozuckern u. Polysacchariden sind also Mineralsäuren zu vermeiden. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3641—44. Dez. 1929. Montreal, Mc GILL Univ.)

OHLE.

Harold Hibbert, Muriel E. Platt und Neal M. Carter, *Studien an Reaktionen, die zur Chemie der Kohlehydrate und Polysaccharide in Beziehung stehen. XXV. Die Methylierung und Neigung zur Ringveränderung bei Glycerincycloacetalen.* (XXIV. vgl. vorst. Ref.) 1,3-Benzylidenglycerin wird bei der Methylierung mit Dimethylsulfat vollständig gespalten. In Ggw. von Alkali entsteht dagegen der 1,3-Benzylidenglycerin-2-methyläther vom F. 51°. Die Bldg. des ringisomeren 1,2-Benzylidenglycerin-3-methyläther ließ sich nicht nachweisen. Ein Teil des Benzylidenglycerins wird auch bei alkal. Methylierung zu Glycerin u. Benzaldehyd aufgespalten. Eine Ringveränderung findet also bei der Methylierung in alkal. Lsg. nicht statt. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3644—48. Dez. 1929. Montreal, Mc GILL Univ.)

OHLE.

Kurt Maurer, *Die Überführung von einfachen Zuckern in γ -Pyronderivate und die Darstellung weiterer ungesättigter Anhydrozucker.* III. Mitt. (II. vgl. C. 1929. I. 1922.) Die Muttersubstanz der früher aus Acetobromglucose (I) durch Diäthylamin erhaltenen Verb. III, der Vf. früher den Namen Glucoseen-1,2 beigelegt hat, wird nunmehr wegen ihrer engen Beziehung zum Glucal (II) als 2-Oxyglucal bezeichnet. Das Chloradditionsprod. von III geht bei Behandlung mit W. in äth. Lsg. in das Hydrat des Tetracetylglucosons (IV) über, das bei der Verseifung Glucoson liefert, identifiziert durch sein Kondensationsprod. mit o-Toluyldiamin. Bei dem Vers., die beiden



freien OH-Gruppen von IV zu acetylieren, tritt wahrscheinlich infolge einer Überlastung mit Acetylgruppen eine Abspaltung von Essigsäure u. W. ein unter gleichzeitiger Umlagerung, die zum Diacetal der Kojisäure (V) führt. Der Endeffekt der Rk. wird also ausgedrückt durch die Gleichung: $\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{O}_{11} = \text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{O}_6 + 2 \text{CH}_3\text{COOH} + \text{H}_2\text{O}$. Es ist bemerkenswert, daß sich auch Acetobromgalaktose

durch die gleiche Rk.-Folge in Kojisäure überführen läßt, trotzdem die Konfiguration des C-Atoms 4 des Ausgangsmaterials verschieden ist von der der Glucose. — Nach dem Diäthylaminverf. wurden ferner dargestellt das Heptacetyl-2-oxylactal u. das Heptacetyl-2-oxycellobial.

Versuche. Heptacetyl-2-oxylactal, $\text{C}_{20}\text{H}_{33}\text{O}_{17}$, aus Acetobromlactose in Chlf. mit 1,5 Mol. Diäthylamin 32 Stdn. bei Zimmertemp.; aus A. Krystalle vom F. 166 bis 167°, $[\alpha]_{\text{D}}^{21} = -17,07^\circ$ (Chlf.), ll. in Chlf., h. Bzl. u. A., Essigester, mäßig in Ä., h. W., wl. in k. W. u. PAe. Ist gegen Alkali u. Säuren sehr empfindlich. — Heptacetyl-2-oxycellobial, Krystalle vom F. 125°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = -21,47^\circ$ (Chlf.). Beide Verb. geben mit Phenylhydrazin u. Eg. bei 100° nicht die Osazone der Disaccharide. Die leichte Abspaltbarkeit der Acetylgruppen (vgl. Tetracetyl-2-oxylucal) überträgt sich also

offenbar nicht auf den glucosid. gebundenen Glucoseresest. — *Tetracetyl-2-oxyglucal-dichlorid*, $C_{14}H_{18}O_6Cl_2$, aus Tetracetyl-2-oxyglucal in absol. Ä., bei 0° mit Cl-Gas bis zur beginnenden Gelbgrünfärbung. Aus Ä. bei -16° , leicht zers. Krystalle, von unscharfem F. (völlige Verflüssigung bei 70° , dann Zers.), ll. in Chlf. u. A., unter Zers.-Erscheinungen. $[\alpha]_D^{20} = +48,57^\circ$ (Chlf.). — *2,3,4,6-Tetracetylglucosonhydrat*, $C_{14}H_{20}O_{11}$, aus vorst. Verb. in der 50-fachen Menge Ä. mit einigen Tropfen W. u. Ag_2CO_3 , 3 Stdn. bei Zimmertemp. geschüttelt, aus dem Nd. mit Chlf. extrahiert. Aus Chlf. mit Ä. Krystalle vom F. 112° , $[\alpha]_D^{21} = +14,69^\circ \rightarrow +53,66^\circ$ ($20\%_{ig}$. A.; $c = 1,668$). Reduziert FEHLINGSche Lsg., ammoniakal. Ag-Lsg. u. $KMnO_4$ schon bei Zimmertemp. Mit verd. NaOH Gelbfärbung. Die Substanz kann auch aus dem sirupösen Dichloridgemisch erhalten werden. Ihr F. schwankt beim Umkrystallisieren aus A. oder CH_3OH zwischen 126 u. 112° , was jedoch nicht auf dem Vorhandensein stereomerer Hydrate beruht. — *Diacetylkojisäure*, $C_{10}H_{16}O_6$, aus vorst. Verb. mit Pyridin u. Acetanhydrid 20 Stdn. bei 0° unter Rotbraunfärbung. Aus A. Krystalle vom F. 102° , ll. in Chlf., Essigester, mäßig in Bzl., A., wl. in k. W., Ä., PAc. Reduziert FEHLINGSche Lsg. in der Hitze, $KMnO_4$ schon in der Kälte u. addiert Br. In der Wärme erscheint jedoch die Br-Färbung wieder. — *Monoacetylkojisäure*, $C_8H_{12}O_5$, aus vorst. Verb. mit methylalkoh. NH_3 , aus dem schon nach ca. 1 Min. die Verb. ausfällt. Aus W., Bzl., oder A., lange stumpfe Nadeln vom F. 136° . Reduziert FEHLINGSche Lsg. u. $KMnO_4$ u. gibt mit $FeCl_3$ tiefdunkelrote Färbung. — *Kojisäure*, $C_6H_8O_4$, aus vorst. Verb. 24 Stdn. mit methylalkoh. NH_3 bei Zimmertemp. u. Reinigung durch Sublimation im Hochvakuum bei $0,04$ mm u. $150-200^\circ$. F. 152° . Gibt mit $FeCl_3$ u. Diazobenzolsulfosäure intensive Rotfärbung u. ein schwerlösliches *Cu-Salz*, $(C_6H_5O_4)_2Cu$. — *Dibenzoylkojisäure*, $C_{20}H_{14}O_6$, aus A. Krystalle vom F. 136° . — Bei der Acetylierung des freien Glucosons entsteht das Diacetat der Kojisäure nicht. Zu seiner Bldg. ist also der Weg über das Hydrat des Tetracetylglucosons unerlässlich. (Ber. Dtsch. chem. Ges. 63. 25—34. 8/1. 1930. Jena, Univ.) OHLE.

James Colquhoun Irvine und John Hyde Oldham, *Die Kuppelung von Glucose und γ -Fructose. Umwandlung von Rohrzucker in Isosaccharose*. (Vgl. C. 1929. II. 286.) Vf. haben früher bei der Kondensation von Tetracetylglucose u. Tetracetyl- γ -glucose nicht Rohrzucker, sondern eine *Isosaccharose* erhalten. Um den Einwand zu entkräften, daß die ihrer Tetracetyl- γ -fructose zugrundeliegende Fructoseform anders gebaut ist als die γ -Fructose des Rohrzuckers, wiederholen Vf. die Kondensation mit einem äquimolekularen Gemisch von Tetracetylglucose u. Tetracetyl- γ -fructose, welches durch Aufspaltung von Octacetylrohrzucker mit Acetylbromid-Eg. erhalten worden ist. Auch in diesem Falle entstand nur das *Octacetat der Isosaccharose* neben sirupösen Prodd. Das gleiche Resultat wurde erhalten, wenn zur Kondensation eine *Tetracetyl- γ -fructose* verwendet wurde, die durch Behandlung von *Triacetylanhydrofructose* mit Acetylchlorid + HCl gewonnen worden war. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3609—12. Dez. 1929. St. Andrews, Univ.) OHLE.

Clifford B. Purves, *Beziehungen zwischen Drehungsvermögen und Struktur in der Zuckergruppe. XXI. β -Thiophenolglucoside der Glucose, Xylose, Lactose und Cellobiose*. (XX. vgl. C. 1929. II. 2660.) Die Darst. von Thiophenolactoliden wird verbessert. Statt Ä. dient Chlf. als Lösungsm. u. das Thiophenol wird als Na-Verb. in A. gel. zugesetzt. Es wird ein Überschuß an freiem Thiophenol ($10-15\%$) angewendet, der so bemessen ist, daß die alkoh. Lsg. genau neutral gegen Lackmus reagiert. Man braucht daher nicht von den acetylierten Halogenosen auszugehen, sondern direkt von den vollständig acetylierten Zuckern, die mit HBr-Eg. in Ggw. von Chlf. in die Acetobromverbb. übergeführt werden. Nach Auswaschen des HBr u. Eg. wird die Chlf.-Lsg. direkt mit der alkoh. Lsg. der Thiophenol-Na-Verbb. umgesetzt. Dauer der gesamten Operationen 6 Stdn. Ausbeute ca. 70% der Theorie.

Die erhaltenen *Acetate der Thiophenolactolide* gehören der β -Reihe an. Aus ihren M_D -Werten wurde die Drehung des C-Atom 1 dieser Lactolide: A_{SPH} nach dem Vorgang von HUDSON berechnet, wobei die Drehung des übrigen Glucoseanteils: B den völlig acetylierten Zuckern entnommen ist. (Vgl. Tabelle im Original.) A_{SPH} ist annähernd konstant, = $-30,500$ u. von ähnlicher Größenordnung wie $A_{Cl} = 38,950$. Ebenso ist die Differenz $A_{Cl} - A_{SPH}$ annähernd konstant. Vf. schließt daraus, daß das Prinzip der opt. Superposition auch für die Thiolactolide gilt. — Bei den durch Verseifung erhaltenen *freien Thiolactoliden* ist dagegen das Gesetz der opt. Superposition nicht mehr erfüllt. Der entsprechende Wert a_{SPH} ist nicht mehr konstant (vgl. Tabelle. im Original). Für diese Abweichung kann Vf. noch keine eindeutige Erklärung geben.

Versuche. *Triacetyl- β -thiophenolxylosid*, aus Ä. mit PAc. kleine Prismen vom F. 78° u. $[\alpha]_D^{20} = -58,9^{\circ}$ (Chlf.). — *Heptacetyl- β -thiophenolcellobiosid*, aus Chlf. mit absol. A. Nadelchen, Zers. bei ca. 295°, $[\alpha]_D^{20} = -28,5^{\circ}$ (Chlf.), ll. in Chlf., Aceton, wl. in A., fast unl. in Ä., PAc. — *Heptacetyl- β -p-thiokresolcellobiosid*, lange seidige Nadeln vom F. 217°, $[\alpha]_D^{20} = -28,0$ (Chlf.). — *Heptacetyl- β -thiophenolactolid*, aus 95%ig. A. Krystalle vom F. 155—156°, $[\alpha]_D^{20} = -19,6^{\circ}$ (Chlf.). — *Tetracetyl- β -thiophenolglucosid*, aus gewöhnlichem A. lange Nadeln, $[\alpha]_D^{20} = -17,5^{\circ}$ (Chlf.), $[\alpha]_D^{21} = -40,8^{\circ}$ (Toluol). — Die Verseifung der acetylierten Thiolactolide geschah mit methylalkoh. NH_3 . — *β -Thiophenolxylosid*, aus A. dicke Prismen vom F. 144°, ll. in W., A., Aceton, Essigester. $[\alpha]_D^{20} = -70,8^{\circ}$ (W.), = $-87,05^{\circ}$ (Aceton; c = 0,6324). — *β -Thiophenolcellobiosid*, aus CH_3OH + wenig Ä. Krystalle vom F. 230°, $[\alpha]_D^{17} = -59,2^{\circ}$ (W.). — *β -Thiophenolactosid*, aus 95%ig. A. Krystalle vom F. 220°, $[\alpha]_D^{19} = -39,3^{\circ}$ (W.; c = 1), = $-40,36^{\circ}$ (W.; c = 6,5632). — *β -Thiophenolglucosid*, aus Essigester + wenig CH_3OH Krystalle vom F. 133°, $[\alpha]_D^{19} = -70,5^{\circ}$ (W.; c = 2), = $-72,15^{\circ}$ (W.; c = 9,774). (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3619—27. Dez. 1929. Washington, Bureau of Standards.)

OHLE.

Clifford B. Purves, *Beziehungen zwischen Drehungsvermögen und Struktur in der Zuckergruppe. XXII. Beweis für die Ringstruktur des β -Thiophenolcellobiosids und des β -Thiophenolactosids.* (XXI. vgl. vorst. Ref.) β -Thiophenolglucosid wird von 0,5-n. H_2SO_4 bei 80 u. bei 100° nicht angegriffen, von sd. 0,8-n. H_2SO_4 in 3 Stdn. nur zu ca. 1% gespalten. Eine ähnliche Beständigkeit zeigt auch die Thiolactolidgruppe des β -Thiophenolactosids u. des β -Thiophenolcellobiosids. Diese lassen sich daher glatt in β -Thiophenolglucosid u. Galaktose bzw. Glucose spalten. Die Ringstruktur des Thiolactolidkomplexes der beiden Disaccharide ist also die gleiche wie die des β -Thiophenolglucosids. Dieses läßt sich durch Behandlung mit Essigester fast quantitativ von der Galaktose abtrennen, aber von der Glucose nur zu ca. 50%, trotzdem die Spaltung des Thiophenolcellobiosids nach der Drehung vollständig ist. Das aus den beiden Disaccharidverbb. isolierte Thiophenolglucosid läßt sich durch Umkrystallisieren nicht völlig reinigen, wohl aber über das Acetat. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3627—31. Dez. 1929.)

OHLE.

Clifford B. Purves, *Beziehungen zwischen Drehungsvermögen und Struktur in der Zuckergruppe. XXIII. Darstellung und Struktur des β -Thiophenolmaltosids und seines Heptacetats.* (XXII. vgl. vorst. Ref.) Die Darst. des *Heptacetyl- β -thiophenolmaltosids* stößt auf Schwierigkeiten, weil die Darst. der *Acetobrommaltose* nicht glatt verläuft. Nach 2,5-std. Einw. von HBr-Eg. (500% Überschuß an HBr) bei 0° auf Octacetylmaltose werden 60% Ausgangsmaterial unverändert zurückgewonnen. Auch bei einem Überschuß von 600% HBr u. 38-std. Einw. des HBr-Eg. bleiben 26% unangegriffen. Verfäht man nach dieser Rk.-Dauer, wie in Mitt. XXI. beschrieben, so entstehen ca. 50% *Heptacetylthiophenolmaltosid*, dessen Reindarst. wiederholte fraktionierte Krystallisation aus absol. A. erfordert. Nadeln vom F. 93—95°, $[\alpha]_D^{27} = -49,0^{\circ}$ (Chlf.). $M_D = B - A_{\text{SpH}} = 35,660$. Daraus $A_{\text{SpH}} = 27,040$, also erheblich kleiner als der in Mitt. XXI. abgeleitete Mittelwert. Dagegen entspricht $A_{\text{Cl}} - A_{\text{SpH}}$ (im Original irrtümlich als $A_{\text{Cl}} + A_{\text{SpH}}$ bezeichnet; d. Ref.) = 68,440 dem in Mitt. XXI. abgeleiteten Wert. — Das durch Verseifung mit methylalkoh. NH_3 oder NaOCH_3 gewonnene *β -Thiophenolmaltosid* konnte nicht krystallisiert erhalten werden. Amorphe weiße M., äußerst hygroskop., $[\alpha]_D^{27} = +38^{\circ}$ (W.). — Das Heptacetat lieferte bei der Spaltung mit n. H_2SO_4 + A. (5:3) in 8 Stdn. bei 90° direkt 55% β -Thiophenolglucosid, nach Vergärung der Glucose weitere 16%. Das β -Thiophenolmaltosid bzw. sein Heptacetat besitzt also in der Thiolactosidhälfte die gleiche Ringstruktur wie die Glucose. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3631—36. Dez. 1929. Washington, Bureau of Standards.)

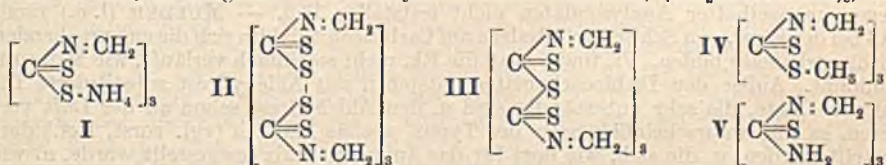
OHLE.

Frederick C. Wood, *Neue Cellulosemethylenäther.* Bei Einw. von symm. Dichlor-dimethylsulfat (vgl. FUCHS u. KATSCHER, C. 1928. I. 180) auf Alkalicellulose (unter Anwendung der Technik von HAWORTH) erhielt Vf. eine *Monomethylen-cellulose*, die einen Maximalgeh. von 17,2% an OCH_2 aufwies u. der Formel $\text{C}_6\text{H}_7\text{O}_2(\text{OH})(\text{O}_2\text{CH}_2)$ entsprach. Andere anorgan. u. organ. Methylenester lieferten ähnliche Ergebnisse. Die Rk. verlief analog der zwischen Alkalicellulose u. Dimethylsulfat mit der Ausnahme, daß nur zwei der drei OH-Gruppen der $\text{C}_6\text{H}_{10}\text{O}_5$ -Einheit daran teilnahmen. Bisher waren bei der Rk. von Cellulose oder Stärke mit CH_2O entweder die sogenannten „Absorptionsverbb.“ oder mit Säurekatalysatoren nur teilweise methylenierte Prodd. erhalten worden (vgl. MEUNIER u. GUYOT, C. 1929. I. 3159, BLANKSMA, C. 1929.

II. 1155). Monochlordimethylsulfat reagierte mit Alkalicellulose unter Bldg. eines gemischten Methylmethylenzelluloseäthers. (Nature 124. 762. 16/11. 1929. Fallowfield, Manchester.)

POETSCH.
Carl Trogus und Kurt Hess, *Zur Kenntnis der Faserdiagramme von Kupfer-Alkali-Cellulose. (Röntgenographische Untersuchungen an Cellulosederivaten. IV.)* Die Cellulose-Kupferverb., die sich aus Cellulosefasern u. alkalihaltigen Kupferamminlsgg. bilden, werden in ihrer Abhängigkeit von der Kupfer- u. Alkalikonz. röntgenograph. untersucht. Es bilden sich 2 Verb., die durch ihre typ. Faserdiagramme unterschieden werden können. Verb. I, die sogenannte „Normann-Verb.“ hat eine Faserperiode von $10,5 \text{ \AA} \pm 0,2$, die kupferreichere Verb. II eine solche von $15,7 \text{ \AA} \pm 0,2$. Es ließ sich röntgenograph. zeigen, daß die Verb. I u. II in einem Gleichgewicht zueinander stehen, das von dem Verhältnis Konz. $[\text{Cu}(\text{NH}_3)_4] \cdot [\text{OH}]_2 / \text{Konz. NaOH}$ in der Weise abhängt, daß bei höherem Geh. an NaOH Verb. I gebildet wird, bei herabgesetzter Alkalikonz. Verb. II. Nach dem Entkupfern liefern beide Verb. mercerisierte Cellulose, wie das Faserdiagramm zeigt. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 6. 1—21. Nov. 1929. Berlin-Dahlem, Kaiser Wilhelm-Inst. f. Chemie.)

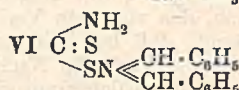
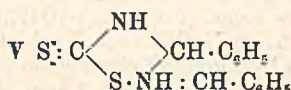
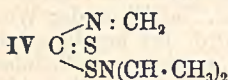
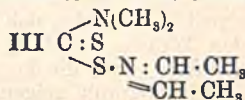
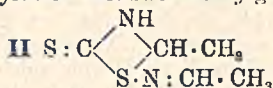
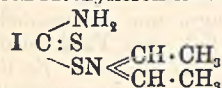
WAGNER.
T. G. Levi und L. Gimignani, *Über Methylendithiocarbaminsäure und ihre Derivate.* (Vgl. C. 1929. II. 172.) Ammoniumsalz der *N*-Methylendithiocarbaminsäure, $(\text{NH}_4 \cdot \text{C}_2\text{H}_2\text{NS}_2)_3$ (I), durch Einw. von CS_2 auf eine alkoh. Lsg. von Ammoniak u. 40%ig. Formaldehyd, besser noch Trioxymethylen. Die Rk. geht auch, wenn man zu 40%ig. Formaldehyd CS_2 gibt u. dann mit gasförmigem NH_3 sättigt. Diese beiden Methoden der Darst. sind besser, als wenn man Ammoniumdithiocarbamat auf den Aldehyd einwirken läßt, da in diesem Falle beträchtliche Mengen Formothialdin entstehen. Hellgelber Nd., aus W. kleine farblose Krystalle, F. 154° , Zers. — Das Salz ist sehr zersetzlich in W. *Ag-Salz*, $\text{Ag} \cdot \text{C}_2\text{H}_2\text{NS}_2$, aus dem Ammoniumsalz mit Silbernitrat, unl. orangefarbiges Pulver. — *Zn-Salz*, gelblich, *Hg-Salz*, gelblich, *Ni-Salz*, dunkelgrün, *Co-Salz*, dunkelgrün. — *N*-Methylendithiocarbaminsäure, $(\text{CH}_2 \cdot \text{N} \cdot \text{CS} \cdot \text{SH})_3$, aus



der wss. Lsg. des Ammoniumsalzes durch verd. k. Mineralsäuren, in allen Lösungsm. unl. Nd. Wurde noch nicht rein erhalten. — *Disulfid der N*-Methylendithiocarbaminsäure, $\text{C}_4\text{H}_4\text{N}_2\text{S}_4$ (II), aus der k. wss. Lsg. des Ammoniumsalzes mit K-Ferricyanid; unl. hellgelbes Prod. — *Monosulfid der N*-Methylendithiocarbaminsäure, $\text{C}_4\text{H}_4\text{N}_2\text{S}_3$ (III), durch Oxydieren des Ammoniumsalzes mit Bromcyan, Eigg. ähnlich der vorigen Verb. — *Methylester der N*-Methylendithiocarbaminsäure (*Methylendithiourethylan*), $\text{C}_3\text{H}_5\text{NS}_2$ (IV), durch Erhitzen einer alkoh. Lsg. des Ammoniumsalzes unter Rückfluß mit einem Überschuß von Methyljodid. Aus Bzl. durch A. perlmutterglänzende Nadeln, F. 182° , die Schmelze ist citronengelb. — *asymm. Methylenthioharnstoff*, $(\text{CH}_2 \cdot \text{N} \cdot \text{CS} \cdot \text{NH}_2)_3$ (V), aus dem eben beschriebenen Methylester in gesätt. alkoh. ammoniakal. Lsg. durch 9-std. Erhitzen im geschlossenen Rohr auf 90° . Durch Extrahieren mit sd. W. wird der unveränderte Methylester, der in W. unl. ist, vom Thioharnstoff getrennt. *Methylenthioharnstoff* kristallisiert aus W. in glänzenden Krystallen, F. 181° . Die Mol.-Gew.-Best. ergab, daß die Verb. trimer ist. Die Schmelze ist orangefarbig. In der Literatur ist nur ein Methylenthioharnstoff bekannt, der als symm. aufgefaßt wird, allerdings ohne Beweis für diese Annahme. Wegen seiner Unlöslichkeit hat das Mol.-Gew. nicht bestimmt werden können. Es ist zuerst von HEMMELMAYR (Monatsh. Chem. 12 [1891]. 90) aus Chlormethanol u. Thioharnstoff als Prod., das sich bei 180° unter Ammoniakentw. zers. u. bei 200° zu einer braunen Fl. schmilzt, dann von DIXON u. TAYLOR (Journ. chem. Soc., London 109 [1916]. 1244) aus Thioharnstoff u. Formaldehyd in Ggw. von Säuren (F. 200°) gewonnen worden. Vf. nimmt an, daß der Methylenthioharnstoff dieser Autoren ein höheres Polymeres ist, da ein Trimeres doch eine gewisse Löslichkeit in W. vermuten läßt. Die Unters. sollen fortgesetzt werden. (Gazz. chim. Ital. 59. 681—86. Sept. 1929. Mailand, Labor. der Società Italiana Pirelli.) FIED.

T. G. Levi und L. Gimignani, *Über die sogenannten Carbothialdine und die Alkylidenthio-carbaminsäuren.* (Vgl. vorst. Ref.) Die Homologen des Formaldehyds geben mit CS_2 u. NH_3 die „Carbothialdine“. Vf. bespricht krit. die von den ver-

schiedenen Autoren für die Carbothialdine angenommenen Formeln. Zugunsten der von MULDER (LIEBIGS Ann. 168 [1873]. 232) aufgestellten Formel I werden verschiedene Gründe vorgebracht. DELÉPINE, der die Formel II vertrat (Ann. Chim. [7] 9 [1896]. 119) hatte die Formel von MULDER verworfen, weil die von ihm isolierten Dimethylcarbothialdine (an beiden N methyliert) nach der MULDERschen Annahme nicht formuliert werden könnten. Vf. sieht nicht ein, warum es unmöglich sein soll, durch Methylieren ein Dimethylderiv. mit zwei Methylgruppen am selben N zu erhalten,



dieses würde nach der MULDERschen Formulierung durch III ausgedrückt werden können. Vf. hat deshalb die Methylierung des Carboacetothialdins mit Methyljodid in Ggw. von Lösungsm. versucht, hat aber ähnliche Zers.-Prodd. erhalten wie DELÉPINE beim Dimethylformocarbothialdin, es bilden sich keine dimethylierten Carbothialdine. So läßt sich also keine Klarheit über die Struktur der Carbothialdine gewinnen. Zugunsten der MULDERschen Formel spricht folgendes: Durch Behandlung von methylenedithiocarbaminsaurem Ammonium (vgl. vorst. Ref.) mit Acetaldehyd entsteht das *Trimere des asymm. Carbothialdins* IV, wodurch bewiesen ist, daß auch wenn die NH₂-Gruppe des Dithiocarbamats substituiert ist (N : CH₂), sich doch noch Aldehydreste an den Ammoniumstickstoff binden können. Wenn man umgekehrt Carboacetothialdin mit Formaldehyd behandelt, so findet man, daß die Rk. sehr langsam verläuft, es entsteht ein Prod., das wahrscheinlich ebenfalls die Verb. IV darstellt, was sich jedoch wegen mangelhafter Analysendaten nicht feststellen ließ. — MULDER (l. c.) fand, daß bei der Einw. von Schwermetallsalzen auf Carboacetothialdin sich die entsprechenden Dithiocarbamate bilden. Vf. findet, daß die Rk. nicht so einfach verläuft, wie MULDER annimmt. Außer den Dithiocarbamaten entstehen mit Aldehydrest substituierte Dithiocarbamate, die sehr unbeständig sind u. den Aldehydrest schon an der Luft verlieren, es sind wahrscheinlich Salze des Typus, wie sie kürzlich (vgl. vorst. Ref.) dargestellt wurden, u. die sich, wie dort für das Ammoniumsalz festgestellt wurde, u. wie sich jetzt auch für das Ag-Salz ergibt, in w. W. zers. — Vf. stellt das *Carbobenzothialdin*, das schon von MULDER (l. c.) u. QUADRAT (LIEBIGS Ann. 71 [1849]. 13) wohl aber nicht rein erhalten wurde, rein dar. Reines dithiocarbaminsaures Ammonium wird in der nötigen Menge sd. A. gel. Zur w. Lsg. wird Benzaldehyd gefügt u. das Rk.-Prod. ca. 1 Stde. sich selbst überlassen. Aus A. oder Bzl., besser aus Aceton + A., F. 127° Zers. *Carbobenzothialdin*, C₁₅H₁₁N₂S₂, glänzende Krystalle, unl. in W., sl. in Aceton, wl. in A. u. Bzl. Die Struktur der Base kann durch die beiden Formeln V oder VI ausgedrückt werden. Die Verb. gibt bei der Zers. in W. *Schwefelkohlenstoff*, *Benzaldehyd* u. *Ammoniumrhodanid*, dies Verh. ist analog dem der Carbothialdine mit aliph. Resten. Bei der Zers. mit w. verd. Säuren entsteht Schwefelkohlenstoff, Benzaldehyd u. das *Ammoniumsalz der entsprechenden Säure*. Mit Methyljodid entsteht in alkoh. Lsg., sowie in Aceton *Ammoniumjodid* u. das *Hydrojodid* vom F. 125°. — Einw. eines Schwermetallsalzes auf ein Carbothialdin liefert in schneller Rk. ein Gemisch von Alkyliendithiocarbamat u. Dithiocarbamat des entsprechenden Salzes. Bei der Einw. eines Schwermetallsalzes auf das Dimethylformocarbothialdin von DELÉPIN konnte nach der Zers. im Filtrat außer *Formaldehyd Trimethyltrimethylentriamin*, (CH₂:N·CH₂)₃, nachgewiesen werden. (Gazz. chim. Ital. 59. 757—69. Okt. 1929. Mailand, Labor. der Società Italiana Pirelli.)

FIEDLER.

Arthur Thurlby Dann, *Die Dinitrierung von m-Dichlorbenzol*. Die Nitrierung von *m-Dichlorbenzol* mit HNO₃ (D. 1,54) u. konz. H₂SO₄ bei 99° unter genauer Einhaltung der günstigsten Rk.-Bedingungen liefert ca. 85% *1,3-Dichlor-4,6-dinitrobenzol*, C₆H₂O₄N₂Cl₂ (I), F. 101,0° (vgl. W. DAVIES u. HICKOX, C. 1923. I. 593) u. 15% *1,3-Dichlor-2,4-dinitrobenzol* (II), F. 68,0°, wie aus der nach der üblichen Weise hergestellten Schmelzpunktskurve der beiden Dinitroverbb. zu ersehen war. Aus der Kurve folgt auch, daß die eutekt. Mischung bei ca. 48,1° schmilzt u. ca. 62% an II enthält. Die Ausbeute an I kann durch schließliche Krystallisation aus konz. H₂SO₄ verbessert werden. — II wurde auch dargestellt aus *1,3-Dichlor-2-nitrobenzol*, F. 70°, mit dem

3-fachen Gewicht HNO_3 (D. 1,50) auf dem Wasserbad (4 Stdn.). (Journ. chem. Soc., London 1929. 2460—62. Nov. Melbourne, Univ.)

BEHRLE.

William George Macmillan und Thomas Harold Reade, *Die Bildung von N-Nitrosoaminen aus tertiären Aminen*. I. *Die Umwandlung von Derivaten des Dimethylanilins in die entsprechenden Nitrosoamine und Monomethylaniline durch salpetrige Säure*. Abnorme Rkk. zwischen tert. Aminen u. HNO_2 , die a) durch Abspaltung von H oder Halogen zur Bldg. von kernnitrierten Verb. oder b) durch Abspaltung von Alkyl zur Bldg. von N-Nitrosoaminen führen, sind schon öfters beobachtet worden. *Nitrodimethylaniline* zeigen beide Rk.-Typen; bei gewöhnlicher Temp. herrscht b vor, a ist kaum festzustellen, macht sich aber bei steigender Temp. mehr u. mehr bemerkbar. Da bei allen Verss. der Vff. Nitrosoamine auftraten u. oft die Hauptprod. bildeten, ist es ungerechtfertigt, die Nitrosaminbildg. als typ. Eig. der sek. Amine zu bezeichnen. Bei der Bldg. von Nitroverb. bevorzugt NO_2 die Stellungen 4 u. 6. Die Nitrosaminbildg. erfolgt am leichtesten, wenn beide o-Stellungen zum $\text{N}(\text{CH}_3)_2$ mit NO_2 besetzt sind. Die Konst. der Nitrosoamine wurde durch Abbau zum sek. Amin u. durch Aufbau aus diesem festgestellt. Ausbeuten bei den einzelnen Verss. vgl. Original. — *3-Nitrodimethylanilin* (F. 61°) gibt mit HNO_2 *α -3,4-Dinitrodimethylanilin*, $\text{C}_8\text{H}_9\text{O}_4\text{N}_3$ (gelbe Nadeln aus A., F. 176°), *3-Nitrophenylmethylnitrosamin*, $\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_3\text{N}_3$ (gelbe Nadeln aus Lg., F. 77°), u. *3,6-Dinitrodimethylanilin*, $\text{C}_8\text{H}_9\text{O}_4\text{N}_3$ (rote Nadeln aus A., F. 112°). — *4-Nitrodimethylanilin* (F. 163°) gibt mit HNO_2 *4-Nitrophenylmethylnitrosamin*, $\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_3\text{N}_3$ (schwach gelbe Nadeln aus A., F. 104°); bei großem Überschuß an Nitrit beträgt die Ausbeute bis 75%. — *3,6-Dinitrodimethylanilin*, $\text{C}_7\text{H}_9\text{O}_4\text{N}_3$ (F. 112°), gibt *3,6-Dinitrophenylmethylnitrosamin*, $\text{C}_7\text{H}_9\text{O}_5\text{N}_3$, orange Nadeln oder Tafeln aus A. F. 128°. Unl. in Säuren, wl. in CCl_4 , Lg., Ä. — *4-Brom-3-nitrodimethylanilin* (F. 95°) gibt *4-Brom-3-nitrophenylmethylnitrosamin*, $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3\text{N}_3\text{Br}$ (gelbe Nadeln aus Methanol, F. 78°) u. *4-Brom-3,6-dinitrodimethylanilin*, $\text{C}_8\text{H}_8\text{O}_4\text{N}_3\text{Br}$, rote Tafeln aus A., F. 109°. — *4-Brom-2-nitrodimethylanilin* (F. 66°) gibt *4-Brom-2-nitrophenylmethylnitrosamin*, $\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_3\text{N}_3\text{Br}$, Rhomben aus Methanol, F. 73°. — Aus den Nitrosoaminen wurden erhalten: *3,6-Dinitromethylanilin*, $\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_4\text{N}_3$, rote Nadeln aus A., F. 163°. — *4-Brom-3-nitromethylanilin*, Nadeln aus Lg., F. 81° (neben einem gelben Nebenprod. vom F. 196° [Zers.]). — *4-Brom-2-nitromethylanilin*. Orange Nadeln oder Tafeln. F. 103°. — *4-Brom-2,6-dinitromethylanilin*. Gelbe Krystalle aus A. oder Lg. F. 106°. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2863—67. Dez. Aberdeen, Univ.)

OSTERTAG.

J. van Alphen, *Die Dimorphie des 2,4-Dinitroanisols*. *2,4-Dinitroanisol* ist dimorph; die *labile Form* (F. 86,9°) hat nach Verss. u. Mk. die größere Kristallisationsgeschwindigkeit u. wird in der Literatur meist beschrieben. Die *stabile Form* (F. 94,55° [korr.]) kann man nur aus techn. oder aus sehr alten Präparaten gewinnen; hat man sie einmal dargestellt, so kann man die labile Form nur unter ganz bestimmten Vorsichtsmaßregeln wieder bekommen. DESVERGNES (C. 1925. I. 837), der den F. 94,58° fand, hat die niedrigere schm. Präparate zu Unrecht für verunreinigt gehalten. — Ein altes Präparat schmolz bei ca. 95°, neuere oder in einem anderen Raum frisch dargestellte bei 86—87°. Läßt man ein bei 94,55° geschm. Präparat vorsichtig erstarren, so schm. es beim Anwärmen bei 86,9—87,0°, wird unter Temp.-Erhöhung wieder fest u. schm. dann bei 94,55° (Wrkg. von Keimen). Bei 86,9° schm. Präparate gehen durch Impfen mit der stabilen Form in diese über, ebenso beim Umkrystallisieren aus A. in Räumen, in denen mit der stabilen Form gearbeitet wurde. Die stabile Form ist ebenso wie die labile (JAEGER, Ztschr. Kristallogr. 40 [1905]. 564) monoklin, hat aber ein anderes Achsenverhältnis. — *Triphenylmethyl-p-tolyläther*. Vf. hat nunmehr die von SCHORIGIN (C. 1928. I. 188) beobachtete Form vom F. 114° ebenfalls erhalten können. (Ber. Dtsch. chem. Ges. 63. 94—95. 8/1. 1930. Leiden, Reichs-Univ.)

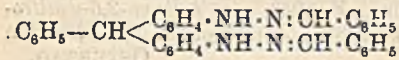
OSTERTAG.

Harold Archibald Scarborough, *Substitutionsprodukte des 4-Nitro- und 4-Acetamidodiphenyläthers*. Die Halogenierung des 4-Nitrodiphenyläthers in Eg. verläuft glatt, es entstehen 4-Chlor- bzw. 4-Brom-4'-nitrodiphenyläther, F. 76° u. 61°, desgleichen mit Chlorjod *1-Jod-4'-nitrodiphenyläther*, $\text{C}_{12}\text{H}_9\text{O}_3\text{NJ}$, aus Methylalkohol F. 71° mit Cl ein *Jodchlorid*, $\text{C}_{12}\text{H}_9\text{O}_3\text{NCl}_2$. Aus der Monobromverb. in trockenem Br *2,4-Dibrom-4'-nitrodiphenyläther*, $\text{C}_{12}\text{H}_7\text{O}_3\text{NBr}_2$, aus Methylalkohol F. 81°. Aus der Nitroverb. durch Red. *4-Amidodiphenyläther*, *Hydrochlorid*, F. 238°, u. weiter *4-Acetamidodiphenyläther*, aus verd. Methylalkohol, F. 127°. Analog *4-Chlor-4'-acetamidodiphenyläther*, $\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{O}_2\text{NCl}$, aus Methylalkohol, F. 146°, *freie Base*, F. 101°.

Durch Nitrierung bei 80° in Eg. *4'-Chlor-3-nitro-4-acetamidodiphenyläther*, $C_{14}H_{11}O_2N_2Cl$, aus Methylalkohol, F. 98°, durch Verseifung *4'-Chlor-3-nitro-4-acetamidodiphenyläther*, $C_{12}H_9O_3N_2Cl$, aus Methylalkohol rote Nadeln vom F. 114°. Desamidiert *4'-Chlor-3-nitrodiphenyläther*, $C_{12}H_8O_3NCl$, aus PAe., F. 60°. Wie oben *4-Brom-4'-acetamidodiphenyläther*, $C_{14}H_{11}O_2NBr$, aus Methylalkohol, F. 161°; *4'-Brom-3-nitro-4-acetamidodiphenyläther*, $C_{14}H_{11}O_4N_2Br$, aus Methylalkohol, F. 107°; *4'-Brom-3-nitro-4-aminodiphenyläther*, $C_{12}H_9O_3N_2Br$, aus Methylalkohol rote Prismen vom F. 144°. *4'-Brom-3-nitrodiphenyläther*, $C_{12}H_8O_3NBr$, aus Methylalkohol, F. 64°. Durch Jodierung mit Chlorjod oder durch Red. der Nitroverb. *4-Jod-4'-acetamidodiphenyläther*, $C_{14}H_{12}O_2NJ$, aus Methylalkohol, F. 174°; *4-Jod-4'-aminodiphenyläther*, $C_{12}H_{10}ONJ$, aus Methylalkohol, F. 91°. Wie oben *4'-Jod-3-nitro-4-acetamidodiphenyläther*, $C_{14}H_{11}O_4N_2J$, aus Methylalkohol, F. 123°; *4'-Jod-3-nitro-4-aminodiphenyläther*, $C_{12}H_9O_3N_2J$, aus Methylalkohol, F. 155°. Durch Nitrierung der Acetamidverb. in Eg. bei 80° *3-Nitro-4-acetamidodiphenyläther*, $C_{14}H_{12}O_4N_2$, aus Methylalkohol, F. 100°, u. durch Verseifung *3-Nitro-4-aminodiphenyläther*, $C_{12}H_{10}O_3N_2$, aus Methylalkohol, F. 82°. Aus der Dibromverb. durch Red. u. Acetylierung *2,4-Dibrom-4'-acetamidodiphenyläther*, $C_{14}H_{11}O_2N_2Br_2$, aus verd. Aceton, F. 158°, u. durch Nitrierung *2,4-Dibrom-3'-nitro-4'-acetamidodiphenyläther*, $C_{14}H_{10}O_4N_2Br_2$, aus Methylalkohol, F. 141°; *2,4-Dibrom-3'-nitro-4'-aminodiphenyläther*, $C_{12}H_9O_3N_2Br_2$, aus Methylalkohol, F. 107°; *2,4-Dibrom-3'-nitrodiphenyläther*, $C_{12}H_8O_3NBr_2$, aus verd. Methylalkohol, F. 72°. Durch SANDMEYER-Umsetzung *4-Joddiphenyläther*, $C_{12}H_9OJ$, aus verd. Methylalkohol, F. 48°, *Dichlorid*, $C_{12}H_9OCl_2J$. Durch Bromierung oder SANDMEYER-Rk. *4-Brom-4'-joddiphenyläther*, F. 72°, desgleichen durch direkte Jodierung oder SANDMEYER-Rk. *4,4'-Dijoddiphenyläther*, $C_{12}H_8O_2J_2$, aus Methylalkohol, F. 139°. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2361 bis 2367. Okt. Cambridge, Univ.)

TAUBE.

Antonio Giacalone, Kondensationen zwischen Aldehyden und Hydrazonen. I. Mitt. *Kondensation von Benzaldehyd mit Benzaldehyddiphenylhydrazon.* Wenn ein Gemisch von Benzaldehyd u. seinem Phenylhydrazon in Ggw. von Zinkchlorid erhitzt wird, so entsteht eine Verb. aus 1 Mol. Benzaldehyd u. 2 Moll. Benzaldehyddiphenylhydrazon, dem Vf. nach einer Diskussion über in der Literatur bekannte, von verschiedenen Autoren auf ähnliche Weise erhaltene Verbb. nebensteh. Formel zuschreibt. Als Beweis wird angeführt: Die Verb. liefert mit Acetanhydrid oder Acetylchlorid ein Diacetylderiv. Dieselbe Verb. wird auch



erhalten durch Kondensation von Benzaldehyd mit 4,4'-Dihydrazinotriphenylmethan. — *4,4'-Dibenzylidendihydrazinotriphenylmethan*, $C_{33}H_{28}N_4$, Phenylhydrazin wird mit Benzaldehyd vermischt, wobei unter Bldg. des Phenylhydrazons starke Erwärmung stattfindet. Hierauf wird das Gemisch mit $ZnCl_2$ auf dem Wasserbade erwärmt, bis man ein festes Prod. aus grünlichen Klümpchen erhält. Nach dem Abdestillieren des überschüssigen Benzaldehyds wird aus w. Bzl. umkrystallisiert, der sich rot färbt. Leicht gelbliche Klümpchen, F. 196°. Die Verb. rötet sich am Licht. — *Diacetylderiv.*, $C_{31}H_{32}O_2N_4$. Aus einem Gemisch von Lg. u. Bzl. krystallin. Pulver, F. 164°. *Dihydrazinotriphenylmethan*, durch Diazotieren von Diaminotriphenylmethan (vgl. MAZZARA, Gazz. chim. Ital. 15 [1885]. 50) in HCl mit Na-Nitrit unter Eiskühlung. Die entstandene Diazoniumverb. wird mit Zinkpulver u. Essigsäure zum Hydrazin red. Das Hydrazin zers. sich mit der Zeit, u. wenn man es zu reinigen versucht, unter Stickstoffverlust u. Verharzung. Die Verb. ist l. in A., F. gegen 45°. — Eben bereitetes Dihydrazinotriphenylmethan wird in w. Essigsäure gel. u. zur noch w. Lsg. mit etwas Essigsäure verd. Benzaldehyd gefügt. Die Fl. wird grün, während sich das Hydrazon abscheidet. Aus Bzl. gelbe Flocken, F. 196°, die sich am Licht röt. Ident. mit dem Prod. aus Benzaldehyd u. seinem Phenylhydrazon. — Auch das Diacetylderiv. ist ident. mit dem aus dem anderen Prod. erhaltenen vom F. 164°. (Gazz. chim. Ital. 59. 702—07. Okt. 1929. Palermo, Univ.) FIEDLER.

A. Quilico und M. Freri, Anomalie bei der Kupplung ungesättigter Phenole. In Fortsetzung der Unterss. über das Verh. der ungesätt. Phenoläther bei der Kupplung mit Diazoniumverb. (vgl. C. 1929. I. 1929) wird die Einw. von Diazoniumsalzen auf *o*- u. *p*-Propenylphenol geprüft. In wss. alkal. Lsg. verhalten sich beide n. unter Bldg. der entsprechenden Oxyazoverbb., reagieren aber in alkoh. Lsg. mit *p*-Nitrobenzoldiazoniumsulfat anomal; die Seitenkette wird abgespalten, u. es entstehen die *Phenylhydrazone* des *Salicylaldehyds* u. des *p-Oxybenzaldehyds*, sowie in beiden Fällen das gleiche Nebenprod., dessen chem. Natur noch nicht bestimmt wurde. — *4-Propenyl-*

phenol (*p*-Anol), nach STOERMER (Ber. Dtsch. chem. Ges. 34 [1901]. 1812) durch Entmethylieren von Anethol mit alkoh. KOH durch ca. 24-std. Erhitzen auf 160—170°. — *p*-Nitroanilin wird mit Amylnitrit in essigsaurer Lsg. diazotiert. Das Diazoniumsulfat, das gut kristallisiert erhalten werden kann, wird in alkoh. Lsg. mit *p*-Anol gekuppelt. Das Rk.-Prod. ist ein Gemisch zweier Substanzen, von denen das in geringerer Menge entstandene Nebenprod., F. 223°, l. in Alkali mit blauer Farbe, auch bei der Rk. mit Propenylphenoläthern beobachtet wurde. Als Hauptprod. bildet sich *p*-Oxybenzaldehyd-*p*-nitrophenylhydrazon, $C_{13}H_{11}O_3N_3$, dunkelrote Nadelchen, F. 275° Zers., in Alkali l. mit rotvioletter Farbe. Zum Vergleich wurde die Verb. aus *p*-Oxybenzaldehyd u. *p*-Nitrophenylhydrazin hergestellt, rotes kristallin. Pulver, F. gegen 275° Zers. [Der von KINSABURO HIRAI (C. 1923. III. 681) angegebene F. 300° beruht sicher auf einem Irrtum.] Die Mischprobe ergab auch F. 275°. — *p*-Nitrophenylhydrazon des Anisaldehyds, $C_{14}H_{13}O_3N_3$, durch Methylieren der auf die erste Weise hergestellten Verb. mit Dimethylsulfat in methylalkoh. KOH; violettrote Nadelchen, F. 161°. Dieselbe Vorb. entsteht auch durch Methylieren mit Diazomethan in äther. Lsg. — *Acetylderiv.* des *p*-Oxybenzaldehyd-*p*-nitrophenylhydrazons, $C_{17}H_{15}O_5N_3$, durch Erhitzen unter Rückfluß mit Acetanhydrid u. Na-Acetat. Aus w. A. schillernde, hellgelbe Krystalle, F. 166°. Die hellere Farbe der Verb. zeigt, daß auch ein Hydrazinstickstoff acetyliert ist. Die aus dem auf andere Weise hergestellten *p*-Oxybenzaldehyd-*p*-nitrophenylhydrazon gewonnene Diacetylverb. erwies sich als ident. mit der eben beschriebenen. — *4*-Propenyl-2-*p*-nitrobenzolazophenol, $C_{15}H_{13}O_3N_3$, durch Kuppeln von *p*-Nitrobenzoldiazoniumchlorid mit *p*-Anol in wss. KOH. Ausbeute quantitativ. Rotbraunes amorphes Pulver, erweicht bei 100—110°, Zers. bei 135—140°. — *Salicylaldehyd-p*-nitrophenylhydrazon, $C_{13}H_{11}O_3N_3$, analog der *p*-Verb. aus 2-Propenylphenol (*o*-Anol) u. *p*-Nitrobenzoldiazoniumsalz in alkoh. Lsg. Auch hier wurde das Nebenprod. vom F. 223° erhalten. Das Hauptprod. schm. bei 225°, aus Eg. u. A. nadelförmige, orangefarbige Krystalle. — *Diacetylderiv.*, $C_{17}H_{15}O_5N_3$, aus A. winzige, weiche Nadelchen, F. 165°. Das zum Vergleich aus Salicylaldehyd u. *p*-Nitrophenylhydrazin hergestellte Phenylhydrazon ist ident. mit dem vorher beschriebenen, auch die Mischprobe ergab F. 225°. Auch die Diacetylderiv. sind ident. — 2-Propenyl-4-*p*-nitrobenzolazophenol, $C_8H_5(OH)(C_3H_4)_2N_2C_6H_4NO_2$, bildet sich quantitativ aus 2-Propenylphenol u. diazotiertem Anilin in wss. alk. Lsg., erweicht gegen 70°, ohne richtig zu schmelzen. (Gazz. chim. Ital. 59. 600—611. Sept. 1929. Mailand, Techn. Hochsch.) FIEDLER.

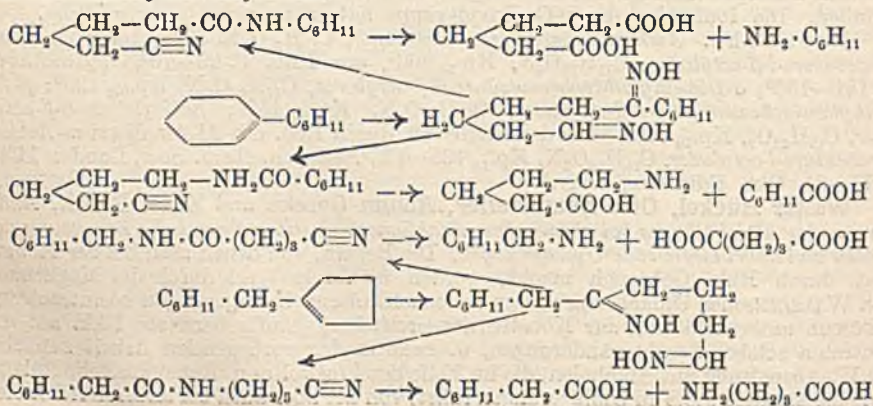
H. Gordon Rule, John Bramwell Miles und W. Eoghan Mac Gillivray, *Optische Aktivität und Polarität substituierender Gruppen*. XI. *sek.-β-Octylester von Benzoesäuren mit sauren und basischen Substituenten*. (X. vgl. C. 1929. II. 553.) Der größere Teil der Ester wurde aus den Methylestern durch Umesterung in *d*- oder *l*-Octylalkohol bei 130—140° bei Ggw. von 0,05 Mol. Na-Octylat hergestellt. Die Änderung der Drehung durch ortho-Substituenten ergibt folgende Reihe: $NO_2 > COOH > H, OH > CH_3 > Br > Cl > J > OCH_3 > N(CH_3)_2 > NH_2$. Ionisation der Carboxyl- oder Hydroxylgruppe verringert die Drehung erheblich, in beiden Fällen kann das Zeichen umgekehrt werden. Die Ionisation der bas. Gruppen erhöht die Drehung, die freien bas. Ester zeigen anomale Dispersion. Die *p*-Dimethylamino- u. Aminoester besitzen außergewöhnlich hohe Drehungen, welche durch Ionisation auf einen n. Wert abfallen. Die Ionisation der *p*-Carboxylgruppe hat keine nennenswerte Wrkg.

Versuche. *Anthranilsäure-l*-*sek.-β*-octylester, $C_{15}H_{23}O_2N$, Kp.₁₀ 183°; *p*-Aminobenzoessäure-*l*-*β*-octylester, $C_{15}H_{23}O_2N$, Kp.₁₀ 200°, aus PAe. F. 69—70°, *Hydrochlorid*, F. 131—133°; *o*-Dimethylaminobenzoessäure-*d*-*β*-octylester, $C_{17}H_{27}O_2N$, Kp._{0,2} 126°; *p*-Dimethylaminobenzoessäure-*d*-*β*-octylester, $C_{17}H_{27}O_2N$, Kp._{1,8} 180°; *Salicylsäure-d*-*β*-octylester, $C_{15}H_{23}O_2$, Kp.₁₀ 170°. Aus der Nitroverb. durch Red. mit Al-Amalgam *m*-Aminobenzoessäure-*l*-octylester, $C_{15}H_{23}O_2N$, Kp.₁₈ 195—198°. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2274—81. Okt. Edinburg, Univ.) TAUBE.

Walter Hüchel, Otto Neunhoeffer, Achim Gercke und Ernst Frank, *Änderungen des Molekülbaues bei chemischen Reaktionen*. I. *Über thermische Zersetzung von Estern und dabei eintretende Umlagerungen*. Die Regeln, von denen man bei der Konst.-best. durch Rkk. Gebrauch macht, werden in ihrem Wert durch die Möglichkeit von WALDENScher Umkehrung u. von intramolekularen Umlagerungen beeinträchtigt. HÜCKEL untersucht nun zur Konstitutionsermittlung häufig benutzte Rkk. auf das Eintreten solcher Strukturänderungen, u. zwar in der vorliegenden Arbeit zunächst die W.-Abspaltung aus Alkoholen, die im Falle der Pinakolin- u. Retropinakolinumlagerung bekanntlich stets zu Umlagerungen führt, von der aber auch bei anderen Alkoholen

ein solcher Effekt erwartet werden kann — dasselbe wie eine W.-Abspaltung aus einem Alkohol mit Säuren ist die Versäuerung des Esters aus dem A. u. der Säuren — u. z. B. beim Isobutylalkohol auch beobachtet worden ist, der mit $ZnCl_2$, Isobutylen u. sym. Dimethyläthylen liefert. Es kommt immer nur auf das Verhältnis $K_1:K_n$ der Geschwindigkeiten der Isomerisation u. der n. therm. Zers. an. —

I. Wasserabspaltung aus cis- u. trans-*o*-Cyclohexylcyclohexanol. (Über eine vermeintliche Isomerie beim Dicyclohexyl.) Durch W.-Abspaltung aus *o*-Cyclohexylcyclohexanol u. anschließende Hydrierung entsteht nach SCHRÄUTH u. GOERIG (C. 1923. III. 1314) Dicyclohexyl, u. zwar in drei isomeren Formen, deren Isomerie durch die SACHSE-MOHRsche Theorie des nichtebenen Cyclohexans erklärt werden soll. Abgesehen davon, daß nach dieser Theorie 6 Isomere vorzusehen sind, ist die Beständigkeit der beschriebenen Isomere unverständlich. Aus den beiden *p*-Cyclohexylcyclohexanolen entsteht nur ein Dicyclohexyl. Vff. untersuchen die vorliegenden Verhältnisse, indem sie reines *Dicyclohexyl* aus Biphenyl darstellten u. die beiden *o*-Cyclohexylcyclohexanole durch katalyt. Hydrierung bzw. alkal. Red. von *o*-Cyclohexylcyclohexanon, die cis-Form außerdem durch Hydrierung von *o*-Oxybiphenyl, die trans-Form noch durch Hydrierung von trans-*o*-Cyclohexenylcyclohexanon gewannen. Außer diesen beiden Alkoholen, für die ebenso wie für die Phenylurethane die Mischschmelzpunktcurven angegeben werden, existieren keine längere Zeit beständigen Isomeren. — Die W.-Abspaltung aus der cis-Form verläuft quantitativ, Hydrierung des entstandenen Prod. führt zu einem Dicyclohexyl, das im F. von dem aus Biphenyl gewonnenen Präparat abweicht. Aus dem trans-Carbinol verläuft die W.-Abspaltung nur zu 85%; anschließende Hydrierung führt zu einem deutlich uneinheitlichen gesätt. KW-stoff. Aus der bekannten kryoskop. Konstante des Dicyclohexyls folgt, daß letzteres Präparat 16, ersteres 2,5% Isomere enthält. Katalyt. Dehydrierung der Präparate gab einen ersten Hinweis, daß mit dem Dicyclohexyl strukturisomere KW-stoffe vorliegen, da neben Biphenyl ein Öl auftritt. Klarheit brachte die Unters. der ungesätt. KW-stoffe; der aus der cis-Verb. mit Chlorzink oder K-bisulfat gewonnene KW-stoff (A) schmilzt scharf bei -41° , der aus dem trans-Körper gewonnene KW-stoff (B) unscharf im Kohlensäureschnee. Prod. A ist reines Δ^1 -Cyclohexylcyclohexen. Die Existenz zweier Nitrosochloride, F. 115 u. 140° , beruht auf Diastereomerie. Permanganat führt zu Adipinsäure, Ozonisation u. darauffolgende Permanganatoxydation zu ϵ -Cyclohexyl- δ -ketocapronsäure, nicht aber zu Cyclohexanon. — Prod. B gibt in geringer Menge obiges Nitrosochlorid vom F. 115° (?). Permanganat gibt Adipinsäure u. Spuren einer öligen Säure, Ozonisierung u. Permanganatoxydation ein öliges Säuregemisch, in dem obige Ketosäure (neben einer zweiten) enthalten ist. Da Dicarbonsäuren u. Cyclohexanon nicht aufgefunden wurden, kann die Verunreinigung des fraglos vorliegenden Δ^1 -Cyclohexylcyclohexens nicht aus der Δ^2 - oder Δ^3 -Verb. u. nicht aus Cyclohexylidencyclohexanon bestehen. Oximierung des rohen Prod. der Ozonisierung u. darauffolgende BECKMANNsche Umlagerung u. Hydrolyse konnte von Δ^1 -Cyclohexylcyclohexen zu Adipinsäure u. Cyclohexylamin sowie zu Hexahydrobenzoesäure u. δ -Aminovaleriansäure führen. Die ersten drei wurden isoliert, nebenher entstanden Cyclohexylessigsäure u. wahrscheinlich Glutarsäure u. Hexahydrobenzylamin:



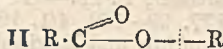
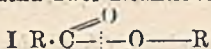
Bei der W.-Abspaltung aus trans-*o*-Cyclohexylcyclohexanon entsteht also Cyclohexylmethyl- Δ^1 -cyclopenten, Isomere Dicyclohexyle gibt es nicht.

Versuche. *trans-o*-Cyclohexylcyclohexanol, $C_{12}H_{22}O$. Aus Cyclohexylcyclohexanon mit Na in A. Kp.₁₃ 143°, F. 52° nach Reinigung über den sauren Phthalester, $C_{20}H_{26}O_4$, aus PAE., F. 126°. Phenylurethan, F. 136°; Toluolsulfosäureester, F. 122°; neutraler Oxalester, F. 80°. — *trans-o*-Cyclohexenylcyclohexanol, $C_{12}H_{20}O$. Aus Cyclohexenylcyclohexanon mit Na in A. Kp.₁₅ 139°, F. 42° nach Reinigung über den sauren Phthalester, $C_{20}H_{24}O_4$, aus 75%ig. Methylalkohol, F. 163°. Phenylurethan, F. 117°. Geht durch katalyt. Hydrierung in die vorhergehende Verb. über. *cis-o*-Cyclohexylcyclohexanol, $C_{12}H_{22}O$. Aus *o*-Oxybiphenyl mit Platinoxid oder aus Cyclohexylcyclohexanon nach SKITA. Kp.₇₁₈ 264—267°, F. 63°. Phenylurethan F. 153°.

II. Wasserabspaltung aus *cis*- und *trans-o*-Cyclopentylcyclopentanol. Nach ZELINSKY, TITZ u. FATEJEW (C. 1927. I. 83) entsteht bei der Na-Red. von Cyclopentanon in Ä. neben Cyclopentanol Verb. $C_{10}H_{18}O$, die als Cyclopentylcyclopentanol angesprochen wurde, jedoch bei aufeinanderfolgender Behandlung mit Eg.-HJ u. Zinkstaub Dekalin ergab. Es wurde angenommen, daß die Umlagerung bei der Zinkstaubred. des Jodids eintritt. Vff. untersuchen die W.-Abspaltung aus Cyclopentylcyclopentanol, die unvollständig schon von WALLACH (LIEBIGS Ann. 389 [1912]. 178) studiert worden war. Aus Cyclopentylcyclopentanon entstehen nach verschiedenen Methoden der Red. das *cis*- u. das *trans*-Cyclopentylcyclopentanol. Letzteres gibt mit Chlorzink reines $\Delta^{9,10}$ -Octalin, charakterisiert durch das blaue Nitrosochlorid von F. 91° u. die Ozonisierung zu Cyclodekandion. Die *cis*-Form gibt bei der W.-Abspaltung ebenfalls $\Delta^{9,10}$ -Octalin neben einer Verb., die durch ein weißes Nitrosochlorid von F. 111° charakterisiert ist.

Versuche. *cis*-Cyclopentylcyclopentanol, $C_{10}H_{18}O$. Aus dem Keton durch katalyt. Hydrierung in Essigsäure. Kp.₁₃ 113°. Saurer Phthalsäureester, F. 93—95°; Phenylurethan, F. 86°; Toluolsulfosäureester, F. 51° (aus PAE., zersetzlich). — *trans*-Cyclopentylcyclopentanol, $C_{10}H_{18}O$. Aus Cyclopentylcyclopentanon mit Na in A. Kp.₁₂ 112—113°. Saurer Phthalester, F. 111°; Phenylurethan, F. 92,5°; Toluolsulfosäureester, F. 44—47° (beständig).

III. Über das Verhalten der Ester sekundärer Alkohole bei der Hydrolyse und beim thermischen Zerfall. Ester können zwei wichtige Umlagerungen erleiden: Verseifung u. therm. Zerfall in Säure u. ungesätt. KW-stoff. Letztere Rk. greift stets das C-Atom an, das die OH-Gruppe trägt. Bei der Verseifung sind zwei Reaktionswege möglich:



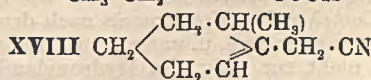
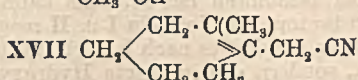
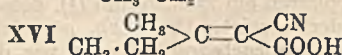
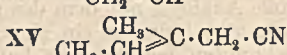
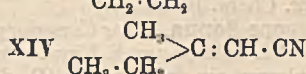
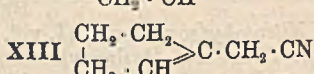
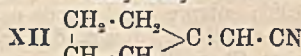
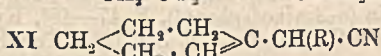
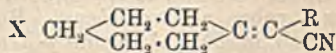
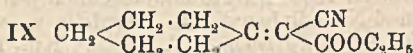
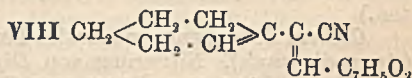
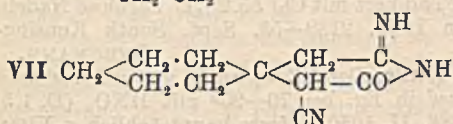
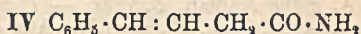
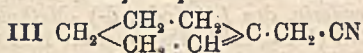
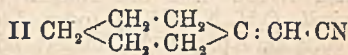
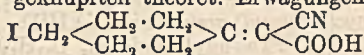
Eine Entscheidung ist nach HOLMBERG (Ber. Dtsch. chem. Ges. 45 [1912]. 2997) möglich, wenn das hydroxyltragende C des Esteralkohols asymm. ist, weil dann WALDENSche Umkehrung bei der Verseifung eintreten kann. Bei Carbonsäureestern ist dies niemals der Fall, hier gilt Schema I — die Anschauungen von SKRABAL (vgl. SKRABAL u. HUGETZ, C. 1926. II. 2682) werden unberücksichtigt gelassen. Vff. stellten Ester sekundärer Alkohole mit mehreren asymm. C-Atomen mit *p*-Toluolsulfosäure, Phosphorsäure, phosphoriger Säure, Oxalsäure, Borsäure u. Kieselsäure her, u. zwar aus den Säurechloriden u. dem Alkohol, einer Rk., bei der das Asymmetriezentrum überhaupt nicht berührt wird. Daß bei den Toluolsulfosäureestern Verseifung mit Konfigurationswechsel verbunden sein kann, war inzwischen von PHILLIPS u. anderen (C. 1926. I. 1538) festgestellt worden. Beim Toluolsulfosäureester des Fenchylalkohols bildet sich beim Verseifungsvers. 96% α -Fenchon u. ein Alkohol, der weder mit Fenchylalkohol noch mit dessen diastereomerer Form ident. ist. Im Zusammenhang mit diesen Beobachtungen wurde festgestellt, daß Toluolsulfosäureester sehr beständig sind, wenn sich zwei Methylengruppen neben der Estergruppe befinden (*cis*- β -Dekalol vom F. 105° u. *trans*- β -Dekalole vom F. 75 u. 53°), ebenso, wenn ein Alkylrest benachbart zum COOR in *trans*-Stellung sitzt (*trans*- α -Dekalol vom F. 63° u. 1-Menthol). Bei *cis*-Stellung wird der Ester thermolabil: *cis*- α -Dekalol vom F. 93°, *trans*- α -Dekalol vom F. 49°, ferner *cis-o*-Cyclohexylcyclohexanol u. *o*-Cyclopentylcyclopentanol. Die Phosphorsäureester des 1-Fenchylalkohols u. des *trans*- β -Dekalols vom F. 75° waren unter allen Bedingungen äußerst beständig, die Ester der phosphorigen Säure wurden ohne Konfigurationsänderung verseift, ebenso die Ester der Oxalsäure u. die der Borsäure. Mit Borsäure reagierten auffallenderweise nur 1-Fenchyl-

alkohol u. trans- α -Dekalol vom F. 63°, nicht aber cis- α -Dekalol vom F. 93°, cis- β -Dekalol vom F. 105° u. trans- β -Dekalol vom F. 75°. Auch die Ester der Orthokieselsäure werden ohne Konfigurationsänderung, also nach Schema I, verseift.

Versuche. *p*-Toluolsulfosäureester des Cyclohexanols, $C_{13}H_{18}O_3S$. Aus dem Alkohol u. Toluolsulfochlorid in Pyridin. Aus Methylalkohol F. 44—45°. Zers. unter verschiedenen Bedingungen führte zu Cyclohexen u. Cyclohexylacetat. — *p*-Toluolsulfosäureester des *l*-Fenchylalkohols, $C_{17}H_{24}O_3S$. Aus Methylalkohol F. 97—98°. Natronlauge führte zu α -Fenchen u. einem Alkohol $C_{10}H_{16}O$, Kp. 195—208°, *p*-Nitrobenzoylderiv. $C_{17}H_{24}O_4N$, F. 123°. — *p*-Toluolsulfosäureester des trans- α -Dekalols vom F. 63°, $C_{17}H_{24}O_3S$, F. 99—100°. — *p*-Toluolsulfosäureester des trans- β -Dekalols vom F. 49°, $C_{17}H_{24}O_3S$, F. 68—69°. — *p*-Toluolsulfosäureester des cis- β -Dekalols vom F. 105°, $C_{17}H_{24}O_3S$, F. 77—78°. — *p*-Toluolsulfosäureester des trans- β -Dekalols vom F. 75°, $C_{17}H_{24}O_3S$, F. 63°. — *p*-Toluolsulfosäureester des trans- β -Dekalols vom F. 53°, $C_{17}H_{24}O_3S$, F. 111°. — *p*-Toluolsulfosäureester des cis- α -Dekalols vom F. 93°, $C_{17}H_{24}O_3S$, F. 96°. Geht beim Stehen allmählich in ein Octalin vom Kp. 22 79—82° über, das mit Nitrosylchlorid das blaue Nitrosochlorid des $\Delta^{9,10}$ -Octalins (F. 91°) u. ein farbloses, aus Aceton F. 125—127°, lieferte, u. bei der Oxydation eine Glykol $C_{10}H_{18}O_2$, aus PAE. F. 68—69°, neben Bernsteinsäure u. öligen Säuren ergab, die bei der Destillation mit Acetanhydrid ein von α -Hydrindanon verschiedenes Keton lieferten, dessen Semicarbazon bei 189° schmolz. — Neutraler Phosphorsäureester des *l*-Fenchylalkohols, $C_{30}H_{51}O_4P$. Aus Fenchylalkohol in Toluol bei aufeinanderfolgender Behandlung mit Kalium u. Phosphoroxychlorid. Aus Methylalkohol F. 160°. — Neutraler Phosphorsäureester des trans- β -Dekalols vom F. 75°, $C_{30}H_{51}O_4P$. Aus dem Dekalol u. Phosphoroxychlorid. Aus Aceton F. 159°. — Oxalsäureester des cis- α -Dekalols vom F. 93°, $C_{22}H_{34}O_4$. Aus dem Dekalol u. Oxalylchlorid, F. 100°. — Oxalsäureester des trans- α -Dekalols vom F. 63°, $C_{22}H_{34}O_4$, F. 111°. — Oxalsäureester des trans- α -Dekalols vom F. 49°, $C_{22}H_{34}O_4$, F. 142°. — Borsäureester des *l*-Fenchylalkohols, $C_{30}H_{51}O_3B$. Aus dem Alkohol u. kryst. Borsäure bei 125°. Glitzernde Krystalle, F. 147°. — Borsäureester des trans- α -Dekalols vom F. 63°, $C_{30}H_{51}O_3B$, F. 155°. — Orthokieselsäureester des cis- α -Dekalols vom F. 93°, $C_{40}H_{68}O_4Si$. Aus $SiCl_4$ u. dem Dekalol bei 100°, F. 116 bis 118°. — Orthokieselsäureester des trans- α -Dekalols vom F. 63°, $C_{40}H_{68}O_4Si$, F. 105°. — Orthokieselsäureester des cis- β -Dekalols vom F. 105°, $C_{40}H_{68}O_4Si$, F. 97—98°. — Orthokieselsäureester des trans- α -Dekalols vom F. 75°, $C_{40}H_{68}O_4Si$, F. 124—125°. — Orthokieselsäureester des *l*-Menthols, $C_{40}H_{76}O_4Si$, F. 102—103°. — trans- α -Dekalol vom F. 49° entsteht bei der Hydrierung von trans-Dekalon nach SKITA in saurer Lsg. Saurer Phthalsäureester, F. 117—119°, neutraler Oxalsäureester, F. 142°, Kp. 745 232,5°. (LIEBIGS Ann. 477. 99—160. 4/1. 1930.) BERGMANN.

Arupillai Kandiah und Reginald Patrick Linstead, *Chemie des Dreikohlenstoffsystems*. XXII. Mitt. Darstellung und wechselseitige Umwandlung isomerer ungesättigter Nitrile. (XXI. vgl. KON u. Mitarbeiter, C. 1929. II. 1397; vgl. auch C. 1929. II. 2881.) Die Verss. wurden unternommen, um Unstimmigkeiten zwischen den von BIRCH u. KON (C. 1924. I. 311) an ungesätt. Nitrilen erhobenen Befunden u. der Theorie zu klären. Es ergab sich, daß beim Erhitzen von substituierten Cyanessigsäuren vom Typus I nicht $\alpha\beta$ -ungesätt. Nitrile vom Typ II entstehen, sondern die $\beta\gamma$ -ungesätt. Nitrile vom Typus III. Die Alkylhomologen dieser Nitrile, die durch Einw. von Na-Äthylat auf die entstehenden alkylierten Cyanessigester gewonnen worden waren, haben im Gegensatz dazu $\alpha\beta$ -ungesätt. Struktur. — In Erweiterung der früheren Beobachtung, daß Styrylacetamid IV, mit Phosphorpentachlorid u. Phosphoroxychlorid behandelt, ohne Umlagerung in das entsprechende Nitril übergeht, wurde festgestellt, daß ungesätt. Amide durchweg ohne Konstitutionsänderung in Nitrile auf diesem Wege überführbar sind. Aus den Amidem V u. VI entstehen so die Nitrile II u. III. Die Konst. von II ergab sich aus der Oxydation zu Cyclohexanon, III war ident. mit dem von BIRCH u. KON untersuchten Prod. Die beiden Nitrile können jodometr. unterschieden werden. Unter den Standardbedingungen dieser Versuchsreihe addiert III 56%, II 3% Jod. Beim Behandeln mit Na-Äthylat (gleichfalls unter Standardbedingungen, vgl. C. 1929. II. 2881) geht sowohl III, wie II in ein Gemisch von 95% II u. 5% III über, wie aus der Jodaddition u. aus der Hydrolyse mit 100%ig. H_2SO_4 hervorging (III gibt bei saurer Hydrolyse quantitativ das Amid VI, nach dem Behandeln mit Äthylat auch V). Die Halbwertszeit der Umwandlung beträgt 7,5 Min. — Auch die Kondensationsverss. mit Na-Cyanacetamid u. Piperonal, die zu VII u. VIII führen, sprechen dafür, daß BIRCH u. KON (l. c.) nur III in Händen gehabt haben.

II gibt 63% VII; III 30%, aber nach vorheriger Behandlung mit Äthylat 51%; II gibt 45% VIII; III 70%. Da sich VII von II, VIII aber von III ableitet, ist anzunehmen, daß die Kondensationsrkk. zwar teilweise unter Umlagerung verlaufen, daß aber die katalyt. Wirksamkeit von Äthylat durch die Anwesenheit von kondensierenden Reagenzien verringert wird. — Daß tatsächlich erst bei der Decarboxylierung von I Umlagerung in die β, γ -Reihe (zu III) stattfindet, wurde dadurch gezeigt, daß I tatsächlich noch die ihm zugeschriebene, aber bisher nicht bewiesene Formel besitzt: Oxydation führt zu Cyclohexanon, Veresterung zu dem wohlbekannten Äthylester IX. — Auch die Alkylderivv. von II u. III, nämlich X u. XI, verhielten sich analog: beim Behandeln mit Na-Äthylat stellte sich ein Gleichgewicht ein, das weit auf der Seite von X lag. Die Beweglichkeit sinkt von den unsubstituierten Verb. über die methylierten zu den äthylierten Verb. — Analog wurden dargestellt die beiden Cyclopentanderivv. XII u. XIII; XII bildete das Hauptprod. der Gleichgewichtsmischung, seine Konst. folgte aus der Oxydation zu Cyclopentanon. In der Reihe der *acycl.* Nitrile XIV u. XV war im Gleichgewicht nur XIV nachzuweisen. Die von GARDNER u. HAWORTH (C. 1910. I. 343) aus β -Methyl- β -äthyl- α -cyanacrylsäure XVI durch Decarboxylierung erhaltene Substanz wurde auf Grund der Verseifbarkeit zu β -Methyl- β -äthylacrylsäure als XV angesprochen. Nach den obigen Ergebnissen sollte die Decarboxylierung von XVI zu XIV führen, so daß bei der Verseifung wohl teilweise Rückverschiebung der Doppelbindung eingetreten ist. — Endlich wurden noch die in 2-, 3- u. 4-Stellung methylierten Derivv. von III untersucht, u. zwar wurden sie nur nach der Methode von HARDING, HAWORTH u. PERKIN (C. 1909. I. 286) dargestellt durch Decarboxylieren der entsprechenden (die Doppelbindung in α, β enthaltenden) cyansubstituierten Säuren. Beim Behandeln mit Na-Äthylat entstanden mindestens 90% der isomeren Nitrile mit der Doppelbindung in α, β . Die methylierten β, γ -Nitrile kondensierten sich alle zu den Methylhomologen von VIII, während mit Na-Cyanacetamid nur das 3- u. das 4-methylierte β, γ -Nitril zur Rk. zu bringen war. — In einer kurzen Notiz schließt sich G. A. R. KON den Ausführungen an u. weist auf die Überflüssigkeit der von KON u. MARAYANAN (C. 1927. II. 1952) an die Ergebnisse von BIRCH u. KON geknüpften theoret. Erwägungen hin.



Versuche. *Styrylacetamid*, $\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{ON}$ (IV). Aus Styrylacetylchlorid u. wss. NH_3 . Schwach bräunliche Platten aus verd. A. (vgl. KÖHL u. DINTER, C. 1903. I. 445), F. 128°. — *Styrylacetonitril*, $\text{C}_{10}\text{H}_9\text{N}$. Aus dem vorigen mit PCl_5 in POCl_3 (62% Ausbeute). Krystalle aus PAe., F. 59–60°. Unl. in W., ll. in A., wl. in k. Ä. (vgl. THIELE u. SULZBERGER, C. 1902. I. 107). — *1-Cyclohexenzylacetonitril*, $\text{C}_8\text{H}_{11}\text{N}$ (III). Aus dem Amid VI (F. 152°) mit PCl_5 in POCl_3 , Kp.₂₂ 105°. — *Cyclohexyldenaceto-*

nitril, $C_8H_{11}N$ (II). Aus dem Amid V (F. 147°) wie oben. Kp.₂₂ 107—108°. Oxydation mit wss. $KMnO_4$ gibt Cyclohexanon, Semicarbazon vom F. 165—166°. — α -Cyclohexylidenpropionsäure, $C_8H_{11}O_2$. Aus roher Cyclohexanolpropionsäure u. Acetanhydrid. Ausbeute 65%. Kp.₁₇ 160°, aus Pae. dicke Platten vom F. 83°. Chlorid, mit Thionylchlorid dargestellt, Kp.₁₂ 115—116°; Amid, aus verd. A. Platten vom F. 120°. — α -Cyclohexylidenpropionsäurenitril, $C_8H_{13}N$ (X, R = CH_3). Aus dem Amid wie üblich, Kp.₁₃ 102—103°. Mit ClJ Addition von 2,20%, — α -(1-Cyclohexenyl)-propionsäureäthylester, $C_{11}H_{19}O_2$. Aus der entsprechenden β -Oxyverb. mit $POCl_3$. Kp.₁₂ 97—98°. Verseifung führt zur entsprechenden Säure, Kp.₁₁ 144° (WALLACH u. EVANS, C. 1908. I. 2158). — α -(1-Cyclohexenyl)-propionsäureanilid, $C_{15}H_{19}ON$. Aus dem Chlorid wie üblich. Aus verd. A. Nadeln vom F. 56°. — α -(1-Cyclohexenyl)-propionitril, $C_8H_{13}N$ (XI, R = CH_3). Aus dem Amid. Kp.₁₃ 113°, addiert mit ClJ 40,50%. — α -(1-Oxycyclohexyl)-buttersäure. Aus dem Ester (KON u. NARAYANAN, l. c.) mit k. wss. KOH. Ausbeute 75%, Kp.₂₁ 164°. — α -Cyclohexylidenbuttersäure, $C_{10}H_{18}O_2$. Aus dem vorigen mit Acetanhydrid, Kp.₁₀ 152—153°. F. 62°. Chlorid, Kp.₁₀ 110 bis 111°. Amid, F. 108—109°. — α -Cyclohexylidenbutyronitril, $C_{10}H_{15}N$ (X, R = C_2H_5). Aus dem Amid, Kp.₁₁ 114°. Addiert mit CJ 2,50% (vgl. FARROW u. KON, C. 1926. II. 2574). — α -(1-Cyclohexenyl)-butyronitril, $C_{10}H_{15}N$ (XI, R = C_2H_5). Aus dem Amid (F. 115—116°, KON u. NARAYANAN, l. c.). Kp.₁₂ 112°, addiert mit ClJ 30,30%. — Cyclopentylidenacetamid, $C_7H_{11}ON$. Aus dem Chlorid (KON u. LINSTAD, l. c.), F. 138°. — Cyclopentylidenacetamidnitril, C_7H_9N (XII). Kp.₂₁ 97—98°. Oxydation führt zu Cyclopentanon; Semicarbazon vom F. 204°. Addiert mit ClJ 4,00%. — 1-Cyclopentenylacetonitril, C_6H_9N (XIII). Aus dem Amid (F. 144°, WALLACH u. SPERANSKY, C. 1902. I. 1293). Kp.₁₃ 91—92°. Addiert mit ClJ 49,30%. — β -Methyl- β -äthylacrylsäurenitril, C_8H_9N (XIV). Aus der Säure (Kp.₂₂ 122—123°, F. 45°) — nebenher entstehen Isomere — über das Chlorid u. das Amid (NEWBERY, C. 1925. I. 1588). Kp.₂₀ 63°. Addiert mit ClJ 2,00%. — β -Äthylidenbuttersäurenitril, C_8H_9N (XV). Aus dem Amid (F. 124—125°, KON u. LINSTAD, l. c.). Kp.₁₉ 60°. Addiert mit ClJ 51,50%. — 2-Methylcyclohexylidencyanessigsäure, $C_{10}H_{13}O_2N$. Aus 2-Methylcyclohexanon in der üblichen Weise. Aus Bzl. Nadeln vom F. 106—107°. — 1-(2-Methylcyclohexenyl)-acetonitril, $C_9H_{13}N$ (XVII) [oder 1-(6-Methylcyclohexenyl)-acetonitril (XVIII)]. Aus dem vorigen, Kp.₁₄ 101°. Addiert mit ClJ 51,60%. Piperonylidenderiv., $C_{17}H_{17}O_2N$. Aus A. gelbe Nadeln. F. 122°. — Piperonylidenderiv. des 1-(3 [oder 5]-Methylcyclohexenyl)-acetonitrils, $C_{17}H_{17}O_2N$. Aus dem Nitril (Kp.₂₀ 113°; Darst. nach HARDING, HAWORTH u. PERKIN, l. c., addiert mit ClJ 7,30%). Gelbe Nadeln aus verd. A., F. 84°. — Piperonylidenderiv. des 1-(4-Methylcyclohexenyl)-acetonitrils, $C_{17}H_{17}O_2N$. Aus dem Nitril (Darst. wie oben; Kp.₁₆ 109°; addiert mit ClJ 55,20%). Farblose Nadeln vom F. 132°. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2139—53. Sept. South Kensington.)

BERGMANN.

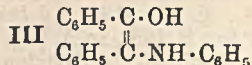
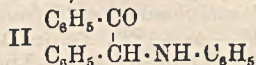
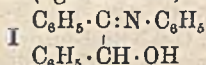
Gilbert T. Morgan und Leslie Percy Walls, Darstellung von *o*- und *p*-Xenylamin (Aminodiphenyle). Nitrierung von Diphenyl in Eg. bei 70—90° mit HNO_3 (D. 1,5) (vgl. BELL, KENYON u. ROBINSON, C. 1926. II. 1030) lieferte hauptsächlich *p*-Nitrodiphenyl neben *o*-Nitrodiphenyl. Red. von 4-Nitrodiphenyl mit Eisenfeile u. verd. HCl ergab in 85% Ausbeute *p*-Xenylamin (*p*-Aminodiphenyl), F. 50—52°, Kp.₅ 166°, Kp.₁₈ 198°; entsprechend wurde *o*-Xenylamin (*o*-Aminodiphenyl), F. 47—48°, Kp.₅ 145 bis 148°, erhalten. (Journ. Soc. chem. Ind. 49. Transact. 15. 3/1. 1930. Teddington, Middlesex, Chem. Res. Lab.)

BEHRLE.

Giuseppe Sanna, Über Campherphoron. II. Nitrosohydroxylamin. (I. vgl. C. 1929. II. 567.) Vf. erhält durch Einw. von salpêtriger Säure auf Hydroxylaminodihydrocampherphoron ein Isonitramin (I), dessen Verh. große Analogie mit dem des gleichen Pulegonderiv. zeigt. Die Verb. ist leicht zersetzlich, gibt indessen ein ziemlich beständiges Semicarbazon. Ebenso wie die bisher bekannten Isonitramine kann auch das Campherphoronisonitramin nach den beiden tautomeren Formeln I u. II reagieren. Bei spontaner Zers. u. unter dem Einfl. von Säuren reagiert es nach I, doch führt diese Zers. nicht zur Bldg. des Hydroxylaminderiv., sondern das gebildete Hydroxylamin reagiert mit noch unverändertem Isonitramin unter Bldg. von Nitrosodihydrocampherphoron, Stickstoff u. W. Die Bldg. eines Nitroderiv. wie beim Isonitramin des Pulegons (vgl. CUSMANO, Gazz. chim. Ital. 39 [1909]. II. 453; 41 [1911]. I. 137) konnte Vf. nicht beobachten. Diese Anomalie sucht Vf. zu erklären, indem er annimmt, daß das Hydroxylamin in Status nascenti mit dem Isonitramin reagiert, die frei gewordene salpêtrige Säure das Isonitramin diazotiert, der entstandene Diazokörper sich sofort

zers. unter Bldg. eines tertiären Alkohols, der durch Dehydratation aufs neue Campherphoron liefert. So findet sich zum Schluß im Rk.-Prod. ein Gemisch von Campherphoron u. Nitrosodihydrocampherphoron, während der Stickstoff teils frei entweicht, teils als Gemisch von Salpeter- u. salpetriger Säure vorhanden ist. In alkal. Lsg. zers. sich Campherphoronisonitramin vorzugsweise nach II. Der Stickstoff entweicht in Form von N_2O , es bildet sich der tertiäre Alkohol, der durch Dehydratation Campherphoron liefert, zu welchem Prod. die Zers. in diesem Falle ausschließlich führt. Die Bldg. dieses tertiären Alkohols bestätigt die allgemein angenommene Lage der Doppelbindung im Campherphoron. — Bei Einw. von Hydroxylamin auf das Isonitramin entsteht das in der I. Mitt. (l. c.) beschriebene Oxim des Campherphorons, F. 115°. — *Nitrosohydroxylaminodihydrocampherphoron* (I), nach HARRIES (in der I. Mitt. l. c. beschrieben) durch Einw. einer verd. $NaNO_2$ -Lsg. auf eine salzsaure, eiskühle Lsg. des Hydroxylamins. Aus wss. Methanol tafelförmige Krystalle, die bei 35° schon geschmolzen sind unter Zers. u. Bldg. einer blauen Fl. Wegen seiner Unbeständigkeit konnte es nicht analysiert werden. — *Semicarbazon*, $C_{10}H_{19}O_3N_3$, aus Methanol prismat. Krystalle, F. 205° Zers. — Bei der Einw. von Hydroxylamin auf das Isonitramin entsteht das in der I. Mitt. (l. c.) auf andere Weise erhaltene Campherphoronoxim, F. 115°. — *Nitrosodihydrocampherphoron*, $C_9H_{15}O_2N$, entsteht, wenn das Isonitramin des Campherphorons bei gewöhnlicher Temp. an der Luft oder im Vakuum sich selbst überlassen bleibt. Aus k. PAe. Krystalle F. 80—82° zu einer blauen Fl. In dem nach der Abscheidung des Nitrosoderiv. zurückbleibenden Öl findet sich nur *Campherphoron*. — Bei der Einw. der doppelten Menge Nitrit wie bei der Darst. des Isonitramins beobachtet man zunächst die Bldg. des Isonitramins, doch löst sich dieses plötzlich wieder auf, u. man erhält ein hellblaues Öl, während sich ein farbloses Gas entwickelt, das die Verbrennung nicht unterhält. Aus dem Öl läßt sich eine kleine Menge Nitrosodihydrocampherphoron gewinnen, die Hauptmenge des Öls besteht aus *Campherphoron*. — Wenn das Isonitramin des Campherphorons in k. Alkali gel. wird, so bleibt es unter Kühlung unverändert, sobald jedoch die Temp. auf 20—25° steigt, beginnt die Zers. Unter Gasentw. scheidet sich ein Öl ab, das nur aus Campherphoron besteht. (Gazz. chim. Ital. 59. 611—19. Sept. 1929. Cagliari, Univ.) FIEDLER.

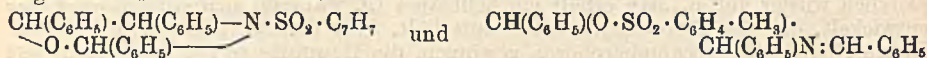
C. N. Cameron, *Die Reaktion von Anilin mit Benzoin*. Die bereits von JAPP u. MURRAY (Ber. Dtsch. chem. Ges. 26 [1893], 2638) festgestellte Identität des Anils I aus Benzoin u. Anilin u. des Anilids II aus Desylbromid u. Anilin wurde vom Vf. durch die Darst. des *Anilbenzoin*s nach verschiedenen Methoden bestätigt. Danach ist die Identität wahrscheinlich auf die Bldg. eines en-Diols III zurückzuführen. Bei der Bromierung des Anils entstand zunächst das *p-Bromanil*, mit überschüssigem Br das *Tribromanil* des Benzoin, ohne daß eine Oxydation zu Benzil oder dem *p-Bromanil* des Benzils stattfand, so daß die Enolform III sicherlich nur in geringem Ausmaße vorhanden war. Das Anil reagierte sonst, als ob es in der Anilidstruktur II vorläge. So entstand beim Erhitzen mit CH_3J das *N-Methylanil* des Benzoin, das mit dem synthet. Prod. aus Chlorbenzoin u. Methylanilin ident. war. Die Acetylierung lieferte ein *N-Acetylderiv.* Phenylbenzoin, in dem die Enolisierung durch Ersatz des beweglichen H-Atoms verhindert wurde, bildete ein Anil (F. 168°), das von dem aus Chlorphenylbenzoin erhaltenen Anilid (F. 182°) verschieden war, so daß die Umlagerung über die Enolform des Benzoin bei Bldg. des Anils u. Anilids wahrscheinlich ist (vgl. STRAIN, C. 1929. I. 1345).



Versuche. *Chlorbenzoin*. Durch Erwärmen von Thionylchlorid mit Benzoin auf dem Wasserbad. Aus Lg. F. 67°. — *Benzoinanil*. 1. Nach BISCHLER u. FIREMANN (Ber. Dtsch. chem. Ges. 26 [1893], 1336) durch Einw. von Anilin auf Chlorbenzoin in alkoh. Lsg. 2. Durch Erhitzen von Benzoin u. Anilin auf 100°. 3. Durch Kochen von Benzoin in A. mit einer Lsg. von Anilin in Essigsäure in 89—90%_{ig}. Ausbeute. F. 99°. — *Benzoin-p-bromanil*. Durch Bromierung des vorigen in k. A. oder aus Chlorbenzoin bzw. Benzoin mit *p*-Bromanilin. F. 171°. — *Benzointribrom-*

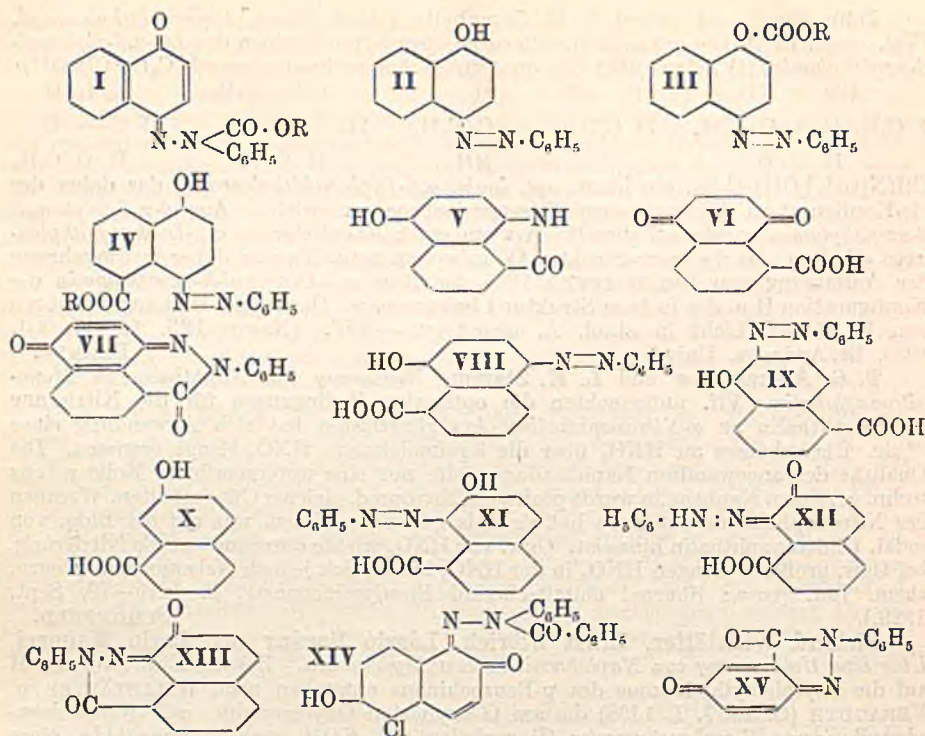
anil. Aus dem Anil mit überschüss. Br bei Zimmertemp. oder aus Benzoin u. Tribromanilin bei 140°. Aus Chlf. u. A. F. 157°. — *Benzil-p-bromanil*. Durch Erhitzen von Benzil u. p-Bromanilin mit wasserfreiem $ZnCl_2$ auf 150°. Aus Chlf. u. A. F. 97°. — *Benzilanil*. Nach REDDELIEN (LIEBIGS Ann. 388 [1912]. 184). F. 105°. — *N-Methylbenzoinanil*. Durch Kochen von Benzoinanil mit CH_3J am Rückflußkühler oder aus Chlorbenzoin u. N-Methylanilin in A. Aus A. gelbe Krystalle, F. 99—100°. — *N-Acetylbenzoinanil*. Aus dem Anil mit Essigsäureanhydrid durch Erhitzen oder aus Na-Acetanilid u. Chlorbenzoin in Xylol. F. 153°. — *Phenylbenzoin*. Aus $C_6H_5 \cdot MgBr$ u. Benzil in Ä. F. 88°. — *Phenylbenzoinanilid*. Durch Einw. von Anilin auf Chlorphenylbenzoin. Aus A. gelbe Krystalle, F. 182°. — *Phenylbenzoinanil*. Durch Einw. von Phenyl-MgBr auf Benzilanil. Aus A. F. 168°, l. in Ä., Chlf., Aceton u. Bzl., wl. in A. u. CH_3OH . — *Methylbenzoin*. Aus $CH_3 \cdot MgJ$ u. Benzil, F. 68°. — *Methylbenzoinanilid*. Aus dem Rk.-Prod. des vorigen mit Thionylechlorid u. Anilin. Aus A. F. 105—106°, l. in Chlf., Bzl. u. Ä., wl. in Lg. u. unl. in k. A. — Ein Anil des Methylbenzoinis konnte nicht erhalten werden. (Trans. Roy. Soc. Canada [3] 23. Sect. III. 53—60. Jan. 1929. Saskatoon, Sask.) POETSCH.

John Read, Ishbel Grace MacNaughton Campbell und Thomas Vipond Barker, *Die optisch aktiven Diphenyloxäthylamine und Isohydrobenzoin*. II. (I. vgl. C. 1927. II. 421.) Die reinen *d*- u. *l*-Isodiphenyloxäthylamine lassen sich mit Hilfe von *d*-Weinsäure u. *d*-Camphersulfosäure herstellen u. zeigen $[\alpha]_D = \pm 133,5^\circ$. Die Einw. von salpetriger Säure liefert die reinen *d*- u. *l*-Isohydrobenzoin, $[\alpha]_D = \pm 92,0^\circ$; das Vorzeichen bleibt in den Benzyliden- u. Acetonderiv. erhalten u. wird bei den Diacetaten umgekehrt. Ein Vers., Monoacetyl-*d,l*-isodiphenyloxäthylamin mit salpetriger Säure umzusetzen, mißlang, desgleichen reagierte die Verb. nicht mit Benzaldehyd, obwohl die freie Aminogruppe durch ein Hydrochlorid nachgewiesen werden konnte. Das Benzylidenderiv. der *d,l*-Base gibt in Pyridin zwei isomere *O-p-Toluolsulfonylbenzyliden-d,l*-isodiphenyloxäthylamine, von denen nur eines mit Br reagiert. Vielleicht liegt Isomerie im Sinne von:



vor. An Krystallisationsverss. konnte gezeigt werden, daß *d*- u. *l*-Isohydrobenzoin wohl aus Essigester Krystalle mit charakterist. hemiedr. Flächen bilden, nicht aber aus Chlf. (vgl. ERLENMEYER, Ber. Dtsch. chem. Ges. 30 [1897]. 1531), der aus letzterem Lösungsm. durch Auslese nur eine unvollständige Trennung erreichen konnte.

Versuche. Saures *l*-Isodiphenyloxäthylamin-*d*-tartrat, F. 177°, $[\alpha]_D = -42,6^\circ$; *l*-Isodiphenyloxäthylamin, F. 115°, $[\alpha]_D = -133^\circ$, Hydrochlorid, F. 204°, $[\alpha]_D = -33,7^\circ$; *d*-Isodiphenyloxäthylamin-*d*-campher-10-sulfonat, $[\alpha]_D = +60,4^\circ$, *d*-Isodiphenyloxäthylamin, F. 115°, in A. $[\alpha]_D = +134^\circ$. Aus den Komponenten *d*-isodiphenyloxäthylamin-*d*- α -bromcampher- π -sulfonat, $C_{22}H_{30}O_5NBrS$, F. 220° (Zers.), $[\alpha]_D = +94,0^\circ$, u. *l*-Isodiphenyloxäthylamin-*d*- α -bromcampher- π -sulfonat, F. 210°, $[\alpha]_D = +15,9^\circ$. Eine opt. Spaltung gelingt nicht, es entsteht lediglich *d,l*-Isodiphenyloxäthylamin-*d*- α -bromcampher- π -sulfonat. Aus der Benzylidenverb. mit Acetanhydrid Acetylbenzyliden-*d,l*-isodiphenyloxäthylamin, $C_{22}H_{21}O_3N$, aus A., F. 114°. Hieraus mit Br die O-Monacetylverb. *O*-Acetyl-*l*-isodiphenyloxäthylamin, $C_{16}H_{17}O_4N$, F. 158°, in A. $[\alpha]_D = -6,3^\circ$, Hydrochlorid, F. 190°, $[\alpha]_D = -32,8^\circ$. Aus der Base mit Acetanhydrid in der Hitze: *d,l*-Verb., F. 118°, u. Diacetyl-*l*-isodiphenyloxäthylamin, F. 127°, $[\alpha]_D = +27,7^\circ$. *O-p-Toluolsulfonyl-d,l*-isodiphenyloxäthylamin, $C_{21}H_{21}O_3NS$, aus A., F. 142—145°. Aus dem Benzylidenderiv. *O-p-Toluolsulfonylbenzyliden-d,l*-isodiphenyloxäthylamin, $C_{28}H_{25}O_3NS$, zwei Isomere, F. 179° u. 173—174°. Aus letzterem mit Br u. nachfolgender Acetylierung *N*-Acetyl-*O-p-toluolsulfonyl-d,l*-isodiphenyloxäthylamin, $C_{22}H_{23}O_4NS$, aus A., F. 161—162°. *d*-Isodiphenyloxäthylamin-*d*-methylencampher, $C_{22}H_{25}O_2N$, aus A.-PAe., F. 168°, in A. $[\alpha]_D = +144^\circ \rightarrow +179^\circ$. Ferner *O*-Benzoyl-, *O-p*-Nitrobenzoyl-, Salicyliden-, Anisyliden-, Piperonyliden- u. 4-Oxy-3-methoxybenzylidenderiv. der *l*-Base. Aus der Base in n. H_2SO_4 mit $NaNO_2$ in der Kälte *l*-Isohydrobenzoin, aus Bzl., F. 146°, in A. $[\alpha]_D = -92,0^\circ$; Diacetylderiv., $C_{18}H_{18}O_4$, aus A., F. 109—110°, in A. $[\alpha]_D = +26,9^\circ$; Benzylidenderiv., $C_{21}H_{18}O_2$, aus A., F. 70,5°, in A. $[\alpha]_D = -27,6^\circ$. Benzyliden-*d,l*-isohydrobenzoin, F. 84°. Analog *d*-Isohydrobenzoin, F. 146°, in A. $[\alpha]_D = +92,0^\circ$, Acetonderiv., $C_{17}H_{18}O_2$, aus A., F. 48°, in A. $[\alpha]_D = +65,2^\circ$. Bzgl. der ausgedehnten Krystallunterss. muß auf das Original verwiesen werden. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2305—18. Okt. Oxford u. St. Andrews, Univv.) TAUBE.



von Dimethylanilin. Hellgelbe Blättchen vom F. 86—87°. Gibt mit Dimethylamin in Bzl. das *Dimethylamid*, gelbe Prismen von 152°. — α -Naphthochinonphenylhydrazon *N*-carbonsäuremethylester, $C_{18}H_{14}O_3N_2$. Aus dem Chinon u. Carboxymethylphenylhydrazinchlorhydrat in Eg. u. W. Aus Bzl.-P.Ac. gelbe Prismen oder gelbrote Tafeln, F. 181—182°, unl. in Alkali. — α -Naphthochinonphenylhydrazon-*N*-carbonsäureäthylester, $C_{19}H_{16}O_3N_2$. Hellrote Prismen oder Rhomben vom F. 149—150°. Addiert beim Schütteln mit gepulvertem KOH in Ä. KOH zu braunvioletten Flocken, die allmählich in das Kaliumsalz von II übergehen. — α -Naphthochinonphenylhydrazon-*N*-carbonsäureamid, $C_{17}H_{13}O_2N_3$. Aus dem Chinon u. asymm. Carbonamidphenylhydrazin. Aus Essigester bernsteingelbe Prismen vom F. 172—173° (Zers.). — α -Naphthochinon-diphenylhydrazon, $C_{22}H_{16}ON_2$. Aus den Komponenten in wss. A. mit HCl. Aus Lg. weichselrote Prismen, F. 186—187°. — *1-Naphthol-4-phenylazo-5-carbonsäuremethylester*, $C_{18}H_{14}O_3N_2$ (IV, R = CH_3). Aus dem vorigen mit BaO in Methylalkohol. Aus Methylalkohol bräunlich rote Krystalle mit grünem Oberflächenglanz, F. 223° (Zers.). l. in Alkali. — *1-Naphthol-4-phenylazo-5-carbonsäureäthylester*, $C_{19}H_{16}O_3N_2$ (IV, R = C_2H_5). Analog dem vorigen. Aus A. rubinrote Prismen vom F. 224—225°. — *1-Oxy-4,5-naphthosyryl*, $C_{11}H_7O_2N$ (V). Aus den vorangehenden Estern mit WITTSCHER Zinnsalzlsg. in Methylalkohol. Aus Bzl. farblose Nadelchen vom F. 170°. — α -Naphthochinon-5-carbonsäure, $C_{11}H_6O_4$ (VI). Aus dem vorigen durch Hydrolyse durch NaOH u. Oxydation mit PbO_2 in H_2SO_4 oder aus 1,5-Aminonaphthosäuresulfat (durch Nitrierung von α -Naphthoesäure u. Red. mit Ferrohydroxyd) mit PbO_2 . Aus Ä. Rhomben, Bräunung bei 164°, Schwarzfärbung bei 170—185°. *Bleisalz*, $C_{22}H_{10}O_6Pb$, dunkelgelbe reguläre Würfel. *Methylester*, durch Oxydation des 1,5-Aminonaphthoesäuremethylesters, tiefgelbe Prismen aus Ä. oder CH_3OH , F. 115,5 bis 116°. *Äthylester*, gelbe Prismen vom F. 80°. *Lactam der α -Naphthochinonphenylhydrazon-5-carbonsäure*, $C_{17}H_{10}O_2N_2$ (VII). Aus IV durch tagelanges Kochen mit H_2SO_4 oder aus VI u. Phenylhydrazinchlorhydrat oder aus 1-Oxy-5-naphthoesäure u. Diazobenzol als alkaliunl. Prod. Aus A. hellgelbe Nadelchen von F. 203°. — *4-Phenylazo-1-naphthol-O-carbonsäureäthylester* (III, R = C_2H_5), $C_{19}H_{16}O_3N_2$. Aus II u. Chlorkohlensäureester in Pyridin. Gelbe bis rote Prismen vom F. 78°. — *4-Phenyl-*

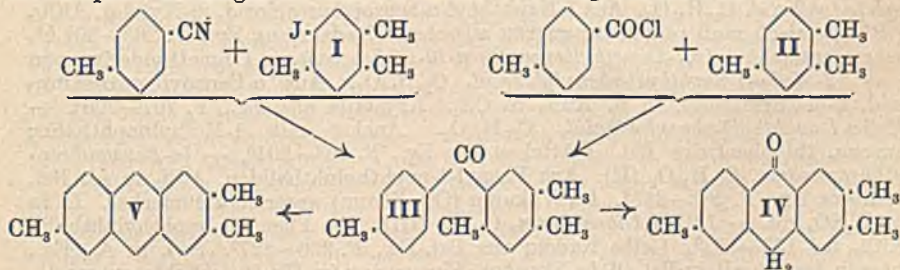
azo-1-naphthol-O-carbonsäuredimethylamid, $C_{16}H_{17}O_3N_3$. Aus II u. Phosgen in Ggw. von Dimethylanilin u. Umsetzung des kryst. Säurechlorids, $C_{17}H_{11}O_2N_2Cl$, mit Dimethylamin. Braune Prismen von F. 107—108°. — 1-Oxy-2-phenylazo-5-naphthoesäure, $C_{17}H_{12}O_3N_2$ (IX). Aus Oxynaphthoesäureester mit Diazobenzol u. Verseifung des Esters, $C_{19}H_{16}O_3N_2$ (orangerote Nadelchen vom F. 161—162°). Aus Bzl. oder A. granatrote Stäbchen vom F. 251° (Sinterung 248°). Entsteht auch bei der Kuppelung von 1,5-Oxynaphthoesäure neben VII. — 1-Oxy-4-phenylazo-8-naphthoesäure, $C_{17}H_{12}O_3N_2$ (VIII). Aus VI u. Phenylhydrazinchlorhydrat neben VII. Granatrote Prismen u. Nadeln vom F. 214°. — Methyl ester, $C_{18}H_{14}O_3N_2$, mit methylalkoh. HCl gewonnen, aus CH_3OH , F. 180°. — 1-Oxy-4-phenylazo-2-naphthoesäureäthylester, $C_{19}H_{16}O_3N_2$. Aus α -Oxy- β -naphthoesäureester u. Diazoniumchlorid in A. Gelbe Prismen vom F. 94,5°. — 1-Oxy-4-phenylazo-2-naphthoesäure, $C_{17}H_{12}O_3N_2$. Aus 1,2-Oxynaphthoesäure mit Diazoniumchlorid in A. Aus A. u. Eg. braunrote Prismen, F. 209° (Zers.). — Acetyl deriv., $C_{19}H_{14}O_4N_2$, dargestellt mit Acetanhydrid u. Na-Acetat, braunrote Nadelchen aus Bzl. u. Xylol vom F. 191°. — 1-Oxynaphthalin-4-azo-o-benzoesäure, $C_{17}H_{12}O_3N_2$, F. 255,5°. Äthylester, $C_{18}H_{16}O_3N_2$. Aus diazotiertem Anthranilsäureäthylester u. alkoh. α -Naphthol. Ziegelrote Prismen vom F. 181,5°. Krystalle aus Bzl. mit $\frac{1}{2}$ Mol. Bzl. — 1-Oxynaphthalin-4-azo-m-benzoesäure, $C_{17}H_{12}O_3N_2$. F. 236°. Äthylester, $C_{18}H_{16}O_3N_2$. Dunkelrotes mkr. Pulver vom F. 200°. — 1-Oxynaphthalin-4-azo-p-benzoesäure, $C_{17}H_{12}O_3N_2$. Aus Nitrobenzol oder Amylalkohol rotbraunes Krystallpulver vom F. 295° (Zers.). Äthylester, $C_{18}H_{16}O_3N_2$. Aus A., Eg. u. Bzl. bordeauxrotes Krystallpulver vom F. 239,5°. — 2-Oxy-8-naphthonitril, $C_{11}H_7ON$. Aus β -Amino-3-naphthol nach SANDMEYER. Farblose Nadeln aus Ä. oder Bzl., F. 195—196°. — 2-Oxy-1-phenylazo-8-naphthonitril, $C_{17}H_{11}ON_3$. Aus dem vorigen mit Diazoniumchlorid. Aus A. tiefrote Prismen vom F. 206°. — 2-Oxy-8-naphthoesäure, $C_{11}H_8O_3$ (X). Aus dem Nitril mit 50%ig. KOH. Aus W. Nadeln vom F. 250°. — 2-Oxy-1-phenylazo-8-naphthoesäure, $C_{17}H_{16}O_3N_2$ (XI). Aus dem vorigen durch Kuppelung. Aus A. braune Prismen vom F. 237—238° (bei 185° Aufhellung zu hellgelb). — Lactam der 2-Oxy-1-phenylazo-8-naphthoesäure, $C_{17}H_{10}O_2N_2$ (XIII). Aus dem vorigen z. B. durch Erhitzen auf 185°. Hellgelbe Nadelchen vom F. 237—238°. — Lactam der p-Chinonphenylhydrazoncarbonsäure $C_{13}H_{18}O_2N_2$ (XV). Aus dem Azofarbstoff aus m-Oxybenzoesäure (gelbbraune Prismen vom F. 216°) mit Acetanhydrid. Versietige braune, blauschimmernde Täfelchen vom F. 131°. (LIEBIGS ANN. 477. 161—94. 4/1. München.)

BERGMANN.

Keshaviah Aswath Narain Rao, Studien an „spannungsfreien“ Ringen. I. β -Substituierte stereoisomere Dekaline (Dekahydronaphthaline). Die Verss. von HÜCKEL, die am Dekalin die SACHSE-MOHRsche Hypothese des nichtebenen Cyclohexans bewiesen haben, ermöglichen — abgesehen von den nicht allzu stichhaltigen Verbrennungswärmen — keine Aussage über den Spannungszustand in den einzelnen Substanzen. Vf. wendet daher die INGOLDSche Theorie der „Valenzwinkelablenkung“ auf die beiden Dekalin-2,2-diessigsäuren (III a u. III b) an, nachdem die Methoden von INGOLD auch beim Cycloheptan überzeugende Spannungstheoret. Aussagen erlaubt hatten (BAKER u. INGOLD, C. 1923. I. 1119). Die beiden Säuren III entstehen aus den beiden β -Dekalonen von HÜCKEL durch Kondensation mit Cyanessigester u. NH_3 u. darauffolgende Verseifung der erhaltenen Verbb. I über II. Die isomeren Säuren ebenso wie die meisten Derivv. schmelzen ähnlich u. geben miteinander keine Depression. Die isomeren Anhydride geben mit Anilin je ein Paar von Anilsäuren (z. B. IVa u. Va), von denen merkwürdigerweise die höher schmelzende die labilere ist. — Bei der Kondensation von trans-Dekalon u. Cyanessigester mit Piperidin (statt NH_3) entsteht der α,β -ungesätt. Nitrilester VI a (Oxydation zu Dekalon!), der jedoch bei der Decarboxylierung der zugrundeliegenden Nitrilsäure ebenso wie bei der Methylierung Verschiebung der Doppelbindung zu VII a bzw. VIII a erleidet, während bei der Abspaltung der Carbäthoxygruppe aus VIII a wieder eine α,β -ständige Doppelbindung in IX a entsteht. Addition von KCN an VI a gibt ein Prod. der Formel Xa, das bei der Hydrolyse zwei trans-Dekalin-2-carbonsäure-2-essigsäuren liefert (XI a u. XII a) (im Gegensatz zu HÜCKEL u. WIEBKE, C. 1927. I. 1303). Partielle Hydrolyse von X gibt die beiden Imide XIII a u. XIVa. Die Ergebnisse stehen hinsichtlich der möglichen Isomerenzahlen in voller Übereinstimmung mit der SACHSE-MOHRschen Theorie. Daß in einer der beiden Säuren XI u. XII eine Umwandlung des trans- in das cis-Dekalinsystem erfolgt ist, ist nicht wahrscheinlich — weil solche Umwandlungen erwartungsgemäß sehr selten sind —, soll aber noch untersucht werden.

säureimid, $C_{16}H_{19}O_2N_3$ (analog I). Aus *cis*- β -Dekalon u. Cyanessigester in alkoh. NH_3 . Aus A., F. 242—243°. Ausbeute 28—32% (trans-Reihe 74%), was wohl an der erheblich größeren Löslichkeit des Rk.-Prod. in diesem Falle liegt. — *cis*-Dekalin-2,2-dicarbamyllessigsäureimid, $C_{16}H_{23}O_4N_3$ (wie II). Aus Eg. F. 260—261°. — *cis*-Dekalin-2,2-diessigsäure, $C_{14}H_{22}O_4$ (III b). Darst. wie in der trans-Reihe. Aus wss. A. F. 167°. Diäthylester, $C_{18}H_{30}O_4$, Kp.₂₁ 213°; *isomeres Imid*, $C_{14}H_{21}O_2N$, aus CH_3OH Nadeln vom F. 205°; Anhydrid, $C_{14}H_{20}O_3$, aus Bzl.-Pae. Nadeln vom F. 91°; Anilsäure B (leichter l.), $C_{20}H_{27}O_3N$, aus Bzl. F. 167°; Anilsäure A (weniger l.), $C_{20}H_{27}O_3N$, aus wss. Aceton Nadelbüschel, F. 200° (Sinterung 190°); Anil, $C_{20}H_{25}O_2N$, aus den Anilsäuren, aus Aceton F. 210°; Di-*p*-toluidid, $C_{28}H_{36}O_2N_2$, aus A. F. 204°. — Vff. weisen darauf hin, daß die üblichen β -Dekalolpräparate Gemische sind, aber in Form der Verb. I zerlegt werden können. Es wird auch eine ungefähre Gehaltsbest. möglich. (Journ. chem. Soc., London 1929. 1954—69. Sept. London.) BERGMANN.

Gilbert T. Morgan und Edward Auty Coulson, *Synthese von Anthracenhomologen*. Teil II. 2,3,6-Trimethylanthracen. (I. vgl. C. 1930. I. 381.) 5-Jodpseudocumol (II). Aus Pseudocumidin durch Diazotieren u. Behandeln mit KJ-Lsg. (vgl. KURZEL, Ber. Dtsch. chem. Ges. 22 [1889], 1586). F. 37°. — Pseudocumol (III). Aus Pseudocumidin durch Diazotieren, Eingießen in Na-Bisulfitlsg., Kochen der beim Erwärmen abgetrennten gelben Flocken des Na-Salzes des Hydrazinsulfonats mit verd. HCl, Entfernen des als Nebenprod. gebildeten Pseudocumenols, Ausfällen des Pseudocumylhydrazins mit Alkali u. Verkochen desselben in Eg. mit 20%ig. $CuSO_4$ -Lsg. (vgl. HALLER, Ber. Dtsch. chem. Ges. 18 [1885], 93). Liefert bei Oxydation nach SCHULTZ (Ber. Dtsch. chem. Ges. 42 [1909], 3604) Trimellitsäure, $C_6H_6O_6$, F. 238° (höher als bisher in der Literatur angegeben). — 2,4,5,4'-Tetramethylbenzophenon, $C_{17}H_{18}O$ (III). 1. Aus II u. *p*-Toluylchlorid in CS_2 (+ $AlCl_3$), 2. aus I mit Mg in Ä. (+ J) u. Kochen mit *p*-Tolunitrin in Ä. Öl, das bei Zimmertemp. nicht fest wird, Kp.₂₂ 220°. Oxim, $C_{17}H_{19}ON$, Krystalle aus A., F. 151°. — 2,3,6-Trimethylanthron-9, $C_{17}H_{16}O$ (IV). Aus III durch 8-std. Kochen unter Rückfluß in geringer Ausbeute. Krystalle aus CS_2 bzw. Eg., F. 196° (korr.). Gibt in sd. alkoh. K_2CO_3 -Lsg. eine helle Orangefärbung. — 2,3,6-Trimethylanthracen, $C_{17}H_{16}$ (V). Aus III durch mehrtägiges Kochen unter Rückfluß. Aus sd. Essigsäure gelbliche Flocken von stark blauer Fluorescenz, F. 255° (korr.). Gibt kein festes Pikrat. — 2,3,6-Trimethylanthrachinon, $C_{17}H_{14}O_2$ (VI). Aus dem Rohprod. der Kondensation von III wie auch aus IV oder V in sd. Essigsäure mit wss. CrO_3 -Lsg. Nadeln aus sd. Essigsäure, F. 240° (korr.). Red. mit Zn-Staub u. wss. NH_3 liefert V, Red. mit Sn u. konz. HCl ergab IV. Oxydation mit CrO_3 in wss. Essigsäure führte zu einer schlecht definierten Substanz ohne F., Zers. über 300°, wahrscheinlich 2-Methyl-3,6-dicarboxy- oder 3-Methyl-2,6-dicarboxyanthrachinon, $C_{17}H_{14}O_6$, oder ein Gemisch beider. — Die beste Methode zur Synthese von V ist die Oxydation des Rohprod. des langen Kochens von III zu VI u. folgendes Red. zu V.

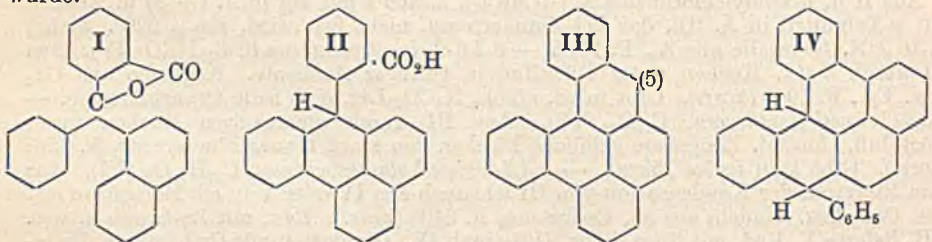


4-Cyan-3-nitrotoluol. Aus 3-Nitro-4-aminotoluol durch Diazotieren u. Behandeln mit KCN-Lsg. u. $CuSO_4$ nach SANDMEYER. Daraus mit Sn u. konz. HCl bei 55—60° 4-Cyan-3-aminotoluol (VII), F. 90°; stieg die Red.-Temp. über 60°, so entstand in beträchtlicher Menge 2-Amino-*p*-toluylsäureamid, F. 147°. — 4-Methylphthalsäuredinitril. Aus VII entsprechend dem Verf. von FINDEKLEE (Ber. Dtsch. chem. Ges. 38 [1905], 3543). Daraus 4-Methylphthalsäure, F. 150,5°, die bei der Dest. in 4-Methylphthalsäureanhydrid (VIII), F. 93°, Kp. 299°, übergang. — 3,4,3'-Trimethylbenzophenoncarbonsäure-6', $C_{17}H_{16}O_3$, aus VIII durch Erhitzen mit *o*-Xylol in Ggw. von $AlCl_3$. Nadeln aus Bzl. u. Essigsäure, F. 162° (korr.). Die Konst. ist in bezug auf die Verknüpfungsstelle nicht bewiesen. Geht in konz. H_2SO_4 bei 120—130° (1 Stde.) in VI über. — Kondensation

von VIII mit Toluol in Ggw. von AlCl_3 liefert fast sicher 3,4-Dimethylbenzophenon-carbonsäure-6, $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_3$, Krystalle aus Bzl. oder Essigsäure, F. 164° (korr.). Gab bei H_2O -Abspaltung u. Ringschluß 2,6-Dimethylantrachinon, F. 242° (korr.) (vgl. C. 1930. I. 381). — Auf Grund dieser Synthese konnte festgestellt werden, daß die schweren Neutralöle des Tieftemp.-Teers aus bituminöser Kohle in ihrer Mischung von Anthracenderivv. 2,3,6-Trimethylantracene enthalten, das bei der Oxydation VI ergibt. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2551—59. Nov. Teddington, Middlesex, Chem. Res. Lab.)

BEHRLE.

E. Clar, Zur Kenntnis mehrkerniger aromatischer Kohlenwasserstoffe und ihrer Abkömmlinge. VI. Mitt. Die Synthese des 1,2,3,4-Dibenzpyrens und seiner Derivate. (V. vgl. C. 1930. I. 526.) 1-Naphthoyl-o-benzoesäurechlorid reagiert mit aromat. KW-stoffen u. 1 Mol. AlCl_3 in der Kälte wie o-Benzoylbenzoesäurechlorid unter Bldg. von Diarylphthaliden (Typ I); führt man die Rkk. in der Wärme mit 2 Moll. AlCl_3 aus, so schlägt die für die AlCl_3 -Doppelverb. der Phthalide charakterist. smaragdgrüne Farbe nach rotbraun, in manchen Fällen nach blau bis violett um; man erhält durch Umlagerung der ursprünglich entstehenden Phthalide Säuren (Typ II). — Läßt man auf Phenyl-1-naphthylphthalid bei höherer Temp. ohne Lösungs- u. AlCl_3 einwirken, so erhält man einen gelben KW-stoff $\text{C}_{24}\text{H}_{14}$, 1,2,3,4-Dibenzpyren (III), der neben einem nicht katalyt. dehydrierbaren KW-stoff $\text{C}_{24}\text{H}_{16}$ bei der Dest. von o-[Benzanthren-(10)yl]-benzoesäure mit Zinkstaub entsteht. Seine Konst. ergibt sich mit großer Wahrscheinlichkeit aus dem Vergleich seines Absorptionsspektrums (in Bzl.) mit dem des 5-Phenyl-1,2,3,4-dibenzpyrens (analog III), das durch Einw. von AlCl_3 auf 9,10-Diphenyl-1,2-benzanthracen u. Dehydrierung oder neben dem schwer abtrennbaren Dihydroderiv. durch Einw. von AlCl_3 auf das Diol aus 1,2-Benzanthrachinon u. $\text{C}_6\text{H}_5\text{MgBr}$ synthet. erhalten wurde.

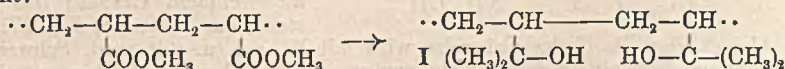


Versuche. Phenyl-1-naphthylphthalid, $\text{C}_{24}\text{H}_{16}\text{O}_2$ (I). Aus mit SOCl_2 dargestelltem 1-Naphthoyl-o-benzoesäurechlorid, überschlüssigem Bzl. u. AlCl_3 . Blättchen aus Eg., F. $225,5$ — 227° . Lsg. in H_2SO_4 smaragdgrün, nach $\frac{1}{2}$ Stde. hell braunrot. — *p*-Tolyl-1-naphthylphthalid, $\text{C}_{25}\text{H}_{18}\text{O}_2$. Analog aus Toluol, F. 235 — 236° . — *m*-Xylol-1-naphthylphthalid, $\text{C}_{26}\text{H}_{20}\text{O}_2$. Aus 1-Naphthoyl-o-benzoesäurechlorid, *m*-Xylol u. AlCl_3 . Das Rk.-Gemisch muß rein smaragdgrün aussehen. Nadeln aus Eg., F. 205 — $207,5^\circ$. Daneben entsteht o-[5,7-Dimethylbenzanthren-10-yl]-benzoesäure (Dimethylderiv. von II). — [2-Metho-1-naphthyl]-phenylphthalid, $\text{C}_{25}\text{H}_{18}\text{O}_2$. Aus o-Benzoylbenzoesäurechlorid, 2-Methylnaphthalin u. AlCl_3 in CS_2 . Krystalle aus Eg., F. 207 — 208° . — [4-Metho-1-naphthyl]-phenylphthalid, $\text{C}_{25}\text{H}_{18}\text{O}_2$. Analog mit 1-Methylnaphthalin; Lösungsm. thiophenfreies Bzl. Blättchen aus Eg., F. 203 — 204° . — [o-Benzanthren-10-yl]-benzoesäure, $\text{C}_{24}\text{H}_{16}\text{O}_2$ (II). Aus Phenyl-1-naphthylphthalid u. AlCl_3 in sd. Bzl. Nadeln aus Eg., F. 267 — 268° . Im Vakuum (CO_2 -Strom) unzers. sublimierbar. L. in konz. H_2SO_4 rot. — 1,2,3,4-Dibenzpyren, $\text{C}_{24}\text{H}_{14}$ (III). Aus Phenyl-1-naphthylphthalid u. AlCl_3 bei 130 — 165° . Gelbe Nadeln aus Bzl.-Eg., F. 226 — 227° . Swl. in A., Eg., leichter in Aceton, zll. in Bzl., ll. in Nitroblz. Fluoresciert im Hg-Quarzlicht orangegelb in Lsg. grün. Lsg. in H_2SO_4 bordeauxrot, nach einigen Min. olivgrün. Pikrat, $\text{C}_{24}\text{H}_{14} + \text{C}_6\text{H}_5\text{O}_3\text{N}_3$. Dunkelrote Nadeln aus Bzl., F. 231° . — KW-stoff $\text{C}_{24}\text{H}_{16}$. Bei der Zinkstaubdest. der Säure I erhält man 3 Tle. KW-stoff $\text{C}_{24}\text{H}_{16}$ u. 1 Tl. Dibenzpyren. Farblose Nadeln aus Eg., F. 202° . L. sich in konz. H_2SO_4 langsam mit grüner Farbe. Fluoresciert in Lsg. blau. Gibt kein Pikrat. — 9,10-Diphenyl-9,10-dihydro-9,10-dioxy-1,2-benzanthracen, $\text{C}_{30}\text{H}_{22}\text{O}_2$. Aus 1,2-Benzanthrachinon u. $\text{C}_6\text{H}_5\text{MgBr}$ in Bzl. Krystalle aus A., F. 246 — 248° (Zers.). Lsg. in H_2SO_4 erst violett, dann braunrot. Gibt mit KJ in sd. Eg. 9,10-Diphenyl-1,2-benzanthracen, $\text{C}_{30}\text{H}_{20}$. Nadeln aus Bzl.-Eg., F. 192° . Wl. in A., Eg., leichter in Bzl. mit blauer Fluorescenz, in H_2SO_4 rotviolett. — 5-Phenyl-1,2,3,4-dibenzdihdropyren, $\text{C}_{30}\text{H}_{20}$ (IV). Aus 9,10-Diphenyl-1,2-benzanthracen u. AlCl_3

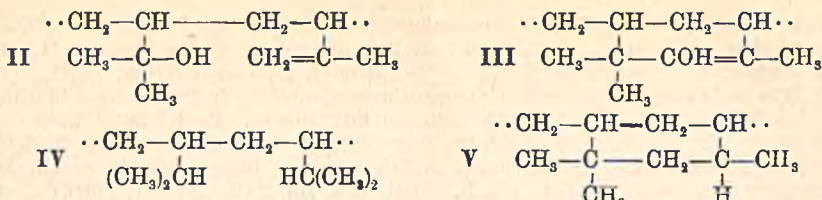
in Bzl. Fast farblose, grüngelb fluoreszierende Blättchen aus Bzl.-Eg., F. 257—258°. Sublimierbar. Wl. in Ä., A., Eg., zl. in Bzl. mit grüne Fluorescenz, in H_2SO_4 rot, nach einiger Zeit schmutzig grün. — 5-Phenyl-1,2,3,4-dibenzpyren, $C_{30}H_{18}$ (analog III). Aus m-Diphenyldihydrodioxybenzanthracen u. $AlCl_3$ in Bzl., man erhält manchmal das Dihydroderiv. IV oder ein Gemisch mit diesem. Besser leitet man das Dihydroderiv. IV bei 300° im Vakuum über 30%ig. Platinkohle. Gelbe Nadeln aus Bzl.-Eg., F. 242—243°. L. in konz. H_2SO_4 erst rot, dann grün, in organ. Mitteln mit grüner Fluorescenz. (Ber. Dtsch. chem. Ges. 63. 112—20. 8/1. 1930.) Og.

H. Staudinger und E. Urech, *Über hochpolymere Verbindungen*. XXXI. Mitt. *Über die Polyacrylsäure und Polyacrylsäureester*. (XXX. vgl. C. 1930. I. 824.) Bei der Polymerisation von Verb. mit reaktionsfähigen Gruppen, wie OH oder COOH, kann außer der Polymerisation durch n. Covalenzen eine weitere Mol.-Verknüpfung durch die Nebervalenzen der erwähnten Gruppen stattfinden. Als Modell für diesen Polymerentyp, dem Eiweißstoffe u. Polysaccharide angehören, untersuchen Vff. die schon lange bekannte Polyacrylsäure, die sich (exotherm) hauptsächlich im Licht bildet, ohne daß die Resultate streng reproduzierbar wären. Offenbar spielen hier geringe Mengen von Verunreinigungen als positive oder negative Katalysatoren eine Rolle. Die freie Acrylsäure polymerisiert sich so, daß aus einem Mol. zuerst eine so hochpolymere Mol. sich aufbaut, daß sie sich aus dem Monomeren unl. abscheidet: Der Polymerisationsverlauf kann also nicht an der Änderung des Brechungsindex verfolgt werden. Letzteres ist bei den *Estern* der Acrylsäure der Fall, deren polymere Formen in den monomeren Estern l. sind, bei denen also mit der Polymerisation die Fl. kontinuierlich dicker wird. — Die polymeren Acrylsäuren ähneln dem *eukolloiden* Polystyrol; *hemikolloide* Prodd. ließen sich weder mit Floridaerde erhalten, die nicht einwirkt, noch mit $SnCl_4$, das eine *stabile* Komplexverb. gibt. Die polymerisierende Wrkg. von $SnCl_4$ auf ungesätt. KW-stoffe beruht nämlich wohl darauf, daß letztere mit dem Halogenid labile Komplexe liefern, die leicht zerfallen u. „aktiviert“, zur Polymerisation geeignete Moll. hinterlassen. — Die Löslichkeiten von Polyacrylsäuren, ihren Estern u. Salzen, sind auf Grund der bekannten Tatsache verständlich, daß die besten Lösungsm. auch die besten Quellungsmittel sind. Ll. sind nur die oberhalb 120° gewonnenen Prodd.; die anderen bilden beim Lösungsverg. gequollene Massen. — Bei der Bldg. des hornartigen polymeren Acrylsäureamids (vgl. MOUREU, Ann. Chim. [7] 2. 175 [1894]) tritt NH_3 aus, so daß als Elementarbaustein ein Ring (nebensteh.) anzunehmen, das Mol. also als dreidimensional zu betrachten wäre. Bei der Überführung der Polyacrylsäure in Derivv. u. umgekehrt bleibt der kolloide, hochmolekulare Charakter erhalten, was einen

grundlegenden Unterschied gegen die „Assoziationskolloide“ (z. B. Seifen) ausmacht. — Daß bei der Polymerisation Doppelbindungen verschwinden, daß also tatsächlich n. Covalenzen betätigt werden, ergibt sich mit gewisser Annäherung aus dem Vergleich der Mol.-Refrr. von monomeren u. polymerem Acrylsäuremethylester, ferner aus dem gesätt. Charakter der Polymeren ($KMnO_4$, konz. HNO_3 , Brom). Bei der Dest. werden nicht die Monomeren zurückgebildet; vielmehr entstehen nach RÖHM (Diss. Tübingen 1902) aus polymerem Ester u. a. der di- u. trimolekulare Acrylsäureester. — Da von eukolloiden Moll. Mol.-Gew.-Bestst. nicht möglich sind, hemikolloide Prodd. hier aber nicht existieren, aus deren meßbarer Größe Schlüsse auf die höhermolekularen Eukolloide gezogen werden könnten, sollte Polyacrylsäureamid über ein hochmolekulares Amin (HOFMANNscher Abbau) u. den Polyvinylalkohol in einen vermutlich besser zu handhabenden Paraffin-KW-stoff übergeführt werden. Dieser Vers. scheiterte ebenso wie die Elektrolyse von polyacrylsäuren Salzen. Zum Ziel führte die Umsetzung des Esterpolymeren in Anisol mit Methyl-MgJ, die zu dem gesuchten tert. Alkohol I führt, der aus Ä. mit Bzl. als weißes Pulver fällt, aber nicht rein erhalten werden konnte. Vermutlich hat teilweise Cyclisierung über II zu III stattgefunden, wie auch bei der Red. des Carbinols mit HJ kein Paraffin IV, sondern ein Cycloderiv. V entsteht:



Der als festes weißes Pulver aus Bzl. mit A. ausgefällte KW-stoff hatte bemerkenswerterweise ein Mol.-Gew. von ca. 1250, was einem Zusammentritt von mindestens 18 Acrylsäureestermoll. zu dem angewandten Polymeren entspricht, in dem aber

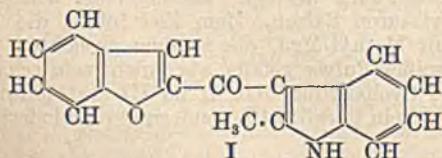


durch Nebenvalenzkräfte der Carboxyl- bzw. Estergruppen die physikal. Eigg. mitbestimmt sind. — Weiterhin ergab sich, daß die auffallende Viscosität der polyacrylsäuren Alkalien in W. auf Hydratation ebenso wie im Falle der Eiweißkörper zurückzuführen ist. Auffallend ist, daß bei der Dialyse dieser Salze die Alkaliionen nicht aus der Lsg. wegwandern können — analoges ist auch bei Kautschukphosphoniumsalzen beobachtet worden. — In einem Anhang wird über die von S. Wehrli gemachte Beobachtung berichtet, daß Polystyrol beim Abbau mit Ozon in Tetrachlorkohlensstoff in Polyacrylsäure übergeführt wird, daß also aus dem (konstitutionell erforschten) Polystyrol bei einer so energ. Rk. eine hochmolekulare Acrylsäure erhalten werden kann. (Helv. chim. Acta 12. 1107—33. 2/12. 1929. Zürich, Techn. Hochsch.) BERG.

H. Staudinger, *Der Bau der hochmolekularen organischen Stoffe im Sinne der Kekulé'schen Strukturlehre. XXXII. Mitt. über hochpolymere Verbindungen.* (XXXI. vgl. vorst. Ref.) Zusammenfassender Vortrag über die bekannten Ansichten des Vf. (Helv. chim. Acta 12. 1183—97. 2/12. 1929. Zürich, Techn. Hochsch., u. Freiburg, Univ.) BERGMANN.

H. Staudinger und W. Heuer, *Über hochpolymere Verbindungen.* 33. Mitt. *Beziehungen zwischen Viscosität und Molekulargewicht bei Polystyrolen.* (32. vgl. vorst. Ref.) Aus Gründen, die auch schon früher auseinandergesetzt worden sind, kann die Unters. des Zusammenhangs von Viscosität u. Molekülgröße nur an reinen Substanzen einer polymerhomologen Reihe ausgeführt werden. Nach einer Gleichung von EINSTEIN ist die relative Viscosität η_r (= [Viscosität bei der Konz. c] / [Viscosität des Lösungsm.]) vermindert um 1, wofür Vff. η_{sp} (spezif. Viscosität) einführen, proportional der Konz, wenn man in demselben Solvens bei Polymer-homologen Messungen ausführt. Bei Polystyrolen ist das nur bei niedermolekularen Körpern u. geringen Konz. der Fall. Vff. erklären das dahin, daß die EINSTEIN'sche Formel für starre Kugeln berechnet ist, also auf *Fadenmoll.* nicht ohne weiteres angewendet werden kann. Ferner ergibt sich, daß das Mol.-Gew. eines Polystyrols aus der spezif. Viscosität zu berechnen sein muß, wenn man die spezif. Viscosität u. das Mol.-Gew. bei irgendeinem Gliede der polymer-homologen Reihe kennt, zwei Größen, die durch die charakterist. Konstante einer solchen Reihe K_m zusammengefaßt werden. Bei hemikolloiden Polystyrolen wurde K_m als gut konstant erwiesen; daraus ergibt sich für die eukolloiden Homologen in Übereinstimmung mit früheren Schätzungen ein Mol.-Gew. von ca. 100 000. Auch beim Kautschuk kommt man zu ähnlichen Werten, worüber später berichtet werden soll. (Ber. Dtsch. chem. Ges. 63. 222—34. 8/1. 1930. Freiburg, Univ.) BERGMANN.

Giuseppe Sanna, *Über einige Indolderivate des Cumarons.* (Vgl. C. 1929. II. 41.) Beim Erhitzen von 2-Methyl-3-brom- (oder -chlor-) -acetylindol mit dem K-Salz des Salicylaldehyds in alkoh. Lsg. entsteht [Cumaronyl-2]-[2-methylindolyl-3]-keton, $\text{C}_{18}\text{H}_{13}\text{O}_2\text{N}$ (I), aus Bzl. prismat. Krystalle, F. 182°. — Pikrat, F. 193°. — Phenylhydrazon, $\text{C}_{24}\text{H}_{19}\text{ON}_3$, aus wss. A. dünne Nadeln, F. 95°. — Oxim, $\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{O}_2\text{N}_2$, aus wss. A. gelbliche Flocken, F. 138 bis 143°. Die Verb. ist vielleicht ein Gemisch zweier schwer zu trennender Oxime. — Bei der Kalischmelze zers. sich I unter Bldg. eines flüchtigen Öles, mit starkem angenehmem Geruch; das Öl besteht aus Cumaron, Kp. 171°. Die



nach Abdest. des Öls übrige Schmelze wird mit W. gel. u. mit verd. Schwefelsäure angesäuert, es fällt eine rötliche Substanz aus, die bei langem Kochen mit W. den durchdringenden Geruch des Methylindols verbreitet. Aus Bzl. Krystalle, F. 172° (Zers.). Die Verb. I liefert also bei der Zers. Cumaron u. 2-Methylindolcarbonsäure-3. (Gazz. chim. Ital. 59. 694—98. Okt. 1929. Cagliari, Univ.) FIEDLER.

Henry Vincent Aird Briscoe, John Buttery Peel und George Watson Young, *Quecksilberverbindungen von Thiophen und Selenophen.* Beim Schütteln mit einer konz. Lsg. von Hg(II)-Acetat liefert Thiophen das *Diacetoxymercurithiophen*, $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_4\text{SHg}_2 = \text{C}_4\text{H}_2\text{S}(\text{Hg}\cdot\text{O}\cdot\text{CO}\cdot\text{CH}_3)_2$ (I), eine weiße unl. Verb. Geht mit überschüssigem Bromwasser über in *Tetrabromthiophen*, $\text{C}_4\text{Br}_4\text{S}$, F. 112°. Mit sd. konz. wss. NaCl-Lsg. entstehen aus I in quantitativer Rk. Na-Acetat u. *Dichlormercurithiophen*, $\text{C}_4\text{H}_2\text{S}(\text{HgCl})_2$. — *Dihydroxymercurithiophen-Mercurisulfat*, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{S}_2\text{Hg}_3 = \text{C}_4\text{H}_2\text{S}(\text{HgOH})_2, \text{HgSO}_4$ (II). Beim Schütteln von Thiophen mit bas. Mercurisulfatlsg. (DENGES Lsg.). Gibt mit J in KJ-Lsg. bei 80° hauptsächlich *Tetrajodthiophen*, $\text{C}_4\text{J}_4\text{S}$. Beim Kochen mit wss. KOH scheinen I u. II dasselbe *Dihydroxymercurithiophen*, $\text{C}_4\text{H}_2\text{S}(\text{HgOH})_2$, zu bilden. — *Diacetoxymercuriselenophen*, $\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_4\text{SeHg}_2$, aus Selenophen mit Mercuriacetatlsg. Gibt mit Bromwasser *Tetrabromselenophen*, $\text{C}_4\text{Br}_4\text{Se}$; mit J in KJ-Lsg. *Dijodselenophen*, $\text{C}_4\text{H}_2\text{J}_2\text{Se}$, aus Bzl. F. 45°; mit konz. $\text{NaCl-Lsg. Dichlormercuriselenophen}$, $\text{C}_4\text{H}_2\text{Cl}_2\text{SeHg}_2$; mit wss. KOH *Dihydroxymercuriselenophen*, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{Hg}_2\text{Se}$, das sich beim Erhitzen explosionsartig zers. Letzteres entstand auch aus *Dihydroxymercuriselenophen-Mercurisulfat*, $\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6\text{SSeHg}_3$ (III), das aus Selenophen wie oben dargestellt wurde. III gibt mit wss. NaCl das entsprechende Chlorid, mit Bromwasser *Tetrabromselenophen*. — Die untersuchten Thiophen- u. Selenophenverb. sind mäßig stabil u. geben in schwefelsaurer Lsg. die Indopheninfarbk. Es ist also kaum wahrscheinlich, daß sie, wie PAOLINI (Gazz. chim. Ital. 37 [1907]. I. 58) annimmt, Additionsverb. sind, sondern es sind bei ihnen 2 H-Atome des Kerns durch das Hg-Salzradikal ersetzt. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2589—93. Nov. Newcastle-on-Tyne, Univ. of Durham, Univ. Coll.)

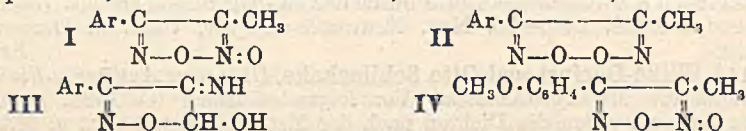
BEHRLE.

Ernst Wilke-Dörfurt und Otto Schliephake, *Über neue Antipyrin-Einlagerungsverbindungen von Metallperchloraten.* Von folgenden früher (C. 1928. I. 2069) dargestellten Salzen wurden die Dichten nach der Methodik von BILTZ u. Mitarbeitern ermittelt sowie die Mol.-Voll. errechnet: *Lanthanhexaantipyrinperchlorat*, $[\text{La}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_3$ [A = Antipyrin], D.²⁵₄ 1,379; $[\text{Nd}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_3$, D.²⁵₄ 1,409; $[\text{Ce}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_3$, D.²⁵₄ 1,420; $[\text{Y}(\text{A})_6]\text{-Perchlorat}$, D.²⁵₄ 1,365; ferner *Cer-(3)-hexaantipyrinjodid*, $[\text{Ce}(\text{A})_6]\text{J}_3$, D.²⁵₄ 1,529; $[\text{La}(\text{A})_6]\text{-jodid}$, D.²⁵₄ 1,529; $[\text{Nd}(\text{A})_6]\text{-jodid}$, D.²⁵₄ 1,518; $[\text{Y}(\text{A})_6]\text{-jodid}$, D.²⁵₄ 1,491. — Die im folgenden aufgeführten Perchlorate wurden aus den entsprechenden Metallsalzsgg. (Chloride, Nitrate, Sulfate) mit wss. Lsgg. von Antipyrin u. reinem $\text{NH}_4\text{-Perchlorat}$ bei Zimmertemp. dargestellt, nur beim Cr(3)- u. Ba-Salz war die Arbeitsweise etwas verschieden. Die Salze krystallisieren wasserfrei, haben großes Krystallisationsvermögen u. sind bis auf das Th-Salz aus h. W. unzers. umkrystallisierbar. Sie weisen meist die Koordinationszahl 6 auf, abweichend das Ag-Salz mit 3 u. das Cu- u. Uranyl-salz mit 5. Sie lassen sich zum Teil erheblich über den F. erhitzen, bevor Zers. unter Verfärbung u. schließlich Verpuffung eintritt. — *Magnesiumhexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Mg}(\text{COC}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2)_6](\text{ClO}_4)_2 = [\text{Mg}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_2$, Nadeln, F. 209°, Löslichkeit: 7,69 g in 100 ccm Lsg. bei 20°, D.²⁵₄ 1,354². — *Calciumhexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Ca}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_2$, Nadeln, F. 256° unter beginnender Zers., Löslichkeit 2,78 g, D.²⁵₄ 1,316. — *Strontiumhexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Sr}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_2$, seidenglänzende Tafeln, F. 235 bis 236°, Löslichkeit 9,68 g, D.²⁵₄ 1,345. — *Bariumhexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Ba}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_2$, glasklare Tafeln, F. 179°, Löslichkeit 91,1 g, D.²⁵₄ 1,347. — *Zinkhexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Zn}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_2$, Krystalle, F. 99°, Löslichkeit 10,2 g, D.²⁵₄ 1,408. — *Cadmiumhexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Cd}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_2$, Nadeln, F. 188°, Löslichkeit 7,54 g, D.²⁵₄ 1,399. — *Bleihexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Pb}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_2$, Nadeln, F. 154°, Löslichkeit 5,44 g, D.²⁵₄ 1,455. — *Mangan-(2)-hexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Mn}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_2$, Nadeln, F. 197°, Löslichkeit 3,63 g, D.²⁵₄ 1,362. — *Eisen-(2)-hexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Fe}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_2$, hellgrüne Nadeln, unbeständig an der Luft, beginnen bei ca. 153° zu schmelzen, Löslichkeit > 7 g, D.²⁵₄ 1,383. — *Kobalt-(2)-hexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Co}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_2$, pfirsichblütenfarbige Nadeln, F. 178°, Löslichkeit 6,64 g, D.²⁵₄ 1,385. — *Nickel-(2)-hexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Ni}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_2$, hellgelbgrüne Krystalle, F. 225 bis 227° (Zers.), Löslichkeit 17,75 g, D.²⁵₄ 1,315. — *Aluminiumhexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Al}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_3$, Nadeln, F. 259—261° (Zers.), Löslichkeit 1,09 g, D.²⁵₄ 1,349. — *Eisen-(3)-hexaantipyrinperchlorat* (vgl. WEINLAND u. SCHMID, C. 1923. III. 62), F. 210° (Zers.), Löslichkeit 0,24 g, D.²⁵₄ 1,413. — *Chrom-(3)-hexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Cr}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_3$, hellgraugrüner Nd., F. 254—256° (Zers.), Löslichkeit 0,065 g, D.²⁵₄ 1,362. — *Thoriumhexaantipyrinperchlorat*, $[\text{Th}(\text{A})_6](\text{ClO}_4)_3$, F. 272—275° (Zers.), Löslichkeit 0,60 g. — *Kupfer-(2)-pentaantipyrinperchlorat*, $[\text{Cu}(\text{A})_5](\text{ClO}_4)_2$, hellgrüne Krystalle, F. 156—158° (Zers.), Löslichkeit 3,87 g, D.²⁵₄ 1,374. — *Uranylpentaantipyrinperchlorat*,

[UO₂(A)₅](ClO₄)₂, gelbe Blättchen, F. 194—196°, Löslichkeit 0,46 g. — *Silbertrianti-pyrinperchlorat*, [Ag(A)₃]ClO₄, Krystalle, F. 138° (Zers.), Löslichkeit 10,94 g, D.²⁵ 1,513. (Ztschr. organ. allg. Chem. 183. 301—10. 2/10. 1929. Stuttgart, Techn. Hochsch.)

BEHRLE.

G. Ponzio, *Untersuchungen über Dioxime*. 56. Mitt. (55. vgl. C. 1930. I. 70.) Die früher (C. 1928. II. 356) beobachtete teilweise Isomerisation von I in II durch Erhitzen auf 130—140° ohne Lösungsm., oder durch Kochen mit Acetanhydrid verläuft analog auch in vielen anderen Lösungsmm. Untersucht wird der Rk.-Verlauf in *Essigsäure*, *Propionsäure*, *Buttersäure*, *Phenol*, *Anilin*, *Monochloressigsäure*, *o-Toluidin*, *1,3,4-Xylidin* u. *Chinolin*. Zur Trennung u. Best. der beiden Isomeren wird die Big. der *Arylmethylfuroxane* (I), durch Na-Äthylat in γ -Aryl- β -imino- α -oxisoxazoline (III) umgewandelt zu werden, benutzt, wobei die *Dioxidiazine* (II) nicht reagieren (vgl. C. 1929. II. 2893). Die Verss. werden ausgeführt mit *p-Methoxyphenylmethylfuroxan* (IV), das verschieden lange mit jedem der Lösungsmm. gekocht wird, worauf das Rk.-Gemisch in der angegebenen Weise auf die beiden Isomeren geprüft wird. Es ergibt sich, daß entgegen der früheren Annahme, die Rk. reversibel ist, u. daß es nie gelingt, I völlig zu II zu isomerisieren. Es wird auch die Umwandlung von *4-p-Methoxyphenyl-5-methyl-1,2,3,6-dioxidiazin*, dessen F. jetzt bei 80—81° (2° höher, als C. 1928. II. 356 angegeben) gefunden wird, untersucht. Dabei ergibt sich, daß sowohl aus dem Furoxan, als aus dem Dioxidiazin nach 4-std. Kochen mit Essigsäure, 1-std. mit Propionsäure, 30 Min. mit Buttersäure, 5 Min. mit Phenol, 1 Min. mit Chinolin

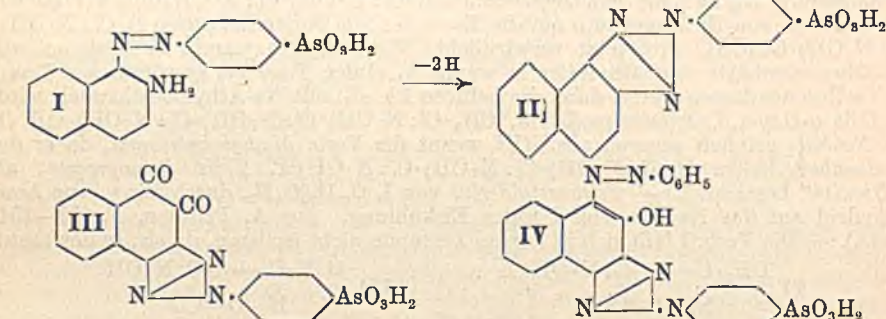


ein Rk.-Gemisch entsteht, das ca. 65% Furoxan u. ca. 35% Dioxidiazin enthält. Für die Darst. der Dioxidiazine aus den Furoxanen wird jetzt statt Acetanhydrid Propionsäure empfohlen. — Über das Gleichgewicht der Rk. Furoxan \rightleftharpoons Dioxidiazin in Abwesenheit von Lösungsmm. u. bei verschiedenen Temp. wird demnächst berichtet. — Die Arylmethylfuroxane, ebenso die Diarylfuroxane, sowie das *Di-p-methoxyphenylfuroxan* können durch Erhitzen mit PCl₅ den extranuclearen Sauerstoff verlieren u. in die entsprechenden Furazane übergehen, in den Isomeren dagegen reagiert der Sauerstoff nicht mit PCl₅, wodurch die vom Vf. angenommene Formel eines Dioxidiazins, in dem beide Sauerstoffatome nuclear gebunden sind, wiederum bewiesen ist. Ferner führt Vf. nochmals den schon früher (C. 1929. I. 1458. II. 745) angegebenen Beweis der Konst. durch die n. Mol.-Geww. der Dioxidiazine in den Furazanen an. — *Di-p-methoxyphenylfuroxan*, das Vf. vor langer Zeit darstellte (Gazz. chim. Ital. 36 [1906]. II. 595) u. damals *Peroxyd des Anisylidioxims* nannte, gibt mit PCl₅ auf dem Ölbad etwas über den F. erhitzt (120—130°) *Chloridi-p-methoxyphenylfurazan*, da das Chlor mit dem zuerst entstandenen Furazan reagiert. *Chloridi-p-methoxyphenylfurazan*, C₁₆H₁₃O₂N₂Cl = CH₃O·C₆H₄(C₂N₂O)C₆H₃(OCH₃)Cl, aus A. Nadeln, F. 128°. — Das *Peroxyd des β -Naphthochinondioxims*, C₁₀H₆(NO)₂, nach des Vf. Methode (Gazz. chim. Ital. 36 [1906]. II. 101) dargestellt, bleibt beim Erhitzen mit PCl₅ unverändert u. behält seinen F. 128—129°. (Gazz. chim. Ital. 59. 713—17. Okt. 1929. Turin, Univ.)

FIEDLER.

G. Ponzio und **M. Torres**, *Untersuchungen über Dioxime*. 57. Mitt. (56. vgl. vorst. Ref.) Vf. stellt die Bedingungen fest, unter denen sich die beiden Formen von Glyoximen bilden. Aus dem Verh. der Isonitrosoketone gegen Hydroxylamin ergibt sich, daß die Carbonylgruppe neben dem Phenyl in neutraler Lsg. nicht oximierbar ist: im *Isonitrosoacetophenon* u. im *Isonitrosophenyläthylketon*; in alkal. Lsg. ist sie nicht oximierbar: im *Isonitrosoacetophenon* u. im *Isonitrosobenzoylacetone*. Sie ist oximierbar in saurer Lsg.: im *Isonitrosoacetophenon* u. im *Isonitrosophenyläthylketon*, es entstehen in diesen Fällen beide Formen der Glyoxime. — Was die Carbonylgruppe neben dem Methyl anbetrifft, so ist sie oximierbar in saurer, neutraler u. alkal. Lsg.: beim *Isonitrosobenzylmethylketone*, es entsteht in jedem Falle die β -Form der entsprechenden Glyoxime. Sie ist oximierbar in saurer u. neutraler Lsg. im *Isonitrosobenzoylacetone*. In saurer Lsg. erhält man beide Formen der Methylbenzoylglyoxime, in alkal. Lsg. nur die β -Form. Aus keinem der Isonitrosoketone, welches auch die Bedingungen seien, erhält man nur die α -Form, während man nur die β -Form aus

ammoniakalsalzen als Oxydationsmittel nach SCHMIDT u. HAGENBÖCKER (Ber. Dtsch. chem. Ges. 54 [1921]. 2191). — 4-[2-Aminonaphthalin-1-azo]-phenylarsinsäure (I), durch Diazotieren von Atoxy in HCl (gleiche Teile konz. HCl, D. 1,19, + W.) mit N-Nitrit in wenig W. bei -5° u. Kuppeln mit β -Naphthylamin in alkoh. Lsg. Aus Eg. orangefarbene Nadeln, F. 285° . Zur Analyse kam das Na-Salz, $\text{Na} \cdot \text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{O}_3\text{N}_3\text{As}$, aus W. granatroten Prismen, die $\frac{1}{2}$ Mol. W. enthalten. Im Trockenschrank wird das W. abgegeben, u. beim Erhitzen zers. sich die Verb. unter Schwärzung u. Entw. weißer, nach Knoblauch riechender Dämpfe, — 4-[1,2-Naphtho-1,2,3-triazolyl-2]-phenylarsinsäure, $\text{C}_{16}\text{H}_{12}\text{O}_3\text{N}_3\text{As}$ (II), aus der eben beschriebenen Azoverb. durch Dehydrogenieren in alkoh. Lsg. unter 32-std. Erhitzen mit einer Lsg. von $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ in W. u. Ammoniak (D. 0,888) unter Rückfluß. Nach weiterem Zufügen von A. u. Cu-Salz wird noch 40 Stdn. erhitzt. Unl. in W. u. den gewöhnlichen Lösungsm. Zers. bei höherer Temp. unter Entw. knoblauchartig riechender Dämpfe, ohne zu schmelzen. — Na-Salz, $\text{Na} \cdot \text{C}_{16}\text{H}_{11}\text{O}_3\text{N}_3\text{As}$; weißes Pulver, zers., ohne zu schmelzen. — Dinatriumsalz, $\text{Na}_2\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{O}_3\text{N}_3\text{As} \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, Prismen, die bis 320° nicht schmelzen. — 4-[(3,4-Dioxo-3,4-dihydro-1,2-naphtho)-1,2,3-triazolyl-2]-phenylarsinsäure, $\text{C}_{16}\text{H}_{10}\text{O}_5\text{N}_3\text{As}$ (III), durch Oxydieren von II mit Chromsäureanhydrid in Eg.; mkr. citronengelbes Pulver ohne F., zers. scheinbar



beim Umkrystallisieren aus Eg. — 4-[(3-Oxy-4-benzolazo-1,2-naphtho)-1,2,3-triazolyl-2]-phenylarsinsäure, $\text{C}_{22}\text{H}_{16}\text{O}_4\text{N}_5\text{As}$ (IV), durch Einw. von Phenylhydrazinhydrochlorid auf das Chinon in Eg. unter vorsichtigem Erhitzen zum Sieden. Zers., ohne zu schmelzen. — 4-[5-(2-Carboxyphenyl)-4-carboxy-1,2,3-triazolyl-2]-phenylarsinsäure, $\text{C}_{16}\text{H}_{12}\text{O}_7\text{N}_3\text{As}$, durch Oxydation von II mit KMnO_4 in alkal. Lsg. Aus W. lange, seidenglänzende Nadeln mit $2\frac{1}{2}$ H₂O. Sie schmelzen nicht bis 305° . — 4,4'-Bis-[1,2-naphtho-1,2,3-triazolyl-2]-arsenobenzol, $\text{C}_{32}\text{H}_{20}\text{N}_6\text{As}_2$ (V), eine Suspension von II in W. wird durch vorsichtiges Zufügen von 2-n. NaOH zur Lsg. gebracht, worauf mit einer wss. alkal. Lsg. von Na-Hydrosulfit auf dem Wasserbade erhitzt wird. Gelbe Substanz, unl. in allen Lösungsm., zers., ohne zu schmelzen beim Erhitzen. (Gazz. chim. Ital. 59. 742—50. Okt. 1929. Siena, Univ.) FIEDLER.

Wilson Baker und Frances May Eastwood, *Kolloidale Phenoxylde. I. Die Beziehung zwischen Konstitution und kolloidalen Eigenschaften bei Benzopyronen*. Die Bldg. von Gelen beim Abkühlen h. alkal. Lsgg. von Oxybenzo- γ -pyronen ist früher verschiedentlich beobachtet worden; da die Bldg. von Gelen aus fluorescierenden Stoffen für die Erforschung der Struktur der Gele von Wert sein konnte, wurden die Beziehungen zwischen Struktur u. Gelbldg. näher untersucht. Wenn auch zwischen den Eigg. der Alkalisalze u. der Konst. kein einfacher Zusammenhang besteht, lassen sich doch betreffs der Stellung der Substituenten im Benzo- γ -pyronkern ($\text{O} = 1$) einige allgemeine Schlüsse ziehen. Es sind erforderlich: ein OH in Stellung 7, C_6H_5 , $\text{CH}_3\text{O} \cdot \text{C}_6\text{H}_4$ oder $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{CH} : \text{CH}$ in 2, sowie C_6H_5 in 3, wenn nicht 2 mit $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{CH} : \text{CH}$ besetzt ist; in diesem Falle kann 3 auch mit $\text{CH}_3\text{O} \cdot \text{C}_6\text{H}_4$ besetzt sein. — Darst. der Benzo- γ -pyrone erfolgte durch Schmelzen von o-Oxyphenylbenzylketonen mit Anhydriden u. Salzen von aromat. Säuren. Die nötigen Ketone wurden nach dem Verf. von HOESCH dargestellt, mit Ausnahme des durch Kondensation von Phenylacetylchlorid mit Hydrochinondimethyläther u. nachfolgende Entmethylierung gewonnenen 2,5-Dioxyphenylbenzylketons (F. 109,5 $^{\circ}$). Diese Verb. wurde von FINZI (Monatsh. Chem. 26 [1905]. 1135) mit F. 170° beschrieben; durch besondere Verss. wurde aber

festgestellt, daß FINZI anscheinend unverändertes Hydrochinon in den Händen gehabt hat. — Zur Darst. von in 2 benzylierten Benzo- γ -pyronen wurden 2,4-Dioxyphenylbenzylketon u. 2,4-Dioxyphenyl- β -phenyläthylketon mit Na-Salz u. Anhydrid der Phenyllessigsäure erhitzt. In beiden Fällen entstanden aber Cumarinderiv., deren Bldg. offenbar mit der Rk.-Fähigkeit des CH_2 in der Phenyllessigsäure zusammenhängt. — 8-Oxybenzo- γ -pyrone ließen sich nicht herstellen, weil die intermediären Ketone nicht zugänglich waren; $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{CH}_2\text{MgCl}$ reagierte weder mit 2,3-Dimethoxybenzaldehyd, noch mit 2,3-Dimethoxybenzonnitril. Ein Vers., α -Phenylacessigestert mit Guajacol zu kondensieren, lieferte statt 8-Methoxy-3-phenyl-2-methylbenzo- γ -pyron nur eine geringe Menge einer Verb. $\text{C}_{16}\text{H}_{16}\text{O}_2$ von unbekannter Struktur.

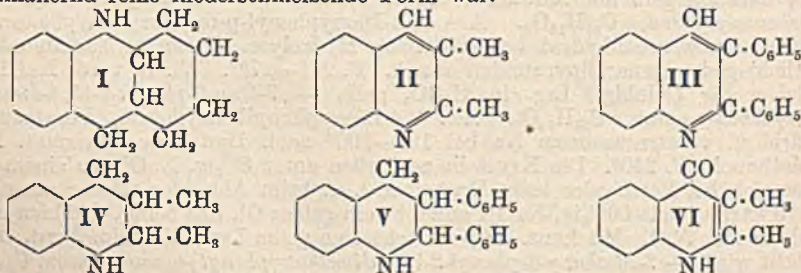
Versuche. 7-Oxy-3-phenyl-2-styrylbenzo- γ -pyron, $\text{C}_{23}\text{H}_{16}\text{O}_3$. Aus 7-Cinnamoyloxy-3-phenyl-2-styrylbenzo- γ -pyron u. KOH in A. Ganz schwach gelbe Nadeln aus A. F. 298° (schwache Zers.). Wl. in A. Die gelbe Lsg. in h. verd. NaOH gibt beim Abkühlen ein Gel u. setzt langsam haarfeine Gebilde ab. L. in konz. H_2SO_4 citronengelb mit grünlichblauer Fluorescenz. — 5,7-Dioxy-2,3-diphenylbenzo- γ -pyron, $\text{C}_{21}\text{H}_{14}\text{O}_4$. Aus 2,4,6-Trioxyphenylbenzylketon, Benzoesäureanhydrid u. Natriumbenzoat bei 180—190°; man hydrolysiert das Prod. mit alkoh.-wss. KOH. Schwach gelbe Prismen aus Eg. F. 252°. L. sich in h. NaOH zu einer schwach gelben Lsg., die beim Abkühlen zu einem Gel erstarrt. Lsg. in H_2SO_4 schwach gelb mit schwacher bläulicher Fluorescenz. — Bei Methylierung mit Dimethylsulfat u. KOH unterhalb 50° entsteht (neben dem Dimethyläther) 5-Oxy-7-methoxy-2,3-diphenylbenzo- γ -pyron, $\text{C}_{22}\text{H}_{16}\text{O}_4$. Schwach gelbe Tafeln aus Eg. F. 193—194°. Gibt in A. mit FeCl_3 eine violettrote Färbung. Unl. in wss. NaOH, gibt aber mit NaOH in A. oder Aceton gelbe Lsgg. — 5-Oxy-7-cinnamoyloxy-3-phenyl-2-styrylbenzo- γ -pyron, $\text{C}_{32}\text{H}_{22}\text{O}_5$. Aus 2,4,6-Trioxyphenylbenzylketon, Zimtsäureanhydrid u. Na-Cinnamat. Hellgelbe Nadeln aus Eg. F. 232°. Hält etwas Eg. hartnäckig zurück. Unl. in wss. NaOH, gibt mit FeCl_3 in A. eine schwache grünlichbraune Färbung. — Bei der Verseifung entsteht 5,7-Dioxy-3-phenyl-2-styrylbenzo- γ -pyron, $\text{C}_{23}\text{H}_{16}\text{O}_4$. Gelbe Prismen aus Eg. F. 281° (schwache Zers.). Hält ebenfalls Eg. fest. Die orangegelbe Lsg. in h. verd. NaOH gibt beim Abkühlen ein Gel. Lsg. in konz. H_2SO_4 gelb mit schwacher grüner Fluorescenz. — 2,4-Dioxyphenyl-p-methoxybenzylketon, $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_4$. Aus p-Methoxyphenylacetonitril, Resorcin, ZnCl_2 u. HCl in Ä. Hydrolyse des Ketamins durch Kochen mit W. Nadeln aus verd. A. F. 159°. L. in Alkali schwach gelb, gibt in A. rote FeCl_3 -Rk. — 7-Cinnamoyloxy-3-p-methoxyphenyl-2-styrylbenzo- γ -pyron, $\text{C}_{33}\text{H}_{24}\text{O}_5$. Aus 2,4-Dioxyphenyl-p-methoxybenzylketon. Schwach gelbe Prismen aus Eg. F. 221°. Verseifung liefert 7-Oxy-3-p-methoxyphenyl-2-styrylbenzo- γ -pyron, $\text{C}_{24}\text{H}_{18}\text{O}_4$. Gelbe Nadeln aus A. F. 304°. L. in h. Alkali gelb, beim Abkühlen Gelbldg. Die gelbe Lsg. in H_2SO_4 fluoresciert im ultravioletten Licht grün. — 7-Oxy-2-phenyl-3-p-methoxyphenylbenzo- γ -pyron, $\text{C}_{22}\text{H}_{16}\text{O}_4$. Aus 2,4-Dioxyphenyl-p-methoxybenzylketon, Na-Benzoeat u. Benzoesäureanhydrid bei 180—190°; man hydrolysiert das Benzoylderiv. (F. 193°) mit alkoh.-wss. KOH. Prismen aus A. F. 264°. L. in Alkali gelb; keine Gelbldg.; in H_2SO_4 gelb ohne Fluorescenz. — 5,7-Dioxy-2-phenyl-3-p-methoxyphenylbenzo- γ -pyron, $\text{C}_{22}\text{H}_{16}\text{O}_5$. Aus 2,4,6-Trioxyphenyl-p-methoxybenzylketon. Schwach gelbe Nadeln aus A. F. 230 bis 231°. Acetylverb. Nadeln aus Methanol. F. 196—197°. — 7-Oxy-3-phenyl-2-p-methoxyphenylbenzo- γ -pyron, $\text{C}_{22}\text{H}_{16}\text{O}_4$. Aus 2,4-Dioxyphenylbenzylketon, Anissäureanhydrid u. Na-Anisat bei 180° nach Hydrolyse des Rk.-Prod. Schwach gelbe prismat. Nadeln. F. 288°. L. in h. verd. NaOH schwach gelb, beim Abkühlen Gelbldg., in H_2SO_4 schwach gelb mit schwacher blauer Fluorescenz. — 7-Oxy-2,3-bis-p-methoxyphenylbenzo- γ -pyron, $\text{C}_{23}\text{H}_{18}\text{O}_5$. Aus 2,4-Dioxyphenyl-p-methoxybenzylketon, Na-Anisat u. Anissäureanhydrid bei 180° nach Hydrolyse. Prismat. Nadeln oder (gelegentlich) gedrungene Bipyramiden aus A. F. 271—272°. Wl. in verd. NaOH ohne Anzeichen für Gelbldg. Lsg. in H_2SO_4 gelb. — 7-Oxy-3-phenyl-2-[3,4-dimethoxyphenyl]-benzo- γ -pyron, $\text{C}_{24}\text{H}_{20}\text{O}_5$. Aus 2,4-Dioxyphenylbenzylketon, Veratrumäureanhydrid u. veratrumsaurem Na bei 190—200° nach Hydrolyse. Prismat. Nadeln aus Methanol. F. 240°. Die Krystalle zerfließen unter 80°/ig. NaOH zu einem gelben Öl, das sich bei Verd. oder beim Erwärmen l. u. beim Abkühlen wieder ausscheidet; beim Erwärmen mit 50°/ig. NaOH entsteht ein gelbes Öl, das beim Abkühlen erstarrt u. sich in viel W. l. Mit konz. HCl entsteht eine gelbe Lsg., die beim Verd. entfärbt u. gefällt wird. — 7-Methoxy-3-phenyl-2-[3,4-dimethoxyphenyl]-benzo- γ -pyron, $\text{C}_{24}\text{H}_{20}\text{O}_5$. Aus der vorigen Verb. mit Dimethylsulfat u. 50°/ig. KOH in Aceton. Prismen aus Methanol. F. 181°. — 2,5-Dioxyphenylbenzylketon, $\text{C}_{14}\text{H}_{12}\text{O}_3$. Aus 2,5-Dimethoxy-

phenylbenzylketon u. HJ (D. 1,7) in Eg. auf dem Wasserbad. Schwach gelbe Prismen aus CCl_4 . F. 109,5°. L. in A., mit FeCl_3 grün; Lsgg. in Alkalien gelb. — Gibt mit Benzoesäureanhydrid u. Na-Benzoat bei 180—190° nach Hydrolyse *6-Oxy-2,3-diphenylbenzo- γ -pyron*, $\text{C}_{21}\text{H}_{11}\text{O}_3$. Prismat. Nadeln aus Methanol. F. 258—260° (schwache Zers.). Lsg. in H_2SO_4 schwach gelb; im Ultraviolett schwache grünlichblaue Fluorescenz. Na-Salz, gelbe Blättchen. — *7-Oxy-3-phenyl-4-benzylcumarin*, $\text{C}_{22}\text{H}_{14}\text{O}_3$. Aus 2,4-Dioxyphenylbenzylketon, Phenylelessigsäureanhydrid u. phenylelessigsäurem Na bei 180° nach Hydrolyse. Bipyramiden aus A. F. 232°. Lsgg. in Alkali u. in H_2SO_4 fast farblos mit blauer Fluorescenz. *Methyläther*, $\text{C}_{23}\text{H}_{18}\text{O}_3$. Prismen aus A. F. 183 bis 184°; ll. in alkoh. KOH (gelb). — Ein Vers. zur Darst. des Oxycumarins aus α,γ -Diphenylacetessigester, Resorcin u. konz. H_2SO_4 lieferte *1,3-Dioxy-2-phenyl-naphthalin*; beim Erhitzen von 2,4-Dioxyphenylbenzylketon mit Na-Phenylacetat u. Acetanhydrid beteiligt sich das Na-Salz nicht an der Rk.; man erhält *7-Acetoxy-3-phenyl-2-methylbenzo- γ -pyron*. — *7-Oxy-3,4-dibenzylcumarin*, $\text{C}_{23}\text{H}_{18}\text{O}_3$. Aus Benzylresacetophenon, Phenylelessigsäureanhydrid u. Na-Phenylacetat bei 160°. Scheinend dimorph, Prismen aus Methylalkohol, F. 220°, Nadeln aus den Mutterlaugen, F. 210°, Misch-F. 217°. L. in H_2SO_4 mit starker, in Alkali mit schwacher blauer Fluorescenz, in alkoh. KOH schwach gelb mit grünlichblauer Fluorescenz. *Methyläther*, $\text{C}_{24}\text{H}_{20}\text{O}_3$. Prismat. Nadeln aus A. F. 144°. Das Oxycumarin war aus 2,4-Dioxyphenylbenzylketon, Na- β -Phenylpropionat u. Acetanhydrid nicht darstellbar. — *2,3-Dimethoxybenzonitril*, $\text{C}_8\text{H}_9\text{O}_2\text{N}$. Aus 2,3-Dimethoxybenzaloxim, Acetanhydrid u. Na-Acetat. Prismen aus PAe. F. 47°. Kondensiert nicht mit $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{CH}_2\text{MgCl}$. — *Verb. $\text{C}_{19}\text{H}_{16}\text{O}_2$* . Aus Guajacol, α -Phenylacetessigester u. P_2O_5 in Xylol bei 120—140°. Tafeln aus Methanol. F. 203°. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2897—2907. Dez. Oxford, Dyson Perrins Labor.)

OSTERTAG.

Sydney Glenn Preston Plant und Reginald John Rosser, Stereoisomeriefälle bei substituierten 1,2,3,4-Tetrahydrochinolinen. Infolge der möglichen cis- u. trans-Verknüpfung hydrierter Ringe können z. B. beim Octahydroacridin (I) u. in ähnlichen Fällen 2 Isomere auftreten, deren relative Ausbeuten sich nicht nur nach den in den betreffenden Formen vorhandenen Spannungen richten, sondern auch von den Bedingungen abhängen, unter denen die diese Körper liefernden Redd. ausgeführt werden, (PERKIN u. PLANT, C. 1928. I. 2616). Um den letzteren Faktor näher kennen zu lernen, untersuchen Vff. die Red. von *2,3-Dimethylchinolin* (II) u. *2,3-Diphenylchinolin* (III) unter verschiedenen Bedingungen, wobei gleichfalls cis-trans-Isomere möglich sind, deren Isomerie aber nicht durch verschiedenartige Verknüpfung der beiden Ringe, sondern durch die räumlichen Verhältnisse am h y d r i e r t e n Pyridinring selbst bedingt ist. In der Tat wurden in jedem Falle 2 Isomere erhalten, u. zwar war bei II das Verhältnis der höherschmelzenden zur niederschmelzenden Form (IV) bei Verwendung von Sn u. alkoh. HCl 1:10, von Zn u. alkoh. HCl 4:3; bei elektrolyt. Red. 8:3; bei Anwendung von Na u. A. 1:1. Im Falle der Base III wurde mit Sn u. alkoh. HCl, sowie bei katalyt. Red. mit kolloidem Pt nur das höherschmelzende Tetrahydroderiv. V erhalten, mit Zn u. alkoh. HCl oder mit Na u. A. ein Gemisch der beiden Isomeren.

Aus *2,3-Dimethylchinolon* (VI) u. Na-Amalgam entsteht — unter Zwischenbildg. von II — ein Gemisch der beiden Formen IV im Verhältnis 4:3. Ein ähnliches Gemisch hat schon FERRATINI (Gazz. chim. Ital. 23. II. 409) erhalten, während das von BRAUN, GMELIN u. SCHULTHEISS (C. 1923. III. 307) erhaltene Prod. der Formel IV die annähernd reine niederschmelzende Form war.



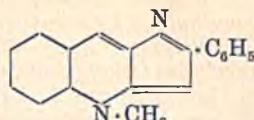
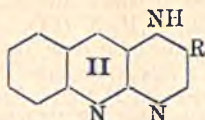
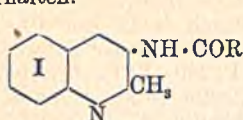
Versuche. *2,3-Dimethylchinolin* (II). Aus PAe. farblose Prismen. F. 68°. Aus Isatin, Methyläthylketon u. wss. NaOH am Dampfbad, Ansäuern u. Decarboxy-

lieren bei 310—350°, Trennung von nebenher entstandenem 2-Äthylchinolin über das Pikrat. F. 228°. Chlorhydrat, farblose Prismen aus A., F. 244°. — Höhschmelzendes 2,3-Dimethyl-1,2,3,4-tetrahydrochinolin, $C_{11}H_{15}N$ (IV). Aus I durch Red. Aus Pae. farblose Prismen. F. 38—39°. Trennung von dem Isomeren auf Grund der Schwerlöslichkeit des Chlorhydrats, $C_{11}H_{15}NCl$, aus A. farblose Prismen, F. 240—243°. Benzoylderiv., $C_{18}H_{19}ON$, aus A. farblose Prismen, F. 92°. Pikrat, hellgelbe Prismen aus A., F. 78°. — Niederschmelzendes 2,3-Dimethyl-1,2,3,4-tetrahydrochinolin, $C_{11}H_{15}N$. Öl; neben dem vorigen; Isolierung als Benzoylverb., $C_{18}H_{19}ON$, aus A. farblose Prismen, F. 96—97°. Chlorhydrat, $C_{11}H_{15}NCl$, farblose Nadeln, F. 169—170°. — 2,3-Diphenylchinolin (III). Aus A. farblose Prismen, F. 215°. Darst. nach PFITZINGER (Journ. prakt. Chem. [2] 56. 315). — Höhschmelzendes 2,3-Diphenyl-1,2,3,4-tetrahydrochinolin, $C_{21}H_{19}N$ (V). Aus III durch Red. Trennung von dem Isomeren auf Grund der geringeren Löslichkeit in k. Chlf. Aus A. farblose Prismen, F. 130—131°. Chlorhydrat, $C_{21}H_{20}NCl$, aus A., F. 198—199°. Nitrosamin, $C_{21}H_{19}ON_2$, aus A. blaßgelbe Prismen, F. 150°. Acetylderiv., mit Acetanhydrid dargestellt, aus A. farblose Prismen, F. 145°. — Niederschmelzendes 2,3-Diphenyl-1,2,3,4-tetrahydrochinolin, $C_{21}H_{19}N$ (V). Aus A. farblose Prismen, F. 92°. Isolierung über das Chlorhydrat, $C_{21}H_{20}NCl$, aus A. farblose Prismen, F. 239—242°. Nitrosamin, $C_{21}H_{19}ON_2$, aus A. Nadelbüschel, F. 238°. — 2,3-Dimethylchinolon, $C_{11}H_{11}ON$ (VI). Darst. durch Erhitzen von β -Anilido- α -methylcrotonsäureäthylester, gewonnen durch aufeinanderfolgende Kondensation von Acetessigestern mit Anilin u. Chlorzink sowie Natrium u. Jodmethyl. Aus W. farblose Prismen, F. 319—320°. Chlorhydrat, aus A. farblose Prismen, F. 248—249°. (Journ. chem. Soc., London 1929. 1861—70. Sept. Oxford.) BERGMANN.

St. Weil, R. Jakobson und B. Dawidowicz, Kondensation der Brenztraubensäure mit aromatischen Aminen und Aldehyden. III. (II. vgl. C. 1928. II. 448.) α -*m*-, γ -Methylenedioxyphenyl-*o*-methoxychinolin- γ -carbonsäure, $C_{15}H_{13}O_5N$, erhalten durch Kochen äquimolarer Teile Brenztraubensäure, *o*-Anisidin u. Piperonal in A. Gelbe Krystalle aus A. (mit 2,5 Moll. H_2O), F. 192—194°. — α -*m*-Methoxy-*p*-oxyphenyl-*o*-methoxychinolin- γ -carbonsäure, $C_{18}H_{15}O_5N$, Bldg. analog aus Brenztraubensäure, *o*-Anisidin u. Vanillin. Gelbe Krystalle aus A. (mit 2 Moll. H_2O); unl. in Lg. u. Bzn., l. in A. u. Essigsäure; das entwässerte Prod. ist rot, F. 210° (sublimiert bei 120—130°); l. in Sodalslg. — α -*m*-Nitrophenyl-*o*-methoxychinolin- γ -carbonsäure, $C_{17}H_{12}O_5N_2$, durch Zutropfenlassen von Brenztraubensäure zur sd. alkoh. Lsg. von *o*-Anisidin u. *m*-Nitrobenzaldehyd. Gelbe Krystalle (aus Aceton + CH_3OH), F. 252—253° (Zers.); l. in Essigsäure, weniger ll. in A. u. Aceton. — α -*o*-Methoxyphenyl- β - γ -dimethylaminophenyl- δ , ϵ -diketopyrrolidin, $C_{19}H_{20}O_3N_2$, durch Zutropfen von Brenztraubensäure zur absol. äth. Lsg. von *o*-Anisidin u. Dimethylaminobenzaldehyd. F. 161°; l. in Toluol, Lg., besser in Aceton u. Ä.; l. in k. Chlf.; ll. in h. Bzl.; unl. in Sodalslg. — α -*o*-Oxyphenyl-*o*-methoxychinolin- γ -carbonsäure, $C_{17}H_{13}O_4N$ (+ $\frac{1}{2} H_2O$), analog aus *o*-Anisidin, Salicylaldehyd u. Brenztraubensäure in A.; gelbes Pulver aus Bzl.; F. 192—194°; l. in Sodalsg., Bzl., Essigsäure; wird durch konz. H_2SO_4 rot gefärbt. — α -Cinnamyl-*o*-methoxychinolin- γ -carbonsäure, $C_{19}H_{15}O_4N$, analog mit Zimtaldehyd. Gelbe Krystalle, F. 243 bis 244°; l. in A. u. Bzl.; unl. in W. — α -Dibromcinnamyl-*o*-methoxychinolin- γ -carbonsäure, $C_{19}H_{15}O_4NBr_2$, aus α -Cinnamyl-*o*-methoxychinolin-carbonsäure in Chlf. mit Br in Chlf. unter Eiskühlung. Orange; F. 175—178°; l. in A.; unl. in CS_2 , Lg. u. Bzl. — α -Dihydrocinnamyl-*o*-methoxychinolin- γ -carbonsäure, $C_{19}H_{17}O_4N$, durch Red. der Cinnamyl-*o*-methoxychinolin-carbonsäure mit Na-Amalgam. Krystalle aus verd. A.; F. 168—170°; unl. in W.; swl. in verd. A.; ll. in Chlf. u. Essigsäure. (Roczniki Chemji 9. 661—66. 1929. Warschau, Hygien. Inst.) SCHÖNFELD.

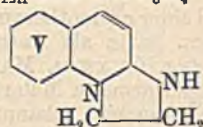
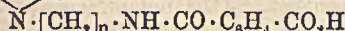
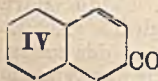
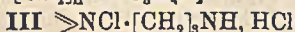
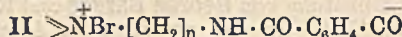
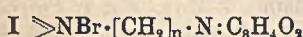
Gertrude Maud Robinson, Versuche zur Auffindung neuer Malariaabekämpfungsmittel. Einleitung von George Barger und Robert Robinson. I. Mitt. Einige Pyrrolochinolinderivate. In den vorliegenden Arbeiten (vgl. die folgenden Reff.) wird der chem. Teil einer chemotherapeut. Unters. über die Bekämpfung der Malaria beschrieben. Die Unters. hatte als Ausgangspunkte a) die Cinchonaalkaloide, b) die Harmalaalkaloide (vg. GUNN u. MARSHALL, Proceed. Roy. Soc. Edinburgh 15 [1920]. 145, nach denen Harmalin Malaria heilt, Harmin Rückfälle verhindert), c) das unter dem Namen Plasmochin bekannt gewordene synthet. 8-[Diäthylaminoisopentylamino]-6-methoxychinolin. — Derivv. des 2,3-Pyrrolo-(4'5')-chinolins (II, R = H, CH_3 oder C_6H_5) wurden durch Erhitzen von 3-Acylaminochinaldinen (I) mit $NaOC_2H_5$ auf 260 bis 270° erhalten (vgl. KOENIGS u. FULDE, C. 1927. II. 2758); zur gleichmäßigen Erhitzung wurde Cu-Pulver zugesetzt. Das Methylsulfat des 2'-Phenylpyrrolo-

chinolins wird durch NaOH zers., die Anhydriniumbase wurde nicht kristallisiert erhalten.



Versuche. *3-Formaminochinaldin* $C_{11}H_{10}ON_2$ (I, R = H). Man kocht 3-Amino-chinaldin mit Ameisensäure, bis eine Probe in W. keine Fluoreszenz mehr zeigt. Nadeln aus Bzl. oder W., F. 163°. — *2,3-Pyrrolo-(4',5')-chinolin* $C_{11}H_8N_2$ (II, R = H). Aus Formaminochinaldin, trockenem $NaOC_2H_5$ u. Kupferpulver bei 270° in H_2 -Atmosphäre. Cremefarbige Nadeln aus Essigester, F. 226°. L. in A. farblos mit blauer, in Säuren gelb mit grüner Fluoreszenz, die auch die beiden andern Verb. I zeigen. HCl-Salz, Nadeln, wl. in W. — *3-Acetaminochinaldin* $C_{12}H_{12}ON_2$ (I, R = CH_3). Aus 3-Amino-chinaldin u. Acetanhydrid. Krystalle aus Bzl., F. 165°. Hydrochlorid (Substanz „R“ [= Bezeichnung zur leichteren Verweisung aus dem später erscheinenden biol. auf den chem. Teil]). Schwach gelbe Tafeln aus alkoh. HCl, F. 151°. — *2,3-(2'-Methylpyrrolo)-(4',5')-chinolin* $C_{12}H_{10}N_2$ (II, R = CH_3). Aus Acetaminochinaldin, $NaOC_2H_5$ u. Cu-Pulver bei 260°. Andere Kondensationsmittel (ZnCl₂, Na in sd. Xylol, POCl₃, P₂O₅, K-Acetat, $NaNH_2$) waren ohne Wrkg. Strohgelbe Prismen aus Bzl. oder Essigester; hält auch nach 4 Stdn. bei 100° Krystalllösungsm. zurück, F. 262°. — *3-Benzamino-chinaldin* $C_{17}H_{14}ON_2$ (I, R = C_6H_5). Aus Amino-chinaldin, Benzoylchlorid u. K-Acetat in Eg. Nadeln als Bzl., anscheinend Bzl.-haltig, F. 161°. — *2,3-(2'-Phenylpyrrolo)-(4',5')-chinolin* $C_{17}H_{12}N_2$ (II, R = C_6H_5). Aus Benzaminochinaldin. Schwach gelbe Prismen aus Toluol oder gelbe Nadeln aus Essigester, F. 268°. HCl-Salz, außerordentlich ll. Acetat („R 18“), gelbe Nadeln. Sintert bei 120°, schm. bei 130°; zerfällt bei längerem Erhitzen auf 100° in die Komponenten. L. in schwacher Essigsäure. *Dimethylsulfat-verb.* $C_{19}H_{18}O_4N_2S$. Gelbe Nadeln aus A.-Ä., F. 345° (Zers.). L. in W. u. A. gelb mit bläulichgrüner Fluoreszenz. Gibt mit NaOH in h. W. *Anhydro-2,3-(2'-phenylpyrrolo)-(4',5')-chinolinmethylhydroxyd* $C_{18}H_{14}N_2$ (III). Orangefarbig, amorph. Sintert oberhalb 100° zu einem Harz zusammen. Die gelbe, fluoreszierende Lsg. in A. enthält wohl das Methylhydroxyd oder Äthylat; in Säuren werden die Methylsalze regeneriert. Mit Dimethylsulfat in Toluol entsteht das *Methylsulfat der Anhydrobase* (gelbe Nadeln, Legg. gelb mit grünlichblauer Fluoreszenz). (Journ. chem. Soc., London 1929. 2947 bis 2951. Dez. Manchester u. London, Univv.) OSTERTAG.

Tiruventaka Rajendra Seshadri, *Versuche zur Auffindung neuer Malaria-bekämpfungsmittel. H. Aminoalkylchinoliniumsalze und einige verwandte Verbindungen.* (I. vgl. vorst. Ref.) Aus β -Bromäthyl- u. γ -Brompropylphthalimid u. Chinolin, 6-Methoxychinolin u. Isochinolin wurden quaternäre Bromide, $\text{>NBr} \cdot [CH_2]_n \cdot N : C_8H_4O_2$ (I), hergestellt, die mit Ag_2O in W. in Betaine, $\text{>NBr} \cdot [CH_2]_n \cdot NH \cdot CO \cdot C_6H_4 \cdot CO^-$ (II) u. weiter mit konz. HCl in quaternäre Salze, $\text{>NCl} \cdot [CH_2]_3NH, HCl$ (III) (oder sofort in diese) übergeführt wurden. Die den letztgenannten Salzen entsprechenden Carbinolamine ließen sich nicht leicht oxydieren, doch wurden die Phthalimidosalze durch alkal. $K_3Fe(CN)_6$ -Lsg. leicht zu Chinolonen (IV) oxydiert, die sich glatt unter Abspaltung des Phthalsäurerests hydrolysieren lassen. — Die quaternären Bromide u. Chloride sind sehr hygroskop. u. halten bei 100° Krystalllösungsm. zurück. — β -Amino-äthylchinoliniumbromidhydrobromid gibt mit NaOH eine Base (wahrscheinlich V), die bald kristallisiert, verfärbt sich an der Luft, ist ll. in Ä., Bzl., Chlf. u. deshalb kein Ammoniumhydroxyd. HCl bildet das Ausgangssalz zurück.



Versuche. β -Phthalimidoäthylchinoliniumbromid, $C_{19}H_{16}O_2N_2Br$ (Typ I). Aus β -Bromäthylphthalimid u. Chinolin bei 100°. Prismen aus W. F. 264—265°. Pikrat, gelbe Tafeln aus W. F. 216—218°. — β -Aminoäthylchinoliniumsalze (Typ II). Bromid-

hydrobromid, $C_{11}H_{14}N_2Br_2$. Aus Phthalimidoäthylchinoliniumbromid u. bei 0° gesätt. HBr. Würfel aus wss. A. F. 275—277°. *Chloridhydrochlorid*, $C_{11}H_{14}N_2Cl_2$. Prismen aus wss. A. F. 270—271°. *Pikrat*, gelbe Würfel. F. 238—239°. — *1-β-Phthalimidoäthyl-2-chinolon*, $C_{19}H_{14}O_3N_2$. Aus β-Phthalimidoäthylchinoliniumbromid u. alkal. $K_3Fe(CN)_6$ -Lsg.; man erhält ein Gemisch mit 1-[β-2-Carboxybenzamidöthyl]-2-chinolon (Typ IV), das wegen der Leichtigkeit, mit der es in das Phthalimid übergeht, nicht isoliert werden konnte. Bei kurzem Erhitzen des Gemisches auf 100° erhält man Phthalimidoäthylchinolon, Tetraeder aus Eg. F. 272—273°. Swl. in A. Beim Erhitzen des Gemisches mit HCl auf 150° entsteht 1-β-Aminoäthyl-2-chinolonhydrochlorid, $C_{11}H_{13}ON_2Cl$, Tafeln aus A., F. 245—246°. *Pikrat*, gelbe Nadeln aus W. F. 225° (Zers.). — γ-Phthalimidopropylchinoliniumbromid, $C_{20}H_{17}O_2N_2Br$ (Typ I). Aus γ-Brompropylphthalimid u. Chinolin. Prismen aus A. F. 259—260°. Ll. in W. Hydrolyse gibt γ-Aminopropylchinoliniumsalze. *Bromidhydrobromid*, $C_{12}H_{16}N_2Br_2$, Rhomboeder aus wss. A. F. 271—273°. *Chloridhydrochlorid*, $C_{12}H_{16}N_2Cl_2$, Stäbchen aus wss. A. F. 267—268°. — 1-[γ-2-Carboxybenzamidopropyl]-2-chinolon, $C_{20}H_{18}O_3N_2$. Durch Oxydation von γ-Phthalimidopropylchinoliniumbromid mit $K_3Fe(CN)_6$ in alkal. Lsg. Prismen aus A. F. 153—154° (Zers.). Bei 100° haltbar, geht beim F. in 1-γ-Phthalimidopropyl-2-chinolon über, Würfel aus A., F. 149—150°. Die beiden letzteren Verbb. liefern mit HCl 1-γ-Aminopropyl-2-chinolonhydrochlorid, $C_{12}H_{15}ON_2Cl$, Nadeln aus A., F. 217—218°. — β-Phthalimidoäthyl-6-methoxychinoliniumbromid, $C_{20}H_{17}O_3N_2Br$. Aus 6-Methoxychinolin u. β-Bromäthylphthalimid bei 100°. Tafeln mit 1 H₂O aus W. F. 248—250° (Zers.). Wird bei 110° im Vakuum wasserfrei. *Pikrat*, goldgelbe Tafeln aus W. F. 199—200°. — Das Bromid gibt durch Umsetzung mit Ag₂O u. Hydrolyse mit sd. 15%ig. HCl β-Aminoäthyl-6-methoxychinoliniumchloridhydrochlorid („R. 12“), $C_{12}H_{16}ON_2Cl_2$. Nadeln aus A., F. 264—265°. *Pikrat*, F. 203—205°. — β-Aminoäthyl-6-oxychinoliniumchloridhydrochlorid („R. 9“), $C_{11}H_{14}ON_2Cl_2$. Aus dem Aminoäthylmethoxychinoliniumsalz u. konz. HCl bei 150—160°. Stäbchen aus A. + HCl. F. 267 bis 269°. Gibt mit FeCl₃ in W. Dunkelrotfärbung. *Pikrat*, gelbe Tafeln aus W., F. 248 bis 249° (Zers.). — 1-[β-2-Carboxybenzamidöthyl]-6-methoxy-2-chinolon, $C_{20}H_{18}O_3N_2$. Aus β-Phthalimidoäthyl-6-methoxychinoliniumbromid u. alkal. $K_3Fe(CN)_6$ -Lsg. Stäbchen aus A. F. 144—145° (Zers.). Geht bei 140—150° über in 1-β-Phthalimidoäthyl-6-methoxy-2-chinolon, $C_{20}H_{16}O_4N_2$ (Tafeln aus A., F. 188—189°, beständig gegen sd. konz. HCl); beim Kochen mit sd. 15%ig. HCl entsteht teils das Phthalimidoäthylmethoxychinolon, teils 1-β-Aminoäthyl-6-methoxy-2-chinolonhydrochlorid (R. 10“), $C_{12}H_{16}O_2N_2Cl$ (Nadeln aus A., F. 266—267°, wl. in A., ll. in W., *Pikrat*, gelbe Nadeln, F. 237°), das durch konz. HCl bei 150—160° zu 1-β-Aminoäthyl-6-oxo-2-chinolonhydrochlorid (R. 13“), $C_{11}H_{13}O_2N_2Cl$, demethyliert wird. Nadeln aus A. + HCl. F. 281—282° (Zers.). Gibt in W. mit FeCl₃ eine blaue, mit HNO₃ eine rote Färbung. *Pikrat*, goldgelbe Pyramiden. F. 254—256°. — γ-Phthalimidopropyl-6-methoxychinoliniumbromid, $C_{21}H_{19}O_3N_2Br$. Aus γ-Brompropylphthalimid u. 6-Methoxychinolin bei 100°. Krystalle mit ½ H₂O aus W., wird bei 110° im Vakuum wasserfrei. F. (wasserhaltig) 125—127°, erstarrt wieder beim Reiben u. schm. dann bei 198—200°. Ll. in Chlf. *Pikrat*, tiefgelbe Rhomboeder, F. 208—210°. Gibt mit Ag₂O *Anhydro-γ-o-carboxybenzamidopropyl-6-methoxychinoliniumhydroxyd*, $C_{21}H_{20}O_4N_2$ (Typ II) (Nadeln mit 3 H₂O aus W. oder A., sintert bei 140°, schm. bei 198—199° [Zers.], ll. in verd. HCl, unl. in k. verd. NaOH), woraus beim Kochen mit 15%ig. HCl γ-Aminopropyl-6-methoxychinoliniumchloridhydrochlorid („R. 6“), $C_{13}H_{18}ON_2Cl_2$, entsteht. Nadeln aus wss. A., F. 259—261° (Zers.). Demethylierung liefert γ-Aminopropyl-6-oxychinoliniumchloridhydrochlorid („R. 8“), $C_{12}H_{16}O_2N_2Cl_2$. Stäbchen aus A. + HCl. F. 274—276°. Gibt in W. mit FeCl₃ eine braunrote, mit NaOH eine gelbe Färbung. — 1-[γ-2-Carboxybenzamidopropyl]-6-methoxy-2-chinolon, $C_{21}H_{20}O_3N_2$. Prismen aus A. F. 164—165° (Zers.). Geht beim F. in 1-γ-Phthalimidopropyl-6-methoxy-2-chinolon, $C_{21}H_{18}O_4N_2$, Tafeln aus A., F. 149—150°, über; gibt beim Kochen mit 15%ig. HCl außer diesem Phthalimid 1-γ-Aminopropyl-6-methoxy-2-chinolonhydrochlorid (R. 7“), $C_{13}H_{17}O_2N_2Cl$, Nadeln aus wss. A., F. 239—240°. — 1-γ-Aminopropyl-6-oxo-2-chinolonhydrochlorid (R. 11“), $C_{12}H_{15}O_2N_2Cl$. Durch Demethylierung von Carboxybenzamid-, Phthalimido- oder Aminopropylmethoxychinolon. Tafeln aus A. + HCl. F. 277—279°. — β-Phthalimidoäthylisochinoliniumbromid, $C_{19}H_{15}O_2N_2Br$. Aus Isochinolin u. Phthalimidoäthylbromid bei 100°. Rhomboeder aus W. F. 291 bis 292°. Hydrolyse liefert β-Aminoäthylisochinoliniumsalze; *Chloridhydrochlorid*, $C_{11}H_{14}N_2Cl_2$, u. *Bromidhydrobromid*, $C_{11}H_{14}N_2Br$ (Prismen aus wss. A., F. 273—275°

u. 286—288°); mit Ag_2O entsteht das *Betainderiv.* (Typ II) (Tafeln aus A., F. 186 bis 189° [Zers.]); bei der Oxydation mit Ferricyanid 2-[β -o-Carboxybenzamidoäthyl]-isochinolin, Nadeln aus A., F. 167—168° unter Bldg. von 2- β -Phthalimidäthylisochinolon, $\text{C}_{19}\text{H}_{14}\text{O}_3\text{N}_2$, Nadeln aus A., F. 185—186°. — 2- β -Aminoäthylisochinolonhydrochlorid, $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{ON}_2\text{Cl}$, Blättchen aus A., F. 237—239°. — γ -Phthalimidopropylisochinolinumbromid, $\text{C}_{20}\text{H}_{17}\text{O}_2\text{N}_2\text{Br}$. Aus γ -Propylphthalimid u. Isochinolin. Rhomboider aus A. F. 243—245°. Ll. in A. u. W. Hydrolyse gibt γ -Aminopropylisochinolinumsalze (Bromidhydrobromid, $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{Br}_2$, Prismen aus wss. A., F. 228—229°, u. Chloridhydrochlorid, $\text{C}_{12}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{Cl}_2$, sehr hygroskop. Würfel aus A., F. 236—237°; sintert bei 135°); Oxydation gibt ein Prod., das mit 15%ig. HCl in 2- γ -Phthalimidopropylisochinolon, $\text{C}_{20}\text{H}_{16}\text{O}_3\text{N}_2$ (Nadeln aus A., F. 157—158°, unl. in Na_2CO_3) u. mit konz. HCl weiter in 2- γ -Aminopropylisochinolonhydrochlorid, $\text{C}_{12}\text{H}_{15}\text{ON}_2\text{Cl}$ (Nadeln aus A., F. 189—191°), übergeht. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2952—59. Dez. Manchester, Univ.) Og.

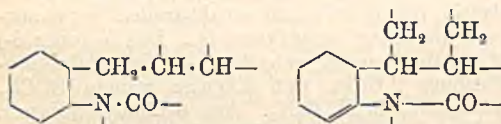
Alfred William Baldwin, *Versuche zur Auffindung neuer Malariaabekämpfungsmittel.* III. Einige substituierte Aminoalkylaminochinoline. (II. vgl. vorst. Ref.) 8-Aminochinolin läßt sich ebenso wie seine Derivv. in der NH_2 -Gruppe alkylieren, ohne daß der Ringstickstoff reagiert; bei 5-, 6- u. 7-Aminochinolin ist dies nicht der Fall. Da z. B. 6-Methoxy-8-butylaminochinolin wl. Salze gibt, wurde versucht, durch Einführung weiterer bas. Gruppen die Löslichkeit zu erhöhen. Einerseits wurde 5-Acetamino-6-methoxychinolin zum 8-Nitroderiv. nitriert u. dieses reduziert u. hydrolysiert; andererseits wurden durch Einw. von Bromalkylphthalimiden auf 8-Aminochinolinderivv. u. nachfolgende Hydrolyse 8-Aminoalkylaminochinoline erhalten, die gegebenenfalls im NH_2 der Seitenkette weiter alkyliert wurden. — 5-Acetamino-6-methoxychinolin, $\text{C}_{12}\text{H}_{12}\text{O}_2\text{N}_2$. Aus Aminomethoxychinolin u. Acetanhydrid. Nadeln aus W. Enthält W., das bei 100° abgegeben wird. F. 193° (wasserfrei). Gibt mit HNO_3 (D. 1,42) in H_2SO_4 unterhalb 15° 8-Nitro-5-acetamino-6-methoxychinolin, $\text{C}_{12}\text{H}_{11}\text{O}_4\text{N}_3$ (schwach gelbe Nadeln aus Methanol, F. 265° [Zers.]), das bei Red. mit Fe u. HCl in A. in 8-Amino-5-acetamino-6-methoxychinolin, $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{O}_2\text{N}_3$ übergeht. Strohgelbe Nadeln aus W., F. 207—208°. Daraus mit Butyljodid u. Na_2CO_3 in sd. Xylol 5-Acetamino-8-butylamino-6-methoxychinolin („R. 23“), $\text{C}_{16}\text{H}_{21}\text{O}_2\text{N}_3$. Schwach gelbe Nadeln aus Bzl.-Päe. F. 136°. Erhitzen mit konz. HCl liefert 5-Amino-8-butylamino-6-methoxychinolinhydrochlorid („R. 24“); die freie Base ist leicht oxydierbar. — 8-Butylamino-6-methoxychinolin, $\text{C}_{14}\text{H}_{18}\text{ON}_2$. Aus 8-Amino-6-methoxychinolin, Butyljodid u. Na_2CO_3 in sd. W. Nadeln aus wss. Methanol. F. 45°. $\text{C}_{14}\text{H}_{18}\text{ON}_2 + \text{HCl} + \text{H}_2\text{O}$ („R. 31“). Orangefelbe Nadeln aus Methanol durch Ä. F. 159—160°. Swl. in W. — „R. 29“ ist das HCl-Salz des 8-Amino-6-methoxychinolins. — 8-Amino-6-äthoxychinolin. Nadeln aus A. F. 67°. — 8-Butylamino-6-äthoxychinolin, $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{ON}_2$. Schwach braune Nadeln aus wss. Methanol. F. 38—39°. $\text{C}_{15}\text{H}_{20}\text{ON}_2 + \text{HCl}$ („R. 30“). Orangefelbe Tafeln aus A.-Ä. F. 171—172°. — α , γ -Di-[6-methoxy-8-chinolin]propan, $\text{C}_{23}\text{H}_{24}\text{O}_2\text{N}_4 = \text{CH}_3\text{O} \cdot \text{C}_6\text{H}_5\text{N} \cdot \text{NH} \cdot [\text{CH}_2]_6 \cdot \text{NH} \cdot \text{C}_6\text{H}_5\text{N} \cdot \text{OCH}_3$. Aus 8-Amino-6-methoxychinolin, Trimethylenbromid u. Na_2CO_3 in W. Nadeln aus A. F. 131—132°. HCl-Salz, rote Nadeln aus A., F. 222°; swl. in W. — 8- β -Phthalimidoäthylamino-6-methoxychinolinhydrobromid, $\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{O}_2\text{N}_3\text{Br}$. Aus 8-Amino-6-methoxychinolin u. β -Bromäthylphthalimid. Gelb. F. 246—247°. Hydrolyse mit 2,5 Moll. Hydrazinhydrat liefert 8- β -Aminoäthylamino-6-methoxychinolinindihydrochlorid („R. 34“), $\text{C}_{12}\text{H}_{17}\text{ON}_3\text{Cl}_2$, gelbe Nadeln aus A. F. 263—264°. Butylierung der Base gibt 8- β -Butylaminoäthylamino-6-methoxychinolin, dessen Hydrochlorid als „R. 35“ bezeichnet wird. — 8- γ -Phthalimidopropylamino-6-methoxychinolin, $\text{C}_{21}\text{H}_{19}\text{O}_2\text{N}_3$. Aus γ -Brompropylphthalimid u. 8-Amino-6-methoxychinolin. Schwach gelbe Nadeln aus A. F. 101—102°. HBr-Salz, gelbe Nadeln aus A., F. 221°. Hydrolyse mit 1,1 Mol. Hydrazinhydrat in A. gibt 8- γ -Aminopropylamino-6-methoxychinolinindihydrochlorid („R. 36“), $\text{C}_{13}\text{H}_{16}\text{ON}_3\text{Cl}_2$. Orange Nadeln aus A. F. 251—252°. Das zugehörige *N*-Butylderiv. ist „R. 37“, das *Isoamylderiv.* „R. 27“. — ϵ -Brom-*n*-amylphthalimid, $\text{C}_{13}\text{H}_{14}\text{O}_2\text{NBr}$. Aus α , ϵ -Dibrompentan, Phthalimid u. K_2CO_3 in sd. Xylol. Nadeln aus Päe. F. 61°. Daneben α , ϵ -Diphthalimidopentan, $\text{C}_{21}\text{H}_{18}\text{O}_4\text{N}_2$. Nadeln aus Essigsäure. F. 188°. — 8-[ϵ -Phthalimido-*n*-amylamino]-6-methoxychinolin, $\text{C}_{23}\text{H}_{23}\text{O}_2\text{N}_3$. Aus ϵ -Brom-*n*-amylphthalimid u. Aminomethoxychinolin. Nadeln aus A. F. 117 bis 118°. HBr-Salz, gelbe Nadeln aus A., F. 101—103°. Hydrolyse mit Hydrazinhydrat liefert 8-[ϵ -Amino-*n*-amylamino]-6-methoxychinolinindihydrochlorid („R. 38“), $\text{C}_{15}\text{H}_{23}\text{ON}_3\text{Cl}_2$, orangefelbe Nadeln mit 3 H_2O aus A. F. 83°. Das *Butylderiv.* gibt ein in W. wl. Hydrochlorid; „R. 39“ ist eine Lsg. der Base in wss. Milchsäure. —

8-γ-Phthalimidopropylamino-6-äthoxychinolin, $C_{22}H_{21}O_3N_3$. Schwach gelbe Nadeln aus A. F. 127°. Hydrolyse gibt *8-γ-Aminopropylamino-6-äthoxychinolin*dihydrochlorid („R. 25“), $C_{14}H_{21}ON_3Cl_2$, orangefarbene Nadeln mit H_2O aus A., F. 242°. Das *Butylderiv.* ist „R. 26“. — *8-Nitro-6-methylchinolin*. Bei der Darst. aus 3-Nitro-4-aminotoluol ersetzt man die von NOELTING u. TRAUTMANN (Ber. Dtsch. chem. Ges. 23 [1890]. 3669) empfohlene Pikrinsäure durch Arsensäure. F. 121—122°. Red. gibt *8-Amino-6-methylchinolin*, F. 58—60°. Daraus *8-γ-Phthalimidopropylamino-6-methylchinolin*, $C_{21}H_{19}O_2N_3$, strohgelbe Nadeln aus A., F. 123°, u. *8-γ-Aminopropylamino-6-methylchinolin*dihydrochlorid („R. 21“), $C_{13}H_{19}N_3Cl_2$, orange Nadeln aus A., F. 262°. Das *N-Butylderiv.* ist „R. 22“. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2959 bis 2965. Dez. Manchester u. London, Univv.) OSTERTAG.

Bibhucharan Chatterjee, Versuche zur Auffindung neuer Matriabekämpfungsmittel. IV. *β-Benzimidazolyläthylamin* und *β-5- (oder -6-) -äthoxybenzimidazolyläthylamin*. (III. vgl. vorst. Ref.) o-Phenylendiamin gibt mit 2 Moll. Bernsteinsäureanhydrid in sd. Xylol als einziges Rk.-Prod. das Succinat der *Benzimidazol-2-propionsäure* (vgl. MEYER u. LÜDERS, LIEBIGS Ann. 415 [1918]. 37). Diese Säure läßt sich nicht nach CURTIUS über das Hydrazid, wohl aber nach HOFMANN über das Amid abbauen u. liefert *β-Benzimidazolyläthylamin*, das trotz seiner strukturellen Verwandtschaft mit Histamin auch in großen Dosen physiolog. unwirksam ist. Das 5- (oder 6-) Äthoxyderiv. der Säure u. desamins wurden analog erhalten. — *Bernsteinsäureanhydrid*. Man erhitzt 100 g Bernsteinsäure 2 Stdn. mit 300 cem reinem $SOCl_2$. Ausbeute 96%. — *Benzimidazol-2-propionsäure*, $C_{10}H_{10}O_2N_2$. Aus o-Phenylendiamin u. Bernsteinsäureanhydrid in sd. Xylol. Nadeln aus W. F. 228°. Schmeckt sehr süß. $C_{10}H_{10}O_2N_2 + HCl$. Tafeln. F. 236—237°. *Succinat*, $2C_{10}H_{10}O_2N_2 + C_4H_6O_4$. Kristalle aus A. F. 182°. *Methylester*, $C_{11}H_{12}O_2N_2$. Würfel aus wss. Methanol. F. 144 bis 145°. *Äthylester*, F. 137°. *Amid*, $C_{10}H_{11}ON_3$, Tafeln aus A., F. 259—260° (Zers.). *Hydrazid*, $C_{10}H_{12}ON_4$. Nadeln aus A. F. 268° (Zers.). Bei Verss. zur Überführung ins Azid erhielt Vf. die Säure zurück. — *β-Benzimidazolyläthylamin*. Aus Benzimidazolpropionsäureamid u. $NaOCl$. Zähes Fl. $C_9H_{11}N_3 + 2HCl$. Tafeln aus A. F. 270—272°. *Pikrat*, gelbe Tafeln aus wss. A. F. 193°. — *2-Nitro-4-äthoxysucciniansäure*, $C_{12}H_{14}O_6N_2$. Aus 3-Nitro-p-phenetidin u. Bernsteinsäureanhydrid in sd. Xylol. Gelbe Nadeln aus wss. A. F. 172—173°. — *3-Amino-p-phenetidin*. Aus 3-Nitro-p-phenetidin u. $SnCl_2$ -Hydrat in konz. HCl. — *5- (6-) Äthoxybenzimidazol-2-propionsäure*, $C_{12}H_{14}O_3N_2$. Aus 3-Amino-p-phenetidin u. Bernsteinsäureanhydrid in Xylol oder in geringer Ausbeute durch Red. von 2-Nitro-4-äthoxysucciniansäure mit Zinn u. Essigsäure. Nadeln aus W. F. 181°. Schmeckt nicht süß. $C_{12}H_{14}O_3N_2 + HCl$. Tafeln aus A.-Ä. F. 221°. *Methylester*, $C_{13}H_{16}O_3N_2$. Nadeln aus Ä.-Pae. F. 103°. *Amid*, $C_{12}H_{15}O_3N_3$. Pulver. F. 189°. — *β-5- (6-) Äthoxybenzimidazolyläthylamin*. Aus dem Amid. Zähes Fl. Erstarrt bei 0° nicht. $C_{11}H_{15}ON_3 + 2HCl$ („R. 19“). Tafeln aus A. F. 251—252° (Zers.). (Journ. chem. Soc., London 1929. 2965—68. Dez. Manchester, Univ.) OSTERTAG.

Bertie Kennedy Blount, William Henry Perkin jun. und Sydney Glenn Preston Plant, Stereoisomeriefälle in polycyclischen Systemen. VI. Mitt. (V. vgl. C. 1929. I. 75.) Während *Tetrahydroacridin* (I) bei der Red. beide (infolge von cis- oder trans-Verknüpfung der Ringe) isomere *Octahydroacridine* II liefert, entsteht aus *Tetrahydroacridon* (III) nur eines. Derselbe Fall findet sich beim *11-Keto-5,7,8,9,10,11-hexahydroheptachinolin* (IV). Vff. untersuchen die Red. von *12-Keto-2,3,5,12-tetrahydro-β-chininden* (V) zum *Hexahydro-β-chininden* (VI), dessen beide Formen bei der Red. von *2,3-Dihydro-β-chininden* (VII) schon früher erhalten worden waren. Es entstanden in diesem Falle beide Isomeren, die in Form ihrer Benzoylvorb. getrennt werden konnten. Die relativen Ausbeuten von beiden verhalten sich wie 1:15 (bei der Red. von VII wie 1:3; jedoch findet nicht etwa nachträgliche Umwandlung der Isomeren ineinander statt). — Die Darst. von V kann nicht wie die von III aus Anthranilsäure (u. Cyclopentanon) erfolgen, da hierbei nur eine unaufgeklärte Verb. $C_{17}H_{19}O_2N$ vom F. 272° erhalten wurde. Bei der Einw. von Anilin auf Cyclopentan-1-on-2-carbonsäure-äthylester jedoch entstand VIII, das bei 260° in V überging. Analog reagiert *Cyclohexan-1-on-2-carbonsäureester* mit Anilin. Unter anderen Bedingungen entsteht bei letzterer Rk. im Gegensatz zu den Angaben von KÖTZ u. MERKEL (C. 1909. I. 854) *Cyclohexan-1-on-2-carbonsäureanilid* (IX), das beim Erhitzen mit konz. H_2SO_4 in *9-Keto-5,6,7,8,9,10-hexahydrophenanthridin* übergeht. — Im Gegensatz zu Cyclopentanon reagiert *α-Hydrindon* mit Anthranilsäure n. unter Bldg. von XI. — Analog

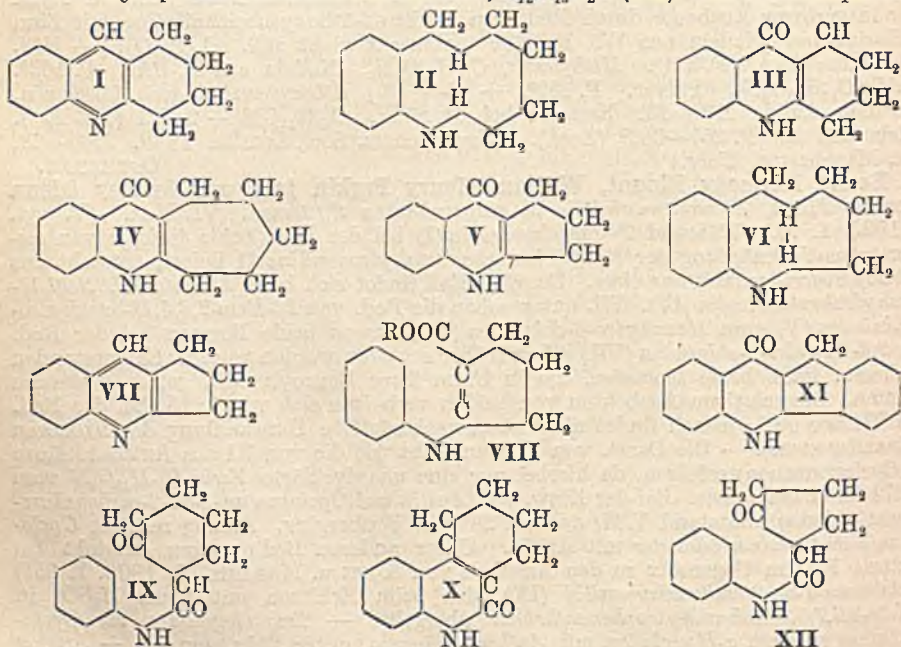
der Bldg. von IX verläuft die von XII, das mit konz. H_2SO_4 in 5-Keto-2,3,5,6-tetrahydro- α -chininden (XIII) übergeht. Die Red. mit Na-Amalgam in Ca führt XIII in XIV über, von dem die beiden möglichen Isomeren isoliert werden konnten. Deren Red. führte jedoch nur zu einer Hexahydroverbb. XV, was nur dadurch erklärt werden kann, daß die aus den beiden Formen von XIV zunächst gebildeten beiden sekundären Alkohole XVI unter Bldg. von XVII W. verlieren — wobei der Grund für die Isomerie verschwindet —, u. daß XVI weiter zu XVII reduziert wird. — Erfolgrlos blieb der Vers., 2,3-Dihydro- α -chininden zu synthetisieren, da das Aldehydanil XIX des Cyclopentan-1-on-2-als mit konz. H_2SO_4 eine Sulfosäure liefert, der vielleicht (nach analogen Beobachtungen von BORSCHKE, C. 1911. I. 156, in der Cyclohexanreihe) Formel XX zukommt. — Verb. XV diente den Vff. weiter zur Entscheidung des folgenden Problems: Aus Gründen der Bruceinchemie wurden einige Verb. aus diesen Mitt. auf ihr Verh. gegen $K_2Cr_2O_7$ u. H_2SO_4 untersucht u. in drei Klassen gruppiert. Die erste, die sich durch eine recht beständige carminrote Farbrk. auszeichnet, enthält Substanzen mit N-Acyltetrahydrochinolinstruktur, die zweite, deren Farbrk. durch ein weniger beständiges Blau gegeben ist, solche mit N-Acyldihydroindolskelett. Die Substanzen der dritten Gruppe geben keine Farbrk. — An sich wäre auch der allgemeinere Schluß möglich,

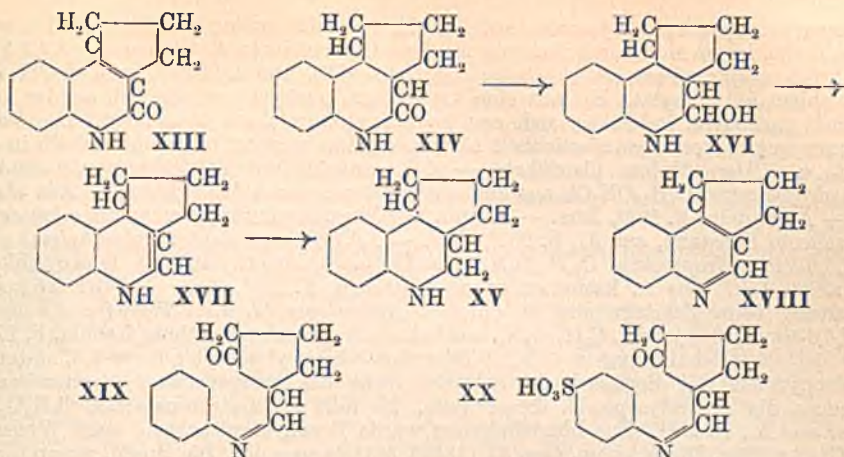


daß für Gruppe 1 bzw. 2. die nebensteh. Anordnungen maßgebend sind. Die rote Farbrk. der 6-Benzoylverb. von XVI erweist nun die Unzulässigkeit des letzteren

Schlusses. Vff. weisen darauf hin, daß die neue Strychninformel von PERKIN u. ROBINSON (C. 1929. H. 1304) im Gegensatz zu allen früheren Formeln ein N-Acyldihydroindolskelett besitzt, womit die blaue Farbrk. des Strychnins mit $K_2Cr_2O_7$ u. H_2SO_4 in bester Übereinstimmung steht.

Versuche. 12-Keto-2,3,5,12-tetrahydro- β -chininden, $C_{12}H_{11}ON$ (V). Durch 14-tägiges Stehen von Cyclopentan-1-on-2-carbonsäureäthylester u. Anilin u. Erhitzen des erhaltenen Esters VIII auf 260° . Aus A. rechtwinklige Platten vom F. 327° . Die Red. zu den beiden Formen von VI wurde mit Na-Amalgam u. sd. A. im CO_2 -Strom ausgeführt. — 14-Keto-7,14-dihydrobenzo- β -chininden, $C_{18}H_{11}ON$ (XI). Aus α -Hydrindon u. Anthranilsäure im Ölbad bei 210° . Aus Cyclohexanon braune Prismen, F. oberhalb 360° . — Cyclopentan-1-on-2-carbonsäureanilid, $C_{12}H_{13}O_2N$ (XII). Aus dem entsprechen-

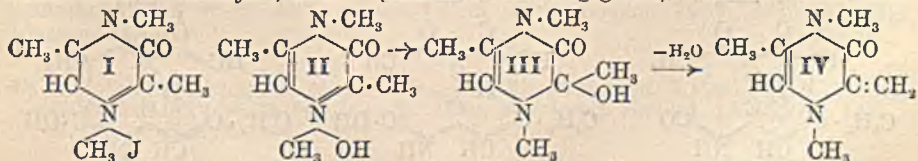




den Ester u. Anilin durch 2 Min. langes Kochen. Aus Bzn. farblose Nadeln, F. 104°. — *5-Keto-2,3,5,6-tetrahydro-α-chininiden*, $C_{12}H_{11}ON$ (XIII). Aus dem vorigen mit konz. H_2SO_4 bei 100°. Aus 70%ig. Essigsäure lange dünne Nadeln vom F. 256°. — Zwei *5-Keto-2,3,4,5,6,13-hexahydro-α-chininidene*, $C_{12}H_{13}ON$. Aus dem vorigen mit Na-Amalgam u. sd. A. Trennung durch wiederholte Krystallisation aus Bzl. oder A., worin die niederschmelzende Form B, dünne, hexagonale Platten vom F. 135,5°, schwerer l. ist. A bildet aus Ä. Prismen vom F. 210—211°. — *2,3,4,5,6,13-Hexahydro-α-chininiden*, $C_{12}H_{15}N$ (XV). Aus dem vorigen mit Na u. sd. A. Reinigung über die *6-Benzoylverb.*, $C_{19}H_{19}ON$, aus Methylalkohol farblose rhomb. Platten vom F. 95°. Die Base entsteht daraus mit KOH in W. u. A., farblose Nadeln aus PAe., F. 42,5°. *Phenylisonitrilderiv.*, $C_{19}H_{20}ON_2$, aus verd. A. farblose Prismen vom F. 99°. *Pikrat*, gelbe Nadeln aus A. F. 168°. — *Aldehydamid des Cyclopentan-1-on-2-als*, $C_{12}H_{13}ON$ (XIX). Aus 2-Oxymethylcyclopentan-1-on (WALLACH u. STEINDORFF, C. 1903. II. 1321) u. Anilin. Gelbe Nadeln vom F. 174°. — *Sulfosäure*, $C_{12}H_{13}O_4NS$ (XX?). Aus dem vorigen mit konz. H_2SO_4 bei 100°. Aus W. blaßgelbe Nadeln. — *1-Anilino-cyclohexen-1-carbonsäureäthylester-(2)*, $C_{15}H_{19}O_2N$. Aus Cyclohexan-1-on-2-carbonsäure-äthylester u. Anilin analog VIII. Aus CH_3OH farblose Prismen vom F. 58,5°. Erhitzen auf 265° liefert III. — *Cyclohexan-1-on-2-carbonsäureamid*, $C_{13}H_{15}O_2N$ (IX). Aus dem entsprechenden Ester u. Anilin durch 2 Min. langes Kochen. Farblose Prismen aus Bzl.-PAe., F. 105°. — *9-Keto-5,6,7,8,9,10-hexahydrophenanthridin*, $C_{13}H_{13}ON$ (X). Aus dem vorigen u. konz. H_2SO_4 bei 100° (15 Min.). Aus 70%ig. Essigsäure farblose Platten vom F. 267—268°. (Journ. chem. Soc., London 1929. 1975—87. Sept. Oxford.) BERG.

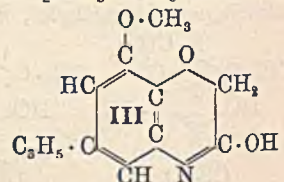
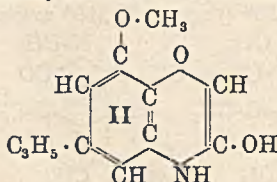
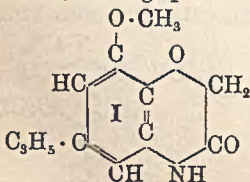
Jñanendra Nath Rāy, *6- oder 8-Nitro-1-phenylphthalazin: Eine Korrektur*. Die von AGGARWAL, DARBARI u. RAY (C. 1929. II. 2567) aus *m*-Nitrobenzaldehydhydrazonhydraton mit $POCl_3$ gewonnene als *6- oder 8-Nitro-1-phenylphthalazin* bezeichnete Verb. erwies sich bei nachträglicher Unters. als verunreinigtes *m*-Nitrobenzaldehydhydrazon. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2661. Nov., Lahore, Univ.) BEHRE.

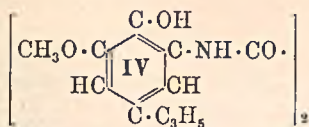
C. Gastaldi und E. Princivale, *Über Pyrazinsalze*. IV. (III. vgl. C. 1929. I. 658.) Einw. von KOH auf I bewirkt keine Ringöffnung, sondern es bildet sich IV, wahrscheinlich in der Rk.-Folge II, III, IV. Hier besteht augenscheinlich eine nahe Beziehung zwischen Pyrazin-, Pyridin-, Chinolin-, Isochinolin- u. Indolverb. in der Isomerisation der quarternären Ammoniumbase in die Pseudobase. — Das *Jodmethylat des 1,2,5-Trimethyl-6-oxo-1,6-dihydropyrazins* wird hergestellt wie (C. 1929. I. 658) angegeben, wobei es geraten ist, 10 Stdn. auf 70° zu erhitzen. Neben dem schon beschriebenen Jodmethylat, F. 220° (damals F. 215° angegeben), entstehen noch kleine



Mengen eines anderen Pyrazinsalzes, F. 245°, über das später berichtet werden soll. Die Verb. lassen sich durch ihre verschiedene Löslichkeit in A. trennen. — *1,2,4-Trimethyl-5-methylen-6-oxo-1,4,5,6-tetrahydropyrazin* (IV), durch Einw. von KOH auf das obige Jodmethylat. Es fällt eine krystallin. Substanz aus, die sich an der Luft schnell verändert, indem sie sich erst kastanienbraun, dann blau färbt. Die Verb. konnte wegen ihrer Veränderlichkeit nicht analysiert werden, u. wurde deshalb in die *Jod- u. Chlormethylate* überführt. — *Chlormethylat des 1,2,5-Trimethyl-6-oxo-1,6-dihydropyrazins*, $C_8H_{13}ON_2Cl$, aus der vorigen Verb. durch Methylchlorid. Aus absol. A. + A. Nadeln, F. 203°, Zers. — IV gibt mit Phenylhydrazin in essigsaurer Lsg. eine kirschrote Substanz, aus A., F. 201°, Zers. — *1,2,4-Trimethyl-5-benzoylmethylen-6-oxo-1,4,5,6-tetrahydropyrazin*, $C_{15}H_{16}O_2N_2$, aus IV (als Jodmethylat) mit Benzoylchlorid in alk. Lsg. Aus A. kastanienbraune Blättchen, F. 165°, Zers. Bei der Hydrolyt. Spaltung beim Erhitzen mit W. entsteht *Acetophenon* u. *1,2,4-Trimethyl-5,6-dioxo-1,4,5,6-tetrahydropyrazin*, $C_7H_{10}O_2N_2$, aus Bzl. weiße, manchmal röthliche Nadeln, F. 170°. — Bei der Behandlung von *1,2,4-Trimethyl-5-benzoylmethylen-6-oxo-1,4,5,6-tetrahydropyrazin* mit Semicarbazid entsteht nicht das entsprechende Semicarbazon, sondern die Hydrolyseprodd. dieser Verb. Es fällt *Benzoylsemicarbazid*, $C_8H_9O_2N_3$, aus; aus A., F. 225°. Zur Identifizierung wurde Benzoylsemicarbazid nach WIDMANN u. CLEVE (Ber. Dtsch. chem. Ges. 31 [1898]. 381) dargestellt. Die Prodd. waren ident. Der F. des Benzoylhydrazins wird in der Literatur verschieden angegeben: F. 214° (Journ. prakt. Chem. 84 [1911]. 811), 240° (Compt. rend. Acad. Sciences 163 [1916]. 237. 305), was vielleicht, wie BOUGAULT meint, daran liegt, daß die Verb. in zwei Formen auftreten kann. (Gazz. chim. Ital. 59. 751—57. Nov. 1929. Sassari, Univ.) FIEDLER.

E. Puxeddu und G. Sanna, Ketophenmorpholinsynthesen aus 5-Amino Eugenol. II. Mitt. (I. vgl. C. 1929. II. 2897.) Vf. führt die Ketophenmorpholinsynthese aus 5-Chloracetylaminoeugenol jetzt anstatt mit alkoh. KOH, mit Diäthylamin aus. Während nach EINHORN u. OPPENHEIMER (LIEBIGS Ann. 311 [1900]. 156; vgl. auch PUXEDDU, SANNA, C. 1929. II. 2879) bei der Einw. von Diäthylamin auf die Chloracetylderiv. von Aminoöxyssäuren neben morpholinartigen Verb. unter anderem auch Glykokollderiv. entstehen sollen, finden Vf. diese nicht bei der Einw. von Diäthylamin auf 5-Chloracetylaminoeugenol. — Bei der Einw. von Brom auf 6-Allyl-4-methoxy-2-oxophenmorpholin entstehen, wie in der I. Mitt. (l. c.) berichtet, zwei Bromderiv., das eine mit dem F. 183° (damals F. 175° angegeben) u. das andere F. 125°. Die beiden Bromderiv. enthalten nicht, wie früher gefunden, verschiedene Mengen Brom, sondern der Bromgeh. hat sich bei besserer Reinigung der Substanzen als gleich erwiesen. Vf. sind jetzt der Meinung, daß die Doppelbindung der Allylkette sich mit Brom abgesätt. hat, u. daß die beiden Bromderiv. Isomere sind. Die Art der Isomerie läßt sich sehr wahrscheinlich durch eine der möglichen tautomeren Formeln des Ketophenmorpholins wiedergeben (vgl. I, II u. III). — Bei der Einw. von Oxalylchlorid auf 5-Amino Eugenol entstehen zwei chlorfreie Verb., die wahrscheinlich cis-trans-Isomere sind. — *6-Allyl-4-methoxy-2-oxophenmorpholin*, ident. mit der in der I. Mitt. beschriebenen Verb., wird durch Einw. von Diäthylamin auf 5-Chloracetylaminoeugenol in Pyridinlsg. unter Eiskühlung, oder in k. absol. A. gewonnen. — Die Einw. von Diäthylamin auf das Dibromderiv. des 5-Acetylaminoeugenols (vgl. C. 1929. II. 2897) verläuft auch unter Ring-schluß u. Bldg. der beiden schon erwähnten Dibromderiv. des Ketophenmorpholins. Auch bei der Einw. von Brom auf 6-Allyl-4-methoxy-2-oxophenmorpholin entstehen die beiden Verb.: *6-β,γ-Dibrompropyl-4-methoxy-2-oxophenmorpholin*, $C_{12}H_{13}O_3NBr_2$, durch Einw. von Brom auf das Morpholin in Chlf. Das eine der entstandenen Isomeren ist I., das andere unl. in Lg. Nach wiederholtem Extrahieren mit Lg. wird das Unl. in A. gel. u. mit W. ausgefällt. Tafelförmige Krystalle, F. 183°. Aus der Lg.-Lsg. wird das *isomere 6-β,γ-Dibrompropyl-4-methoxy-2-oxophenmorpholin*, $C_{12}H_{13}O_3NBr_2$, gewonnen, aus Lg. prismat. Nadeln, F. 125°. — *Oxalsäure-bis-[3-allyl-6-oxo-5-methoxy-*





Gebilde aus, F. 228°, das in Bzl. Unl. bildet prismat. Krystalle, F. 233°. Das chem. Verh. beider Verb., für die Vff. cis-trans-Isomerie annehmen, ist sehr ähnlich. (Gazz. chim. Ital. 59. 733—41. Okt. 1929. Cagliari, Univ.)

FIEDLER.

Adam Konopnicki und Jerzy Suszko, *Untersuchungen über Isochinidin*. (Roczniki Chemji 9. 640—60. 1929. — C. 1930. I. 232.)

SCHÖNFELD.

Atul Chandra Bose und William Doran, *Untersuchungen in der Steringruppe. V. Die Konstitution des Cholesterilens*. (IV. vgl. C. 1929. II. 754.) Bei Wiederholung der Verss. von Tschugaeff u. Fomin (Liebigs Ann. 375 [1910]. 288) wurde festgestellt, daß das „ β -Cholesterylen“ keine einheitliche Substanz ist, u. daß bei Eliminierung jeder Spur von S aus dem Reaktionsprod. nur ein KW-stoff vom F. 79—80° isoliert werden kann. Desgleichen konnte die Identität der KW-stoffe von Mauthner (Monatsh. Chem. 17 [1896]. 29 u. 24 [1903]. 660) u. Tschugaeff bewiesen werden, da jeder von ihnen unter gleichen Bedingungen bei der Hydrierung ein Gemisch von Cholestan u. ψ -Cholestan liefert. Vff. schlagen vor, die Bezeichnung „Cholesterylen“ aus der Literatur zu streichen, da nur ein KW-stoff $\text{C}_{27}\text{H}_{44}$, F. 79—80°, linksdrehend, u. zwei Äthylenbindungen enthaltend, bis jetzt aus Cholesterin durch einfache Rkk. erhalten worden ist. Es wird die Bezeichnung *Cholesterilen* ohne nähere Qualifikation dafür vorgeschlagen.

Versuche. Aus Cholesterin, zerstäubtem Kalium, CS_2 u. CH_3J *Methylcholesterylxanthat*, $\text{C}_{29}\text{H}_{48}\text{OS}_2$, aus A. Nadeln vom F. 127°, in Toluol $[\alpha]_D^{25} = -51,1^0$. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2244—48. Okt.)

TAUBE.

Isidor Morris Heilbron, Frank Johnstone und Frank Stuart Spring, *Untersuchungen in der Steringruppe. VI. Dinydroergosterin und die Bildung von Isomeren*. (V. vgl. vorst. Ref.) Aus Ergosterin entsteht bei der Behandlung mit Natrium in sd. Amylalkohol neben den bereits bekannten Prodd. γ -*Dihydroergosterin*, $\text{C}_{27}\text{H}_{44}\text{O}$, aus A. F. 205—206°, in Chlf. $[\alpha]_{5461}^{20} = -10^0$; die Verb. entsteht auch in geringer Menge aus dem Isomeren durch Kochen mit Amylalkoh. Natrium; *Acetat*, F. 179°. α -*Dihydroergosterinacetat* liefert in Chlf. mit HCl behandelt β -*Dihydroergosterinacetat*, $\text{C}_{29}\text{H}_{46}\text{O}_2$, aus Bzl.-A. F. 108—109°, in Chlf. $[\alpha]_{5461}^{20} = -25,2^0$; durch Verseifung β -*Dihydroergosterin*, F. 124°, $[\alpha]_{5461}^{18} = -7,0^0$ in Chlf. α -*Dihydroergosterin* gibt, in A. mit Quecksilberacetat u. Eg. erwärmt, *Ergosterin D, Acetat*, $\text{C}_{29}\text{H}_{44}\text{O}_2$, F. 172°, in Chlf. $[\alpha]_{5461}^{20} = +15,9^0$. In ähnlicher Weise entsteht aus der β -Verb. *Ergosterin E*, aus A.-Essigester F. 124—125°, in Chlf. $[\alpha]_{5461}^{18} = -22,9^0$, *Acetat*, F. 119—120°, in Chlf. $[\alpha]_{5461}^{18} = -38,0^0$. Die Oxydation des α -*Dihydroergosterins* mit CrO_3 in Eg. führt zu α -*Ergostadienon*, $\text{C}_{27}\text{H}_{42}\text{O}$, aus A. F. 182—183°, *Semicarbazon*, $\text{C}_{28}\text{H}_{45}\text{ON}_3$, aus Methylalkohol F. 254° (Zers.). Analog aus der β -Verb. β -*Ergostadienon*, aus Eg. F. 125°, *Semicarbazon*, aus Methylalkohol F. 266°. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2248—55. Okt.)

TAUBE.

Isidor Morris Heilbron und Wilfred Archibald Sexton, *Untersuchungen in der Steringruppe. VII. Vorläufige Mitteilung über die Isolierung des Zymosterins*. (VI. vgl. vorst. Ref.) Die Hefesterine werden nach Abtrennung des Ergosterins in trockenem A. mit Br in Eg. behandelt u. die Bromide fraktioniert kristallisiert. Aus dem Bromid F. 168° läßt sich durch Behandlung mit Zn *Zymosterin*, aus Methylalkohol F. 108—110°, in Chlf. $[\alpha]_{5461}^{22} = +38,6^0$ gewinnen. Das Prod. ist vermutlich ident. mit dem Präparat von Wieland u. Asano (C. 1929. II. 1799). *Acetat*, $\text{C}_{29}\text{H}_{46}\text{O}_2$, aus A. F. 106—107°. Die katalyt. Hydrierung des Zymosterins liefert *Dihydrozymosterin*, $\text{C}_{27}\text{H}_{46}\text{O}$, aus Ä.-Methylalkohol F. 115—116°, in Chlf. $[\alpha]_{5461}^{22} = +28,9^0$, *Acetat*, $\text{C}_{29}\text{H}_{48}\text{O}_2$, aus Ä.-Methylalkohol F. 83—84°. (Journ. chem. Soc., London 1929. 2255—57. Okt. Liverpool, Univ.)

TAUBE.

Die Methoden der organischen Chemie. Hrsg. von Joseph Houben. 3. Aufl. Bd. 3. Leipzig: G. Thieme 1930. 4°. 3. Spezieller Tl. Hrsg. von Joseph Houben. (XXXVIII, 1451 S. M. 166.—; Hldr. M. 176.—.)

E. Biochemie.

S. O. Mast, *Der Bewegungsmechanismus von Amoeba proteus unter besonderer Berücksichtigung der durch die Anpassung an das Substrat bedingten Faktoren.* Unterss. über die Form- u. Bewegungsänderung in verschiedenen konz. Salzlsgg. von NaCl, KCl, CaCl₂ u. kombinierten Salzlsgg. Betrachtung des Einflusses von Na₂SO₄, K₂SO₄, Na₂CO₃, K₂CO₃, Lactose, Glycerin u. des pH-Einflusses. Die beobachteten Vorgänge erklären sich durch elektr. Erscheinungen auf den Oberflächen, durch selektive Adsorption, Diffusion u. kolloidchem. Erscheinungen. (Protoplasma 8. 344—77. Dez. 1929. Wood, Hole, Marine Biolog. Lab.)

OPPENHEIMER.

Anneliese Niethammer, *Über die Bedeutung und Verwendbarkeit mikrochemischer Reaktionen für Permeabilitätsstudien an Pflanzen.* Als Versuchsobjekte dienten Weizenkörner, die in verschiedenen Lsgg. gebadet wurden. Dabei wurde festgestellt, daß Kupfersulfat selbst nach 16-stgd. Badedauer nur die Frucht- u. Samenschale erfüllt. Chlormercuriphenol (Uspulum) dringt in 1 Stde. ebenfalls nur bis in die Schale vor; nach 20-stgd. Badezeit ließ sich Hg aber auch im Embryo nachweisen. Bei einem Vers. mit Quecksilbertoluolsulfamid konnte nach 16-stgd. Baden nur in der Fruchtschale wenig Hg lokalisiert werden. Mercurisulfat u. Sublimat dringen dagegen in 20 Stdn. bis in Mehlkörper, Aleuron u. Keimling. Für Nickelsulfat u. Nickelnitrat gilt ähnliches. Kaliumrhodanid dringt noch leichter ein, Kaliumsulfat dagegen wieder schwerer. (Mikrochemie 7. 314—17. 1929. Prag, I. Techn. Hochsch.)

WINKELMANN.

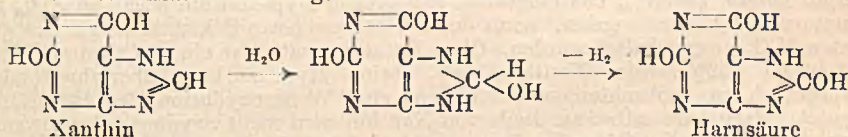
E., Enzymchemie.

Heinrich Wieland und Karl Frage, *Über den Mechanismus der Oxydationsvorgänge. XX. Beiträge zur Kenntnis der Bernsteinsäuredehydrase.* (XIX. vgl. C. 1930. I. 166.) Analog dem dehydrierenden Enzym der Essigsäurebakterien wird die Dehydrase der tier. Muskulatur untersucht, mit der nach F. G. FISCHER (C. 1928. I. 78) die Dehydrierung von Bernsteinsäure durch O₂ wie durch Methylenblau (M.B.) zu 25—30% Fumarsäure u. 70—75% 1-Äpfelsäure führt. Infolge der leichten Ausflockbarkeit des Ferments wurden die Verss. mit der zerkleinerten Muskulatur vom linken Ventrikel des Pferdeherzens direkt ausgeführt, die mit toluolgesätt. H₂O gewaschen worden war. Die Eigenatmung der Präparate war gering, der O₂-Verbrauch bei Ggw. von Succinat jedoch bedeutend, Material von verschiedenen Tieren zeigte Schwankungen. Innerhalb der ersten 2 Tage vermindert sich die Aktivität des Enzympräparates infolge der Eiweißkoagulation, vom 3. bis zum 11. Tage (wo Autolyse beginnt) verändert sie sich nicht mehr. Für die Dehydrierung durch O₂ ist pH = 7,3—7,8 das Optimum. Dehydrierung durch reinen O₂ verläuft anfangs schneller als durch Luft, nach 75 Min. ist jedoch in beiden Fällen die gleiche Gasmenge verbraucht. Die Rk.-Geschwindigkeit hängt von der Substratkonz. nicht stark ab. — Für die Kinetik des O₂-Verbrauchs wurde von einer gegebenen Menge O₂ ausgegangen, deren Verbrauch (nach WINKLER) jodometr. bestimmt wurde. Da das in der Reaktionsmasse suspendierte Gewebe selbst Jod aufnimmt, mußte der zu bestimmende O₂ zunächst in ein angeschlossenes Vakuumgefäß abgepumpt werden. Etwa 75% des O₂ wurden mit gleichbleibender Geschwindigkeit verbraucht, dann trat eine starke Verlangsamung der Geschwindigkeit ein (verminderte Adsorptionsgeschwindigkeit). Eine Blausäurekonz. von 1/5000-n. hemmt bereits stark, 1/500—1/1000-n. setzt die Dehydrierungsgeschwindigkeit von Succinat auf etwa 1/10 herab. Die Wrkg. der Blausäure geht im Verlauf der Rk. stark zurück. Als Beweis dafür, daß die Succinatdehydrierung mittels O₂ u. n d M.B. durch dasselbe Enzym beschleunigt wird, wogegen nach BACH u. MICHLIN (C. 1927. I. 2556) der total verschiedene Materialumsatz spricht, wird die Kinetik der Dehydrierung von M.B. untersucht, die gleichfalls grundsätzlich linear ist u. erst bei stark verminderter Acceptorkonz. scharf abbiegt. Die Geschwindigkeit der Dehydrierung mit M.B. erreicht 45—50% derjenigen mit O₂. Leuko-M.B. wirkt nicht hemmend, ebensowenig auch HCN noch in einer Konz. von 1/100-n. Manometr. Messung des O₂-Verbrauchs hat gezeigt, daß die Rk. unter O₂ rascher verläuft als unter Luft — in beiden Fällen hemmt HCN gleichmäßig —, u. daß Succinatverminderung verlangsamt wirkt. Die Hemmung durch HCN hört auch nach diesen Verss. allmählich auf, Erfahrungen, die am trockenen Enzympräparat (doppelte Aktivität) bestätigt werden können. Bei gleichzeitiger Ggw. von O₂ u. M.B. ausgeführte Verss. zeigten, daß im Enzymmaterial ein Teil der akt. Oberfläche aus Diffusionsgründen nur dem O₂, nicht dem M.B. zugänglich sein kann, daß aber bei gleicher Zugänglichkeit für beide Acceptoren beide mit gleicher Geschwindigkeit

reagieren würden. Bei Ggw. von beiden Acceptoren und von HCN werden die dem O₂ allein zugänglichen Stellen durch die Säure gesperrt, so daß der O₂-Verbrauch sich auf die Reoxydation des (in HCN-unempfindlicher Rk. gebildeten) Leuko-M.B. beschränkt. Krystallviolett wird in dem untersuchten System nicht entfärbt, so daß zu erwarten war, daß es infolge adsorptiver Verdrängung des M.B. hemmend wirkt. Da das nicht der Fall ist, muß angenommen werden, daß dem Farbstoff jede Affinität zur enzymat. akt. Oberfläche fehlt. Jedoch wird die Verstärkung der HCN-Hemmung durch Krystallviolett nicht verstärkt. — Chinon ist als Acceptor in diesem Falle ungeeignet, da es vom Gewebe offenbar unter Gerbwirkg. adsorbiert wird. Es wirkt auch hemmend auf die Rk. mit Sauerstoff, diese Hemmung steigt auch mit der Rk.-Dauer. Offenbar wird es zu Anfang wahllos aufgenommen, u. nach u. nach auf die enzymat.-akt. Stellen verteilt, von denen es im Gegensatz zu HCN nicht mehr entfernt werden kann. — Hydrochinon wird durch die Muskeldehydrase im Gegensatz zu der der Essigbakterien dehydriert, doch ist seine Affinität zur akt. Oberfläche geringer als die vom Succinat; natürlich tritt durch das gebildete Chinon Selbsthemmung ein. — Zusatz von Acetaldehyd unmittelbar nach der HCN verringert die Hemmung nicht. Der Grund dafür liegt, wie gezeigt werden kann, darin, daß Methylsauronitril die Muskeldehydrase ebenso stark hemmt wie Blausäure. (LIEBIGS Ann. 477. 1—32. 14/12. 1929. München, Chem. Lab. d. Akad.)

BERGMANN.

Heinrich Wieland und Bruno Rosenfeld, *Über den Mechanismus der Oxydationsvorgänge. XXI. Über die dehydrierenden Enzyme der Milch.* (XX. vgl. vorst. Ref.) Die frühere Unters. von WIELAND (C. 1914. I. 683) über das SCHARDINGER-Enzym der Milch wird wieder aufgenommen, weil von BACH u. NIKOLAJEW (Biochem. Ztschr. 169. 105) dem Enzym die Fähigkeit der Aldehydoxydation abgesprochen worden ist, weil die Frage zu beantworten war, ob dasselbe Enzym die Aldehyde u. Oxyपुरine (MORGAN, STEWART u. HOPKINS, C. 1922. III. 1360) mittels Methylenblau (M.B.) oder molekularem O₂ zu oxydieren vermag u. weil endlich nach BACH u. MICHLIN (C. 1927. I. 3250) die Einw. auf Xanthin u. Hypoxanthin nicht als Dehydrierung, sondern als Dismutierung betrachtet werden sollte. Eine solche ist bei der schwierigen Reduzierbarkeit der Purinkörper unwahrscheinlich u. widerspricht auch dem von WIELAND früher aufgestellten Schema:



Die Milch wurde steril gemolken u. sofort mit einer Lsg. von Thymol in Toluol gemischt, sie war dann 3 Wochen lang haltbar. Benutzt wurde der Rahm, zu dessen Reinigung eine gelinde Adsorption der Eiweißstoffe an Aluminiumoxydhydrat vorgenommen wurde, für das die Adsorptionsisotherme bei pH 8,0 bestimmt wurde. — Im Gegensatz zu den bisher angewandten Methoden wurde die Aktivität sowohl an Salicylaldehyd, wie an Xanthin bestimmt, wobei als Xanthindehydraseeinheit (X.-E.) bzw. Salicylaldehydraseeinheit (Sa.-E.) die Enzymmenge definiert ist, die bei Ggw. von 0,2 ccm $\frac{1}{100}$ -m. Xanthin bzw. $\frac{1}{50}$ -m. Salicylaldehyd bei pH 8,0 im Gesamtvolumen von 5,0 ccm 1 cem $\frac{1}{1000}$ -n. Methylenblau bei 37,0° in 5 Min. entfärbt. Diese Definition wird natürlich nur ermöglicht durch den schon bekannten Verlauf der M. B.-Rk. u. die Erfahrung, daß das Prod. aus Entfärbungszeit u. Enzymmenge konstant ist. Bei verschiedenen Milchsorten ist der Aldehydrasegeh. etwa der gleiche, der Xanthindehydrasegehalt dagegen außerordentlich verschieden. Das Verhältnis der Enzymmengen X. E./Sa.-E. ist im Rahm doppelt so groß wie in der Milch, in der Magermilch kleiner. Es ist nicht anzunehmen, daß das Enzym durch Rahm aktiviert wird, vielmehr, daß durch die Rahmabscheidung mehr Enzym freigelegt wird, als in der Milch aktiv vorhanden ist. Von Bedeutung ist, ob die Entrahmung sofort nach dem Melken vorgenommen wird oder nicht. Xanthindehydrase wird vom Tonerdehydrat C stärker adsorbiert als die Aldehydrase bei pH = 8, erheblich schwächer als diese in saurem Medium. Eine besonders starke Verschiebung des Verhältnisses wurde durch Ausfällung der in der Molke enthaltenen Ca⁺⁺-Ionen mit Ammonoxalat erzielt, wobei 50% der Aldehydrase adsorptiv niedergeschlagen, das andere Enzym nicht mitgerissen wurde. Das Verhältnis wurde für eine Trennung noch günstiger, als vor dem Fällen mit Ammonoxalat noch CaCl₂ der Enzymlg. zugesetzt wurde. Für die Xanthindehydrase liegt das

Wirkungsoptimum bei $p_H = \text{ca. } 8-9$, bei $p_H = 12$ ist die Wrkg. noch bedeutend, bei $p_H < 7,6$ jedoch stark zurückgegangen. Für die Aldehydrase dagegen liegt das Optimum bei $p_H = 8,0$, bei $p_H = 11,0$ ist nur noch $\frac{1}{3}$ der Wirksamkeit vorhanden, während bei $p_H < 7,6$ kaum eine Einbuße zu beobachten ist. Die Konz. an Xanthin oder Hypoxanthin ist auf die Rk.-Geschwindigkeit insofern von Einfluß, als infolge der großen Affinität der Purinkörper zum Enzym bei sehr kleinen Konz. die stärkste Wrkg. erreicht wird. Die enzymat. Aldehydehydrierung dagegen ist von der Substratkonz. in der Weise abhängig, daß bis zum Optimum Proportionalität zwischen Konz. u. Rk.-Geschwindigkeit besteht. Die aromat. Aldehyde ähneln mehr den Purinkörpern als die aliphat.

Eine Schädigung der Xanthindehydrase durch O_2 ist bei 20° ebensowenig zu beobachten, wie eine solche der Aldehydrase. Bei 60° war früher ein Wirksamkeitsverlust beobachtet worden. Diese Tatsachen im Verein mit den Angaben von MORGAN, STEWART u. HOPKINS (l. c.) sowie von Dixon (C. 1925. II. 1686) zeigen, daß die Schädigung durch die Fermenttätigkeit selbst hervorgerufen wird — in gleicher Weise bei dem System mit Methylenblau wie in dem von O_2 —, u. zwar wird die Hemmung durch H_2O_2 bewirkt. Das kann dadurch bewiesen werden, daß ein Zusatz von Katalase die Hemmungen zum Verschwinden bringt. Die Hemmung ist bei einem isolierten Enzympräparat größer als bei der Milch, jedoch nur bei Verwendung von Aldehyden als Substrat, was als weiterer Beweis für die Uneinheitlichkeit des SCHARDINGER-Enzyms anzusehen ist. Es ist bekannt, daß mit der Reinigung eines Enzyms oft eine Vergrößerung der Labilität parallel geht. — Setzt man bei der Dehydrierung von Hypoxanthin bei Ggw. von Milch oder einem Enzympräparat überschüssiges Hydroxyd des dreiwertigen Cers zu, so verläuft der Prozeß quantitativ nach der idealen Gleichung:

Hypoxanthin + $2 O_2 \xrightarrow{2H_2}$ Harnsäure + $2 H_2O_2$. Aus dem entstehenden rotbraunen Peroxyd des vierwertigen Cers können jedoch nur etwa 60% H_2O_2 freigemacht werden, weil beim Ansäuern des Peroxyd das freiwerdende H_2O_2 z. T. weiter oxydiert wird. Indem das Dehydrierungsprod. Harnsäure selbst quantitativ colorimet. bestimmt wurde, gelang es nachzuweisen, daß die von BACH u. MICHLIN (l. c.) behauptete *Dismutierung von Xanthin u. Hypoxanthin mittels des Schardingerenzym nicht existiert*. Xanthin konnte zu 83%₀, das langsamer reagierende Hypoxanthin sogar zu 87%₀ in Harnsäure übergeführt werden, wenn durch Katalasezusatz Sekundärwrkgg. des gebildeten H_2O_2 ausgeschaltet wurden. Ohne Katalasezusatz war ein theoret. Wert beträchtlich (52%₀ beim Xanthin, 35%₀ beim Hypoxanthin) überschreitender O_2 -Verbrauch zu beobachten, was vielleicht eine Weiteroxydation der Harnsäure andeutet. Harnsäure selbst an Stelle von Xanthin wird nicht oxydiert, ebensowenig bildet sie sich aus Xanthin oder Hypoxanthin u. dem SCHARDINGER-Enzym unter Luftausschluß. (LIEBIGS Ann. 477. 32—77. 14/12. 1929. München, Chem. Lab. d. Akad.)

BERGMANN.

Heinrich Wieland und Hermann Sutter, *Beiträge zur Wirkungsweise von Oxydasen und Peroxydasen*. (XXII. Mitt. über den Mechanismus der Oxydationsvorgänge.) (XXI. vgl. vorst. Ref.) Im Anschluß an frühere Verss. (C. 1928. II. 581) wird die Oxydase der Kartoffel untersucht. Ihre Wrkg. wurde am Sauerstoffverbrauch bei der Dehydrierung von Hydrochinon oder Brenzcatechin gemessen. Das Enzym in der Schale hat die vierfache Aktivität wie in der Knolle — wobei die absol. Wirksamkeit bei den verschiedenen Kartoffelsorten wechselt. Die Berührung des Enzymmaterials mit dem O_2 bereits vermindert die Aktivität (— bei den Dehydrasen der Milch tritt der Effekt erst während der Rk. auf [vgl. vorst. Ref.]). Jedoch scheint ein enzymat. Bestandteil O_2 -unempfindlich zu sein, da das Material nach 60 u. nach 90 Min. den gleichen Grad der O_2 -Schädigung aufwies. Der Sauerstoff erzeugt jedenfalls keine Hemmungskörper. — Die Phenoloxydase des Apfelfleisches ist noch viel empfindlicher gegen O_2 , weniger aber gegen HCN als die Kartoffeloxydase (mitbearbeitet von H. Mayer); ähnliches scheint für die Phenoloxidasen aus Kirsche, Rettich u. grüner Erbse zu gelten. — Daß die BACHSche Aldehydrase (Biochem. Ztschr. 52 [1913]. 412), die bei Ggw. von Aldehyd (als H_2 -erregender) Nitrat zu Nitrit reduziert, nicht mit der Phenolase der Kartoffel ident. ist, ergibt sich daraus, daß erstere in Knolle u. Schale gleich verteilt ist. — Die oft behauptete Aktivierbarkeit auch von *Deriv.* des Wasserstoffsuperoxyds durch Peroxydase (aus Meerrettichwurzeln) existiert nicht (als Meßmethode wurde die Umwandlung von Pyrogallol in Purpurogallin angewendet). *Athylhydroperoxyd* (Kp.₁₀₀ 45—49°) erreicht nur $\frac{1}{5}$, *Acetopetersäure* nur (maximal) $\frac{1}{10}$ der

Wirksamkeit von H₂O₂; für ersteres wird die starke HCN-Hemmung, für letztere die Abhängigkeit von pH untersucht, dessen Einfluß auf die Aktivierbarkeit entgegengesetzt ist wie bei H₂O₂. *Diäthylperoxyd*, *Dioxyethylperoxyd* u. *Disuccinylperoxyd* werden nicht aktiviert; die letzteren beiden hemmen auch völlig (oder fast völlig) die Aktivierung von zugesetztem H₂O₂ durch die Peroxydase. (Ber. Dtsch. chem. Ges. 63. 66—75. 8/1. 1930. München, Lab. d. Bayer. Akad. d. Wiss.) BERGMANN.

Harald Kylin, *Über das Vorkommen von Jodiden, Bromiden und Jodidoxydasen bei den Meeresalgen*. Der qual. Nachweis von Jodid wurde zunächst so vorgenommen, daß Schnitte oder Thallusteile auf einem Objektträger in eine Mischung von verd. HCl, H₂O₂ u. Kartoffelstärkekleister gelegt wurden, die Rk. 5—10 Min. verfolgt wurde u. die Intensität der Blaufärbung u. Mk. sowie ohne Mikroskop gegen weißes Papier ermittelt wurde. Mit dieser Methode konnte nur in wenigen Algen Jod nachgewiesen werden. — Weiter wurde der Jodnachweis mit Hilfe von Kresylblau geführt. Man legt hierzu Schnitte oder Thallusteile in eine nicht zu konz. Lsg. des Farbstoffs, wobei die Zellen den Farbstoff aufspeichern u. blau gefärbt werden. Bilden sich in den Zellen rote Kristalldrüsen, die sich nach Zusatz von H₂O₂ ins Grüne verfärben, so kann man mit Sicherheit auf Vorhandensein von J schließen. Die Rk. tritt erst ein, wenn mindestens 0,5% Jodide in den Vakuolen vorhanden sind. — Quantitative Jodbest. durch vorsichtiges Trocknen u. Veraschen, Lösen in 1%ig. H₂SO₄, Filtrieren u. Vergleich der nach Zusatz von Stärke u. H₂O₂ auftretenden Färbung mit einer täglich frisch bereiteten Farbskala in Reagensgläsern. Die so ermittelten Jodmengen in Prozent des Frischgewichts sind: *Zostera marina* 0%, *Cyanophyceae*: *Calothrix scopulorum* 0,0008%, *Enteromorpha intestinalis* 0; *Ulva lactuca* 0; *Cladophora rupestris* 0,027%; *Cl. sericea* 0; *Acrosiphonia pallida* 0,0021%. — *Phaeophyceae*: *Pylacella litoralis* 0,0036%; *Ectocarpus tornentosus* 0,019%; *Sphacelaria bipinnata* 0,10%; *Asperococcus bullosus* 0; *Dictyosiphon hippuroides* 0,063%; *Desmarestia viridis* 0,0076%; *Desmarestia aculeata* 1,2%; *Mesogloia vermiculata* 0,0011%; *Chordaria flagelliformis* 0,050%; *Stilophora rhizodes* 0,012%; *Chorda filum* 0,010%; *Laminaria saccharina* 0,15% (Stamm) bzw. 0,090% (Zuwachszone) bzw. 0,030% (Blatt); *Laminaria digitata* 0,12 bzw. 0,23 bzw. 0,090%; *Laminaria Cloustonii* 0,23 bzw. 0,11 bzw. 0,072%; *Fucus spiralis* 0,0020%; *Fucus vesiculosus* 0,0027% (ältere Thallusteile) bzw. 0,0030% (Sproßspitzen) bzw. 0,0030% (Konzeptakeln); *Fucus serratus* 0,0073% (ältere Thallusteile) bzw. 0,0076% (Sproßspitzen); *Ascophyllum nodosus* 0,0090% (ältere Thallusteile) bzw. 0,012% (Sproßspitzen); *Halidrys siliquosa* 0,0083%. — *Rhodophyceae*: *Porphyra umbilicalis* 0,0008%; *Nemolion multifidum* 0; *Trailliella intricata* 0,53%; *Dilsea edulis* 0,0083%; *Furcellaria fastigiata* 0,0012%; *Polyides rotundus* 0,0017%; *Chondrus crispus* 0,0018%; *Rhodymenia palmata* 0,0008%; *Lomentaria clavellosa* 0; *Antithamnion plumula* 0; *Ptilota plumosa* 0,060%; *Ceramium rubrum* 0,0009%; *Delesseria sanguinea* 0,0015%; *Phycodrys sinuosa*, *Polysiphonia urceolata* 0,0056%; *Polysiphonia violacea* 0,0048%; *Polysiphonia elongata* 0,0020%; *Polysiphonia Brodiaei* 0; *Polysiphonia nigrescens* 0,0011%; *Brongniartella byssoides* 0,0036%; *Rhodomela subfusca* 0,0018%; *Rhodomela virgata* 0,0015%; *Odonthalia dentata* 0,0090%; *Laurencia pinnatifida* 0. — Zur Umrechnung dieser Werte auf Trockensubstanz wird der durchschnittliche Geh. an Trockensubstanz der Algen zu 20% angegeben. — Die Unterss. über die Art der Jodbindung müssen im Original nachgelesen werden. — *Brom* konnte qualitativ in folgenden Algen nachgewiesen werden: *Desmarestia aculeata*, *Polysiphonia urceolata*, *Polysiphonia violacea*, *Polysiphonia elongata*, *Polysiphonia Brodiaei*, *Polysiphonia nigrescens*, *Brongniartella byssoides*, *Rhodomela subfusca*, *Rhodomela virgata*, *Odonthalia dentata*. In den bromhaltigen Rhodomelaceen liegt das Br in organ. Bindung vor; Bromide fehlen. In *Trailliella intricata* u. *Bonnemaisonia asparagoides* sind außer Jodiden leicht Bromide nachweisbar. Frei von Brom wurden folgende Algen gefunden: *Zostera marina*, *Calothrix scopulorum*, die untersuchten Chlorophyceen, *Laurencia pinnatifida*. —

Jodidoxydasen. *Calothrix scopulorum* enthält bedeutende Mengen einer bei saurer Rk. wirksamen Jodidoxydase. — Bei Chlorophyceen konnte in Bestätigung der Angaben von GERTZ (C. 1926. I. 3158) keine Jodidoxydase nachgewiesen werden. — Reich an Jodidoxydasen sind folgende Rhodophyceen: *Furcellaria fastigiata*, *Delesseria sanguinea*, *Polysiphonia violacea*, *P. fibrillosa*, *P. elongata*, *P. Brodiaei*, *P. nigrescens*, *Brongniartella byssoides*, *Pterosiphonia parasitica*, *Rhodomela subfusca*, *Rhodomela virgata*, *Odonthalia dentata*. — *Delesseria alata* u. *Polysiphonia urceolata* haben bedeutend geringeren Geh. an Jodidoxydasen. *Plocamium coccineum*, *Chondrus*

crispus u. *Dilsea edulis* weisen nur ausnahmsweise Jodidoxydase auf. Keine Jodidoxydase weisen auf: *Cruoria pellita*, *Polyides rotundus*, *Phyllophora Brodiaei*, *Phyllophora membranifolia*, *Lomentaria clavellosa*, *Dellesseria sinuosa*, *Spermothamnion roscolum*, *Ptilota plumosa*, *Plumaria elegans*, *Porphyra umbilicalis*, *Nemalion multifidum*, *Cystoclonium purpurascens*, *Ahnfeltia plicata*, *Lomentaria rosea*, *Rhodymenia palmata*, *Ceramium rubrum*, *Dellesseria ruscifolia*. — *Trailliella* weist im Gegensatz zur Angabe von GERTZ (l. c.) keine Jodidoxydase auf. Die Laminariaarten weisen erhebliche Mengen Jodidoxidasen auf; die anders lautenden Angaben von GERTZ sind darauf zurückzuführen, daß das Enzym hier nur im lebenden Material nachweisbar ist. Die Jodidoxidasen der Braunalgen diffundieren leicht aus den lebenden Zellen, während dies die Enzyme der Rotalgen erst nach dem Tode der Zelle tun. — Erhebliche Mengen Jodidoxydase wurden in *Ascophyllum nodosum* gefunden, wenig in *Fucus vesiculosus* u. *Chorda filum*. — Zu der von DANGEARD (Le Botaniste, Ser. 21 [1929]) beschriebenen *Jodverflüchtigung*, die darin bestehen soll, daß der frische, unverletzte Thallus freies Jod bilden soll u. dieses auf Bristolpapier nachweisbar sein soll, bemerkt Vf. folgendes. Die Angaben von DANGEARD sind experimentell zweifelhaft. Vf. konnte die Jodverflüchtigung bei Laminaria nicht nachweisen. Auch die Richtigkeit der übrigen Angaben von DANGEARD wird bezweifelt. — Zum Schluß polemisiert Vf. gegen Befunde von FREUNDLER (C. 1929. I. 3109). (Ztschr. physiol. Chem. 186. 50—84. 9/12. 1929. Lund [Schweden], Univ.) HESSE.

Julian Levett Baker und **Henry Francis Everard Hulton**, *Amylasen der Getreidekörner*. — *Hafer*. (Vgl. C. 1921. III. 734, bzw. Journ. chem. Soc., London 81. 1177 [1903].) Ungekeimter Hafer hat eine diastat. Kraft von 2 Lintnergraden, während Gerste 15—20 u. Roggen 26 Lintnergrade aufweist. Das durch A.-Fällung erhaltene Enzym des ungekeimten Hafers verflüssigt Stärkekleister schwach u. in geringerem Maße als die Amylase aus ungekeimtem Roggen. — Das Enzym wirkt auch auf rohe Haferstärkekörner, wobei Glucose gebildet wird. In 6 Tagen wurden bei 43° etwa 18% der suspendierten Stärke gel. — Bei 50° bildet die Amylase des ungekeimten Hafers nur Maltose im Gegensatz zu den Amylasen anderer ungekeimter Getreidekörner. Unterbricht man die Einw., bevor sie vollständig durchgeführt ist, so kann man neben Maltose eine prakt. mit α -Amylodextrin ident. Substanz erhalten. — Die Amylase aus gekeimtem Hafer liefert ein Dextrin ($R_{3,93} = 9,3$; $[\alpha]_{D_{3,93}} = 185,9^\circ$), eine in A. 1., maltodextrinähnliche Substanz sowie Maltose. — Die Vff. betonen, daß es besonders wichtig sei, daß die Amylase aus ungekeimtem Hafer nur Maltose liefert. Dieser Befund spricht gegen die Theorien von MAQUENNE u. ROUX, bzw. LING u. NANJİ, daß das Stärkemolekül aus Amylose u. Amylopektin bestehe u. stützt die ältere Theorie, nach der Stärke aus kondensierten Maltoseresten besteht. (Journ. chem. Soc., London 1929. 1655—60. Aug. Pimlico S. W. 1, Stag Brewery.) HESSE.

Takuichi Hatakeyama, *Über den Einfluß der Gallensäure auf die Arginasewirkung*. Die Spaltung des Arginins durch Leber-Arginase wird durch Ggw. von 0,1—0,3%/ig. Na-Cholat gefördert, durch 0,35%/ig. Na-Cholat gehemmt; 0,05%/ig. Na-Cholatlg. ist ohne Einfluß. Vf. schließt daraus, daß für den intermediären Argininstoffwechsel die Ggw. der optimalen Menge von Gallensäure unbedingt notwendig sei. (Arbb. med. Univ. Okayama 1. 383—86. Nov. 1929. Okayama, Medizin. Inst.) HESSE.

E₂. Pflanzenchemie.

Pierre Dangeard, *Über neue jodhaltige Algen*. Folgende Algen waren besonders reich an J: *Halurus equiseifolius* Kütz., *Plumaria elegans*, *Bryopsis plumosa* u. *B. hypnoides* Lamour. (Compt. rend. Acad. Sciences 189. 862—64. 18/11. 1929.) TRÉNEL.

Percy A. Houseman und **Clement K. Swift**, *Studien über Süßholzwurzel und Süßholzxtrakt*. Teil IV. *Eine neue Substanz in chinesischer Süßholzwurzel*. (III. vgl. HOUSEMAN, C. 1922. II. 171.) Aus chines. Süßholz wurde durch Auskochen des alkoh. Extraktes mit W. eine neue Substanz $C_{20}H_{31}O_9$ isoliert, Nadeln aus W., F. 202 bis 204° (unkorr.), $\alpha_D = +48,8^\circ$ (in absol. Ä.). Der Körper, dessen Rkk. genau beschrieben werden, enthält keine Carboxylgruppen, seine saure Natur ist auf phenol. OH-Gruppen zurückzuführen. Er hat vier acetylierbare OH-Gruppen, *Acetylderiv.* Nadeln (aus Eg. durch W.), F. 165—170°. Bei der Hydrolyse mit Alkali werden drei Körper, FF. 177—180°, 124—127°, 135—137°, erhalten. Die Hydrolyse mit Säuren führt zu einer Verb. $C_{15}H_{14}O_4$, orange Krystalle, ll. in A., Ä. u. Aceton, ll. in wss. NH_3 , aus dieser Lsg. durch Auskochen des NH_3 fällbar, F. 190—192°. *Diacetylprod.* farblose Nadeln, F. 175—177°. In ihren Konstanten u. Umwandlungen ähnelt die

Verb. C₁₇H₁₄O₂ sehr dem *Oxy- α -lapachon* von HOOKER (Journ. Chem. Soc. London 69. 1370 [1896]). (Amer. Journ. Pharmac. 101. 679—87. Okt. 1929. Camden, N. J.)

HERTER.

Sze Yee Chen, *Illicium religiosum* Siebold—*Mang Tsao*. Eine phytochemische Untersuchung. Die Arbeit gibt eine genaue botan. Beschreibung von *Illicium religiosum*, dem giftigen Sternanis, u. eine eingehende chem. Unters. der Frucht. Diese enthält 0,25% äth. Öl u. 1,65% fettes Öl. Die festen Säuren des fetten Öls bestehen neben geringen Mengen *Melissylsäure* aus 80% *Stearinsäure* u. 20% *Palmitinsäure*. An fl. Säuren wurden nachgewiesen *Linolsäure* u. *Ölsäure*. Die Säuren sind an *Glycerin* gebunden. Im Umverfärbaren ist die Rk. nach SALKOWSKI-LIEBERMANN positiv, es enthält *Myricylalkohol*, *Sitosterin* u. anscheinend *Isosafrol*. Das äth. Öl hat D₂₀ 0,9884, $\alpha_D = -4,52^\circ$ (100 mm), $n_D^{20} = 1,050$, SZ. 0,35, VZ. 43,7; bei -8° wird es noch nicht fest. Das äth. Extrakt der Frucht enthält 16,03% *Tannin*, nach der Hautpulvermethode bestimmt, *Protocatechusäure* u. 4,63% reduzierende Substanz, berechnet als Glucose. Auch die giftige Substanz ist mit Ä. extrahierbar; sie konnte in zwei Fraktionen, FF. 150—160 u. 50—60°, zerlegt werden. Der niedrig schm. Anteil ist aus der Lsg. in Chlf. durch PAc. fällbar, 0,1 mg tötet eine Ratte von 250 g in 60 Minuten. Alkaloidrkk. waren bei beiden Fraktionen negativ. — Sehr eingehend untersucht wurde die *Shikimisäure* C₇H₁₀O₅, nach EYKMAN (Ber. Dtsch. chem. Ges. 24 [1891]. 1278) Cyclohexen-(1)-triol-(3,4,6)-carbonsäure-(1). Als Konstanten fand Vf. F. 184°, D₁₅ 1,559, $[\alpha]_D = -246,3^\circ$, Leitfähigkeit bei unendlicher Verdünnung = 303, Neutralisationswärme 13,1 cal pro Mol. Die Säure löst sich in W. zu 18%, in absol. A. zu 2%, ist fast unl. in Ä. (0,015%), Chlf., Bzl. u. Heptan. Die Salze mit alkal. Erden u. organ. Basen konnten nicht krystallin erhalten werden, gut krystallisieren das NH₄- u. Na-Salz. Beim Erhitzen der Salze entstehen *p-Oxybenzoesäure* u. *Phenol*. Durch Einw. von Brom entsteht *Dibromshikimisäure*, die unter Abspaltung von HBr ein Bromlacton liefert u. mit Ba(OH)₂ in *Dioxyshikimisäure* (*Quercitronsäure*) übergeht. Die Dibromverb. bräunt sich bei 189° u. schm. bei 214—215°. Jod wird nicht addiert. Katalyt. Red. von Shikimisäure mit H₂ führt zu *Dihydroshikimisäure*, F. 180° $[\alpha]_D = -12,8^\circ$. Das *Benzoylderiv.* der Shikimisäure schm. bei 110—112°. *Acetonschikimisäure* (aus den Komponenten bei Ggw. von ZnCl₂) C₁₀H₁₄O₅, F. 186°. — In Menge von zweimal 0,3 g innerlich genommen erhöht Shikimisäure die Säuremenge des Harns, für Pflanzen ist sie weniger schädlich als Benzoesäure. Durch Schimmelpilze wird sie vergoren, doch entstehen weder A. noch red. Zucker. (Amer. Journ. Pharmac. 101. 550—74. 622—37. 687—716. Okt. 1929. Univ. of Wisconsin.) HERTER.

Em. Perrot und **M.-Th. François**, *Die afrikanischen Chaulmoograarten*. In Afrika kommen vor: *Ocoba echinata*, *Caloncoba glauca* u. *Caloncoba Welwitschii*. Die Pflanzen u. ihre Samen werden beschrieben. Aus den Samen der letztgenannten Art gewannen Vf. 44% fettes Öl von folgenden Eigg.: F. 38°, D₁₅ 0,942, $n_D^{20} = 1,4750$, $[\alpha]_D = +54,8^\circ$, Säuregrad, berechnet als Ölsäure in 100 = 7, VZ. 184, Jodzahl (HANUS) 84. Die Fettsäuren zeigten F. 56°, SZ. 203, mittleres Mol.-Gew. 275, Jodzahl (HANUS) 90, $[\alpha]_D = +55,5^\circ$. Die tabellar. zusammengestellten Daten der Samenölreife drei Pflanzen zeigen nur geringfügige Verschiedenheit. Auffallend ist die geringe Ausbeute (19%) bei *Caloncoba glauca*. (Bull. Sciences pharmacol. 36. 551—54. Okt. 1929. Paris, Fac. de Pharmacie.) HERTER.

Maria G. Breyer-Brandwijk, *Die Chemie der Blätter von Solanum Pseudocapsicum*. Aus den Blättern von *Solanum Pseudocapsicum* läßt sich, am besten mit A., ein giftiger Extrakt gewinnen. Es konnte nachgewiesen werden, daß der giftige, allein physiol. wirksame Stoff ein Alkaloid ist, das in Menge von 0,25 bis 0,53% bezogen auf Trockensubstanz, in den Blättern enthalten ist. Es ist nicht flüchtig mit Wasserdampf. Die Darst. in reinem Zustand gelang trotz zahlreicher Verss. nicht. Solanin kommt in den Blättern nicht vor. (Bull. Sciences pharmacol. 36. 541—50. Okt. 1929. Johannesburg [Südafrika], Univ.) HERTER.

E₃. Pflanzenphysiologie. Bakteriologie.

L. Rosenthaler, *Zur Biochemie des Tabaks*. Der Alkaloidgeh. von *Tabakblättern* wurde morgens u. abends am gleichen Tage u. am Abend u. dem folgenden Morgen untersucht. Weitere Verss. befassen sich mit dem Einfluß des Lichtes u. des Alters. Ähnlich wie bei der Unters. der Kirschlorbeerblätter (C. 1928. I. 706) wurden stets die Hälften desselben Blattes miteinander verglichen, die Resultate auf Quadratcentimeter Blattfläche bezogen. Der Alkaloidgeh. nahm vom Morgen bis Abend zu,

über Nacht ab. Da er mit dem Alter stieg, muß die Zunahme die Abnahme überwiegen. Der Einfluß des Lichts war nicht einheitlich. Vf. hält die Tabakalkaloide höchstens zum Teil für Exkrete, sie dürften im Stoffwechsel immerhin eine Rolle spielen. (Apoth.-Ztg. 44. 1433—35. 16/11. 1929. Bern, Pharm. Inst. d. Univ.) HERT.

C. P. Harley, *Über die Beziehung der Pflückzeit zum Acetaldehydgehalt und Herzfäule der Bartlettbirne*. Die Erkrankung hängt vom Reifestadium der Früchte ab. Reife Früchte erkranken leichter als nicht ganz reife. Sofort nach dem Pflücken konnte kein $\text{CH}_3\text{-CHO}$ nachgewiesen werden; mit fortschreitender Nachreifung bei 22—24° C. tritt eine sich steigende Bldg. von $\text{CH}_3\text{-CHO}$ ein. Mit der Nachreifung steigt auch der Geh. an CO_2 im Gewebe der Frucht, während der O_2 -Geh. abnimmt. (Journ. agricult. Res. 39. 483—93. 1/10. 1929. U. S. Dep. of Agric.) TRÉNEL.

Einar Naumann, *Die eisenspeichernden Bakterien*. Vf. hat sämtliche eisenspeichernde Bakterien nach verschiedenen mkr.-morpholog. Methoden einer krit. Unters. unterworfen u. hat dabei 35 Arten festgestellt, die sich auf 17 Gattungen verteilen. Er gibt ein kurzes Verzeichnis dieser Gattungen u. Arten, ein solches der Gattungsnamen, die zu streichen sind u. ein Verzeichnis der wichtigsten Literatur zur Best. der eisenspeichernden Bakterien. (Ztrbl. Bakter., Parasitenk. II. Abt. 78. 512—15. 10/9. 1929.) NERLING.

Alan R. Moritz, *Die Wirkung von mit ultravioletten Strahlen aktivierten Cholesterin auf das Wachstum von Tuberkelbazillen in vitro*. Das Wachstum der Bazillen wurde nicht beeinflusst, weder durch ein Kulturmedium, dem bestrahltes Cholesterin zugesetzt war, noch durch ein Cholesterin enthaltendes u. bestrahltes Medium. (Proceed. exp. Biol. Med. 26. 43—44. Okt. 1928. Western Res. School of Med. Lakeside Hosp.) OPPENHEIMER.

George L. Peltier, *Einige Ansichten über die Verbreitung des Stengelrostes*. Vf. bespricht die beiden hauptsächlichsten Möglichkeiten der Rostübertragung von einem Jahr zum andern u. die Vorteile der Berberitzenausrottung. Er macht die Berberitze verantwortlich für das Zustandekommen neuer physiol. Formen des Stengelrostes dadurch, daß auf ihr durch kopulationsähnliche Vorgänge zwischen den (+) u. (—) Formen der Rostsporidien (Basidien) bzw. Pykniden u. Pyknosporen neue physiol. Formen von Pucc. graminis entstehen. Durch Ausrottung der Berberitze wird der Entstehung u. Verbreitung dieser Einhalt geboten, wodurch die Züchtung rostfester Getreidesorten erleichtert wird. Die Möglichkeit der Verbreitung des Rostes im Norden der U. S. A. (Nebraska) durch im Süden überwintert habende u. durch den Windverschleppte Uredosporen wird durch obige Maßnahme naturgemäß nicht berührt. Ihre Bedeutung für die Verbreitung des Stengelrostes ist noch nicht klar zu übersehen. (Ztrbl. Bakter., Parasitenk. II. Abt. 78. 525—35. 10/9. 1929.) NERLING.

C. E. Skinner, *Die Zersetzung von Cellulose durch die Stammkulturen bestimmter Bakterienarten*. Vf. hat die 12 Jahre alten Stammkulturen von Bact. liquatum MC BETH et SCALES, Bact. flavigenum MC BETH et SCALES, Bact. gelidum SKINNER u. einige andere Kulturen überprüft u. fand ihre Reinheit tadellos u. ebenso ihr Cellulose-Abbauvermögen gut. (Ztrbl. Bakter., Parasitenk. II. Abt. 78. 508—12. 10/9. 1929. Minneapolis, Univ. of Minnesota.) NERLING.

A. Raillo, *Beiträge zur Kenntnis der Bodenpilze*. Vf. hat die Pilzflora des Bodens auf 3 russ. Vers.-Stationen eingehend untersucht. Er fand in jedem Boden 36—41 Arten, die z. T. auf den einzelnen Stationen verschieden waren. Darunter befanden sich 39 Arten, die im Boden erstmalig festgestellt wurden, 13 davon sind scheinbar neue Arten. Vf. beschreibt letztere eingehend (8 Abbildungen). Über die Einw. von Mineraldüngemitteln auf die Veränderung der Bodenflora kann Vf. noch nichts bestimmtes aussagen. (Ztrbl. Bakter., Parasitenk. II. Abt. 78. 515—24. 10/9. 1929. Leningrad, Inst. f. Mykologie u. Phytopathologie.) NERLING.

J. Dudley Greaves, *Die Mikroflora auf ausgewaschenen Alkaliböden*. I. *Synthetische Alkaliböden*. Vf. isoliert 16 Arten, die er auf Ashby agar u. einem künstlichen ausgewaschenen Alkaliboden kultiviert hat, u. beschreibt sie nach ihren morpholog. u. physiolog. Eig. (Soil Science 28. 341—46. Nov. 1929. Utah Agric. Exp. Stat.) TRÉNEL.

E₅. Tierphysiologie.

Thales Martins und A. Rocha e Silva, *Die Samenblasen der weißen Maus als Test für Hodenhormone*. Das Gewicht der Samenblasen gibt kein gutes Kriterium ab. Besser ist es, Länge u. Breite zu messen. Das Prod. beider Werte ist für Tiere

eines bestimmten Alters annähernd konstant. An 62 Tieren wurden folgende Minimal- u. Maximalwerte errechnet: Bei Mäusen von 16,5—17,5 g liegt der Index (Länge × Breite) zwischen 53,6 u. 63; bei Mäusen von 18—19 g zwischen 52,6 u. 92 u. bei Mäusen von 19—21 g zwischen 57 u. 108. Bei den Tieren unter 20 g setzt nach der Kastration die Atrophie der Samenblasen sehr schnell ein; nach 10—13 Tagen sinkt der Index auf 10—20. Noch schneller u. eindeutiger sind die nach der Kastration einsetzenden histolog. zu verfolgenden Veränderungen. Normalerweise besteht die Schleimhaut der Samenblasen aus zylinderförmigen Zellen, deren Cytoplasma reich granuliert ist. Schon nach 5 Tagen sind deutliche Veränderungen sichtbar u. in 10 Tagen sind die Granulationen fast gänzlich verschwunden, das Cytoplasma ist geschrumpft. — Werden bei der Kastration die Nebenhoden nicht entfernt, so erfolgt die Atrophie wesentlich langsamer. (Compt. rend. Soc. Biol. 102. 480—83 8/11. 1929.) WADEHN.

Robert T. Frank, R. G. Gustavson, Helen McQueen und Morris A. Goldberger, *Die gemeinsame Darstellung von zwei Hormonen aus dem Corpus luteum.* Die Gelbkörper werden mit Sand verrieben u. 24 Stdn. mit angesäuertem Ä. extrahiert. Der alkoh. Auszug wird unter vermindertem Druck eingengt, die entstehende wss. Emulsion gegen Lackmus neutralisiert u. mit Ä. ausgeschüttelt. In der wss. Lsg. bleibt das brunnthindernde Hormon, das weibliche Sexualhormon geht in den Ä. Die wss. Lsg. wurde 24 Stdn. in einer Kollodiummembran, die für Kongorot undurchlässig ist, dialysiert u. unter vermindertem Druck so eingengt, daß 1 cem der entstehenden gelblichen Fl. 25 g Gelbkörper entsprechen. Der Placentomatatest nach WEICHERT war allerdings negativ, der Test nach HISAW positiv. — Der ä. Extrakt wurde in bekannter Weise aufgearbeitet u. das weibliche Sexualhormon an der kastrierten Maus nachgewiesen. (Amer. Journ. Physiol. 90. 727—29. 1/11. 1929. Denver, Colorado, Chem. Lab. Univ.; New York, Lab. Mount Sinai Hosp.) WADEHN.

Howard T. Graber, *Die Methoden der Standardisierung des Ovarialhormons und ihre Resultate.* Vf. schließt sich im wesentlichen den Vorschlägen von DOISY an. (Journ. Amer. pharmac. Assoc. 18. 677—81. Juli 1929.) WADEHN.

A. Hemingway und J. M. Peterson, *Der antidiuretische Effekt der getrennten beiden Wirkstoffe der Hypophyse.* Die antidiuret. Wrkg. von Pitocin u. Pitressin (PARKE, DAVIS) wurde am Herz-Lungen-Nieren-Präparat geprüft. Beide Substanzen verminderten die Harnsekretion u. steigerten die Konz. der Harnchloride; Pitressin hatte eine vasokonstriktor. Wrkg. auf die Nierengefäße. — Beim Diuresevers. beim Menschen wurde die Ausscheidung nach Belastung mit 1 l W. u. die Verzögerung der Harnausscheidung nach Pitocin- u. Pitressininjektion gemessen. 0,005 cem Pitressin hatten dabei denselben Effekt wie 0,1 cem Pitocin. Es ist möglich, daß die geringe dem Pitocin anhaftende antidiuret. Wrkg. der unvollkommenen Trennung von Pitressin zuzuschreiben ist. (Journ. Physiol. 68. 238—46. 25/11. 1929. Cardiff, Physiol. Inst.) WADEHN.

J.-M. Lascano-Gonzalez, *Die Zerstörung der Nebennieren bei Bufo marinus (L.) Schneid.* Bei 25 Kröten wurden die Nebennieren kauterisiert. 19 Tiere starben in den ersten 10 Tagen an Schwäche. Bei den übrigen wurde bei der Öffnung unverletztes Nebennierengewebe gefunden. (Compt. rend. Soc. Biol. 102. 458—59. 8/11. 1929.) WADEHN.

J. Blanco, *Lecithin und Lecithinasen im arteriellen Blut und im Nebennierenblut.* Der mittlere Geh. an Lipoid-P (Bestst. an 8 Hunden) ist bei arteriellem u. venösem Blut gleich u. liegt bei 12,60 mg-%; das Blut der Nebennierenvene enthält 14,06 mg-%. Im arteriellen Blut ist eine Lecithinase nicht nachzuweisen. Sie ist stets im Blut der Jugularvene u. besonders im Nebennierenvenenblut vorhanden. Es ist anzunehmen, daß die Lecithinase oder ein zu ihrer Wrkg. notwendiges Co-Ferment in der Nebenniere gebildet wird. (Compt. rend. Soc. Biologie 102. 463—64. 8/11. 1929.) WADEHN.

G. Viale und T. Combes, *Cholin und Nebennieren.* Es besteht ein antagonist. Gegensatz zwischen dem vom Nebennierenmark erzeugten Adrenalin u. dem von der Nebennierenrinde produzierten Cholin. Die Hypertension nach Adrenalin ist stets von einem Anstieg des Cholingeh. des Blutes begleitet. Dieses Cholin stammt aus der Nebennierenrinde. Bei Hunden, denen die Nebennieren entfernt sind, tritt nach Adrenalininjektion keine Erhöhung des Cholinspiegels im Blut auf. — Die Durchtrennung des rechten oder linken Vagusastes verändert den Cholingeh. der Nebennierenrinde der betreffenden Seite nicht. (Compt. rend. Soc. Biol. 102. 461—62. 8/11. 1929.) WADEHN.

G. S. Eadie, *Ein Vergleich der glykogenolytischen Wirkungen des auf subcutanem und intravenösem Wege verabfolgten Adrenalins.* Wird die Kaninchen subcutan in-

jierte Dose Adrenalin von 0,01 auf 0,2 mg pro kg gesteigert, so ist die Wrkg. auf den Blutzucker — bei freilich erheblichen individuellen Schwankungen — proportional der injizierten Adrenalinmenge. Bei intravenöser Verabfolgung ist von einer Abhängigkeit der Wrkg. von der injizierten Menge nichts zu merken. Nur im Bereich der Dosen unter 0,01 mg/kg. scheint eine Abhängigkeit von der injizierten Adrenalinmenge vorhanden zu sein, darüber hinaus aber bis zu den schon im tox. Bereich liegenden Dosen von 0,07 mg/kg ist die Wrkg. unabhängig von der Höhe der Dose. — Froschlebern wurden mit Ringerlsg. durchströmt u. die aus dem Leberglykogen entstandene Glucose bestimmt. Es zeigte sich nun, daß die Wrkg. des der Durchströmungsfli. zugesetzten Adrenalins ebenfalls unabhängig von der Menge der Adrenalin-dose war, vorausgesetzt, daß bei der zweiten Prüfung die Wrkg. des ersten Vers. bereits abgeklungen war. 0,050 mg Adrenalin brachten unter diesen Umständen keinen größeren Effekt hervor als 0,0125 mg. Anders gestalteten sich die Verhältnisse, wenn die zweite Adrenalin-zufuhr in einem Zeitpunkt geschah, in dem die erste Wrkg. noch nicht abgeklungen war. Die Wrkg. der zweiten Dosis konnte dann die Wrkg. der ersten stark übertreffen. — Dieses verschiedene Verh. erklärt die Unterschiede der Wrkgg. bei subcutaner u. intravenöser Zuführung des Adrenalins. Stets wird durch Adrenalin durch Reizung der sympath. Nervenendigungen eine Glykogenolyse, deren Größe abhängig ist von der Höhe des Glykogendepots u. anderen individuellen Zuständen, veranlaßt. Die Menge des Adrenalins hat nach dem „Alles-oder-Nichts-Gesetz“ auf die Stärke der Glykogenolyse keinen Einfluß. Nach intravenöser Injektion tritt diese einmalige Wrkg. auf. Nach subcutaner Injektion erreichen, wegen der Langsamkeit der Resorption, neue Adrenalinmengen die Leber, die Folge ist eine Steigerung u. Verlängerung der Glykogenolyse u. damit der Hyperämie. (Amer. Journ. Physiol. 90. 711—17. 1/11. 1929. Johns Hopkins Univ., School of Med., Departm. of Physiol.) WADEHN.

G. P. Crowden, *Der Ersatz ausgeschütteten Adrenalins in den Nebennieren*. Bei der durch äußere Kälte bewirkten Abkühlung des tier. Organismus tritt eine Ausschüttung von Adrenalin ein. — Die beiden Splanchnicusnerven männlicher Katzen wurden durchgeschnitten u. die Tiere nach erfolgter Erholung in nüchternem Zustand der Temp. von 0° ausgesetzt. Um die Abkühlung zu verstärken, wurden sie durchnäßt. Das Absinken der Körpertemp. wurde rektal verfolgt. Als Maß für die erzielte Abkühlung diente die „Grad-Stde.“, deren Einheit die Temperatursenkung von 1° über 1 Stde. ist. Nach verschieden langer Zeit (1—8 Stdn.) wurden die Katzen getötet u. das Adrenalin der Nebennieren bestimmt. Im Vergleich zu den entnervten Nebennieren, deren Adrenalinhg. zu 100 gesetzt wird, ist der Geh. der innervierten Nebennieren vermindert u. zwar in ungefährer Abhängigkeit zur Grad-Stdn.-Zahl; er schwankte zwischen 85,5 u. 65,5 bei 9,5—19 Grad-Stdn. Absolute Zahlen sind nicht genannt. — In einer zweiten Versuchsreihe wurden Katzen in der gleichen Weise abgekühlt, dann unter n. Bedingungen gebracht u. nachdem sie sich möglichst erholt hatten, nach etwa 3 Tagen getötet. Bei völliger Erholung war ein Unterschied im Adrenalinhg. zwischen entnervter u. innervierter Nebenniere nicht zu beobachten. — Es ist der Schluß zu ziehen, daß der Ersatz verbrauchten Adrenalins ohne nervösen Einfluß vor sich geht. (Journ. Physiol. 68. 313—23. 25/11. 1929. London, Univ. Coll., Departm. of Physiol. a. Biochem.) WADEHN.

Hans-Ulrich Rosemann, *Zur Frage der Thyroxinwirkung auf den Skelettmuskel*. Der unter Thyroxinwrkg. stehende Kaltblütermuskel wird durch Zusatz von KCl zur Umgebungsfli. wesentlich schneller gelähmt als der Vergleichsmuskel. (Ztschr. Biol. 89. 297—306. 1/11. 1929. Marburg, Physiol. Inst. Univ.) WADEHN.

Einar Rud, *Die Behandlung von Basedow mit Antithyreoidin*. 5 Basedowiker wurden mit Antithyreoidin MOEBIUS (MERCK) u. 4 andere mit *Tablettaa antithyreoidini* (Staatl. Serum-Inst. Kopenhagen) 6—8 Wochen lang behandelt. Der objektive Befund (Grundstoffwechsel, Gewicht, Tremor, Struma) wurde durch diese Therapie nicht stärker beeinflußt als durch eine allgemeine unspezif. Behandlung (Ruhe). (Acta med Scandinavica 72. 274—90. 30/11. 1929. Kopenhagen, Mediz. Klinik A, Univ.) WADEHN.

A. Peluffo, *Wasserstoffionenkonzentration und Titrationsacidität im Speichel beim künstlichen Diabetes. Wirkung des Insulins*. Der Speichel eines n. Hundes hat ein pH von 7,4—8,4; bei diesen Bestst. wurde nicht versucht, CO₂-Verluste zu vermeiden; 3 ccm Speichel (Pilocarpin) verbrauchten 0,17—0,45 ccm $\frac{1}{10}$ -n. HCl. Bei Hunden mit experimentellem Diabetes war pH unverändert, die Titrationsacidität

nicht gleichsinnig verschoben. Nach Insulin änderte sich p_H nicht, die Titrationsacidität steigt an, z. B. bis zu einem Verbrauch von 2,0 ccm $\frac{1}{10}$ -n. HCl auf 3 ccm Speichel. (Compt. rend. Soc. Biol. 102. 468—69. 8/11. 1929.) WADEHN.

E.-B. del Castillo und C. Calatroni, *Die Wirkung des Insulins auf den Brunstzyklus der weißen Ratte*. (Vgl. C. 1929. I. 772.) Die Insulininjektionen wurden bis zu 2 Monaten fortgesetzt u. von 0,5 auf 10 Einheiten pro Injektion gesteigert. Irgendeine nennenswerte Einw. auf den Brunstzyklus war nicht festzustellen. 8 Versuchstiere. (Compt. rend. Soc. Biol. 102. 454—55. 8/11. 1929.) WADEHN.

E.-B. del Castillo und C. Calatroni, *Die Wirkung des Insulins auf die durch Einpflanzung von Hypophyse hervorgebrachte sexuelle Frühreife*. 23 Tage alte Ratten erhielten nach Implantation der Hypophyse täglich 0,1 Einheit Insulin injiziert. Eine Verzögerung im Eintritt der Brunsterscheinungen war nicht zu beobachten. (Compt. rend. Soc. Biol. 102. 455—56. 8/11. 1929.) WADEHN.

A. Babes, *Thymus und Wachstum*. Subcutane Injektionen von Teer (täglich 0,04—0,05 ccm pro 100 g) ergaben während der Versuchsdauer bei in vollem Wachstum befindlichen Kaninchen eine nennenswerte Verringerung der Gewichtszunahme im Vergleich zu unbehandelten Tieren. Sämtliche Organe zeigten geringeres Gewicht als bei unbehandelten Tieren. Die verminderte Entw. wird namentlich zurückgeführt auf die Atrophie des Thymus, der von den Organen am meisten zurückgelassen war. (Compt. rend. Acad. Sciences 189. 809—11. 12/11. 1929.) HESSE.

Enid Tribe Oppenheimer, *Versuche über das sogenannte Herzormon*. Extrakte aus allen Teilen des Herzens, also nicht nur solche aus dem Sinusknoten, hatten eine anregende Wrkg. auf das durchströmte Kaninchenherz. Die Herzen der einzelnen Tierarten waren zur Darst. dieser Extrakte verschieden gut geeignet, u. zwar Kalbsherzen am besten, Kaninchenherzen am schlechtesten. Es war stets nur mit einer erheblichen Menge Extrakt, entsprechend 0,1—0,3 g Gewebe, ein Effekt auszulösen. Diese Wrkg. ist für Herzgewebe nicht typ., auch Auszüge, die aus anderen Geweben des Körpers dargestellt wurden, waren, wenn auch weniger stark, wirksam. Die Extrakte wurden durch Einw. von LOCKE-Lsg. auf das fein zerriebene Gewebe (1:10) dargestellt. Erhitzen auf 100° zerstört die Wirksubstanz nicht. Die weite Verbreitung dieser Substanz innerhalb des Körpers macht es unwahrscheinlich, daß sie ein typ. Herzormon ist. (Amer. Journ. Physiol. 90. 656—67. 1/11. 1929. New York, Labor. Mount Sinai Hospital.) WADEHN.

Kshitish Chandra Sen, Amaresh Chandra Roy und Narendra Nath Mitra, *Eine Experimentaluntersuchung über Hämolyse*. Bei Schafblut wurde festgestellt, daß in niedriger Konz. an Erythrocyten u. Hämolyticum die Zeit-Verdünnungs-Kurve für Taurocholate einfacher verläuft, als in hoher Konz. — Je nach den Bedingungen des Vers. ist Glykocholeat oder Taurocholeat stärker hämolyt. wirksam. — In Gemischen von Saponin mit Taurocholeat oder Oleat oder von den beiden letzteren zeigte sich nur Addition, nie Hemmung der Wrkg. — Spuren von Säure steigern die hämolyt. Wirksamkeit bei Saponin u. Taurocholeat, verringern sie bei Oleat, umgekehrt wirkt Alkali, allerdings bei Oleat nur in hoher Konz. — Zusatz von Schafserum verzögert die Hämolyse durch die genannten Stoffe, außer wenn Serum erst zuletzt nach dem Hämolyticum zugegeben wurde. In diesem Falle ist das Resultat je nach Konz. u. Stoff ganz verschieden. — Menschenserum, das ja auf Schafblutkörperchen schon allein lösend wirkt, hemmt ähnlich wie n. Schafserum die Hämolyse durch die Chemikalien, Säuren oder Alkali, wenn es in geringer Menge zugegeben wird. In hoher Konz. löst es immer. Inaktiviertes Menschenserum hemmt stärker als zuvor. — Rohrzucker hemmt die chem. Hämolyse. — Hämolyse ist die Folge entweder von Koagulation der Erythrocytenmembran oder von Lsg. irgendeines ihrer Bestandteile oder von Peptisierung derselben oder von mechan. Zerstörung bei Schwellung der Zelle. (Indian Journ. med. Res. 17. 55—76. Juli 1929. Allahabad, Univ.) F. MÜ.

Erik Ohlsson, *Studien über den Tryptophangehalt verschiedener Seren und daraus durch Aussalzen mit Ammoniumsulfat erhaltener Fraktionen*. 4 n. Seren u. 1 Immuns Serum von Pferden, sowie mehrere Seren von graviden Kaninchen wurden unverd. u. in Verdünnungen bis 1:25 max. mittels $(NH_4)_2SO_4$ -Lsg. ($p_H = 6,0—6,20$) fraktioniert. Die Verss. lieferten ein neues Beispiel dafür, daß der Globulin-Albuminquotient bei verschiedenen Individuen gleicher Art stark variieren kann. Ferner konnte festgestellt werden, daß derselbe auch von der Verdünnung der Seren stark abhängig ist, u. zwar derart, daß mit steigender Verdünnung die Menge des aussalzbaren Anteils (Globulin) geringer wird, während der gel. bleibende Teil (Albumin) zunimmt. Charakterist. ist

für Globulin, wie auch für Albumin der Tryptophangeh., bzw. der Globulintryptophan-Albumintryptophanquotient. Der *Tryptophangeh.* wurde für Globulin aus Pferdeserum zu 4,77% im Mittel, variierend zwischen 4,31 u. 5,27%, u. für Albumin gleicher Herkunft zu 1,03% im Mittel, variierend zwischen 0,87 u. 1,22%, ermittelt; wobei die höheren Werte meist in den nur aus stark Seren gewonnenen Albuminfraktionen festgestellt wurden. Dies ist eine Andeutung dafür, daß das Globulin in verd. Lsgg. vielleicht nicht vollkommen gefällt wird; bestimmte Schlüsse können aber nicht gezogen werden, weil die Versuchsfehler augenscheinlich zu groß sind. — Die Unters. der Seren gravidier Kaninchen ergab, daß der Geh. an Gesamttryptophan den Variationen des berechenbaren Globulin-Albuminquotienten folgt, während der prozentuale Tryptophangeh. der Globulin- u. Albuminfraktionen keine merkbare Veränderung erfährt. Er wurde für Kaninchenglobulin zu 3,68% im Mittel (3,5—4,2%), u. für Kaninchenalbumin zu 0,82% im Mittel (0,76—0,95%) ermittelt. — Für die Berechnung des Globulin-Albuminquotienten y gibt Vf. folgende Formeln: $y = (x - 0,99) / (4,45 - x)$ für konz. Lsgg., u. $y = (x - 1,05) / (4,88 - x)$ für verd. Lsgg.; dabei ist $x = \%$ Tryptophan im Gesamtprotein, 0,99 bzw. 1,05 = % Tryptophan im Mittel der aus konz. bzw. verd. Serum isolierten Albuminfraktionen, u. 4,45 bzw. 4,88 = % Tryptophan im Mittel der aus konz. bzw. verd. Serum gefällten Globulinfraktionen. *Methodik der Tryptophanbest.* Die einfache Methode von KOMM u. BÖHRINGER (C. 1923. II. 664) war nicht anwendbar, weil Serumalbumin auch nach Koagulation u. Waschen eine Farbe gibt, welche von der mit Serumglobulin u. mit Casein erhaltenen beträchtlich abweicht, was vielleicht auf die Anwesenheit von störenden Serumkomponenten, etwa Zucker, zurückgeführt werden kann. Brauchbarer war die Methode von MAY u. ROSE (C. 1923. I. 770). Durch direkten Vergleich der Farben konnte eine Genauigkeit von 10% erreicht werden. Auf die Anwendung eines Colorimeters wurde verzichtet, weil sich der Unterschied im Farbton, der auch hier beim Albumin abweicht, stärker geltend machte. (Skand. Arch. Physiol. 58. 77—89. Nov. 1929. Kopenhagen, CARLSBERG-Lab. u. Lund, Medizin.-chem. Inst.) ZEISSSET.

Tadao Sekito, *Über den Einfluß der Gallensäure auf den Phlorrhizindiabetes.* Die geringe Blutzuckersenkung, die nach Injektion von 0,2 g Phlorrhizin in 5%ig. Na₂CO₃-Lsg. bei Kaninchen einzutreten pflegt, wird durch Injektion von 1,0—1,5 ccm einer 1%ig. Cholatslg. nicht beeinflusst. Der Harnzucker betrug nach Phlorrhizin 3—4%, durch die Injektion des Cholats sank der Harnzucker um durchschnittlich 0,5%. Der Glykogengeh. der Leber der nur mit Phlorrhizin vergifteten Tiere betrug 1,46—1,55, der auch mit Cholat behandelten 1,97—2,01. Es war einige Zeit vor jedem Vers. 10 g Glucose pro kg Körpergewicht verfüttert worden. (Arbb. med. Univ. Okayama I. 183—89. Juni 1929. Okayama, Physiol.-chem. Inst.) WADEFN.

A. Galamini, *Teilweise Entkräftung von weißen Ratten mit Olivenöl, das mit oder ohne Zusatz von Vitaminen verabreicht wurde.* Bei ausschließlicher Fütterung mit Olivenöl zeigte es sich, daß die gleichzeitige Verabreichung von Vitaminen einen geringeren Gewichtsverlust u. eine größere Widerstandskraft bewirkte. (Atti R. Accad. Lincei [Roma], Rend. [6] 10. 129—31. Juli 1929.) HESSE.

Clara Rocke Meyer, *Die Verteilung des Vitamin A in einigen Mais-Mahlprodukten.* Durch Verss. an Ratten wurde gefunden, daß das ganze Korn von Gelbmais reich an Vitamin A ist: Rasches Wachstum der Tiere mit 1,5 mg, Heilung der Ophthalmie mit 1 mg täglich, ebenso rasch mit 1,5 mg Kleber, mindestens 0,25 g. Kleie heilt nicht. Das Vitamin A liegt vor allem im Endosperm, in größter Konz. besonders in den Teilen nahe der Samenhaut, der pigmentierten, N-haltigen äußeren Endospermenschicht. Rohes Maisöl wirkte in Menge von 1,5 g heilend; von Maiskeimen waren dagegen täglich 2 g nötig; das Keimmehl war frei von Vitamin A, ebenso raffiniertes Maisöl. Ein hoher Vitamingeh. war von gelber Pigmentierung begleitet. (Journ. agricult. Res. 39. 767—80. 15/11. 1929. Univ. of Illinois.) GROSZFEID.

Walter C. Russell, *Die Bedeutung des Aufbereitungsverfahrens für den Vitamin-A- und D-Gehalt von Alfalfa.* Nach künstlicher Trocknung war der Vitamin A-Geh. von Alfalfa blättern siebenmal größer als nach natürlicher Trocknung (auf dem Felde bei so großer Hitze, daß die grüne Farbe z. T. verschwand). Umgekehrt war der Vitamin D-Geh. bei künstlicher Trocknung (auf Kosten des Vitamins A) etwas geringer als beim Trocknen des Materials an der Sonne. (Journ. biol. Chemistry 85. 289—97. Dez. 1929. New Brunswick, Landwirtschaftl. Versuchsstat. v. New Jersey.) BERGMANN.

Katharine Blunz und Ruth Cowan, *Benötigen Erwachsene das Vitamin D?* Bei Verss. mit Erwachsenen zeigten sich keine Wirkgg. von Mangel an Vitamin D.

Jedoch waren die Verss. kurzfristig. Bei anormalen Verhältnissen, besonders bei Knochenkrankungen, zeigten sich günstige Wrkgg. Diese Erkrankungen scheinen u. U. auf Mangel an Vitamin D oder Sonnenlicht zurückzuführen zu sein. Der Blut-Phosphor- u. Ca-Spiegel veränderte sich bei Gesunden unter Einw. von Vitamin D nicht. Es wird die Möglichkeit einer stimulierenden Wrkg. des Vitamins D auf die Nebenschilddrüse aufgezeigt. (Journ. Amer. med. Assoc. **93**. 1141—43. 12/10. 1929. Chicago.)

SCHWAIBOLD.

Fred C. Koch, Elizabeth M. Koch und Ida Kraus Ragins, Fraktionierungsversuche am Provitamin D. Aus künstlichem Cholesterin wurde durch Alkalibehandlung sowie fraktionierte Krystallisation u. Sublimation eine Reihe von sieben weiteren Präparaten erhalten, die auf ihren Geh. an Provitamin untersucht wurden (Aktivierung mit Hg-Licht; Rattentest). Erhitzen steigert die Aktivierbarkeit, wobei der Druck (des angewandten Stickstoffs) keine Rolle spielt, ebensowenig die Erhitzungsdauer. Es wurde festgestellt, daß der beobachtete Effekt durch O₂-Spuren ausgelöst wird. Nebenher verläuft mit O₂ jedoch ein Zerstörungsvorgang, der die Aktivierbarkeit wieder aufhebt. Der Schluß, daß auch gereinigtes Cholesterin selbst Provitamin eigig hat, der aus diesen Tatsachen zu ziehen ist, kann bestätigt werden durch das Ergebnis von Verss., durch Bromierung u. darauffolgende Br₂-Abspaltung oder durch partielle Oxydation mit KMnO₄ oder Acetylierung u. Wiederverseifung — alles Rkk., die besonders Ergosterin angreifen — eine Reinigung der Präparate herbeizuführen: Der Provitamingeh. sinkt zwar teilweise, aber bis zu einem konstanten Endwert. Im Gegensatz zu KON, DANIEL u. STEENBOCK (C. 1928. II. 2163) muß das Provitamin als verschieden vom Ergosterin angesehen werden, das auch spektroskop. nicht mehr nachweisbar ist (s. folgendes Ref.). Jedoch hängt offenbar die Lage des Gleichgewichts zwischen „aktivierbarer u. nicht aktivierbarer Form des Cholesterins“ von den Bedingungen ab, unter denen das Präparat hergestellt worden ist. Auch die chem. vorbehandelten Substanzen zeigen die Fähigkeit, beim Erhitzen aktivierbarer zu werden (nicht aber z. B. bei der Behandlung mit CuSO₄, farblosem Phosphor, AlCl₃, Al₂O₃, MoO₃). Was für Rkk. bei dieser Erhitzung sich abspielen, konnte weder durch Farbrkk., noch durch Best. der Digitoninfällung, der Jodzahl oder des Brechungsindex ermittelt werden. Die mit der Erhöhung der Aktivierbarkeit parallel gehende Abnahme der Linksdrehung jedoch spricht vielleicht dafür, daß ein (oder auch mehr) asym. C-Atom beim Erhitzen Veränderungen erleidet. Jedenfalls kann aus den vorliegenden Angaben anderer Forscher über das therm. Verh. des Cholesterins kein bindender Schluß auf die vorliegenden Verhältnisse gezogen werden. (Journ. biol. Chemistry **85**. 141—58. Dez. 1929. Chicago, Univ.) BERGMANN.

Elizabeth M. Koch, Fred C. Koch und Harvey B. Lemon, Absorptionsspektrometrische Untersuchungen am Cholesterin und Ergosterin. In der vorstehend referierten Abhandlung war bei besonders gereinigten Cholesterinderivv. noch erheblicher Provitamin D-Geh. festgestellt worden. Den dort erhobenen Befund, daß dies Provitamin D nicht oder nicht nur Ergosterin ist, bestätigen Vff. jetzt spektroskop. — Ergosterin läßt sich absorptionsspektrometr. besonders sicher nachweisen. Gerade das wirksamste Präparat enthält sicher kein Ergosterin, war aber durch eine merkbare Allgemeinabsorption ausgezeichnet, die auch bei den Präparaten auftrat, die auf irgendeinem Wege stärker aktivierbar gemacht worden waren. Sie wird ebenso wie der Provitamincharakter des Cholesterins von den Vff. auf die Anwesenheit eines modifizierten Cholesterins von unbekannter Struktur zurückgeführt. (Journ. biol. Chemistry **85**. 159—67. Dez. 1929. Chicago, Univ.) BERGMANN.

E. H. Reerink und A. van Wijk, Über die photochemischen Reaktionen von Ergosterin. Es wird festgestellt, daß bei der Bestrahlung des Ergosterins zwei Wellenlängenbereiche von deutlich verschiedener photochem. Wirksamkeit zu unterscheiden sind: 1. das langwellige Gebiet $300 \text{ m}\mu > \lambda > 270 \text{ m}\mu$, 2. das kurzwellige Gebiet λ etwa $250 \text{ m}\mu$. Das Ergosterin wird in Hexan in evakuierten Gefäßen bestrahlt, das Fortschreiten der Rk. durch Best. des Absorptionsspektrums verfolgt. Bei langwelliger Bestrahlung kann in der ersten Rk.-Periode, in der annähernd 60% des Ergosterins umgesetzt werden, das Absorptionsspektrum durch die Annahme erklärt werden, daß außer Ergosterin nur eine einzige neue Substanz vorhanden ist. Auf folgenden beiden Wegen wurde das Absorptionsspektrum dieses Rk.-Prod. ermittelt: 1. wurde das unveränderte Ergosterin mit Digitonin bestimmt u. die Absorption dieser Menge Ergosterin von dem gefundenen Absorptionsspektrum in Abzug gebracht. — 2. wurde das Absorptionsspektrum der bestrahlten Lsg. nach Fällung des unveränderten Ergosterins direkt bestimmt. Beide Methoden geben übereinstimmende Ergebnisse. Das

Spektrum besteht aus einer breiten Bande mit einem Maximum bei 265 $m\mu$ u. einer Höhe von der Größenordnung des Ergosterinmaximums. Biolog. Verss. ergeben die Identität des Rk.-Prod. mit *Vitamin D*. Es gelang, Vitamin D in kristallisiertem Zustande zu erhalten, die Kristalle schmelzen unterhalb 0° zu einer farblosen glasigen M. Bei länger fortgesetzter Bestrahlung weist das Spektrum auf die Ggw. einer weiteren Substanz hin, die sich aus Vitamin D bildet u. sich durch Abnahme der Absorption im Gebiet von 300—260 $m\mu$ zu erkennen gibt.

Bei kurzweiliger Bestrahlung werden Absorptionsspektren erhalten, die auf einen völlig anderen Rk.-Verlauf hinweisen. Während bei langweiliger Bestrahlung die Gesamtabsorption während langer Zeit kaum verändert wird, steigt sie bei kurzweiliger Bestrahlung zuerst stark an, erreicht ein Maximum von etwa dem Doppelten des ursprünglichen Wertes u. fällt dann allmählich ab, bis sie fast völlig verschwunden ist. Die Berechnung der Absorptionskurven des Bestrahlungsprod. ergibt, daß mehr als eine Substanz gebildet werden. Nach Erreichung des Maximums ist die Abnahme der Absorption der Bestrahlungsdauer proportional u. unabhängig von der Wellenlänge, es ist also jetzt eine einzige absorbierende Substanz, die in ein Prod. von geringer Absorption umgewandelt wird, anzunehmen. Die Befunde lassen zwar die Form, nicht aber die absol. Werte der Absorptionskurve der absorbierenden Substanz ermitteln. Nun wird angenommen, daß in der ersten Rk.-Periode außer diesem Prod. noch Vitamin D gebildet wird, u. aus den gemessenen Kurven berechnet, daß sich Vitamin D bis zu einer Menge von 15% der Ergosterinmenge bildet, die bei der weiteren Bestrahlung schnell abnimmt. Die noch nicht abgeschlossenen biolog. Verss. stehen zu diesem Ergebnis in keinem Widerspruch. — Es ist also bei langweiliger Bestrahlung möglich, Ergosterin bis zu 60% in Vitamin D, ohne die Bldg. von Nebenprodd., umzuwandeln, während bei kurzweiliger Bestrahlung nur bis zu 15% Vitamin erhalten werden, u. die Bldg. von Nebenprodd. nicht zu vermeiden ist. — Die Ermittlung des Absorptionsspektrums des Vitamins D ermöglicht die Best. der Aktivität des Vitamins: Für die Heilung einer Ratte ist eine tägliche Dose von $5 \cdot 10^{-6}$ mg während der Dauer von 10 Tagen erforderlich. (Koninkl. Akad. Wetensch. Amsterdam, Proceedings 32. 845—48. 1929. Natuurk. Lab. PHILIPS' Gloeilampen Fabr.) LESZYNSKI.

Leon Asher, *Vitamingehalt von Eviunis*. Erwiderung an V. HAHN (C. 1929. II. 2792). Vf. hat darauf hingewiesen, daß Eviuniszwiebäcke nicht Skorbut heilten oder verhüteten, andererseits aber den antirachit. Faktor mit Sicherheit erwiesen. (Volksernährung 4. 378—79. 20/12. 1929. Bern, Univ.) GROSZFIELD.

T. Gordonoff, *Sind die Eviunis-Lebensmittel vitaminhaltig?* Gleichfalls Erwiderung an V. HAHN (vgl. vorst. Ref.). Das Vitamin C findet sich in den Vitophos- bzw. Eviunis-Nährmitteln nicht immer in konstanter Menge, wohl aber Vitamin D. (Volksernährung 4. 379—80. 20/12. 1929. Bern.) GROSZFIELD.

Otto Stiner, *Staphylokokkenpneumonie als Symptom einer Aritaminose*. Es gelang, bei Meerschweinchen durch Darreichung von an Vitamin C fast freiem Futter die genannte Erkrankung, die bzgl. Entstehung u. Lokalisation weitgehende Ähnlichkeit mit sog. *zentraler Pneumonie* bei kachekt. Kranken (besonders bei atroph. Säuglingen) aufweist, experimentell zu erzeugen. Die *Atrophie* ist also im wesentlichen ein latenter Skorbut. (Mitt. Lebensmittelunters. Hygiene 20. 283—88. 1929. Bern, Eidgen. Gesundheitsamt.) GROSZFIELD.

C. A. Elvehjem, A. R. Kemmerer, E. B. Hart und J. G. Halpin, *Wirkung der Fütterung der Henne auf den Eisen- und Kupfergehalt des Eies*. (Vgl. C. 1930. I. 543.) Verfüttert man an eine Henne täglich 50 mg Eisen oder 50 mg Eisen nebst 0,5 mg Kupfer, so steigt der mittlere Eisengeh. des Eigelbs (0,0143%) ebensowenig wie der Kupfergeh. des Eigelbs (0,00076%) u. der des Eiweiß (0,00056). Zu einer Standardnahrung — zu der täglich 10 Min. Bestrahlung hinzukommen — wurde das Eisen als Ferrisulfatlg., das Kupfer als Kupfersulfatlg. zugegeben, u. zwar in der Milch. (Journ. biol. Chemistry 85. 89—96. Dez. 1929. Madison, Univ. v. Wisconsin.) BERGMANN.

J. R. Haag, J. S. Jones, I. R. Jones und P. M. Brandt, *Die physiologische Wirkung von hauptsächlich oder ganz auf die Alfalfapflanze beschränkten Futtermitteln*. I. *Der Calcium-, Phosphor- und Stickstoffstoffwechsel von Milchkuhen*. Bei den Verss. wurde der Stoffwechsel für 12—10-tägige Perioden, während deren die täglichen Milcherträge annähernd 9—18 kg waren, unter Fütterung von Alfalfahau mit u. ohne Ergänzungen von Stärke, Leinmehl oder Na_2HPO_4 ermittelt. Kühe in der ersten Lactationszeit befanden sich gewöhnlich in positivem Ca-Gleichgewicht, im negativen N-Gleichgewicht, wenn das Heu unter 2,0% N enthielt, n. stets in negativem P-Gleich-

gewicht. Fütterung von Na_2HPO_4 verwandelte letzteres in ein positives. (Journ. Dairy Science 12. 445—55. Nov. 1929. Cornvallis, Oregon Agricult. Experim. Stat.) Gd.
 —, *Der heutige Stand der Fütterungslehre des Milchviehs.* Behandelt werden u. a. Nährstoffbedarf, Nährwertigkeiten, Verhältnis von Eiweiß: Stärke, Rolle der Amide im Futter, Mineralstoffwechsel u. Vitaminfrage. (Internat. landwirtsch. Rdsch. 20. I. Teil. 447—54. Nov. 1929.)

GROSZFELD.

P. Brigl und C. Windheuser. *Über Verfütterung von Natriumchlorat an Schafe und Ziegen.* Die Verfütterung von NaClO_3 , das in 2⁰/₁₀ig. Lsg. als wirksames Unkraut-vertilgungsmittel gebräuchlich ist, an Hammel u. Milchziegen (täglich etwa 10, selbst bis zu 20 g des Salzes) führte bei den Hammeln kaum zu gesundheitlichen Schäden, bei den Milchziegen zu einer leichten Reizung der Schleimhaut von Pansen u. Dünndarm u. Nierenreizung. Auch Gras von einer mit 2⁰/₁₀ig. NaClO_3 -Lsg. besprengten Versuchswiese bewirkte kaum gesundheitliche Schäden. Eine Gefährdung des Nutztviehes, infolge Fressen von mit 2⁰/₁₀ig. NaClO_3 -Lsg. besprengten Pflanzen scheint daher nicht vorzuliegen. (Landwirtschl. Vers.-Stat. 109. 225—35. Nov. 1929. Hohenheim, Landw. Hochsch.)

GROSZFELD.

A. Bruno. *Der Cl-Gehalt des Blutes während der Verdauung.* Der Cl-Geh. des Blutes u. in einigen Fällen auch der des Serums von Hunden wurde vor u. etwa 30 Min. nach der Fütterung von 150 g rohem Fleisch bestimmt. Der Cl-Geh. des Blutes war während der Verdauung meist erhöht, der des Serums einmal erhöht u. dreimal erniedrigt. (Compt. rend. Soc. Biol. 102. 467—68. 8/11. 1929.)

WADEHN.

Emil Abderhalden, Wilhelm Irion und Hans Sichel, *Bildung von Urokaninsäure bei der tryptischen Verdauung von Edestin.* Vff. isolierten aus Edestin, das durch Pankreatin gespalten war, Urokaninsäure (β -Imidazolylacrylsäure). Ob die Bldg. der Säure durch Bakterieneinw. stattgefunden hat oder nicht, konnte nicht entschieden werden, da zwar unter möglichst sterilen Bedingungen gearbeitet wurde, aber andererseits das Fermentpräparat selbst nicht sterilisierbar war. Pankreatin u. Pankreassaft enthalten keine Urokaninsäure. Bei der Hydrolyse des Edestins mit 25⁰/₁₀ig. H_2SO_4 ließ sich aus dem Hydrolysat keine Urokaninsäure gewinnen. Entsprechende Fermentverss. mit Casein, Hefeeiweiß u. Wittepepton waren ebenfalls negativ. Ferner wird noch folgende Beobachtung mitgeteilt. Eine aus dem Verdauungsgemisch fraktioniert gefällte Verb. gab nach mehrfacher sorgfältiger Fraktionierung Analysenzahlen, die recht gut mit denen für Oxytryptophan übereinstimmten. Genaue mkr. Betrachtung ließ das Prod. als Gemisch von Tryptophan u. Tyrosin erkennen. — Zur Isolierung der Urokaninsäure wurde das Edestin mit Pankreatin (GRÜBLER) 35—50 Tage bei 37⁰ behandelt, das unangegriffene Eiweiß ausgefällt u. das Filtrat zweimal mit Hopkinsreagens versetzt. Aus dem zweiten Nd. ließ sich die Urokaninsäure in stäbchenförmigen Krystallen isolieren. Aus 300 bzw. 200 g Protein wurden 0,12 bzw. 0,1 g reine Verb. gewonnen. F. 230—231⁰ unter Zers. Krystalle verlieren an der Luft (rascher über H_2SO_4) Krystallwasser, dabei werden sie undurchsichtig weiß. Beim Erwärmen auf 105⁰ wird nochmals W. abgegeben. Substanz ist stark ungesätt. Ninhydrin-, Xanthoprotein- u. MILLONsche Rk. negativ, EHRLICHsche Rk. positiv. (Ztschr. physiol. Chem. 182. 201—04. 24/5. 1929. Halle, Univ., Physiol. Inst.)

MAHN.

Erich Eckstein, *Welche Veränderungen erleidet das im Brot aufgenommene Getreidekorn beim Durchgang durch den Verdauungskanal?* Nach Verdauungsverss. mit Weizenschrotbrot, Steinmetz-Grahambrot, selbstgebackenem Roggenbrot, Simonsbrot u. Knäckegebrot, teils an sich selbst, teils an Affen, Mäusen u. Hühnern bei mkr. Unters. des Speichelbreies u. des Kotes (Abb. von Mikrobildern im Original) fand Vf., daß im Gegensatz zu den auch nach langer Kau- u. Speichleinw. im Mund verbleibenden Kleibestandteilen nach Abschluß des Durchganges durch den Darm des Menschen ein Mehlkörper wie eine Aleuronzellenschicht sehr häufig nicht mehr mit der Samenschale zusammenhing. Von den noch vorhandenen Aleuronzellen waren häufig der Zusammenhang untereinander u. mit der Samenschale gelockert, die Färbbarkeit mit Sudan III fast immer aufgehoben, die Membran nicht mehr nachzuweisen. Bei Affen ähnliche Ergebnisse, weniger vollständige Aufschließung, besonders der Aleuronzellen bei Mäusen. Die Aleuronenschicht war fast überall erhalten u. mit Sudan anfärbbar. Ähnlich bei den Verss. mit Hühnern, wahrscheinlich auf das Fehlen bakterieller Einw. auf die Zellmembran zurückzuführen. Die häufige Annahme, daß Aleuronzellen beim Menschen unangegriffen den Darm passieren, scheint irrig zu sein. (Arch. Hygiene 102. 240—53. Okt. 1929. Rostock, Hygien. Inst.)

GROSZFELD.

Tamotu Ikeda, *Über die Veränderung des Golgischen Apparates und der Mitochondrien bei den mit Cholesterin oder Lecithin behandelten Tieren.* 1—3 Mon. alte Hühnchen erhielten täglich oder jeden zweiten Tag 10 ccm geschmolzenes Lanolin oder ebensoviel einer 20%ig. Lecithinlg. subcutan injiziert; die Tiere wurden zwischen dem 7. u. 30. Versuchstag getötet. Die Ovarien wurden histolog. untersucht. Die Cholesterinjektionen begünstigten die Entw. des GOLGischen App., während die Lecithinjektionen hemmten. Das Umgekehrte war bei der Entw. der Mitochondrien zu beobachten. Es wird aus diesen Befunden geschlossen, daß die Lipide des GOLGischen App. vor allem aus Cholesterin, die Lipide der Mitochondrien aus Lecithin bestehen. Zur Dotterbildg. tragen sowohl der GOLGische App. als auch Mitochondrien bei, das Cholesterin des Dotters stammt daher wohl hauptsächlich aus dem GOLGischen App., das Lecithin aus den Mitochondrien. (Arbb. med. Univ. Okayama 1. 147—57. Juni 1929.) WADEHN.

Wolfgang Lintzel, *Zur Frage des Eisenstoffwechsels.* IV. Mitt. *Über das Harnseisen.* (III. vgl. C. 1928. I. 1976.) Der Fe-Geh. des Harns von gesunden männlichen Personen wurde nach der Methode von HENRIQUES u. ROLAND mit völlig Fe-freien Reagenzien geprüft. Es trat keine Spur einer Rotfärbung der Aschenlg. mit KCNS auf. Auf Grund der Empfindlichkeit der Methode ist anzunehmen, daß in den untersuchten Harnen weniger als 0,02 mg Fe pro l vorhanden war. Unter n. Bedingungen dürfte also die Niere an der Ausscheidung von Fe unbeteiligt sein. (Ztschr. Biol. 89. 350—52. 1/11. 1929. Berlin, Tierphysiol. Inst. Landwirtsch. Hochschule.) WADEHN.

Wolfgang Lintzel, *Zur Frage des Eisenstoffwechsels.* V. Mitt. *Über den Eisenbedarf des Menschen.* (IV. vgl. vorst. Ref.) Die Best. des Fe in den Faeces wurde vereinfacht. Der Stuhl wurde in Porzellanschale aufgefangen, mit reichlich W. übergossen u. sorgfältig verrührt. Diese Aufschwemmung wurde durch ein Porzellansieb mit 2 mm breiten Poren gegossen u. mit den Waschwässern zu 1 l aufgefüllt. Nach diesem Verf. dauert die Vorbereitung des Kotes nur 10 Min., während die übliche Methode des Eintrocknens des Stuhls auf dem W.-Bad viele Stdn. erfordert. Bei manchen Kostformen blieben auf dem Sieb unverdaute Nahrungsreste zurück, ihr Fe-Geh. betrug aber nur 1—2% des Fe-Geh. des gesamten Stuhls. Von der Aufschwemmung werden aliquote Teile nach der früher angegebenen Methode untersucht. — Bei Bilanzverss. bei Fe-armer Kost wurde die Fe-Zufuhr auf 3,6 mg Fe, dann 2,1 mg u. schließlich auf 1,6 mg Fe pro Tag beschränkt. Ernährung hierbei: 500 g Wasserreis, 100 g Butter, 100 g Zucker, 1000 ccm Starkbier. Die Fe-Ausscheidung, die in der Norm 10—13 mg Fe pro Tag betrug, sinkt beim Übergang zur Fe-armen Kost ab u. stellt sich innerhalb von 2 Tagen mit der Aufnahme ins Gleichgewicht. Es wurden in der letzten Periode also 1,0—1,9 mg Fe ausgeschieden. Ein Fe-Verlust trat also trotz der stark negativen N-Bilanz entgegen den Befunden von FONTES u. THIVOLLE nicht ein. — Bei Bilanzverss. bei Fe-reicher Kost wurde eine konstante Diät von Brot u. Fleischkonserven genommen u. Fe (bis zu 50 mg täglich) als FeCl₃ in viel H₂O zugelegt. In den ersten beiden Tagen der Fe-Zulagen ist die Fe-Bilanz stark positiv, vom 3. Tage an war jedoch annähernd Gleichgewicht vorhanden. Wenn die Zufuhr wieder auf den n. Wert zurückging, zeigte sich 2 Tage lang negative Bilanz, dann stellte sich Gleichgewicht ein. Die Retention in den ersten Tagen beim Übergang zur Fe-reichen Kost betrug bei einer Versuchsreihe 39,4 mg, der Verlust beim Übergang zur n. Kost aber nur 15,4 mg Fe. Die Differenz kam an den Nachttagen, so lange der Vers. auch fortgesetzt wurde, nicht wieder zum Vorschein. Diese endgültige Retention ist allerdings nicht als Ausdruck eines Fe-Bedürfnisses aufzufassen. Hierfür spricht am meisten die Tatsache, daß die Fe-Retention im wesentlichen auf die ersten Tage der vermehrten Fe-Zufuhr beschränkt ist. — Bei einer Versuchsreihe mit Fe-armer Kost war durch Verwendung selbst hergestellter Butter, die nur 0,05 g Fe in 100 g enthielt, die Fe-Zuführung auf 0,9 mg pro Tag beschränkt worden; es trat nach 2 Tagen Fe-Gleichgewicht ein, so daß also der Fe-Bedarf des n. erwachsenen Menschen kleiner als 0,9 mg Fe pro Tag ist. (Ztschr. Biol. 89. 342 bis 349. 1/11. 1929. München, Physiol. Inst. Univ.) WADEHN.

Toru Sakakibara, *Über den Ort der Bilirubinbildung und seine klinische Bedeutung.* Das retikuloendotheliale System des ganzen Körpers, auch das der Milz, der Leber, sowie der KUPFERSchen Sternzellen, bildet stets nur das indirekt reagierende *Bilirubin*. Die Leberparenchymzellen bilden kein Bilirubin, wandeln aber das sogenannte „indirekte“ Bilirubin in das „direkte“ Bilirubin um. Die Bilirubinbildg. der Milz

bei hämolyt. Ikterus ist bei Durchströmungsverss. stärker als bei n. oder pathol. anders entarteten Milzen. (Arbb. med. Univ. Okayama 1. 173—82. Juni 1929. Okayama, I. chirurg. Klinik med. Univ.)

WADEHN.

Tatu Tanaka, *Über die durch Kalium- und Calciuminjektion beim Kaninchen bewirkte Veränderung der Gefäßwand.* Eine Serie von Kaninchen erhielt 15 Tage hindurch 3-mal täglich 10 cem 1%ig. KCl-Lsg., eine zweite Serie im selben Injektionsmodus eine 2%ig. CaCl₂-Lsg. intravenös. Die Gefäße wurden dann histolog. untersucht. Die Veränderungen waren bei allen Gefäßen gleichsinnig. Bei den mit KCl behandelten Tieren war die Gefäßwand dünnwandig, schlaff, abgeplattet. Das Lumen besaß einen länglichen, zusammengedrückten Querschnitt. Bei den CaCl₂-Tieren waren die Gefäßwände verdickt; der Querschnitt stellte einen kleinen Kreis dar. — Sehr deutlich sind die Veränderungen an den Muskelzellen. KCl-Tiere: Die Muskelzellen sind bedeutend länger u. schmaler als bei Kontrollen. Die Interzellularräume sind erweitert, das Gefüge der Gefäßwand ist aufgelockert. CaCl₂-Tiere: Die Muskelzellen sind kürzer u. dicker als n. Die Zellen liegen dicht beisammen, so daß die Interzellularräume kaum zu erkennen sind. (Arbb. med. Univ. Okayama 1. 139—46. Juni 1929. Okayama, Anat. Inst. med. Univ.)

WADEHN.

C. G. Santesson, *Über die Toxizität des Wismutsulfids und über das sonstige Verhalten von Wismutverbindungen im Organismus.* Bi₂S₃ per os gereicht, ist wirkungslos. Subcutan injiziert, ist es an sich — weil swl. — nur mechan. reizend, aber kaum gewebsreizend oder giftig. Immerhin genügt die geringe Löslichkeit in Gewebs- u. in Körpersäften häufig, um gewisse — für die relativ gutartigen chron. Bi-Vergiftungen charakterist. — Symptome u. Veränderungen an Organen hervorzurufen. Der Transport durch die Blutbahn erfolgt als l. Bi-Verb., ausgefällt wird es durch den vorhandenen H₂S. In dieser Rk. erblickt Vf. das eigentliche gewebeschädigende Moment; wenn es ihm auch nicht gelang, durch Einführung von H₂S-W. in den Verdauungstraktus eine vermehrte Bi₂S₃-Bldg. in dessen Wänden zu bewirken. — Verss. mit bas. Bi-Salicylat zeigten, der größeren Löslichkeit entsprechend, eine etwas stärkere, im übrigen vollkommen analoge Wrkg. (Skand. Arch. Physiol. 58. 101—36. Nov. 1929. Stockholm, Karolin. Inst. Pharmakolog. Lab.)

ZEISSET.

Hans Cauer, *Über das Vorkommen von Jod in Gesteinen, Erden und Wässern und seine Beziehung zum Kropf.* Der J-Geh. der Gesteine u. Böden ist sehr schwankend, er ist z. B. in tertiärem Sand von Mandel in 6 m Tiefe 4307 γ /kg. Durch Stalldüngung wird der J-Geh. des Ackerbodens angereichert, wie bereits P. KÖHLER festgestellt hat, bis zu 5923 γ /kg. Im n. Trinkwasser schwankt der J-Geh. zwischen 0,8—4 γ . Die Solquelle Karlshalle in Kreuznach enthält 247 γ /l. In Gegenden mit hohem J-Geh. im Trinkwasser ist endem. Kropf unbekannt. In Rheinhessen wird der geringe J-Geh. des Trinkwassers durch den hohen J-Geh. der Luft ausgeglichen. (Journ. Landwirtschaft. 77. 251—73. Okt. 1929. Bad Kreuznach.)

TRÉNEL.

B. Eisler, S. Geness und S. Dienerstein, *Über den Einfluß der Narkose auf den Elektrolytgehalt des Serums.* Die Einw. der Narkose auf das Blutsrum ist unabhängig von der Narkosetiefe, aber abhängig von deren Dauer. Die Wrkng. der einzelnen Substanzen ist verschieden. Allen untersuchten Narcotica (A., Somnifen, Pernocton) ist gemeinsam, daß kurz nach Eintritt der Vollnarkose der Ca-Geh. des Blutsrumes gesunken ist. (Ztschr. ges. exp. Medizin 68. 529—39. 5/12. 1929. Kiel, Med. Klin.)

P. WOLFF.

P. J. Jurišić, *Über die Einwirkung von Narkoticis der Urethanreihe auf die kolloidalen Zustandsänderungen von Serum.* Ein Beitrag zur Kolloidchemie der Narkose. Rinderserum wird durch Methylurethan u. Äthylurethan in bestimmten Konz. gelatinisiert. Durch Schütteln wird das Gel wieder fl.; es ist tixotrop. Die Gelatinierungsgeschwindigkeit ist direkt proportional der Serumkonz. Es handelt sich um keinen Entquellungsvorgang. Froschmuskel zeigt keine Gewichtsabnahme in den Urethanlsgg. Die Gelatinierungsgeschwindigkeiten verschiedener Konz. zeigen, daß die Vorgänge auch nicht als Folge der TRAUBESchen Regel aufgefaßt werden können. Isocapillare Konz. in der homologen Reihe (Propyl- u. Isobutylurethan) rufen nicht die gleichen kolloidalen Zustandsänderungen hervor. (Protoplasma 8. 378—88. Dez. 1929. Zagreb, Pharmakol. Inst. d. Univ.)

OPPENHEIMER.

Anna Petrunkina und Michail Petrunkin, *Über die Bedingungen des Magnesium- und Bromschlafes.* Die Verbindung der Eiweißstoffe des Gehirns mit Mg u. Br folgt völlig der Regel von LOEB; in alkal. Milieu wird Mg stark gebunden u. Br bleibt in Lsg., in saurem Milieu umgekehrt. Die schlafferregende Wrkg. dieser Substanzen auf

das lebende Tier folgt der gleichen Regel. Die Wrkg. von Mg wird durch Alkalizufuhr beschleunigt u. verstärkt, durch Säurezufuhr geschwächt, die Br-Wrkg. umgekehrt beeinflusst. (Ztschr. ges. exp. Medizin 68. 720—36. 5/12. 1929. Leningrad, Staatsinst. f. exp. Med.) P. WOLFF.

Harry Gold und Marcy L. Sussman, *Pupillenreaktionen während der Äther- und Chloroformnarkose nach Morphingaben*. Bei Ä.-u. Chlf.-Narkose erweitert sich die Pupille im Stadium der Narkoseexzitation das erstmal, das zweitemal bei tiefster Narkose. Ursache der ersten Dilation: Reflexvorgänge, bei der zweiten wird Aphyxie als Ursache angenommen. In der Arbeit Beweis, daß diese Annahme falsch ist, eine unmittelbare Narkoticumwrkg. vorliegt (wahrscheinlich auf den Nervus oculomotorius). Bei *Morphin*vorbereitung kommt es in tiefer Ä.-Narkose wie in der Norm zur Dilatation, in tiefer Chlf.-Narkose aber zur Verengung. Der *Chlf.-Morphinsynergismus*, der sich am Atemzentrum ausdrückt, führt zum Tod des Vers.-Tieres, bevor der weniger empfindliche Oculomotorius gelähmt ist. (Proceed. Soc. exp. Biol. Med. 26. 3—5. Okt. 1928. Cornell Univ., Med. Coll., Dep. of Pharmacol.) OPPENHEIMER.

Rudolf Schoen, *Vergleichende Untersuchungen über die Wirkung von Morphin und Dilaudid auf das Zentralnervensystem von Kaninchen und über den Eintritt von Gewöhnung*. Die Wrkg. des Dilauidid auf die Körperstell.-u. Labyrinthreflexe gleicht der des Morphins vollkommen. Dilaudid wirkt intravenös etwa 10-mal, subcutan 15-mal stärker als Morphin unter doppelt so raschem Eintritt. Nach beiden Giften zeigt sich neben Lähmung von Anfang an Erregung, steigend mit höheren Dosen. Die Wrkg. auf die Atmung ist wie bei Morphin in kleinen Dosen lähmend (5-mal stärker), in großen erregend (2-mal stärker). Gewöhnung bzgl. der genannten Reflexe tritt langsamer u. später ein als nach Morphin (besonders intravenös), bei höheren Gaben rascher als bei geringeren. Die Nachwrkg. der Gewöhnung hält bei Dilaudid länger an wie bei Morphin. Dilaudid ist also bei Übereinstimmung der akuten Wrkg. erheblich giftiger als Morphin u. führt bzgl. der genannten Reflexe erst in längerer Zeit zur Gewöhnung. (Arch. exp. Pathol. Pharmacol. 146. 84—96. Nov. 1929. Leipzig, Med. Klin.) P. WOLFF.

Vinzenz Skowroński, *Über den Einfluß von Schlaf- und Fiebermitteln auf das β -Tetrahydrofieber*. Es wurde der Einfluß von Schlaf- u. Fiebermitteln auf das nachfolgende Auftreten von β -Tetrahydrofieber (β -T-Fieber) bei Kaninchen geprüft. Alle sind imstande, daß β -T-Fieber zu unterdrücken, am wirksamsten *Luminal* (0,1 g), *Urethan* (1 g), *Paraldehyd* (1 ccm), *Chloralose* (0,08 g) u. *Morphin* (0,010 g), weniger: *Chloroton* (0,1 g) u. *Veronal* (0,2 g), am wenigsten *Chloralhydrat* (0,3 g); alle Dosen pro kg Körpergewicht. Von den Fiebermitteln wirkt anatonist am stärksten *Antifebrin* (0,3 g), weniger *Chinin* (0,1 g) u. *Pyramidon* (0,25 g); dagegen sind *Antipyrin* (0,4 g) u. *Natrium salicylicum* (0,5 g) nicht imstande, Auftreten u. Höhe des β -T-Fiebers zu beeinflussen. *Ergotamin* ist ohne Wrkg. (Arch. exp. Pathol. Pharmacol. 146. 1—19. Nov. 1929. Wien, Pharmacol. Inst.) P. WOLFF.

T. Hosokawa, *Die Bedeutung der Gallensäuren hinsichtlich ihrer Wirkung auf das Herz*. 0,03—0,1% *Cholsäure* in Ringerlsg. erhöht Schlagvol. u. -frequenz des isolierten Froschherzens. 0,002—0,005% *Desoxycholsäure* wirkt ähnlich, vermindert nur die Frequenz regelmäßiger. Wrkg. vom pH unabhängig. Vagusbeeinflussung kann ausgeschlossen werden. Durch überlebende Leber geleitete Ringerlsg. wirkt in ähnlicher Weise wie Ringer mit den genannten Gallensäuren. Eine entsprechende Wirkungsverstärkung wird nach Durchleitung cholsäurehaltiger Ringerlsg. durch die Leber beobachtet. Es wird daraus geschlossen, daß das Leberhormon von RICHARDET (C. 1926. I. 2372) mit den Gallensäuren zusammenhängt, deren Resorption aus der Gallenblase u. Ggw. im großen Kreislauf als bewiesen angesprochen wird. *Margarinecholeinsäure* (Desoxycholsäure + Palmitin-Stearinsäuregemisch) wirkt schwächer als Desoxycholsäure. Choleinsäurebdg. = „Entgiftung“. *Campher-Desoxycholsäure* (*Camphercholeinsäure* = *Cadechol*) wirkt stärker (Campherwrkg.). (Okayama-Igakkaï-Zasshi 1927. 593—604. Okayama, Med. chem. Inst. Sep.) OPPENHEIMER.

Michel Polonovski und René Hazard, *Vergleich der Herz-, Gefäßwirkungen der zwei Isomeren Tropanol und Pseudotropanol*. Tropanol senkt den Blutdruck u. wirkt am Herz einfach lähmend, Pseudotropanol dagegen besitzt am Herzen eine ausgesprochene nicotinartige Wrkg. u. steigert den Blutdruck. Der Unterschied zeigt die Bedeutung der räumlichen Anordnung der alkoh. OH-Gruppe im Pyrrolidin-Piperidinkern. (Compt. rend. Acad. Sciences 188. 1441—43. 27/5. 1929.) OPP.

Kikuo Toda, *Zur Kenntnis der pharmakologischen Wirkung des synthetischen N-Oxyäthylpiperidinacetyltropansäureesters (Navigan)*. Dieser Ester steht dem *Atropin*

wie dem *Scopolamin* nahe. Im Vordergrunde des Wirkungsbildes steht die schlafmachende Wrkg. Ähnlich Atropin wirkt *Navigan* in kleinen Dosen pulsbeschleunigend u. verlangsamt auf die Atmung wenigstens am intakten Tier (Hund). Am Kaltblüter wiegt die Pulsverlangsamung vor; die Atmung kann bis zum Atemstillstand gelähmt werden. Zum Unterschied von Atropin wirkt *Navigan* auch beim direkten Aufbringen aufs Herz beim Frosch pulsverlangsamend u. hebt die Wrkg. des Vagusgiftes *Cholin* am Herzen nicht auf. Dagegen erweist es sich am überlebenden Darm wie am Uterus als Antagonist der vaguserregenden Gifte u. ist ausgesprochen spasmolyt. Speichel u. Schweißsekretion werden wie durch Atropin gehemmt, am Katzenauge starke, aber nicht maximale Pupillenerweiterung für mehrere Std. Der Ersatz des Tropins durch Piperidin führt also zu einer Substanz, die pharmakolog. den natürlichen Tropeinen ähnlich ist. (Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 146. 313—26. Dez. 1929. Breslau, Pharmakol. Inst.) P. WOLFF.

Max Hochrein und **Rolf Meier**, *Über die Kreislaufwirkung des Lobelins*. Lobelin ruft direkt u. indirekt Kreislaufveränderungen hervor (Störungen des Reizleitungssystems vermehrter Tonus der Herz- u. Gefäßmuskulatur). Diese Wrkg. scheint vorwiegend peripher bedingt zu sein; sie überdauert die Atemwrkg. (Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 146. 288—300. Dez. 1929. Leipzig, Med. Klin.) P. WOLFF.

E. Geiger, *Aufhebung der glykogenmobilisierenden Wirkung des Histamins durch Ergotamin*. Histamin steigert bis zu einer Verdünnung von 1: 50000 die Zuckerabgabe der isolierten Froschleber. Durch Vorbehandlung der Leber mit Ergotamin kann diese Wrkg. aufgehoben werden. Das Histamin fördert also durch Reizung der sympath. Nervenendigungen die Zuckerabgabe der Froschleber. (Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 146. 109—12. Nov. 1929. Pécs Pharmakol. Inst.) P. WOLFF.

Z. Dirner, *Pharmakologische Untersuchungen an überlebenden Froschlungen*. Die isolierte Froschlunge ist für pharmakolog. Unters. brauchbar; zumeist zeigt sie ein ähnliches Verh. wie die isolierte Bronchialmuskulatur. Die Erreger der parasymph. Nervenenden wie *Muscarin*, *Acetylcholin*, *Pilocarpin*, *Physostigmin*, bewirken eine Kontraktion die durch das auf den Parasympathikus lähmend wirkende *Atropin* bzw. durch das den Sympathikus erregende *Nicotin*, *Adrenalin*, *Ephedrin*, *Coffein*, ferner auch durch *Natriumnitrit*, *Veratrin*, *Papaverin* behoben werden kann. (Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 146. 232—48. Nov. 1929. Szeged, Pharmakol. Inst.) P. WOLFF.

A. v. Nyári, *Über die gemeinsame Wirkung von Digitoxin und Cardiazol*. Durch verd. Cardiazollsgg. (1: 200, 1: 500) wird die Digitoxinwrkg. am isolierten Froschherzen nicht oder unwesentlich gesteigert; Cardiazollsgg. allein von starker Konz. (1: 100) sind imstande, an den mit Digitoxin behandelten Froschherzen eine systol. Kontraktur hervorzurufen. Ein Synergismus zwischen beiden Mitteln läßt sich nur sehr beschränkt nachweisen; dementsprechend wird weder die Aufnahme bzw. Bindung von Cardiazol im Herzen durch Digitoxin, noch umgekehrt jene des Digitoxins durch Cardiazol nachweisbar gefördert. Am lebenden Frosch war bei Verabreichung von Cardiazol zusammen mit Digitalis keine Steigerung der Digitaliswrkg. zu finden. An Katzen konnte Cardiazol intravenös die Wrkg. von *Strophanthin* auch dann nicht steigern, wenn es konz. in größtmöglichen Dosen im vorgeschrittenen Stadium der Strophanthinvergiftung verabreicht wurde. Dies ist verständlich, da Cardiazol im Blute des lebenden Tieres die zur systol. Kontraktur nötige Konz. nicht erreichen kann. (Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 146. 249—64. Dez. 1929. Szeged, Pharmakol. Inst.) P. WOLFF.

Ernst Ruickoldt, *Oxantin als Atmungsstimulans*. Oxantin ist als Atmungsstimulans bei *Morphinvergiftung* des Kaninchens von guter Wrkg. (Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 146. 162—66. Nov. 1929. Rostock, Pharmakol. Inst.) P. WOLFF.

F. Pharmazie. Desinfektion.

A. P. Lewtschuk, *Materialien zum Studium der Volksmedizin in Rußland*. II. *Herzmittel und Diuretica pflanzlichen Ursprungs*. Beschreibung der Drogenpflanzen, die in der russ. Volksmedizin als Herz- u. harntreibende Mittel Verwendung finden. (U. S. S. R. Scient.-techn. Dpt. Supreme Council National Economy Nr. 298. Journ. Ch. Pharm. Nr. 21. 3—215. 1929.) SCHÖNFELD.

Th. Janss, *Unbegrenzt klar bleibende Pantoponampullen*. Erhitze 150 cem W. + 10 cem 0,1-n. HCl + 2,5 g NaCl in einem geräumigen Becherglase, gib sd. auf einmal 5 g Pantopon hinzu, erhitze die trübe Fl. 10 Min. bei 100° im Autoklaven, filtriere nach 10 Tagen zweimal u. bringe auf 500 cem. Beschreibung der Füllung der Ampullen

bei 90° u. Dichtschmelzung derselben. (Pharmac. Weekbl. 66. 1203—04. 28/12. 1929. Maastricht, Ziekenhuis Calvarieberg.) GROSZFELD.

Herrmann Emde, *Ephedra und Ephedrin*. Zusammenfassender Vortrag über Herkunft, Konst. u. Fabrikation von *Ephedrin* u. über die Synthese von d,l-Ephedrin, unter dem Namen *Ephetonin* im Handel. (Apoth.-Ztg. 44. 1605—06. 21/12. 1929.) HERT.

R. Fischer, *Zersetzlichkeit von Alkaloiden in wäßrigen Lösungen*. Lösungen von *Yohimbïn* werden besser als im CO₂-Strom, wie DIETZEL, FISCHER u. SCHLEMMER (C. 1929. II. 2225) vorschlagen, in N₂-Atmosphäre abgefüllt u. tyndallisiert. (Pharmaz. Ztg. 74. 1257—58. 28/9. 1929. Leverkusen.) HERTER.

Konrad Schulze, *Über die Haltbarkeit von Kolafluidextrakten*. Analysen von *Kolafluidextrakten* nach der C. 1928. I. 713 angegebenen Methode zeigten, daß der Geh. an *Coffein* in 13 Monaten nur unwesentlich oder gar nicht zurückgeht. Zusatz irgendwelcher Säuren zum Fluidextrakt ist unnötig. Die beste Ausbeute an Alkaloid wird mit A. von 70 bis 90% erhalten, das in bezug auf *Coffein* u. Begleitstoffen beste Prod. liefert A. von 70% (*Spiritus dilutus* D. A. B.). (Apoth.-Ztg. 44. 1435—36. 16/11. 1929. Berlin, Hageda.) HERTER.

A. Bonis, *Die Süßholzwurzel des Handels*. Nach dem Verf. von AUGUET, abgeändert von DURIER (C. 1913. II. 311), wurden in 2 Proben deutscher Herkunft 43,52—50,16, 1 belg. 81,28, 2 französ. 81,44—82,50% Ammoniumglycyrrhizat ermittelt. (Ann. Falsifications 22. 518—22. Nov. 1929.) GROSZFELD.

David I. Macht und Harriet Leach, *Die Wirkung von polarisiertem Licht auf Cocain*. Bestrahlung von Cocainlsgg. mit polarisiertem Licht wurde auf zwei Arten vorgenommen: mittels eines NICOLSCHEN Prismas u. mittels Glasplatten-sätzen, die im BREWSTERschen Winkel aufgestellt wurden. Vergleich mit Kontrolllsgg., welche gleichartigem, nichtpolarisiertem Licht ausgesetzt waren, sowie mit nichtbestrahlten Lsgg., weiter durch pharmakolog. Verss. u. physikal.-chem. Unterss. Polarisierte Lsgg. hatten eine stärkere Zers. erfahren mit quantitativen Unterschieden zwischen d- u. l-Cocain. Dementsprechend können Lsgg. in umhüllten Flaschen (z. B. mit *Cellophan*) leichter zers. werden. Ultraviolette Strahlen spielen hier keine Rolle. (Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 146. 177—207. Nov. 1929. Baltimore, Pharmakol. Forschungs-lab. HYNSON, WESTCOTZ u. DUNNING.) P. WOLFF.

Johannes Kerb, Danzig, *Darstellung von nicht gärungsfähigen Hexoseanhydriden*, dad. gek., daß man *Rohrzucker* im Vakuum schnell über seinen F. erhitzt, wobei die Temp. von 165° in der Regel nicht überschritten werden soll u. alsdann die erhaltene Schmelze längere Zeit, jedoch nicht über 10 Stdn. bei Temp. um 145° hält. — Hierzu vgl. C. 1924. I. 1558. Nachzutragen ist, daß das Endprod. ein molekulares Gemisch von *Glucose-* u. *Fructoseanhydrid* darstellt. (D. R. P. 482 726 Kl. 12o vom 13/6. 1922, ausg. 20/9. 1929.) ALTPETER.

Chemische Fabrik vorm. Sandoz, Basel, *Verfahren zur Gewinnung der einzelnen Bestandteile des herzwirksamen Meerzwiebelglykosids*. (D. R. P. 486 770 Kl. 12o vom 13/8. 1927, ausg. 26/11. 1929. — C. 1930. I. 555 [F. P. 668089].) ALTPETER.

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, übert. von: **Sigmund Fränkel**, Wien, *Gewinnung eines Hormons aus weiblichen innersekretorischen Organen*. Von Blut befreite *Placenta* wird getrocknet u. mit Bzl. oder A. extrahiert. Das Lösungsm. wird baldmöglichst abdest., der Rückstand in Aceton aufgenommen, der unl. Teil mehrmals mit Aceton ausgekocht u. die vereinigten Filtrate auf +1° bis —20° abgekühlt. Nach Abtrennung der auskristallisierten Anteile dest. man das Aceton ab u. nimmt den Rückstand in CH₃OH auf. Die filtrierte methylalkoh. Lsg. wird abdest. u. der Rückstand nochmals mit Aceton behandelt, bis die M. in CH₂O ohne Trübung l. ist. Aus der CH₃OH-Lsg. werden mit Hilfe von ammoniakal. Pb-Acetat-lsg. die Fettsäuren gefällt, das Filtrat im Vakuum eingengt u. in W. gegossen. Die wss. Fl. wird mehrmals mit PAe. extrahiert, der PAe. mit W. geschüttelt, bis das W. keine Pb-Rk. zeigt, u. hierauf mit konz. Na₂SO₄-Lsg. völlig Pb-frei gemacht. Die so gereinigte Lsg. kann wie folgt weiterverarbeitet werden: Der PAe. wird abdest., der Rückstand in absol. Ä. aufgenommen, die Lsg. im Vakuum eingengt u. hierauf mit CO₂-Schnee-Ä.-Kältemischung gekühlt. Hierbei scheidet sich der wirksame Stoff kristallin. ab; er wird abgetrennt u. zwecks weiterer Reinigung mehrmals aus Ä. unter Tiefkühlung abgeschieden. — Man kann auch den PAe.-Rückstand in Ä. oder Eg. aufnehmen u. mit äther. oder Eg.-Br₂-Lsg. behandeln; hierauf wird filtriert, das Filtrat mit Na₂CO₃ von Br₂-Überschuß befreit u. nach Abdest. des Lösungsm. im Vakuum

in A. aufgenommen, worauf mit Zn-Staub, der mit Hg oder Cu aktiviert ist, das Br wieder abgespalten wird. Nach Abtrennen des Filtrats gießt man in W. u. extrahiert mit Bzl. oder Ä. Die Lsg. wird mit W. gewaschen, im Vakuum eingengt. Das *Hormon*, welches vor Luftzutritt zu schützen ist, bleibt hierbei in reinem Zustand zurück. Es bildet eine helle blaßgelbe M., die unter 0° krystallisiert, die Zus. $C_{16}H_{28}O_2$ besitzt u. das Lacton einer Oxyssäure mit offener Kette mit einer Doppelbindung zwischen den C-Atomen 12 u. 13 darstellt. Die hieraus dargestellte Oxyssäure sintert bei 35°, F. etwa 40°. Das Hormon ist ll. in CH_3OH , A., Ä., PAe., Bzl. u. zeigt in CH_3OH -Lsg. $[\alpha]_D^{15} = 6^\circ 41'$. Es gibt negative Rk. nach CARR u. PRICE, nach FEARON, positive nach RASPAIL, nach PETTENKOFER. Die Lsg. in Chf. gibt mit H_2SO_4 u. Eg.-Anhydrid eine rote, schnell in braun umschlagende Färbung. Durch Einw. von SO_2Cl_2 u. $NH_2 \cdot NH_2 \cdot H_2O$ entsteht ein Prod. vom F. 104,5°, wahrscheinlich ein dimolekulares Hydrazid mit einer Ätherbrücke, Zus. $C_{32}H_{66}O_3N_4$. (E. P. 292 962 vom 27/6. 1928, Auszug veröff. 22/8. 1928. D. Prior. 27/6. 1927.)

ALTPETER.

Tokujiro Hashimoto, Japan, *Toilettmittel*. Man erhitzt eine Mischung von *Kautschuk*, *Traganth* u. einem flüchtigen Lösungsm., wie Ä., Bzl. u. dgl. bei einem Druck von 10 at etwa 10 Min. u. läßt die M. erkalten. Dem Prod. können noch andere geeignete Stoffe, wie *Salicylsäure*, *Benzoessäure*, A., *Glycerin*, *Pottasche* u. a. zugegeben werden. (F. P. 663 694 vom 8/11. 1928, ausg. 23/8. 1929.)

SCHÜTZ.

Paul Langenkamp, Darmstadt, *Pulverförmiges Haarfärbemittel*. Das Mittel, welches vor dem Gebrauch in W. gel. wird, besteht aus BaO_2 , *p*-Phenylendiamin-sulfonsäure oder *o*-Aminophenol oder *p*-Aminodiphenylaminomonosulfonsäure. (A. P. 1 738 590 vom 12/11. 1926, ausg. 10/12. 1929.)

SCHÜTZ.

Société Française des Produits Alimentaires Azotés, Paris, *Herstellung eines Antiseptikums*. (D. R. P. 486 047 Kl. 53i vom 21/11. 1924, ausg. 9/11. 1929. F. Prior. 20/11. 1923. — C. 1925. I. 2419 [E. P. 225 228].)

ALTPETER.

J. Dalby, Bradford, *Einrichtung zum Desinfizieren von Wasser und zur Herstellung von Desinfektionslösungen, insbes. für Wasserspülapparate mit Syphonentleerung*. In den Wassersammelkasten wird eine Schwimmbüchse eingesetzt, die mit einer Korkhaube u. mit durchlöcherter Boden u. Seiten versehen ist. In die Schwimmhülse, die von dem Kork schwimmend gehalten wird, wird eingefüllt frisch gelöschter Kalk, wasserfreies Na_2CO_3 , $KMnO_4$ oder Borax u. eventl. Fichtennadelöl zugesetzt. An Hand von Zeichnungen ist die App. beschrieben. (E. P. 321 496 vom 11/9. 1928, ausg. 5/12. 1929.)

M. F. MÜLLER.

Theodor Zerner und Robert Glass, Österreich, *Darstellung von beim Abbrennen für Desinfektionszwecke nicht tropfenden Schwefelstücken durch Verrühren des S mit Bimssteinpulver unter Zusatz von Wasserglaslg. zu einer Paste, die geformt u. getrocknet wird*. (F. P. 671 224 vom 11/3. 1929, ausg. 10/12. 1929. Oe. Prior. 27/3. 1928.) M.F.M.

A. J. Clark, Applied pharmacology; 3rd ed. Philadelphia: Blakiston 1929. (529 S.) Lw. S 4.—.

G. Analyse. Laboratorium.

Leslie Herbert Lampitt und John Herbert Bushill, *Beschreibung eines Apparates, der es gestattet, die Änderungen des Feuchtigkeitsgehaltes von geringen Pulvermengen festzustellen*. Die Vff. beschreiben eine Drehwaage, die es gestattet, die allmähliche Gewichtszu- oder -abnahme von geringen Pulvermengen (0,01—0,2 g) in einer Atmosphäre, mit deren Feuchtigkeitsgeh. der des Pulvers nicht im Gleichgewicht ist, zu bestimmen. Die Ablesung erfolgt mittels eines beweglichen Mikroskops. Die erreichbare Genauigkeit beträgt 0,001 mg. Es sind in der Arbeit Beispiele von ausgeführten Messungen an Stärke, $BaCl_2$, K_2CO_3 , $CuSO_4$ angegeben. (Journ. scient. Instruments 6. 369—73. Dez. 1929. London, Lab. J. LYONS & Co., Ltd.) FABER.

Ward E. Kuentzel, *Ein einfacher Laboratoriums-Vakuumregler*. Die Einrichtung ist im wesentlichen der von MILLER u. MC KINNEY (C. 1928. II. 81) beschriebenen ähnlich. Bei einer bestimmten Höhe des Standes eines Hg-Manometers wird ein Stromkreis geschlossen, so daß ein Hahn geschlossen wird, durch den bis dahin Luft eintreten konnte. Durch das fortdauernde Saugen einer Pumpe wird jetzt der Druck u. damit die Höhe der Hg-Säule erniedrigt, der Stromkreis unterbrochen u. so der Hahn durch eine Feder wieder geöffnet, so daß von außen Luft eintreten kann. Der Apparat hat monatelang ohne Unterbrechung gearbeitet. Wichtig ist, daß auf den Hahn durch irgendeine Einrichtung, z. B. einem Korken, ein leichter Druck nach oben ausgeübt

wird, so daß er sich nicht festsetzen kann. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3347—49. Nov. 1929. Washington [D. C.], Department of Agriculture.) KLEMM.

Ward E. Kuentzel, *Eine automatische Abschlußanordnung für eine gasbeheizte Laboratoriumsquecksilberdestillationseinrichtung*. Die Anordnung ist verbunden mit einer automat. Destillationseinrichtung, bei der durch den Atmosphärendruck aus einem Vorratsgefäß Hg in den eigentlichen Destillationskolben gedrückt wird. Sobald nun das Hg in dem Vorratsgefäß einen gewissen Stand unterschreitet, wird der Gasstrom zum Brenner abgeschlossen. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3349—51. Nov. 1929. Washington [D. C.], Dep. of Agriculture.) KLEMM.

Mallison-Vollmann, *Viscositäts- und Fließprüfer DRGM.* (Vgl. C. 1927. II. 508.) Mit Abbildung versehener Aufsatz über den Viscositätsprüfer nach MALLISON-VOLLMANN, der sich in Technik u. Betrieb gut eingebürgert hat. Eine Neukonstruktion aus Eisen ist der alten Holzapparatur vorzuziehen. Der Kippwinkel der einsetzbaren Messingfließbrinnen ist einstellbar. (Farbe u. Lack 1929. 622. 23/12.) KÖNIG.

Randall Whitaker und B. L. Herrington, *Die Berechnung der absoluten Viscosität aus mittels des Torsionspendelviscosimeters erhaltenen Angaben*. Ableitung einer Umrechnungsgleichung. (Journ. Dairy Science 12. 456—63. Nov. 1929. Ithaca, N. Y., Cornell Univ.) GROSZFIELD.

C. Junge, *Ein neuer Apparat zur Bestimmung korrigierter Schmelzpunkte*. Der App. besteht aus zwei Teilen. In einem äußeren Rohr wird durch Heizung H_2SO_4 zur Zirkulation gebracht, diese umspült ein inneres Rohr, das in dem äußeren möglichst gut zentriert ist. Im unteren Ende des inneren Rohres befindet sich eine geringe Menge einer zweiten Badfl., in die das Thermometer mit der Schmelzprobe hineinreicht. Durch diese Anordnung wird erreicht, daß das Thermometer in seinem vollen Meßbereich von einer Heizfl. umgeben ist u. daher die korrigierten Schmelzpunkte zeigt. Der absteigende Ast des Zirkulationsrohres wird mit Asbestschnur gegen Wärmeverluste geschützt. (Chem.-Ztg. 53. 996. 25/12. 1929. Göttingen.) WRESCHNER.

Gustav Klein, *Ein bewährter Mikroschmelzpunktsapparat*. Vf. hat für die Best. des F. von äußerst geringen Substanzmengen eine Apparatur ausgearbeitet, die seit mehreren Jahren erprobt ist u. von der Firma REICHERT bezogen werden kann. Sie besteht aus einer Art elektr. Heizplatte, die auf jedes Mikroskop aufgesetzt werden kann. Auf der Heizplatte ist ein Thermometer angebracht; durch empir. Eichung ist die Hülse für das Thermometer so justiert, daß sie die gleiche Temp. hat wie die Stelle, an der das zu untersuchende Objekt befestigt wird. Zur Best. des F wird das zu untersuchende Objekt — z. B. einige aus botan. Präparaten gewonnene Kryställchen — bei langsam steigender Temp. mikroskop. beobachtet, bis seine Konturen schwinden u. es fl. wird. Das erreichbare Temp.-Intervall beträgt 50—350°. Bei der Benutzung sind eine Reihe von Vorsichtsmaßnahmen zu berücksichtigen, die angegeben sind (insbesondere Trocknen, Behandeln von flüchtigen Substanzen usw.). Am Schluß sind eine große Reihe von Substanzen angeführt, bei denen sich das Verf. bewährt hat. (Mikrochemie. PREGL-Festschrift 1929. 192—203. Wien, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.]) KLEMM.

A. H. Richards, *Die Bestimmung von Überführungszahlen in wässerigen Lösungen*. Analyt. Methode. — Ionenüberführungszahlen bei Konz. 0. — Grenzflächenverschiebungsmethode. — Konz.-Zellen. (Chem. Engin. Mining Rev. 22. 69—70. Nov. 1929.) R. K. MÜLLER.

H. Paweck, *Zur Veröffentlichung von H. A. J. Pieters: „Woodscher Metall als Kathodenmaterial bei Elektrolysen.“* Polemik (vgl. C. 1929. I. 1238). (Ztschr. analyt. Chem. 79. 113—14. 1929.) WINKELMANN.

H. Paweck und W. Stricks, *Beiträge zu dem neuen elektroanalytischen Arbeitsprinzip mit Woodscher Legierung als Kathode*. (Vgl. C. 1928. I. 549.) Eine fl. Elektrode von WOODScher Legierung hat sich auch zu elektroanalyt. Best. der Metalle Sn, Ag, Fe, Ni, Co u. Tl sehr gut bewährt. Vff. geben für jedes Metall eine genaue Arbeitsvorschrift an. Die für Sn sei als Beispiel angeführt. „Elektrolytvolumen: 80—100 ccm, Sn in Form von Zinnchlorür. Auf 100 ccm Elektrolyt etwa 3 ccm konz. HCl, Zugabe von etwa 3 g Hydroxylaminchlorhydrat, welches nach Verbrauch (etwa nach 1 Stde.) erneuert werden muß. Vor Schluß der Elektrolyse Zugabe von 5—10 ccm A., den man 10—15 Min. einwirken läßt. Letztere Zeitdauer darf nicht überschritten werden, da sonst auf der Kathode ein schwarzer Überzug auftritt. 3 Amp., 4,5—5 Volt. Nach Zugabe des A. steigt die Spannung um 0,3—0,5 Volt.“ (Ztschr. analyt. Chem. 79. 115—34. 1929. Wien, Techn. Hochschule.) WINKELMANN.

A. Boutaric, *Die Ultramikroskope und ihre Anwendungen.* (Vgl. C. 1930. I. 261.) Beschreibung der Anwendung zur Unters. der Kolloide. (Science mod. 6. 547—53. Dez. 1929. Dijon, Fac. des Sc.)

BEHRLE.

G. Kögel, *Über die neuesten Verbesserungen des Lumineszenzmikroskopes.* Vf. beschreibt die Beleuchtungsart, die sich für *Lumineszenzmikroskopie* eignet. Am besten sind punktförmige Lichtquellen, entsprechende Spezialglühbirnen, die sich in einem Kugelgehäuse befinden. Das auf der einen Seite aus Schwarzglas, auf der anderen aus Blauviolglas besteht. Er geht dann auf die Optik des Fluoreszenzmikroskops ein, auf die dazugehörigen Objektträger u. photograph. Platten u. macht zum Schluß einige Bemerkungen über *Streifluoreszenz*. (Mikrochemie 7. 305—13. 1929. Karlsruhe.)

WINKELMANN.

G. Hevesy, *Quantitative chemische Analyse mittels Röntgenstrahlen und ihre Anwendung.* Zusammenfassender Vortrag. Die geeignetste Methode ist die der Mischung einer Bezugssubstanz u. empir. Best. des Intensitätsverhältnisses der Bezugslinie u. der zu bestimmenden Linie. Zur Vermeidung störender Effekte der Kathodenstrahlen wird die Probe mit Röntgenstrahlen bestrahlt u. das Sekundärspektrum untersucht. Weitere Fehlerquellen u. die Anwendungsmöglichkeiten werden diskutiert. (Nature 124. 841—43. 30/11. 1929. Freiburg i. B.)

LESZYNSKI.

R. C. Emmons, *Ein Satz von dreißig Immersionsflüssigkeiten.* Die zur Best. der Brechungsindizes von Mineralien meist angewandten Fl. sind äth. Öle oder künstliche Gemische, aus denen leichter flüchtige Bestandteile zuerst verdampfen, so daß sich die Brechung rasch ändert u. die Messungen unzuverlässig werden. Vf. hat deshalb einen Satz von einheitlichen Fl. oder Gemischen aus nahezu gleich sd. Fl. zusammengestellt, dessen n_D^{25} von 1,446 bis 1,738 reichen (Bezugsquelle: Dr. C. W. MUEHLBERGER, Service Memorial Institute, Madison, Wisconsin). Angewandt wurden für die Werte n_D^{25} (in Klammer Temp.-Koeffizienten $\times 10^5$): 1,446 *Trimethylenchlorid* (45), 1,456 *Cineol* (41), 1,466 *Hexahydrophenol* (44), 1,477 *Dekalin* (40), 1,486 *Isoamylphthalat* (38), 1,492 *Tetrachloräthan* (51), 1,501 *Pentachloräthan* (48), 1,513 *Trimethylenbromid* (48), 1,523 *Chlorbenzol* (53), 1,533 *Äthylenbromid* + *Chlorbenzol*, 1,544 *o-Nitrotoluol* (53), 1,557 *Xylidin* (50), 1,570 *o-Toluidin* (47), 1,584 *Anilin* (45), 1,595 *Bromoform* (56), 1,603—1,613 *Jodbzl.* + *Brombzl.*, 1,622 *Chinolin* (49), 1,633 *α -Chlornaphthalin* (44), 1,640—1,650 *α -Brom- + α -Chlornaphthalin*, 1,660—1,690 *α -Brom- + α -Jodnaphthalin*, 1,700—1,730 *Methylenjodid* + *Jodbzl.*, 1,738 *Methylenjodid* (70). — *Anilin* hat $K_{p,15}$ 66,8—67,2°. (Amer. Mineralogist 14. 482—83. Dez. 1929. Univ. of Wisconsin.)

OSTERTAG.

L. W. Elder jr., *p_H Messung mit der Glaselektrode und dem Vakuumröhrenpotentiometer.* Das Vakuumpotentiometer von ELDER u. WRIGHT (C. 1929. I. 2672) wurde verbessert; die neue Anordnung ist empfindlicher u. einfacher. Vergleicht man die mit diesem Instrument erhaltenen Werte mit einem LINDEMANN'SCHEN Quadrantenelektrometer, so zeigte das letztere niedere Werte; die Differenz lag zwischen 2 u. 100 Millivolt u. war um so größer, je höher der innere Widerstand der Glaselektrode war; für ein u. dieselbe Elektrode war jedoch der ΔE -Wert über eine 10fache Variation des p_H -Wertes konstant. Vf. prüfte dann eine Reihe von Gläsern; es zeigte sich, daß das Asymmetriepotential für eine bestimmte HCl-Konz. für jede Glasart konstant war u. zwischen 5 u. 64 Millivolt variierte. Der Einfluß 15—20-std. anod. Polarisation mit 110 V. Gleichstrom verschwand völlig nach 3 Tagen; die kathod. Polarisation war wesentlich größer u. hielt sich viel länger. Tempern der Elektroden bei 120° brachte überraschenderweise eine Potentialänderung, die nur sehr langsam verschwand. Elektroden, die nach der Methode von MC INNES u. DOLE (C. 1929. II. 457) hergestellt waren, zeigten, unabhängig von der Glassorte, sehr geringe Asymmetriepotentiale. Schließlich wird kurz gezeigt, wie man auf Grund der gegebenen Daten p_H -Messungen mit der Glaselektrode ausführen kann. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3266—72. Nov. 1929. Urbana [Ill.], Univ. of Illinois.)

KLEMMER.

Hermann Eichler, *Die Azofarbstoffe des Phenolphthaleins als neue, vollkommenerer Indikatoren in der Acidimetrie und Alkalimetrie.* I. Mitt. Die Azofarbstoffe des *Phenolphthaleins* vereinigen in sich eine große Empfindlichkeit mit einem leicht wahrnehmbaren Farbumschlag u. sind je nach der Zus. auch zur Best. schwacher Basen in vollkommenerem Maße verwendbar. Vf. hat die folgenden Indikatoren hergestellt: I. $1,4-C_6H_4(SO_3H)N_2 \cdot C_{20}H_{12}O_4$. II. $1,4-C_6H_4(SO_3H)N_2 \cdot C_{20}H_{12}O_4 \cdot N_2(SO_3H)C_6H_4$. 1,4. III. $C_6H_5-N_2 \cdot C_{20}H_{13}O_4$. IV. $\alpha-C_{10}H_7-N_2 \cdot C_{20}H_{13}O_4$. V. $1,4-C_6H_4(CH_3)N_2 \cdot C_{20}H_{13}O_4$. VI. $1,2-C_6H_4(NO_2)N_2 \cdot C_{20}H_{13}O_4$. Besonders mit II. u. III. kann man Säuren u. Basen

von verschiedenem Leitungsvermögen möglichst fehlerfrei bestimmen. (Ztschr. analyt. Chem. 79. 81—90. 1929. Sternberg in Mähren, Landes-Oberrealschule.) WINKELM.

I. M. Kolthoff, W. M. Lauer und C. J. Sunde, *Die Benutzung von Dichlorfluorescein als Adsorptionsindicator für die argentometrische Titration von Chloriden*. Fluorescein ist als Indicator zur Titration der Halogene mittels AgNO_3 nach FAJANS nur in neutralen oder schwach alkal. Lsgg. verwendbar, die nicht verdünnter sind als 0,005-n. Vff. entwickeln die Gesichtspunkte, die beim Suchen nach einem geeigneteren Indicator leitend sein müssen: er muß eine stärkere Säure u. stärker adsorbierbar sein als Fluorescein; allerdings darf die Adsorbierbarkeit eine gewisse Grenze nicht überschreiten, da sie sonst größer wird als die von Cl^- . So ist z. B. Eosin nur für Bromide, Jodide u. Rhodanide brauchbar, nicht für Chloride. Vff. erhielten ausgezeichnete Ergebnisse mit Dichlorfluorescein, dessen Darst. beschrieben wird. Mit diesem Indicator können Lsgg., die nur 15—20 mg Cl^- im Liter enthalten, mit einer Genauigkeit von 1 bis 2% titriert werden. Allerdings ist bei Leitungswasser gelegentlich Vorsicht geboten, da es Stoffe (Kolloide?) enthalten kann, die stören. Gegenüber K_2CrO_4 als Indicator (MOHR) ist nicht nur die größere Empfindlichkeit hervorzuheben, sondern auch die Verwendbarkeit in schwach sauren Lsgg. Der pH kann bis 4,0 herabgehen. Bromide u. Jodide können ebenso titriert werden. Bei Gemischen von Jodid u. Chlorid war der Umschlag weniger gut (vgl. auch FAJANS u. WOLFF, C. 1924. II. 1610), aber trotzdem ließ sich auch hier noch eine Genauigkeit von 0,5% erreichen. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3273—77. Nov. 1929. Minneapolis [Minn.], Univ. of Minnesota.) KLEMM.

M. B. Sapadinski und S. W. Leonow, *Bestimmung von Kohlenoxydspuren in Luft*. Die Methode von MANCHOT (C. 1927. I. 1710) hat sich für den Nachweis von CO -Spuren in Luft als unbrauchbar erwiesen. Günstige Resultate wurden beim Durchleiten der von CO_2 u. ungesätt. KW-stoffen bereiteten Luft über CuO im LIEBIG-Ofen u. Auffangen des gebildeten CO_2 mit Barytwasser erhalten. Bei einem CO -Geh. von 0,02% trat nach einigen Min. Trübung der Barytflsg. ein. (Journ. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyschlennosti] 6. 1273—74. Sept. 1929.) SCHÖNFELD.

Elemente und anorganische Verbindungen.

A. Benedetti-Pichler, *Beiträge zur Gewichtsanalyse mit der Mikrowaage von Kuhlmann*. Vf. beschreibt zunächst eine einfache Einrichtung, mikrochem. Ndd. (Mikrobecher + Filterstäbchen) zu trocknen; sie besteht aus einem geeignet geformten Glasrohr, in das die zu trocknenden Gegenstände gebracht werden u. durch das Luft gesaugt wird; ein mit Brenner erhitzter Al-Block sorgt für gleichmäßige Temp. — Zur Best. des Al bewährte sich die Fällung als Oxydhydrat nicht; auch durch gemeinsame Fällung mit zugesetztem $\text{Fe}(3)$ -Salz (vgl. EMICH, Lehrbuch der Mikrochemie 1926, S. 165) ließen sich einwandfreie Ergebnisse nicht erzielen. Dagegen bewährte sich die Fällung mit 8-Oxychinolin. Es wurde nicht nach der Vorschrift von HAHN u. VIEWEG (C. 1927. II. 300), sondern in Anlehnung an KOLTHOFF u. SANDELL (C. 1928. II. 1130) gearbeitet u. sowohl in der Makro- wie in der Mikrobest. vorzügliche Ergebnisse erzielt. Genaue Angaben über die Fällungsbedingungen, Trocknen usw. im Original. Fe läßt sich nur dann ohne Schwierigkeit mitbestimmen, wenn wenig Fe neben viel Al vorhanden ist; sonst ergeben sich Schwierigkeiten bei der Filtration. (Mikrochemie, PREGL-Festschrift 1929. 6—13. Graz, Techn. Hochsch. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.].) KLEMM.

Rudolf Ehrenberg, *Zur radiometrischen Mikroanalyse*. Es werden die Grundprinzipien der radiometr. Analyse kurz beschrieben; sie bestehen im wesentlichen darin, daß man am Ende verschiedener Operationen eine Fällung vornimmt, bei der radioakt. indiziertes Blei ausgefällt wird, so daß man aus der Radioaktivität der verbliebenen Mutterlauge auf die Menge der Fällung schließen kann. Statt des Pb-Salzes kann auch irgendein anderes Salz gefällt werden, das das radioaktive Pb-Isotope mitreißt, z. B. Ca als Oxalat u. Phosphat. Vf. berichtet nun in dieser Unters. über eine Reihe von Verff., die zum größten Teil allerdings nur Modifikationen bereits mitgeteilter Methoden bedeuten: 1. Ca (als CaC_2O_4), bester Meßbereich 7 bis 13 mg/1000 Ca. 2. K wird als $\text{K}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ gefällt, dieses Salz mit KMnO_4 u. HCl zers. u. mit bekannter Menge $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ -Lsg. digeriert. Das restierende Oxalat wird mit CaCl_2 -Lsg. gefällt; günstigster Meßbereich 15,6—23,4 mg/1000 K. 3. SO_4^{--} wird mit BaCl_2 -Lsg. gefällt, der Rest mit K_2CrO_4 u. der Rest Chromat mit induziertem Pb; bester Bereich 2,7—5,3 mg/1000 S. 4. PO_4^{--} wird mit CaCl_2 gefällt; bester Bereich

4,9—7,9 mg/1000 P. 5. NH_3 wird in $Pb(NO_3)_2$ -Lsg. dest. u. in 1 ccm derselben das Pb als Chromat bestimmt. 6. Für *C-Best.* auf nassem Wege werden 2 neue Modifikationen der bereits früher angegebenen Methoden ausgearbeitet. Als Vorlage werden $Ba(OH)_2$ oder — als empfindlicher. — teilweise mit $BaCl_2$ gesätt. $NaOH$ benutzt. Genauere Beschreibung u. Zeichnung im Original. 7. *Na* (gemeinsam mit **Hans Naucke**) wurde als Pyroantimoniat gefällt, mit HCl zers. u. die unverbrauchte Säure radiometr. bestimmt. Meßbereich 0,46—1,38 mg Na , d. h. also nur im Mengenbereich der gewöhnlichen Mikroanalyse. (Mikrochemie, PREGL-Festschrift 1929. 61—68. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.]) KLEMM.

F. Feigl und P. Krumholz, *Beiträge zur qualitativen Mikroanalyse von Säuren*. Vff. geben eine Reihe von qualitativen Rkk. an, die bei niedriger Erfassungsgrenze sehr spezif. sind. 1. *Borsäure*. Lsgg. verschiedener *Oxyanthrachinone* in konz. H_2SO_4 erfahren durch Zusatz von Borsäure einen Farbumschlag; dieser ist besonders deutlich bei Chinalizarin (1,2,5,8-Tetraoxyanthrachinon) — violett/blau; etwas weniger deutlich ist der Umschlag bei Purpurin (1,2,4-Trioxyanthrachinon) — orange/weinrot u. bei Alizarin *S* (1,2-Dioxyanthrachinon-sulfosaures Na) — rotgelb/rot. Die Erfassungsgrenze beträgt 0,2 bzw. 0,6 bzw. $1 \mu g$ Bor. Störende Beimengungen (Nitrate usw.) können durch vorhergehendes Glühen unschädlich gemacht werden. In borsäurehaltigen Gesteinen kann die Borsäure ohne besonderen Aufschluß nachgewiesen werden. 2. *Chromsäure*. Bei dem sehr empfindlichen Nachweis mit *Diphenylcarbazid* (vgl. CAZENEUVE, Bull. Soc. Chim. biol. [3] 23 [1900]. 701) stören Hg^{++} u. MoO^{++} ; ersteres läßt sich durch Cl^- , letzteres durch Oxalsäure unschädlich machen. 3. *Kieselsäure*. Hierfür war bereits früher ein Nachweis gegeben, der darauf beruht, daß MoO_3 durch Komplexbldg. mit SiO_2 aktiviert wird u. so Benzidin oxydiert (vgl. C. 1929. II. 72). Es wird eine Ausführung gegeben, durch die die Empfindlichkeit erheblich vergrößert wird; Erfassungsgrenze $0,1 \mu g$ SiO_2 . 4. Die gleiche Methode läßt sich anwenden, um *HF* nachzuweisen, indem in üblicher Weise SiF_4 gebildet u. dieses hydrolysiert wird; die dabei entstehende SiO_2 wird dann nach 3. nachgewiesen; Erfassungsgrenze $1 \mu g$ F. Es wird zur Ausführung eine Spezialapparatur gegeben u. der F.-Geh. einiger Mineralwässer bestimmt. (Mikrochemie, PREGL-Festschrift 1929. 77—86. Wien, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.]) KLEMM.

M. O. Charmandarjan, *Anwendung von Ammoniumoxalat bei qualitativen Analysen der ersten 3 Gruppen in Gegenwart von Phosphorsäure*. Vf. schildert die qualitative Trennung folgender Ionen in Ggw. von PO_4^{---} : NH_4^+ , K^+ , Na^+ , Ca^{++} , Ba^{++} , Sr^{++} , Fe^{++} , Fe^{+++} , Al^{+++} , Zn^{++} , Mn^{+++} , Co^{++} , Ni^{++} , Cr^{+++} . Der Analysengang wird kurz beschrieben u. in einer Tabelle übersichtlich angegeben. (Ztschr. analyt. Chem. 79. 90—94. 1929. Charkow, Landwirtschaftl. Forschungsinst.) WINKELMANN.

J. A. Pierce, *Nachweis und Bestimmung von Schwefelkohlenstoff und Schwefel in Flüssigkeiten. Eine colorimetrische Methode*. ILOSVASches Reagens (NAGY ILOVA, Ber. Dtsch. chem. Ges. 32. [1899]. 2698) zum Nachweis von C_2H_2 in kleinsten Konz. ist gleichfalls ein sehr empfindliches Reagens für CS_2 . Vf. beschreibt die Analysenmethode, die noch bei 3‰ an CS_2 -Geh. brauchbare Resultate geben soll. Der qualitative Nachweis von CS_2 wird durch die Ggw. von freiem S nicht gestört, da mit Hilfe einer Lupe deutlich zwei verschiedene Ndd. — ein gelbbrauner CS_2 -Nd. u. ein metall. glänzender, schwarzbrauner Nd. des S, der aus Cu_2S besteht — festgestellt werden können. Der gelbbraune CS_2 -Nd. wird als ein Gemisch von Cu_2S u. einem Rk.-Prod. von CS_2 mit NH_4OH angesehen. (Ind. engin. Chem. Analytical Edition 1. 227 bis 228. 15/10. 1929. Baltimore [Md.], The Johns Hopkins Univ.) LOEB.

A. C. Röttinger, *Ein Apparat zur Mikrobestimmung der schwefeligen Säure in Luft*. Es wird eine kleine Apparatur beschrieben, bei der der Nachweis des SO_2 -Geh. der Luft, deren Best. bei Rauchschaadenfragen u. a. oft notwendig ist, statt mit 20 Liter Luft u. mehr mit 1—2 Liter erfolgen kann. Die Luft wird durch 0,01-n. Jodlsg. geleitet u. diese nach dem Durchleiten mikrochem. mit $Na_2S_2O_3$ -Lsg. zurücktitriert. Den Hauptvorteil der Apparatur sieht Vf. darin, daß das Absorptionsgefäß (Zeichnung im Original) sich bei guter Absorptionswrkg. gut auswaschen läßt. (Mikrochemie, PREGL-Festschrift 1929. 313—14. Wien [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.]) KLEMM.

Ludwig Moser, *Eine einfache mikroanalytische Trennung von Chlor und Brom*. NH_4Br bzw. NH_4J eignen sich im festen Zustande ausgezeichnet, um $AgCl$ bzw. $AgBr$ in $AgBr$ bzw. AgJ überzuführen. Der im Mikro-GOOCH-NEUBAUER-Tiegel gesammelte Nd. von $AgCl$ bzw. $AgBr$ wird bei 150° getrocknet, gewogen u. ungefähr die 6fache Menge von trockenem, rückstandsfreiem NH_4Br bzw. NH_4J zugemischt; dann wird bei

zunächst bedecktem u. später offenem Tiegel im Muffelofen auf 250—300° erhitzt, bis alles NH_3 -Salz verflüchtigt ist. Dieser Vorgang wird meist einmal, selten zweimal wiederholt. Diese einfache Methode eignet sich zu einer mikroanalyt. i n d i r e k t e n Best. von Chlor- u. Bromion nebeneinander, indem man das Gemisch von AgCl u. AgBr in AgBr bzw. AgJ überführt. — Mit Porzellansintertiegeln, wie sie sich in der Makroanalyse bewährt haben, konnte Vf. keine für mikroanalyt. Zwecke hinreichende Gewichtskonstanz erzielen. (Mikrochemie, PREGL-Festschrift 1929. 293—95. Wien, Techn. Hochsch. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.].) KLEMM.

Gulbrand Lunde, Das Jod. Die quantitative Bestimmung von Jod in anorganischem Material auf mikrochemischem Wege. Vf. gibt eine krit. Besprechung der wichtigsten Methoden über die Anreicherung u. Best. des Jods in Wässern, in anorgan. Salzen Gesteinen u. Böden, sowie die Reinigung der Reagentien u. die eigentliche Jodbest. (colorimetr. u. titrimetr.). (Mikrochemie 7. 337—66. 1929. Stavanger, Forschungslab. der Norweg. Konservenind.) WINKELMANN.

Gulbrand Lunde, Karl Closs und Jens Bøe, Beiträge zur Mikrojodbestimmung. I. Über die Veraschung der Substanz und die Anreicherung des Jods, besonders bei dem v. Fellenbergschen Jodbestimmungsverfahren. II. Über die Titration sehr kleiner Jodmengen. III. Über die quantitative Bestimmung von anorganisch und organisch gebundenem Jod nebeneinander. Vff. geben in dieser ziemlich umfangreichen Abhandlung im Teil I genaue Ausführungsvorschriften zu der Jodbest.-Methode von v. FELENBERG, u. zwar werden insbesondere behandelt: die Zerstörung der organ. Substanz, die Anreicherung des Jods u. die Zerstörung der letzten Spuren organ. Substanz, der Analysengang bei Ggw. großer Mengen von Kalksalzen. Im Teil II weisen Vff. die Kritik von HÖJER (C. 1929. I. 2448) an ihrer Ausführung der Jodtitration nach L. W. WINKLER (Ztschr. angew. Chem. 28 [1915]. 477. 494. 29 [1916]. 207. 342) zurück. Ferner wurde festgestellt, daß die Titrationsmethode, die von SCHULEK u. STASIAK (C. 1929. I. 119) zur Best. von Jod in der Schilddrüse ausgearbeitet wurde u. bei der die genannten Autoren ziemlich große Substanzmengen verwenden, auch für kleinere Jodmengen als 50 γ verwendbar ist, wenn man gewisse Vorsichtsmaßregeln beobachtet. Sie hat den Vorteil, daß man im Laufe des v. FELENBERGSchen Verbrennungsverf. mit weniger Einzelverbrennungen auskommt, da Spuren von organ. Substanz u. auch Salze kaum Einfluß auf die Titration haben. — Schließlich wird im Teil III eine Übersicht über die Verss. gegeben, die verschiedene Bindungsart des Jods zu ermitteln. Vff. beschreiben dann ihre eigene Methode, die sie wie folgt zusammenfassen: Die Substanz wird mit W., A. oder Aceton erschöpfend extrahiert; zurück bleiben Jodfette z. T., Erdalkalijodat u. andere unl. anorgan. Jodverb. u. solche, die in die Gerüstsubstanz der Organismen fest gebunden sind. Aus der wss. Lsg. wird Fettjod nach Ansäuern mit Ä. entfernt. Anorgan. Jod wird mit Nitrit oder H_2O_2 in sehr schwach saurer Lsg. (essigsauer) in Freiheit gesetzt u. mit Ä. (nicht Chlf. !) ausgeschüttelt. Bei etwas größeren Mengen kann es auch mit PdCl_2 (nicht AgNO_3 !) in schwach saurer Lsg. gefällt werden. Eiweißjod wird mit eiweißfällenden Reagenzien gefällt. (Mikrochemie. PREGL-Festschrift 1929. 272—92. Oslo, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.].) KLEMM.

J. F. Reith, Die Mikrobestimmung von Jodiden neben anderen Salzen. Vergleichung mehrerer Methoden. Vf. hat die bekannten Mikromethoden zur Jodbest. miteinander verglichen u. teilt seine Erfahrungen mit. Zuerst wird die Herst. der Reagenzien beschrieben u. darauf hingewiesen, neben welchen anderen Salzen die Jodide vorzukommen pflegen. Nach einigen allgemeinen Bemerkungen (über Empfindlichkeit der Jodstärke-erk., Nachbläuen nach beendeter Titration, die Titration sehr verd. Jodlsgg. bei verschiedenen pH) werden die verschiedenen Bestimmungsmethoden für Jodidlsgg. besprochen: Die Titration mit Thiosulfatlsg. nach GRAUGE-FRESENIUS gibt nur für etwas größere Jodmengen (ab 20 g Jod) befriedigende Werte. Bei der Methode nach WINKLER beeinträchtigen Nitrite u. vor allem Bromide die Ergebnisse. Die ebenfalls vielfach verwendete colorimetr. Best. (Jod in CCl_4 gel.) wird von verschiedenen Salzen, vor allem von Nitriten u. Bromiden, weitgehend beeinflusst. Genügend einwandfrei ist nur die Titration, wenn man zuerst nach dem WINKLERSchen Prinzip mit Bromwasser oxydiert hat. Für die gewöhnliche Praxis ist sie in schwefelsaurer Lsg. vorzunehmen, bei der Unters. von bromreichem Meerwasser dagegen arbeitet man am besten in essigsauerm Milieu. Die kleinsten Jodmengen (<1,0 γ) lassen sich am besten nach einem neubeschriebenen colorimetr. Verf. bestimmen. Nach Entfernung der Nitrite mit Azid oder Bisulfat wird der 10—15 mg schwere Salzlückstand in 1,0 ccm

W. gel. Man pipettiert 0,60 ccm der Lsg. in ein Erlenmeyerkölbchen von 25 ccm Inhalt u. spült die übrigbleibende Lsg. aus der Schale u. der Pipette in ein zweites Kölbchen über. Man oxydiert mit Brom-Schwefelsäure zu Jodat, gießt nach dem Auskochen die Fl. in ein Reagensröhrchen, füllt mit W. bis zu 2 ccm auf u. stellt es in Eiswasser (bei 0° sind ungefähr 30% weniger Jod nötig als bei 15°, um mit Stärkelsg. Blaufärbung zu erzielen). Nach vollständiger Abkühlung werden 3 Tropfen 5%ig. Stärkelsg. u. 0,1 ccm 1%ig. KJ-Lsg. (= 0,1 mg KJ) zugegeben u. einige Male vorsichtig gemischt. Zu gleicher Zeit wie die unbekannte Jodidmenge werden auch bekannte Mengen: 0,15, 0,20, 0,30, 0,40 usw. bis 1,0 γ Jod in derselben Weise behandelt. Es bietet jetzt keine Schwierigkeiten, nach der Blaufärbung der zu untersuchenden Lsg. den Jodgeh. zu bestimmen.“ (Biochem. Ztschr. 216. 249—68. 20/12. 1929. Utrecht, Central Laborat. voor de Volksgezondheid.)

WINKELMANN.

Béla Vászahelyi, *Über die Brauchbarkeit der isomeren Aminonaphtholsulfosäuren für die colorimetrische Phosphorbestimmung*. Die colorimetr. Phosphorsäurebest. verwenden fast durchweg die Red. der komplexen Phosphor-Molybdänsäure zu blaufärbten Molybdänoxyden; besonders geeignet ist hierzu nach FISKE u. SUBBAROW (C. 1926. I. 2607) 1,2,4-Aminonaphtholsulfosäure. Nahezu sämtliche bisher vorgeschlagenen Red.-Mittel tragen Entwicklercharakter u. sind leicht in Chinone überzuführen, u. es sollte die Frage geprüft werden, wie weit hier Beziehungen zwischen Konst. der Red.-Mittel u. ihrer Wrkg. auf den Phosphormolybdänsäurekomplex bestehen. Sämtliche untersuchten Aminonaphtholsulfo- u. -disulfosäuren (1,8,4-, 2,3,6- u. 2,8,6- bzw. 1,8,2,4-, 1,8,3,6-, 1,8,4,6- u. 2,8,3,6-) wirkten spezif. ein, jedoch langsamer als das 1,2,4-Deriv.; dafür war die Farbvertiefung größer. Wesentlich scheint für die Raschheit der Farbentw. die Stellung der SO_3H - zur NH_2 -Gruppe (inneres Salz?), weniger die der NH_2 - zur OH-Gruppe. — Gegenüber höheren Konz. von NaCl, NaNO_3 , $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ sowie Nitrit, Fe u. Oxalal waren alle Säuren empfindlicher als die 1,2,4- u. die 2,3,6-Sulfosäure. Zu beachten ist, daß Kieselsäure stört, auch die 1,2,4-Sulfosäure, wenn man nach der Vorschrift von JENDRASSIK u. LOHMANN (C. 1927. I. 1037) arbeitet. (Mikrochemie. PREGL-Festschrift 1929. 329—37. Wien, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.].)

KLEMM.

Georges Denigès, *Die Ceruleo-molybdimetrische Methode der Mikrobestimmung von Phosphor- und Arsensäurelösungen*. Vf. bezeichnet als „Ceruleo-Molybdimetrie“ eine Methode, bei der mit AsO_4''' bzw. PO_4''' in teilweise reduzierten Molybdänsäurelsgg. eine Blaufärbung erzeugt wird, aus deren Intensität auf die Menge H_3AsO_4 bzw. H_3PO_4 geschlossen werden kann (vgl. dazu auch C. 1928. I. 2920). Dabei ist aber zu beachten, daß auch unter andern Bedingungen eine Blaufärbung der Molybdatlsg. eintreten kann: 1. eine instabile unter dem Einfluß von Sonnenlicht u. einer großen Zahl von Red.-Mitteln. Diese Blaufärbung scheint ein Gleichgewicht darzustellen; sie vertieft sich mit Temp.-Erhöhung u. ist überhaupt nur innerhalb eines bestimmten Säuregrades beständig; dieses blaue Prod. geht nicht in Äther über, wird aber von diesem auch nicht ausgefällt. 2. Zweifelhafte Formen des Molybdänblaus, die sich aus neutralen Lsgg. durch Red.-Mittel bilden u. die weder durch Verdünnung noch durch Temp.-Änderung beeinflusst werden: a) das gewöhnliche Molybdänblau, unl. in Äther, wird von diesem koaguliert; b) die Ceruleo-Salze, l. in Ä. Gibt man zu einer Lsg., die bis zu einem ganz bestimmten Punkt (bei dem noch etwas MoO_3 vorhanden ist) red. ist, eine konz. Lsg. von Alkalimolybdat, so entsteht a), fügt man PO_4''' oder AsO_4''' hinzu, entsteht b). — Es wird dann ausführlich beschrieben, wie man die Rk. ausführt (verschiedene Wege), wie man Vergleichsproben herstellt usw. Die Ausführung ist sehr einfach, so daß Vf. glaubt, daß sie z. B. für Zwecke der Identifizierung von Weinproben wertvoll sein kann, da der Geh. an anorgan. wie an organ. gebundener H_3PO_4 in verschiedenen Sorten u. Jahrgängen ziemliche Differenzen zeigt. Es werden Vorschriften u. zahlreiche Beispiele gegeben, die im Original nachgelesen werden müssen. Ebenso findet man dort Beispiele für die Best. der Phosphorsäure in Böden, Düngern u. Mineralphosphaten sowie in organ. Prodd.: Urin, Blut, Milch usw. — Am Schluß wird darauf hingewiesen, daß die vorstehend gegebenen Vorschriften für das PO_4''' -Ion sinngemäß zur Best. kleiner AsO_4''' -Mengen angewendet werden können. (Mikrochemie. PREGL-Festschrift 1929. 27—45. Univ. Bordeaux [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.].)

KLEMM.

Hanns Blahetek, *Gesamtanalyse von Antimonerzen und hochprozentigen Antimonlegierungen bzw. Antimonregulus*. Vf. gibt die genaue Darst. eines Analysenganges, der zwar etwas umständlich ist, aber gute Resultate ergibt, u. bei dem auf gewisse

Schwierigkeiten hingewiesen wird, die sich im Laufe der Analyse einstellen können. Etwas prinzipiell Neues wird nicht angegeben. (Chem.-Ztg. 53. 95—96. 25/12. 1929. WIEN.)

Wilhelm Böttger, *Die Prüfung auf Natrium mit Kaliumantimonat*. Es wird darauf hingewiesen, daß sich Na^+ mikrochem. sehr gut als Pyroantimoniat nachweisen läßt; allerdings müssen bei der Herst. der Kaliumantimonatlsg. gewisse Bedingungen eingehalten werden, wofür nach Verss. von **Johannes Piater** eine Vorschrift gegeben wird. Einzelheiten im Original. (Mikrochemie. PREGI-Festschrift 1929. 14—19. Leipzig, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.].) KLEMM.

W. P. Malitzky und **W. A. Tubakajew**, *Über den mikrochemischen Nachweis von Natrium mittels Zinkuranylacetat*. Auf den Objektträger kommen nebeneinander Tröpfchen der zu untersuchenden Lsg., die keine freien Mineralsäuren enthalten darf, sowie von Zinkuranylacetat u. werden mit einem Glasfaden oder einer Platinnadel vermischt. Bei Anwesenheit von Na entstehen kleine sternförmige oder viereckige Krystalle, die am besten bei 80—100-facher Vergrößerung ohne Deckglas betrachtet werden. Sie entsprechen der Formel $\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot \text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{NO}_2(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Bei gleichzeitiger Anwesenheit von NH_4 , K , Mg , Ca , Sr , Ba , Al , Fe , Cr , Co , Ni , Mn , Cd , Bi , Cu , Pb , Hg , deren jedes in 20-mal größerer Menge als das Na vorliegt, ist letzteres in einer Menge von 0,01 γ deutlich nachweisbar. (Mikrochemie 7. 334—36. 1929. Odessa, Inst. f. wissenschaftl.-gerichtl. Expertise.) WINKELMANN.

H. H. Barber und **I. M. Kolthoff**, *Gravimetrische Bestimmung von Natrium nach der Uranylzinkacetatmethode*. II. Anwendung bei der Gegenwart von Rubidium, Caesium, Kalium, Lithium, Phosphat oder Arsenat. (I. vgl. C. 1928. II. 589.) Die Best. von Na als Natriumuranylzinkacetat wird bei Ggw. der anderen Alkalimetalle untersucht. Cs u. Rb stören nicht, selbst in Beträgen von 0,1 g. K in geringen Mengen stört ebenfalls nicht. Handelt es sich um größere Beträge, so muß die Hauptmenge vorher entfernt werden. Vff. benutzen dazu die Fällung mit NH_4ClO_4 (Blindprobe!) in 72%ig. A. Das Filtrat wird zur Trockne gedampft u. dann das Na in üblicher Weise bestimmt. Spuren von Na , bis 0,1%, lassen sich so mit einer Genauigkeit von 1—2% bestimmen, 0,005% Na können in K -Salzen noch erfaßt werden. Li ist ziemlich störend, da das Tripelsalz recht schwer l. ist. Die A.-Ä.-Methode von PALKIN (Journ. Amer. chem. Soc. 38 [1916]. 2326) verlangt, daß keine anderen Anionen als Cl^- vorliegen; aber auch in diesem Falle enthielt das so entfernte Li meist etwas Na . Vff. zogen daher vor, mit einer 10%ig. Lsg. von NH_4F (Blindprobe!) das Li zu fällen; durch A.-Zusatz (auf 25%) wurde die Fällung vollständig. Das Filtrat wurde im Pt-Tiegel eingedampft u. mit HCl zers. Die Ergebnisse sind meist recht gut. Phosphat u. Arsenat werden durch Fällung mit Magnesiummischung entfernt, das Filtrat eingedampft u. dann in üblicher Weise gefällt. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3233—37. Nov. 1929. Minneapolis [Minn.], Univ. of Minnesota.) KLEMM.

A. J. Steenhauer, *Zum Nachweis von Thallium*. Vff. beschreibt die Krystallisationsfähigkeit von Thallosalzen mit folgenden Reagenzien: 1. Natriumthiosulfat: farblose Würfel u. kreuzförmige Rosetten, li. im Überschuß, können aus W. umkrystallisiert werden. 2. Ammoniumbichromat. Aus salpetersaurer Lsg. fallen schön gelbe, sternförmige Aggregate spießförmiger Krystalle; sehr empfindlich. 3. Ammoniummolybdat. Liefert nach Zusatz von NH_3 farblose, sechsseitige Blättchen, die sehr dünn sind u. Interferenzfarben zeigen. 4. Ammoniumrhodanid. Nadeln u. prismat. Krystalle, starke Lichtbrechung; in verd. Lsgg. Sechsecke. 5. Mercurirhodanid. Feinkrystalline Fällung; gibt beim Stehen oder Reiben mit Pt-Draht Prismen mit meist schiefen Endflächen; polarisieren mit gerader Auslöschung. 6. Weinsäure (keine Tartrate!). Fällt sehr schöne Prismen mit Domaflächen u. vierseitige Prismen. Polarisieren wie 5. Starke Säuren stören hier wie bei 7. Pikrinsäure; schöne gelbe Nadeln, Prismen u. Kanten. Für alle Rkk. sind Mikrophotogramme gegeben. 4, 5, 2 u. 6 sind besonders empfehlenswert. (Mikrochemie. PREGI-Festschrift 1929. 315—18. Leiden, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.].) KLEMM.

Friedrich L. Hahn, *Nachweis und Messung kleinster Magnesiummengen*. Vff. hatte bereits früher gemeinsam mit WOLF u. JAEGER (C. 1924. II. 2066) einen höchst empfindlichen Farbnachweis für Mg angegeben; die rotviolette alkal. Lsg. von 1,2,5,8-Tetraoxyanthrachinon wird durch Mg nach kornblumenblau verfärbt; es lassen sich, je nach Übung, 1—0,5 γ Mg in 1 cm erkennen. Um die Methode quantitativ zu gestalten, wurde ein allgemein anwendbares Verf. der „Stufencolorimetrie“ ausgearbeitet. Dies besteht darin, daß man Vergleichslsgg. mit stufenweise variiertem Mg -Geh. herstellt

u. nun — gegen einen gleichmäßig beleuchteten, mit Al-Bronze gestrichenem Hintergrund oder in einem Colorimeterblock — beobachtet, wo die zu untersuchende Lsg. einzuordnen ist. Es wird gezeigt, wie leistungsfähig dieses rohe Verf. bei einer genügend großen Zahl von Beobachtungen sein kann. Um *Mg in Al* bestimmen zu können, wird bei Gehh. bis 0,5% Mg das $\text{AlCl}_3 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ mit HCl ausgefällt, bei noch kleineren Gehh. (bis 0,05%) mit Äther-Salzsäure gefällt. — Man kann noch *kleinere Mengen Mg* bestimmen, wenn man mit kleineren Volumina arbeitet. Vf. gibt eine sehr einfache Vorr., um Voll. von 1 cmm bzw. noch weniger Fl. bequem abzumessen. Bei diesem Arbeiten wird die Genauigkeit durch Abzentrifugieren des Farblackes erheblich vergrößert. Es wird eine einfache, aus einem Stück Draht leicht zu verfertigende Motorzentrifuge angegeben u. das Arbeiten genau beschrieben. Die nachstehende Tabelle zeigt die erreichbare Genauigkeit:

	Reagensglas	Farbcapillare	Zentrifuge
Erfassungsgrenze	1 γ	0,02 γ	0,001 γ
Gelöst in	1 ccm	1 cmm	0,05 cmm
Empfindlichkeit	10^{-8}	$2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$

(Mikrochemie. PREGL-Festschrift 1929. 127—39. Frankfurt a. M., Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM Co.].) KLEMM.

R. Streibinger und W. Reif, *Die Mikrobestimmung des Magnesiums mit o-Oxychinolin und seine Trennung vom Calcium*. Es wird die mikrochem. Ausführung der Best. von Mg^{++} als Oxychinolinsalz beschrieben, die wegen des großen Faktors u. des einfachen Trocknens eine ideale mikrochem. Best.-Form darstellt u. sehr gute Werte liefert. Zur Best. von Ca u. Mg wurde Ca in (nicht zu schwach!) essigsaurer Lsg. als Oxalat gefällt; bei sehr kleinen Ca-Mengen (0,04 mg) neben viel Mg (5 mg) blieb allerdings die Fällung mit Oxalsäure aus. (Mikrochemie. PREGL-Festschrift 1929. 319—22. Wien, T. H. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.].) KLEMM.

O. W. Krasnowsky, *Die Bestimmung des Gehaltes an Aluminiumoxyd in Aluminoborsilicaten*. In 6 Versuchsreihen behandelt Vf. die Best. von Al_2O_3 bei Anwesenheit von Borsäureanionen, bei gleichzeitiger Anwesenheit von Borsäure- u. Ca-Ionen, von Borsäure- u. Mg-Ionen, ferner die Best. von Al_2O_3 in Lsgg., die neben anderen Ionen noch größere Mengen von NaCl enthalten, die Best. von Al_2O_3 in Lsgg., die außer Borsäureionen auch größere Mengen von Ca- u. Mg-Ionen, sowie viel NaCl enthalten u. zum Schluß die Prüfung des nach BLUM in Ggw. von Borsäure gefällten Al_2O_3 auf seine Verunreinigung durch B_2O_3 . (Ztschr. analyt. Chem. 79. 175—83. 1929. Moskau, Inst. für Silicatsforsch.) WINKELMANN.

Rufus D. Reed und James R. Withrow, *Zirkonium. V. Nachweis von Spuren von Kalium bei Gegenwart von Zirkonium*. (IV. vgl. C. 1929. II. 1436.) Um K bei Ggw. von Zr nachzuweisen, muß dieses entfernt werden, da es mit $\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ selbst einen Nd. gibt. Es ist nicht vorteilhaft, dazu Zr als Phosphat auszufällen, da man dabei K zum Teil durch Adsorption mitreißt; auch braucht man einen großen Überschuß an Fällungsmittel u. verd. dadurch die Lsg. stark. Auch erhält man einen Nd., wenn man H_3PO_4 mit NaOH neutralisiert u. mit $\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ versetzt; dieser Nd. löst sich zwar in sehr viel Essigsäure, kann aber zu Irrtümern führen. — Besser ist es schon, Zr(OH)₃ mit NH_4OH auszufällen; das Filtrat kann dann mit $\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ auf K geprüft werden. — Als besten u. kürzesten Weg geben Vff. an, das Zr mit Weinsäure komplex zu binden; dabei muß man nach dem Zusatz von Weinsäure mit NaOH eben neutralisieren u. dann etwas Essigsäure zugeben. Man kann dann ohne Filtration mit $\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ -Lsg. prüfen u. noch 0,3 mg K sicher nachweisen. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3238—41. Nov. 1929. Columbus [Ohio], Staats-Univ.) KLEMM.

Rudolf Lang, *Zinkbestimmung auf jodometrischem Wege*. I. Neutrale Zn-Lsg. mit höchstens 0,45 g Zn versetzt man mit 5—10 g K_2SO_4 , bringt mit W. auf etwa 100 ccm u. erhitzt bis zur Lsg. des Salzes. Dann kühlt man ab, fügt 2 g KJ, Stärke u. 0,2-n. K-Ferricyanidlsg. (66 g K_3FeCy_6 je l) in Anteilen von etwa 2 ccm zu, wobei man nach jedem Zusatz mit 0,1-n. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lsg. bis in die Nähe der Entfärbung titriert. Solange an der Einfallstelle der Nd. weiß durchschlägt, ist noch Zn in Lsg., schlägt er gelb durch, dann ist alles Zn gefällt u. Ferricyanid im Überschuß. Man titriert jetzt scharf aus, bis die Blaufärbung auch nach $\frac{1}{2}$ Min. nicht mehr wiederkehrt. II. Schwefelsaure Zn-Lsgg., denen 2—3 ccm konz. H_2SO_4 zugesetzt worden sind, neutralisiert man mit KOH oder K_2CO_3 (nicht NaOH) bis zum Auftreten eines bleibenden Nd., den man durch Zutropfen von verd. H_2SO_4 eben wegbringt. Der Zusatz von K_2SO_4 unterbleibt. Man verfährt weiter wie bei I. Salpetersaure Lsgg. versetzt man außerdem mit 2—3 ccm

konz. H_2SO_4 u. verfährt wie mit einer rein schwefelsauren Lsg. Salzsäure Lsgg. werden mit 2—3 ccm konz. H_2SO_4 abgedampft, bis die Lsg. weitgehend chloridfrei ist. Getrübe Proben neutralisiert man unter Zuhilfenahme von Methylorange. (Ztschr. analyt. Chem. 79. 161—70. 1929. Brünn, Dtsch. Techn. Hochschule.) WINKELM.

F. Pavelka, Zwei Tüpfelreaktionen auf Blei. I. Es werden 0,5 g *Carminsäure* in 100 ccm dest. W. gel., ammoniakal. gemacht u. die violette Lsg. filtriert. Das blanke Filtrat kann vorrätig gehalten werden. Mit dieser Lsg. wird im Bedarfsfalle geeignetes Filtrierpapier getränkt u. dann getrocknet. Auf das so vorbereitete Papier bringt man einen Tropfen der annähernd neutralen Probelsg. u. macht ammoniakal., indem man den Tüpfelfleck über eine Flasche mit konz. Ammoniak hält. Bei sehr kleinen *Pb*-Mengen entsteht ein violetter Fleck (nach dem Trocknen), der nicht durch das Papier hindurchgeht; größere *Pb*-Mengen ergeben einen sattvioletten Fleck, der durch das Papier hindurchscheint. Ist *Bi* vorhanden, so muß man man vor dem Tüpfeln mit Ammoniak u. Ammonacetat versetzen u. abfiltrieren; sind *Ag* u. *Cd* anwesend, fügt man Ammonacetat u. soviel NH_3 hinzu, wie diese Elemente zur Komplexbldg. sowie *Pb* zur Lsg. brauchen u. tüpfelt. — II. Die Rk. auf *Pb* mit *Galloycyanin* kann auf 2 Arten durchgeführt werden. a) Man tüpfelt die *Pb*-Lsg. auf Filtrierpapier u. bringt auf den Tropfen nacheinander je einen Tropfen Pyridin u. ca. 0,1%ig. Galloycyaninlg., die tiefblau gefärbt ist. Hierauf wäscht man auf folgende Weise aus: Man legt das Filter auf eine mehrfache Lage Filtrierpapier u. bringt aus einer Pipette nacheinander einige Tropfen 1%ig. Pyridin auf den Tüpfelfleck, bis die Waschl. (auf der jedesmal gewechselten Unterlage) farblos bleibt. Ein blaßvioletter Fleck läßt auf ganz wenig *Pb* schließen, ein deutlich violetter Fleck zeigt etwa 0,0006 mg *Pb*, ein tiefvioletter 0,006 mg *Pb* an. b) Man tüpfelt die *Pb*-Lsg. auf Filtrierpapier u. bringt mit einer Platinöse ein Tröpfchen verd. H_2SO_4 hinzu. Nach einigem Warten wäscht man die H_2SO_4 mit A. heraus u. trocknet in einer Schale auf dem Wasserbad. Man bringt nun ein Tröpfchen Galloycyaninlg. auf u. wäscht mit 1%ig. Pyridin in der unter a) angeführten Weise. Violetter Fleck. — Bei Anwesenheit von *As*, *Cu*, *Bi*, *Cd* fixiert man ebenfalls das *Pb* im Papier als Sulfat u. wäscht dann die Sulfate der anderen Metalle mit 2-n. H_2SO_4 aus, wozu 2—3 Tropfen genügen. Nach Verdrängung der H_2SO_4 mit 96%ig. A. wird das Filter getrocknet u. wie unter IIb angegeben ist, weiterbehandelt. (Mikrochemie 7. 301—04. 1929. Wien, Radiowerk E. SCHRACK.) WINKELMANN.

A. W. Pamfilow und E. G. Iwantschewa, Zur Methode der Bleisuperoxybestimmung. II. Mitt. (I. vgl. C. 1930. I. 412.) Vff. besprechen die Methoden zur Best. des PbO_2 u. teilen mit, daß die zu den Ferromethoden gehörende Arbeitsweise von EDWARDS (Chem. metallurg. Engin. 20 [1919]. 35) die am besten durchgearbeitete ist. Man feuchtet 0,5 g Mennige mit einigen Tropfen W. an u. setzt 25 ccm 0,1-n. Ferroammoniumsulfatlg. in 5-n. Ammonchloridlg. sowie 25 ccm konz. HCl hinzu. Die M. wird durchgemischt, erwärmt u. der Überschuß an Ferrosulfat mit 0,1-n. $K_2Cr_2O_7$ -Lsg. zurücktitriert. Vff. empfehlen die Tüpfelmethode mit 20%ig. Ferricyanid als Indicator. (Ztschr. analyt. Chem. 79. 186—96. 1929. Iwanowo-Wosnessensk, Polytechn. Inst.) WINKELMANN.

Franz Hernler, Beitrag zur Mikroanalyse organischer Quecksilberverbindungen. Gleichzeitige Bestimmung von Stickstoff und Quecksilber. Vf. weist zunächst darauf hin, daß er im Gegensatz zu VERDINO (C. 1928. I. 1892) bei H-Bestst. Hg-haltiger Substanzen stets um eine Kleinigkeit zu hohe H-Werte erhalten habe, u. empfiehlt deshalb, in diesem Falle etwas dünnen Feingolddraht vorzulegen. — Ferner wird gezeigt, daß man bei Hg-haltigen Substanzen N- u. Hg-Best. in einer Operation durchführen kann. Man bestimmt dazu den Stickstoff nach DUMAS in üblicher Weise u. dest. dann das Hg, das sich im Vorderteil des Verbrennungsrohres abgeschieden hat, in ein Röhrchen mit Goldfolie. Die erhaltene Genauigkeit ist für N ausgezeichnet, für Hg beträgt sie etwa 0,5%. Die Einzelheiten des Verf. sind im Original ausführlich beschrieben. (Mikrochemie. PREGL-Festschrift 1929. 154—64. Innsbruck, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.].) KLEMM.

Alfred W. Scott, Einordnung der Diphenylcarbazidprobe für Quecksilber in das Schema der qualitativen Analyse. Es wird empfohlen, diese Probe für die qualitative Analyse zu benutzen. Die sauren Hg-Lsgg., die in der 1. bzw. 2. Gruppe vorliegen, werden auf 1 ccm eingengt, mit 5—6 W. ccm verd. u. mit dem Reagens (gesätt. alkoh. Lsg.), sowie einem Überschuß von festem Na_2CO_3 versetzt. Hg zeigt sich durch Blaufärbung an. Am Ende muß die Farbe blau oder orange bis rosa sein; bleibt sie farblos,

so ist der Farbstoff zerstört. (Journ. Amer. chem. Soc. 51. 3351—52. Nov. 1929. Athens [Georgia], Univ. of Georgia.) KLEMM.

Priyadarajan Ray, *Mikrochemische Reaktionen von Kupfer, Nickel und Kobalt mit Rubeanwasserstoffsäure*. Die Eig. der Rubeanwasserstoffsäure, mit Cu einen schwarzen, mit Ni einen blauen u. mit Co einen braunen Nd. zu geben, wurde dazu benutzt, mikrochem. Best.-Methoden für die 3 genannten Metalle auszuarbeiten, u. zwar als Fadenrkk., Tüpfelrkk. u. Capillarrkk. Das Reagens wurde durch Zusatz einiger Tropfen alkoh. Lsg. von Rubeanwasserstoff zu etwa 2 ccm Isobutylalkohol bereitet. Die Empfindlichkeit dieser mikrochem. Rkk. war nicht so groß wie die der makrochem. Rkk., zu denen man allerdings bedeutend mehr Material braucht. (Ztschr. analyt. Chem. 79. 94—101. 1929. Graz, Techn. Hochsch.) WINKELMANN.

G. Spacu und G. Suciú, *Eine neue Schnellmethode zur makro- und mikrochemischen Bestimmung des Wismuts*. (Vgl. C. 1930. I. 264.) Man versetzt die schwach mit HCl angesäuerte Bi-Lsg. mit JK im Überschuß, erhitzt zum Sieden u. füllt mit einer konz., h. Lsg. von Kobaltäthylendiaminchlorid, der man etwas JK zugesetzt hatte. Der Nd. besteht aus großen, goldgelb-rötlichen Blättchen. Er wird abfiltriert u. 3—4-mal mit je 1—2 ccm 96%ig. A., dann ebensooft mit 1—2 ccm Ä. ausgewaschen. Nach dem Trocknen im Vakuum wird gewogen. Bi % = $F \times a \times 100/S$ ($F = 0,2324$). (Ztschr. analyt. Chem. 79. 196—201. 1929. Cluj [Rumänien], Univ.) WINKELMANN.

Siegfried L. Malowan, *Über die Farbenreaktionen des Molybdäns*. Vf. bespricht die Farbrrk. des Mo u. teilt mit, daß man mittels Kaliumxanthogenat, das mit schwach sauren Molybdatslsgg. fleischrote Färbung gibt, noch 0,000050 mg nachweisen kann. Zur Aufklärung der Rk. wurden verschiedene Verss. unternommen. Dabei hat es sich ergeben, daß der Ersatz des Äthylradikals in der Xanthogensäure die Reaktionsempfindlichkeit sehr herabsetzt. Weiter ist der Nachweis erbracht, daß die Substitution des Wasserstoffs in der Xanthogensäure durch organ. Gruppen die Farbstoffbildg. mit Molybdänsäure auch in stark mineral-saurer Lsg. verhindert; es ist daher wahrscheinlich, daß eine Salzbdg. zwischen Molybdän- u. Xanthogensäure der Farbstoffbdg. vorausgehen muß. (Ztschr. analyt. Chem. 79. 201—04. 1929.) WINKELMANN.

A. Petrowski, *Schnellmethode zur Prüfung von Erzen auf Wolfram*. (Journ. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyschlenosti] 6. 1274—75. Sept. 1929. — C. 1929. II. 1045.) SCHÖNFELD.

Organische Substanzen.

Franz Hernler, *Kurze Mitteilungen zur Mikroelementaranalyse nach Pregl. I. Erfahrungen auf verschiedenen Gebieten der Mikroanalyse*. Es werden Erfahrungen u. Kunstgriffe mitgeteilt, die folgende Fragen betreffen: Das Wägen (mit Angabe eines prakt. Wägeschiffchens), C- u. H-Best., N-Best. nach DUMAS, Halogenbest., S-Best. Im 2. Teil wird eine leicht zu fertigende Einrichtung beschrieben, um die Granate (Metallblöckchen) zur Erhitzung des PbO₂ bei der C-H-Best. auf konstanter Temp. zu halten. (Mikrochemie. PREGL-Festschrift 1929. 140—53. Innsbruck, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.]) KLEMM.

Paul Haas und Friedrich Rappaport, *Die Verwendung von Cerdioxyd als Kontaksubstanz in der Mikroelementaranalyse*. Es wird ein Verf. zur quantitativen Mikrobest. des C u. H in organ. Substst. mit Hilfe einer Cerdioxyd-Bimssteinrohrfüllung angegeben. Das Verf. erlaubt durch die Anwendung einer Cerdioxyd-Bimsstein- u. Cerdioxyd-Asbestschicht vor dem Schiffchen den Gang der Verbrennung zu kontrollieren. Diese Schicht dient als Indicator des Verbrennungsverlaufes u. verringert die Gefahr des Zurücksteigens der Gase. Die Verbrennungsdauer wird verkürzt. Das Rohr wird durch die Cerdioxyd-Bimssteinfüllung weit mehr geschont als durch eine CuO-PbCrO₄-Fällung u. gestattet ein sauberes Arbeiten. An den verschiedensten organ. Verbb. hat sich die neue Methode bewährt. (Mikrochemie 7. 327—33. 1929. Wien, Univ.) WINKELMANN.

Walter M. Lauer und Conrad J. Sunde, *Eine Abänderung der Preglschen Mikroverbrennung zu einer Halbmikroverbrennungsmethode zur Bestimmung von Stickstoff*. Es wird eine Methode zur N-Best. nach DUMAS beschrieben, bei der etwa 20 mg Substanz eingewogen werden, u. deren experimentelle Anordnung im einzelnen sich ziemlich weitgehend an die PREGLSche Mikromethode anschließt. Die mitgeteilten Analyseergebnisse sind ebenso gut wie die der anderen bekannten Methoden zur N-Best. (Mikrochemie. PREGL-Festschrift 1929. 235—42. Minnesota, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.]) KLEMM.

Walter M. Lauer und Frank J. Dobrovolny, *Eine Abänderung der Preglschen Mikroverbrennung zu einer Halbmikroverbrennungsmethode zur Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff*. (Vgl. vorst. Ref.) In Amerika haben sich die Methoden von PREGL noch nicht durchgesetzt, weil man für sie unbedingt eine Mikrowaage gebraucht. Vf. haben daher eine Methode entwickelt, bei der man zur Einwaage (12—22 mg) eine empfindliche analyt. Waage benutzen kann. Das Verf. schließt sich im übrigen den Angaben von WISE (Journ. Amer. chem. Soc. 39 [1917]. 2055) u. PREGL an; es liefert für Substanzen, die nur C, H u. O enthalten, befriedigende Ergebnisse, u. gestattet, in 8 Stdn. 7—8 Bestst. durchzuführen. (Mikrochemie. PREGL-Festschrift 1929. 243 bis 252. Minnesota, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.]) KLEMM.

G. Illari, *Über Halogenbestimmung in organischen Substanzen*. Vf. gibt eine krit. Übersicht über die üblichen Methoden der Halogenbest. Die Methode von GASPARIINI (Gazz. chim. Ital. 37 [1907]. II. 426), die zur Zers. von schwefelhaltigen organ. Substanzen angewandt wird, u. in der elektrolyt. Oxydation dieser Substanzen mit Salpetersäure besteht, läßt sich mit kleinen Abänderungen auch zur Halogenbest. verwenden. Die etwas schwierige vollständige Oxydation der chlorhaltigen Substanzen erreicht man durch die Ggw. von Mercurinitrat als Katalysator. Die während der Elektrolyse entwickelten gasförmigen Prodd. müssen in Flaschen, die eine KOH-Lsg. u. ein Red.-Mittel enthalten, aufgefangen werden, um Halogenverluste zu vermeiden. Das Red.-Mittel ist für Chlor Na-Sulfit, für Brom u. Jod Arsenrioxyd. Nachdem die organ. Substanz oxydiert ist, bestimmt man in der erhaltenen Lsg. Brom u. Jod direkt, Chlor, nachdem man das als Katalysator dienende Quecksilber durch Schwefelwasserstoff gefällt hat, volumetr. nach VOLHARD. Die ganze Best. erfordert für leicht oxydierbare Substanzen ca. 7 Stdn., für schwer oxydable Substanzen 14—15 Stdn., ohne daß der Analytiker zu ständiger Überwachung des Vorganges oder zu komplizierten Handhabungen gezwungen ist. Abbildung u. genau Beschreibung des App. u. des Vorganges, sowie Beleganalysen im Original. — Vf. macht darauf aufmerksam, daß auch HELLER (C. 1929. II. 612) die GASPARIINISche Methode zur Best. von Brom u. Jod in organ. Substanzen anwendet, die Methode aber für Chlorbest. nicht geeignet hält, da sich bei der Elektrolyse Perchlorsäure bilde. Diese Schwierigkeit hat Vf., der seinen App. seit 2 Jahren mit gutem Erfolg anwendet, wie angegeben überwunden. (Annali Chim. appl. 19. 443—53. Okt. 1929. Parma, Univ.) FIEDLER.

Theodor Leipert, *Über die quantitative mikroanalytische Bestimmung von Jod in organischen Substanzen*. Während die Best. von Cl u. Br nach PREGL sehr zuverlässig ist, stößt die Jodbest. auf Schwierigkeiten. Auch die andern Methoden, die von GRÖGER, FELLEBERG usw. vorgeschlagen wurden, liefern keine zuverlässigen Ergebnisse. Vf. ging von der PREGLSchen Methodik aus — Verbrennung im Perlenrohr u. Adsorption des gebildeten J_2 in konz. Na_2CO_3 -Lsg. —, bestimmte aber das Jod nicht gravimetr., sondern maßanalyt. Es wurde das adsorbierte Jod mit Brom-W. zu Jodat oxydiert — Chlor-W. läßt sich schlecht verwenden, da der Überschuß zu schwierig zu entfernen ist — dann mit KJ-Lsg. versetzt u. mit Thiosulfat titriert. Die Werte sind um 0,1—0,2% niedriger als der Theorie entspricht; die Methode ist leicht zu handhaben. (Mikrochemie. PREGL-Festschrift 1929. 266—71. Wien, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.]) KLEMM.

A. Friedrich, *Über die quantitative mikroanalytische Bestimmung des Schwefels in organischen Substanzen auf maßanalytischem Wege*. Die Mikro-S-Best. nach CHARVUS ist unbequem, die Verbrennung im Perlenrohr (entsprechend der DENNSTEDT-Methode) nur bei N- u. halogenfreien Substanzen bequem u. genau, weil man sonst die gebildete H_2SO_4 nicht titrieren kann, sondern als $BaSO_4$ bestimmen muß. Vf. schlägt folgendes Verf. vor: Die Substanz wird im Perlenrohr verbrannt u. die Gase in H_2O_2 -Lsg. aufgefangen. Die wss. Lsg. wird in einer Quarzschale etwas eingengt u. mit $\frac{1}{45}$ -n. NaOH die Gesamtsäure (H_2SO_4 , HCl bzw. HBr u. HNO_3) titriert. Dann gibt man die äquivalente Menge H_2SO_4 hinzu u. dampft auf dem W.-Bad bis nahezu zur Trockne; es verflüchtigen sich dabei alle Säuren außer H_2SO_4 ; erneute Titration ergibt also direkt die H_2SO_4 -Menge. Einwaage vorteilhaft 4—7 mg. Das Einstellen der Lauge mit Soda u. Methylrot ist nicht sehr exakt; es empfiehlt sich Nachprüfung durch Verbrennung einer Substanz mit bekanntem S-Geh. Weitere Einzelheiten im Original. (Mikrochemie. PREGL-Festschrift 1929. 91—102. Wien, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.]) KLEMM.

B. Flaschenträger, *Verbesserte Darstellung des Grignardreagens zur Mikrobestimmung von OH-Gruppen nach Tschugaeff und Zerewitinoff*. Es wird auf Grund

dreijähriger Erfahrung eine genaue Darstellungsvorschrift gegeben u. einige Angaben über Haltbarkeit usw. gemacht. (Mikrochemie. PREGL-Festschrift 1929. 87—88. Leipzig, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.]) KLEMM.

Erik Larsson, *Notiz über alkalimetrische Titration einiger aliphatischer Mercapto-säuren*. Auf Grund der Dissoziationskonstanten der *Thioglykolsäure* (I), α - u. β -*Thio-milchsäure* (II), α -*Mercaptoisobuttersäure* (III), β -*Thiomalamidssäure* (IV) u. *Thioäpfel-säure* (V) wurde gezeigt, daß von diesen Säuren nur (III) u. (V) gut mit Phenolphthalein alkalimetr. titriert werden können, aber auch nur dann, wenn man viel Indicator benutzt. Bei den anderen Säuren hat man Indicatoren mit saurem Umschlag zu wählen. Für die ersten 3 Säuren dürften Neutralrot u. Phenolrot geeignete Indicatoren sein. Dies wird auch bei der Thioglykolsäure experimentell erwiesen. Für die alkalimetr. Titration von (IV) soll man *Bromthymolblau* als Indicator verwenden. (Ztschr. analyt. Chem. 79. 170—75. 1929. Lund, Univ.) WINKELMANN.

D. Krüger und E. Tschirch, *Der mikrochemische Nachweis der Essigsäure*. *Natriumuranylacetat* eignet sich gut zum Nachweis von Essigsäure. Der mikrochem. Nachweis mittels dieses Salzes übertrifft nicht nur die meisten makroskop. Methoden an Genauigkeit, sondern er ist auch durchaus eindeutig: im Gegensatz zu andern Acetat- rkk. ermöglicht er auch die Unterscheidung der Essigsäure von ihren nächsthöheren Homologen u. die Erkennung neben diesen. Als Reagens braucht man *Uranylformiat*. Dieses wird hergestellt durch Auflösen von 10 g Uranylnitrat (kryst.) in ca. 500 ccm W., wozu in geringem Überschuß Ammoniak gesetzt wird; der Nd. wird auf ein Filter gebracht, mit h. W. kurz ausgewaschen u. mit Ameisensäure übergossen; das Filtrat wird in einer Porzellanschale aufgefangen u. eingedampft, wobei man ein feinkrystallines, hellgelbes Pulver erhält. Zum *Nachweis freier Essigsäure* bringt man einen Tropfen der zu untersuchenden Fl. auf den Objektträger u. gibt von der einen Seite ein kleines Kryställchen Natriumformiat, von der anderen Seite ein solches von Uranylformiat an den Rand des Tropfens. Sofort oder spätestens nach 1 Min. tritt Bldg. von tetraedr. Krystallen auf. Zum *Nachweis von Acetaten* dampft man einen Tropfen der Lsg. auf dem Objektträger zur Trockne u. fügt nach Erkalten einen Tropfen Reagens von KRÜGER-TSCHIRCH hinzu. Dasselbe wird bereitet, indem man 1 g Uranylformiat in 8 ccm W. löst, 1 ccm Ameisensäure hinzugefügt u. filtriert. Es ist in brauner Flasche monatelang haltbar. (Mikrochemie 7. 318—26. 1929. Berlin-Dahlem, Kaiser Wilhelm-Inst. f. physikal. Chemie u. Elektrochemie.) WINKELMANN.

A. Suchier, *Reagenzpapier zum Nachweis kleiner Mengen Phosgen*. 1 g *p*-*Dimethyl- amidobenzaldehyd* u. 1 g *Diphenylamin* werden in je 5 ccm A. bei Zimmertemp. unter häufigem Umschütteln gel. (am besten im Wägeglas mit Glasstopfen). Dieses Gemisch ist vor Licht u. Luft zu schützen. Nachdem Filtrierpapierstreifen damit getränkt worden sind, werden sie schnell in eine Saugflasche gehängt, durch welche CO₂ streicht, so daß sie in einer CO₂-Atmosphäre (unter Luftabschluß) trocknen. Nach dem Trocknen wird das Papier in einem Gefäß aus braunem Glase gut verschlossen aufbewahrt. Das auf diese Weise hergestellte Papier ist schwach gelb gefärbt u. zeigt hohe Phosgenempfindlichkeit. Im trockenem Zustande ändert es seine Farbe nicht, zumal wenn man in das Aufbewahrungsgefäß CO₂ einfüllt. Das Papier reagiert innerhalb 1—2 Sek. deutlich mit einem Phosgen-Luft-Gemisch von etwa 1—2 ccm COCl₂ je Liter Luft. Die Farbe geht dabei von hellgelb in hellrostbraun über. Bei kleinsten Mengen, etwa 4 mg je cbm Luft, tritt der Farbumschlag nach 12—15 Sek. ein. (Ztschr. analyt. Chem. 79. 183—85. 1929. Aussig, Verein f. chem. u. metallurg. Produktion.) WINKELM.

Friedrich Böck und Gunther Lock, *Über die Bestimmung von Hydrochinon und Brenzcatechin neben Resorcin und einigen anderen Phenolen*. Die Best. des Hydrochinons beruht auf seiner Oxydation mittels FeCl₃ zu Benzochinon, Trennung des letzteren von Phenolen (Resorcin, Pyrogallol u. a.) u. deren Oxydationsprodd. durch Extraktion mittels Benzol oder besser Chlf. u. jodometr. Best. des Benzochinons. Brenzcatechin wird vor der Oxydation mittels Bleiacetat (neutral) ausgefällt. Die anderen Phenole stören den Nachweis nicht. Brenzcatechin selbst kann bei Abwesenheit von Hydrochinon nach der gleichen Methode bestimmt werden, nur ist starke Verd. erforderlich. Zur präparativen Trennung von Hydrochinon u. Resorcin wurde auf 2^o/₁₀ig. Lsg. verd., mit überschüssigem Ferrisalz oxydiert, u. mit Chlf. extrahiert, die Chlf.-Lsg. mittels Natriumhydrosulfidlg. reduziert u. das Hydrochinon der wss. Lsg. durch Aussalzen u. Extrahieren mit Ä. entzogen. Die hydrochinonfreie Eisensalzlsg. wird mit Kochsalz bzw. Glaubersalz gesätt. u. mit Ä. das Resorcin extrahiert, das ev. durch nochmalige

Extraktion mit sd. Bzl. bzw. durch Sublimation gereinigt wird. (Monatsh. Chem. 53/54. 888—96. Okt. 1929. Wien, Techn. Hochschule.) A. HOFFMANN.

Bestandteile von Pflanzen und Tieren.

Ernest B. Hanan, *Ein automatischer Mikrospirometer*. Beschreibung eines einfachen automat. Mikrospirometers zur Best. von O-Absorption u. CO₂-Produktion, z. B. beim Hühnerrei. (Science 70. 582—83. 13/12. 1929. Univ. of Buffalo.) BEHRLE.

L. Rosenthaler, *Mikrochemischer Nachweis und Lokalisierungsermittlung von Glykosiden*. Es wird eine gedrängte, krit. Übersicht über die Methoden gegeben, Glykoside nachzuweisen, u. insbesondere die Stellen ihres ursprünglichen Vork. in der Zelle aufzufinden. Im allgemeinen wird der Lokalisationsvermittlung der makrochem. Nachweis vorhergehen müssen, daß das in Frage kommende Glykosid überhaupt vorkommt. Die Methoden, die zum Nachweis in Frage kommen, sind klassifiziert in: Hydrolyse mit nachfolgendem Nachweis des Aglykons, Farben-, Fällungs- u. biolog. Rkk. Es wird bei den verschiedenen Reagentien auf die zahlreichen Fehlerquellen hingewiesen u. betont, daß in allen Fällen, in denen die Ermittlung der Lokalisation durch chem. oder biolog. Rkk. versucht wird, Kontrollproben mit Schnitten vorgenommen werden müssen, in denen das Glykosid durch ein geeignetes Lösungsm. entfernt wurde; in der Regel genügt wiederholtes Auskochen mit verd. A. (Mikrochemie. PREGEL-Festschrift 1929. 302—07. Bern, Univ. [Wien u. Leipzig, EMIL HAIM & Co.]) KLEMM.

C. Lucchini, *Die elektrometrische Methode zur Messung der Ionenkonzentration. pH-Bestimmung im Blut*. (Vgl. C. 1927. II. 303.) Die zusammenfassende Darst. schildert kurz die chem. u. physikal. Eigg. von Elektrolytsgg. u. die Theorie der H-Elektrode. Es folgen genaue Vorschriften zur Herst. von H- u. Kalomelektroden, Beschreibung der Kompensationsmethode u. Anleitung zur pH-Best. im Blut. (Arch. Patologia e clinica Medica 7. 20 Seiten. 1928. Mailand, Med. Univ.-Klin. Sep.) WRESCH.

F. Grendel, *Über Eiweißbestimmungen im Blutserum*. Nach den Verss. beträgt die mittlere Brechungszunahme für je 1% reines Albumin oder Globulin vom Pferde-, Menschen- oder Rinderserum 0,001 90 ± 5%. Bei der refraktometr. Eiweißbest. nach ROBERTSON, die nur angenäherte Werte lieferte, sind jedoch bei Globulin für die Brechungszunahme als Faktor bei Menschen- u. Rinderserum 0,001 50, bei Pferdeserum 0,001 30, bei Albumin 0,002 05 zu verwenden. Die Angaben von REISS in ABDERHALDENS Handbuch für die Brechung des Nichteiweiß u. des Gesamteiweiß sind im Mittel richtig. Das Verf. von NÄGELI-ROHRER liefert ungenügende Ergebnisse, weil die Viscosität eines Serums nicht ausschließlich von der Eiweißmenge u. dem gegenseitigen Verhältnis der Albumine u. Globuline abhängt. In n. Pferde-, Rinder- u. Menschenserum beträgt der mittlere Geh. an Globulinen 5,8 bzw. 5,3 bzw. 2—2,5%, an Albumin 3,1 bzw. 3,4 bzw. 5,5—5%. Bei Kindern sind diese Zahlen niedriger. (Pharmac. Weekbl. 67. 1—20. 4/1. Leiden, Univ.) GROSZFELD.

A. G. Francis, C. O. Harvey und J. L. Buchan, *Die Bestimmung kleiner Bleimengen, besonders in Urin und biologischen Stoffen*. 55 Proben von n. Urin von in London oder den umliegenden ländlichen Gebieten wohnenden Personen enthielten 0—0,133 mg, im Mittel 0,040 mg Pb/l. Die Best. erfolgte durch nasse Veraschung mittels Nitrosylschwefelsäure, Abscheidung des SiO₂, Fällung des PbS auf CuS mittels H₂S, elektrolyt. Abscheidung des PbO₂, Fällung als PbSO₄, colorimetr. Best. als PbS. (Analyst 54. 725—35. Dez. 1929. The Government Lab. London W. C. 2, CLEMENTS Inn Passage.) GROSZFELD.

L. Tixier, *Bestimmung von Urobilin im Harn. Verfahren nach Tixier*. Behandelt man 20 ccm Harn mit 5 ccm n. NaOH u. 25 ccm 10%ig. BaCl₂, so werden alle Farbstoffe außer Urobilin gefällt. Das Filtrat gleicht in der Farbe bei n. Harn einer 0,04%ig. Lsg. von K₂Cr₂O₇. Unter der Annahme, daß n. Harn im Liter 0,45 mg Urobilin enthält, kann man den Geh. des zu untersuchenden Harns durch Vergleich mit der Lsg. von K₂Cr₂O₇ colorimetr. bestimmen. (Bull. Sciences pharmacol. 36. 555—56. Okt. 1929.) HERTER.

Kurt Bodendorf, *Die Normallösungen des D. A. B. VI*. Vf. schließt sich der Forderung von HERING (C. 1929. II. 2919) nach Vereinfachung der maßanalyt. Methoden des D. A. B. VI u. den meisten seiner diesbzgl. Vorschläge an, weist aber auf einige Unstimmigkeiten in der Veröffentlichung von HERING hin. (Apoth.-Ztg. 44. 1372—73. 2/11. 1929. Berlin, Pharm. Inst. d. Univ.) HERTER.

Maurice-Marie Janot und Charles Favre, *Anwendung des Jodwismutreagens zur Gehaltsbestimmung galenischer Schierlingszubereitungen. Physiologische Kontrolle am Meerschweinchen.* Mit Wismutjodid-Jodkalium (aus 2 g Bi-Carbonat, 5 cem officineller HCl, 12,5 g KJ u. 25 cem W.) gibt Coniin einen wl. Nd., der sich zur Abscheidung der Base eignet. Zur Best. der Gesamtalkaloide in *Schierlingsextrakt* wird nachstehende Vorschrift gegeben: 2 g Extrakt in 5 cem W. lösen, 10 cem Natronlauge zufügen, mit 2mal 50 u. 2mal 25 cem Ä. ausschütteln, die vereinigten Auszüge mit 2⁰/₁₀ig. H₂SO₄ behandeln, die wss. Lsg. der Alkaloidsulfate neutralisieren, mit 2 Tropfen konz. H₂SO₄ auf 1 cem Fl. ansäuern, tropfenweise das Reagens zufügen, nach 5 Minuten filtrieren, mit H₂SO₄-haltigem W. (2 Tropfen auf 1 cem) auswaschen, Filter u. Nd. in einem Kolben mit 35 cem Natronlauge übergießen, zum Sieden erhitzen, 10 Minuten so mazerieren, dann in 5 cem ¹/₁₀-n. H₂SO₄ überdest., zurückeritrieren, auf Coniin berechnen. Nach dieser Methode erwies sich nur der Extrakt aus Samen als pharmazeut. wertvoll, doch schwankte sein Geh. stark. Vff. befürworten eine Einstellung auf 2,5⁰/₁₀ Coniin, bestimmt nach obigem Verf. Ergänzt könnte die Best. werden durch physiol. Prüfung am Meerschweinchen; die tödliche Dosis Alkaloide ist 0,01—0,02 g für 1 kg, also müßte ca. 0,30 g Extrakt ein Meerschweinchen von 500 g töten. (Bull. Sciences pharmacol. 36. 529—41. Okt. 1929. Paris, Fac. de Pharmacie.) **HERTER.**

L. Rosenthaler, *Reineckes Salz als mikrochemisches Reagens für Alkaloide.* (Amer. Journ. Pharmac. 101. 724—25. Okt. 1929. Bern, Pharm. Inst. d. Univ. — C. 1927. II. 613.) **HERTER.**

M. Wagenaar, *Beitrag zur Mikrochemie des Brucins.* Beschrieben werden Eigg. von *Brucin*, seine Darst. durch Sublimation u. Fällung, seine Rkk. mit K₂CrO₄, K₂Cr₂O₇, HgCl₂, HgBr₂, HgJ₂, CdCl₂, CdBr₂, CdJ₂, ZnCl₂, ZnBr₂, ZnJ₂, Pikrinsäure, Pikrolonsäure, Nitroprussidnatrium, NH₄CNS, Jodjodkalium, Brombromkalium, Kaliumferrocyanid, Kaliumferricyanid, l. Jodiden, Kobaltrhodanid, deren Empfindlichkeiten tabellar. zusammengestellt sind. Eine Reihe weiterer, in der Literatur empfohlener Reagentien wird kurz angeführt. (Pharmac. Weckbl. 66. 1170—76. 21/12. 1929.) **HERTER.**

E. H. Wirth, *Ein Qualitätsstandard für Safran.* Colorimetr. Unters. kalt bereiteter wss. Auszüge von *Safran* ergab, daß Alter u. Belichtung die Färbekraft der Droge herabsetzen. Besonders deutlich war der Rückgang der Farbtintensität bei den wss. Auszügen. Er ist auf Hydrolyse des *Crocins* zurückzuführen, denn er tritt auch ein beim Kochen mit verd. Säuren. Als Vergleichssubstanz diente ¹/₁₀₀₀-n. K₂Cr₂O₇. Die Narben enthalten 17,4—18,9mal mehr Crocin als die Griffel. Für die Proben des amerikanischen National Formulary mit A., Methanol, Chlf., Ä., Xylol, Bzl. u. CCl₄ werden colorimetr. Daten gegeben. (Amer. Journ. Pharmac. 101. 716—24. Okt. 1929. Chicago [Ill.], Pharmakognost. Lab. d. Univ.) **HERTER.**

F. Amelink, *Mikrochemischer Nachweis von Flores Cinæ.* Beschreibung eines besonderen Extraktionsglases (Abb. im Original) u. des Verf., bestehend in Ausziehung des Santonins aus den mit Pae. entfetteten Fl. Cinæ u. Sublimation unter Beachtung besonderer, im einzelnen beschriebener Vorsichtsmaßregeln. (Pharmac. Weckbl. 66. 1025—28. 9/11. 1929. Enschede.) **GROSZFELD.**

Robert Heisler, *Chrast b. Chrudum, Tschechoslov., Bei Berührung mit Wasser Schwefelwasserstoff entwickelnde Präparate.* CaS wird mit für den menschlichen Organismus unschädlichen Säuren oder sauren Salzen, wie Weinsäure, Na-Bitartrat, Zitronensäure u. dgl. vermengt, das Gemisch mit einer indifferenten Fl., wie A., durchfeuchtet u. nach oder ohne entsprechende Formgebung, z. B. Granulierung, im Vakuum getrocknet u. gegebenenfalls auf Tabletten verarbeitet. (Oe. P. 115 388 vom 19/11. 1927, ausg. 10/12. 1929. Tschechoslowak. Prior. 20/11. 1926.) **SCHÜTZ.**

[russ.] **M. G. Jewangulow**, *Technologie der Materialien.* Lehr- und Handbuch für wärmetechn. u. elektrotechn. Hochschulen. Moskau, Leningrad: Staatl. Verlag 1929. (588 S.) Rbl. 6.25; geb. Rbl. 6.70.

William Mansfield, *Microscopic pharmacognosy.* New York: Wiley. London: Chapman & Hall 1929. 8°. 15 s. net.

Ludwig Pincussen, *Mikromethodik.* Quantitative Bestimmg. d. Harn-, Blut- u. Organbestandteile in kleinen Mengen f. klin. u. experimentelle Zwecke. 5., verm. u. verb. Aufl. Leipzig: G. Thieme 1930. (225 S.) 8°. M. 7.50.

H. Angewandte Chemie.

I. Allgemeine chemische Technologie.

W. E. Gibbs, *Oberflächenenergie und chemische Industrie. II. Polare Molekeln und molekulare Orientierung.* (I. vgl. C. 1930. I. 805.) Übersicht über die Orientierung von Moll. an Oberflächen. (Ind. Chemist chem. Manufacturer 5. 509—12. Dez. 1929.)
BEHRLE.

O. Wollenberg, *Neuer Elektrorührer für schwer mischbare Flüssigkeiten.* Der App. besteht aus einem runden Behälter, in dem ein oben u. unten offener Zylinder angebracht ist. Der Zylinder ist auf halber Höhe mit einer oder mehreren Reihen kleiner Sieblöcher versehen. Das Rührwerk besteht aus einem hochtourigen Elektromotor, dessen verlängerte Welle mit zwei gegeneinander arbeitenden Schraubenpropellern in den Zylinder taucht. Die Propeller sind nach Art der Schiffsschrauben konstruiert, sie saugen die Fl. von oben u. unten in den Zylinder, pressen sie im Wirbelstrom zusammen u. drücken das Gemisch durch die Sieblöcher wieder nach außen. Der Rührer ersetzt teure Homogenisiermaschinen u. ist zur innigen Mischung von Fl., die sich schwer verbinden (z. B. Öl-W.), geeignet. (Chem.-Ztg. 53. 996. 25/12. 1929. Berlin.)
WRESCHNER.

Friedrich Lüth, *Die Feuchtigkeit in technischen Gasen. I. Teil. Rechnungsgrundlagen.* Es werden die allgemeinen Rechnungsgrundlagen der in der Technik, besonders im Hüttenwesen, durchzuführenden Feuchtigkeitsrechnungen behandelt. Hierbei wird von der allgemeinen Zustandsgleichung der vollkommenen Gase u. der Möglichkeit ihrer Anwendung auf Wasserdampf ausgegangen. (Arch. Eisenhüttenwesen 3. 397—405. Dez. 1929. Siegen.)
FABER.

I. E. Adadurow und **G. K. Boreskow**, *Aufragen von Eisenvanadinkatalysatoren auf dichte Schamotte.* Der niedrige F. des V_2O_5 kann lokale Überhitzungen im Kontaktapp. hervorrufen; ein Zusatz von Aktivatoren, welche gleichzeitig den F. des Katalysators erhöhen, ist deshalb von größerer Wichtigkeit. Vff. versuchten, einen Fe-V-Katalysator auf Schamotte als Träger herzustellen. Bei Zusatz von Ferrisalzen zur NH_4 -Vanadatlg. fällt ein gelber sehr schlecht filtrierbarer Nd. aus. Der Nd. ist I. in überschüssiger konz. $FeCl_2$ -Lsg. (mit brauner Farbe) u. fällt beim Erhitzen der Lsg. wieder aus. Ansäuern verwandelt die Farbe in Gelb. Der Nd. ist II. in starken Säuren. Ausgehend von verd. Vanadatlgg. (1,25 g NH_4VO_3 im l) löst sich der mit $FeCl_2$ gebildete Nd. erst auf Zusatz von 4—5 Moll. Säure. Ausgehend von stärkeren NH_4VO_3 -Konz. kann man den Nd. bereits in 2 Moll. Säure lösen. In Essigsäure ist der Nd. swl. Die Zus. des gelben Nd. entspricht annähernd der Formel $4 V_2O_5 \cdot Fe_2O_3 \cdot 4 H_2O$; er ist sehr hitzebeständig u. sintert nicht bei 800°; F. 1200°. Zur Fixation des Nd. auf Schamotte kann man sich des Umstandes bedienen, daß der k. in kleinen Mengen starker Säuren gel. Nd. sich beim Erwärmen wieder ausscheidet. Jedoch werden nur geringe Mengen fixiert, da die Hauptmasse des Nd. sich außerhalb der Schamotte ausscheidet. Wird der gelbe Nd. durch Fällen der NH_4VO_3 -Lsg. mit $FeCl_2$ in Ggw. von Schamotte hergestellt, so findet überhaupt keine Fixation statt. Bei einer Anfangskonz. von 8—20 g NH_4VO_3 im l, Lösen des gelben Nd. mit 4—5 Moll. Säure u. Erhitzen der Lsg. fällt ein tieferer Nd. der Zus. $4 V_2O_5 \cdot Fe_2O_3 \cdot 2 H_2O$ aus, I. in überschüssiger Säure; dieser Nd. schmilzt bereits über 800° u. sintert bei 650—700°. Wird die Fällung des roten Nd. in Ggw. von Schamotte durchgeführt, so findet teilweise Fixation auf der Träger-substanz statt. Die besten Ergebnisse wurden mit Lsgg. erhalten, die etwa 10 g V_2O_5 im l enthalten; bei kleineren Konz. fällt der gelbe Nd. aus, der von der Schamotte nicht aufgenommen wird; beträgt die Konz. der Mineralsäure mehr als 4—5 g-Moll., so bildet sich überhaupt kein Nd. Bei hohen V_2O_5 -Konz. scheidet sich freie Vanadinsäure aus. Bestenfalls wurden 35% des Gesamt- V_2O_5 von der Schamotte fixiert. Der nicht fixierte Anteil kann aber in wenig HCl gel. u. wieder verwendet werden. (Journ. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyslennosti] 6. 1365—67. Sept. 1929. Odessa, Chem.-Radiol. Inst.)
SCHÖNFELD.

Manfred Ragg, **Wentorf**, und **Frank Rahtjen**, *Hamburg, Mischmassen.* (Oe. P. 113 668 vom 21/10. 1927, ausg. 25/6. 1929. D. Priorr. 28/10. 1926. 10/9. 1927. — C. 1928. I. 2280 [E. P. 284172].)
KÜHLING.

IV. Wasser; Abwasser.

John R. Baylis, *Fortschritte im Jahre 1929 in der chemischen Behandlung und Filtration von Wasser*. Zusammenstellung der Fortschritte auf dem Gebiete der Korrosionsverhütung u. der Wasseraufbereitung in chem. u. bakteriolog. Hinsicht. (Water Works Sewerage 76. 512—14. Dez. 1929. Water Works and Sewerage Associate Editor.) SPLITTGERBER.

George Cawley, *Industrielle Wasserversorgung. I. Filtration und Kalk-Sodaanlagen*. Beschreibung der Aluminiumsulfatflockung u. der Enthärtung mit Kalk-Soda. (Power 70. 642—45. 22/10. 1929. Montclair, N. Y.) SPLITTGERBER.

A. R. Martin, *Wasserreinigung. Das Basenaustausch- oder Zeolithverfahren*. Beschreibung der Technik, der Reinigung von Kesselspeisewasser, der Vor- u. Nachteile, der allgemeinen Anwendungsmöglichkeit in Industrien u. des Wertes des aus natürlichen Mineralien hergestellten Zeoliths. (Chem. Trade Journ. 86. 29—30. 11/1.) SPL.

Hans Balcke, *Neuzeitliche Wasserstein-, Rost- und Korrosionsbekämpfung*. Eine Kritik der von M. GROECK-Berlin ausgearbeiteten Verff. zur Frage der wirtschaftlichen Stein- u. Korrosionsverhütung an Heizungs- u. Warmwasseranlagen. (Gesundheitsing. 52. 881—84. 28/12. 1929.) SPLITTGERBER.

V. M. Frost und W. F. Rippe, *Chlorierung des umlaufenden Wassers zur Reinigung von Kondensatoren*. Ein Vergleich der Vor- u. Nachteile der Anwendung von freiem Cl zur Verhütung von Schlammldg. an den Rohren der Kondensatoren. (Power 70. 961—63. 17/12. 1929. Public Service Electric and Gas Comp.) SPLITTGERBER.

W. Rokita, *Zur Theorie der Wasserchlorierung*. Auszug einer Arbeit von A. WOJTKIEWICZ, E. MISCHUSTIN u. E. RUNOW aus der Bakteriolog.-Agronom. Station in Moskau, mit anschließender Mitteilung der Erfahrungen aus den Verss. der österreich. Versuchsstation für Gärungsgewerbe. — Nachweis von freiem Cl durch α -Naphthoflavon u. $\frac{1}{50}$ -n. Thiosulfatlg. (Brauer-Hopfen-Ztg. Gambrinus 56. 346—48. Dez. 1929.) SPLITTGERBER.

Paul Patin, *Herstellung von reinem Wasser ohne Destillation durch Elektroosmose*. Schilderung der theoret. Unterlagen u. der prakt. Arbeitsweise bei dem Elektro-Osmose-Verf. (Moniteur Produits chim. 12. 1—7. 15/11. 1929. Ingénieur Chimise I. C. P.) SPLITTGERBER.

Felix Klopstock, *Abwasserreinigung mit belebtem Schlamm*. Der Reinigungseffekt des bekanntesten Belebtschlammverf. kommt zustande durch das Zusammenwirken von physikal.-chem., chem. u. biolog. Vorgängen. (Ztrbl. Bakter., Parasitenk. II. Abt. 79. 481—503. 31/12. 1929.) SPLITTGERBER.

C. T. Butterfield, *Experimentelle Studien zur Selbstreinigung verschmutzter Gewässer. II. Auffindung einer geeigneten Nährlösung*. Für die Herst. der Lsgg. zur Best. des O₂-Bedarfs unter den Bedingungen der Aerobierwrkg. eignet sich nur dest. W., das durch Zusatz von 2,5 g/l Phosphat auf einen pH-Wert von annähernd 7,2 gebracht wird. Benutzt man dann noch als Nährlsg. eine Mischung von gleichen Teilen Traubenzucker u. Pepton oder Traubenzucker u. Aluminiumsulfat, so bekommt man das günstigste Bakterienwachstum. (Publ. Health Reports 44. 2647—58. 1/11. 1929. United States Public Health Service.) SPLITTGERBER.

Herbert Bosch, *Fortschritte und Versuche in Abwasserbehandlungsanlagen*. Methoden zur Best. der Leistungsfähigkeit von Filterbeeten zur Beseitigung der festen Stoffe. (Water Works Sewerage 76. 515—16. Dez. 1929. State Board of Health of Missouri.) SPLITTGERBER.

R. Brüche, *Die Abwasserreinigungsanlagen der Stadt Königsberg i. Pr.* Ausführliche Beschreibung der Entstehung, des Baues u. des Betriebes der aus mechan. Absatzbecken, Nachklärbecken u. Bodenfiltration bestehenden Abwasserreinigungsanlage der Stadt Königsberg/Pr. (Gesundheitsing. 52. 808—12. 827—31. 23/11. 1929. Königsberg.) SPLITTGERBER.

O. Spengler, *Behandlung von Abwässern aus Zuckerrübenfabriken*. Ausführlicher Vortrag über den augenblicklichen Stand der Ableitung u. Unschädlichmachung von Abwässern aus Zuckerrübenfabriken, insbesondere Beschreibung des Doppelgär- u. Gärfaulverfahrens. (Trans. Institution chem. Engineers 6. 56—65. 1928. Berlin, Institut für Zuckerindustrie.) SPLITTGERBER.

—, *Magnesiumturbidimeter*. Beschreibung einer Apparatur zur Best. der Magnesia-härte mittels Trübungsmesser. (Water Works Sewerage 76. 522. Dez. 1929.) SPL.

Karl L. Pesch, *Die Bedeutung des Ammonchlorid-Zitratagars für die Erkennung von Colibakterien aus Wasser und Abwasser*. Die Tatsache, daß Colibakterien im Gegen-

satz zu anderen coliähnlichen Bakterien nicht imstande sind, die auf einem synthet. Nährboden vorhandene Citronensäure auszunutzen u. sich deshalb auch auf dem hier beschriebenen Ammonchlorid-Citratagar nicht vermehren können, dient zur Erkennung eines aus W. oder Abwasser isolierten Bakteriums. (Gesundheitsing. 52. 884—86. 28/12. 1929. Köln.) SPLITTGERBER.

L. W. Haase, Über die Sauerstoffbestimmung in Vorflutern, die durch Abwässer bestimmter Zusammensetzung verunreinigt sind. Durch einfache elektr. Messungen lassen sich im Gegensatz zur WINKLERSchen O₂-Best. auch in Abwässern, die mit stark reduzierenden Stoffen in den Vorfluter eingeleitet werden, einwandfreie Ergebnisse erzielen. (Gesundheitsing. 52. 846. 7/12. 1929.) SPLITTGERBER.

Western Boiler Compound and Chemical Co., übert. von: **Moxie L. Frischer**, Kansas City, Missouri, *Wasserreinigungs- und Enthärtungsmittel*, bestehend aus einer wss. Lsg. von NaF, Al(OH)₃ u. einem Weichmachungsmittel. Das NaF wird in solcher Menge zugesetzt, daß das Al(OH)₃ gel. wird u. eine Fällung der Al-Verbb. verhindert wird. Auf 10 Teile Al(OH)₃ werden zugesetzt 5 Teile NaOH, 7 Teile KOH, 5,5 Teile NaF, 16 Teile Na₃PO₄ u. 20 Teile Ba(OH)₂. (A. P. 1 722 137 vom 21/1. 1927, ausg. 23/7. 1929.) M. F. MÜLLER.

J. Muchka, Wien, *Filterapparat für mit Chlor behandeltes Wasser*. Das W. wird zunächst durch eine Filterschicht geleitet, um die darin suspendierten Stoffe u. das Fe abzutrennen, dann durch eine Filterschicht aus Pyrolusit, um das Mn abzuschleiden, u. schließlich durch akt. Kohle, um das W. zu entchlören. An Hand von einer Zeichnung ist der App. beschrieben. (E. P. 316 965 vom 20/6. 1929, Auszug veröff. 2/10. 1929. Prior. 7/8. 1928.) M. F. MÜLLER.

Soc. an. des Ateliers de Constructions Mécaniques Escher Wyss & Cie., Schweiz, *Gewinnung von destilliertem Wasser* in einer App. zur elektrolyt. Zers. von W. Ein Teil der Wärme, die in den elektrolyt. Zellen erzeugt wird, wird zur Erzeugung des für die Elektrolytzellen benötigten dest. W. benutzt. Das erwärmte Kühlwasser wird unter Vakuum gesetzt u. die entweichenden W.-Dämpfe werden kondensiert u. dabei dest. W. gewonnen. Die Kondensation wird durch das Kühlwasser bewirkt. An Hand mehrerer Zeichnungen ist die App. beschrieben. (F. P. 670 211 vom 23/2. 1929, ausg. 26/11. 1929. Schwz. Prior. 22/12. 1928.) M. F. MÜLLER.

V. Anorganische Industrie.

Bruno Waeser, *Vanadinverbindungen als Katalysatoren in der Schwefelsäure-industrie*. (Vgl. C. 1929. II. 923.) Krit. Besprechung der über Prioritätsfragen bei der Anwendung von V-Kontakten in der H₂SO₄-Industrie entstandenen Diskussion zwischen I. G. Farbenindustrie, Monsanto Chemical Works u. Selden Co. (Metallbörse 19. 2805—06. 18/12. 1929.) R. K. MÜLLER.

N. N. Jefremov und **A. A. Wesselowski**, *Carnallit des Nordurals und Versuche zu ihrer Bearbeitung*. Im nördlichen Ural finden sich ausgedehnte Kalisalzlagern (schätzungsweise 22 Milliarden Tonnen), die zu etwa $\frac{3}{4}$ aus Carnalliten u. zu $\frac{1}{4}$ aus Sylviniten bestehen. Vff. studieren die Eigg. der Salze u. untersuchen die Bedingungen, unter denen die Bearbeitung wirtschaftlich u. techn. sich am vorteilhaftesten gestaltet. (Journ. angew. Chem. [russ.: Shurnal prikladnoi Chimii] 2. 527—59. 1929.) GURIAN.

W. S. Jatlow, *Verwendung von Solikamer Sylvinit für die Herstellung von Kaliumdichromat*. Vff. bespricht die Bedingungen, die es gestatten, den Solikamer Sylvinit zur Fabrikation von Kaliumdichromat zu verwenden. Auf Grund theoret. Überlegungen wird in Vorvers. ein 98 $\frac{0}{10}$ ig. Prod. erhalten. (Journ. angew. Chem. [russ.: Shurnal prikladnoi Chimii] 2. 561—68. 1929. Zentrallab. d. nord. chem. Trusts.) GURIAN.

H. Gerlach, **Warnecke** und **F. Blanckenhorn**, *Bericht über das „Poupin“-Verfahren*. Es beruht auf den folgenden Abänderungen der üblichen Apparatur u. Verarbeitung. Der Siebboden der Lösekästen wird wesentlich höher u. die Heizschlangen unterhalb desselben verlagert. Die Lsgg. treten nicht nach Art der Shanks über, sondern werden mittels Brausen über das auszulauende Material verteilt, das durch die unten beheizte Löselaug bzw. den hierbei entwickelten Dampf im ruhenden Zustande ausgelaugt wird u. hierbei so gut wie gar keine Schlammldg. ergibt. Die Mahlung kann feiner sein. Die Löselaugen werden zuerst in einem in den Klärkästen verlagerten Rohrsystem u. hierauf in mit Dampf beheizten Vorwärmern vorgewärmt. Die Gesamtdauer der Auslaugung beträgt ungefähr 50 Stdn. Das erhaltene Produkt

enthält 3—4% NaCl, eine Folge ungenügender Sättigung an NaNO_3 u. einer Verdampfung in den Kühlkästen während der langen Dauer der Kühlung, der auch ein großer Geh. an KClO_4 zuzuschreiben ist, beides Umstände, welche aber nicht dem Verf., sondern der Art der Verss. zuzuschreiben sind, welche sich auf einen Vor- u. einen Hauptvers. erstreckten. Beide unterschieden sich wesentlich nur durch den Nitratgeh. des verarbeiteten Caliche u. wurden bis zum Schluß an Hand eines großen Zahlenmaterials auf Grund von Analysen u. Messungen u. in Bilanzen verfolgt. Dem ersten Teil, welcher den Auslauge-, Klär- u. Krystallisationsprozeß behandelt, folgt ein techn., in dem Messung der Fl. u. des Dampfes, Petroleumverbrauch u. Dampfausnutzung behandelt werden. Bei dem Vorvers. (Hauptvers.) wurde ein Caliche mit 17,5 (14,8) % NaNO_3 verarbeitet u. bei einem Rückstand von 2,1 (2,7) % NaNO_3 eine Ausbeute von 85,3 (77,8) u. eine Produktion von 67,5 (79) % erhalten. (Caliche 10. 534—56. März.)

FRIEDRICH.

H. Gerlach, Warnecke und F. Blanckenhorn, Bericht über das „Poupin“-Verfahren. Der erste Teil der Arbeit (vorst. Ref.) wird durch Diagramme u. ein sehr ausgiebiges Tabellenmaterial vervollständigt, das die Zus. der Laugen u. Salze wiedergibt (11 Ionen sind bestimmt) u. eine rechner. Erfassung der einzelnen Vorgänge, wie Vorwärmen, Lösen, Klären, Krystallisieren sowohl nach der Seite der Abscheidung u. Lsg. der Salze wie auch der W.-, Wärme- u. Generalbilanz des Prozesses in allen Einzelheiten gibt. (Caliche 11. 5—29. April 1929.)

FRIEDRICH.

F. Chemnitz, Zur Fabrikation des Zinkchlorids und des Zinksulfates. Genaue Schilderung des Arbeitsganges bei der techn. Herst. von ZnCl_2 aus Sn-freiem Zn-Metall u. HCl. Schemat. Zeichnungen einer geeigneten Apparatur sind der Arbeit beigegeben. Nach diesem Verf. beträgt die Ausbeute, bezogen auf das verarbeitete Zn, 95%, die monatliche Leistung mit Hilfe von vier Arbeitskräften 10 000 kg. Zur Gewinnung von $\text{ZnSO}_4 + 7\text{H}_2\text{O}$ wird Zn-Metall in verd. H_2SO_4 gel., die entstehende Lauge wird nach Entfernung des Fe (mit KMnO_4 u. ZnO) eingedampft. Auch hier werden die Einzelheiten des Arbeitsganges beschrieben. Ausbeute 96% Zn, monatliche Leistung mit zwei Arbeitskräften 6500 kg. (Chem.-Ztg. 53. 994—95. 25/12. 1929.)

WRESCHNER.

Soc. d'Etudes Minières et Industrielles, Paris, übert. von: Charles Urfer, Genf, Ammoniaksynthese. (A. P. 1 737 953 vom 25/1. 1927, ausg. 3/12. 1929. F. Prior. 6/7. 1926. — C. 1927. II. 2223 [E. P. 274023].)

KÜHLING.

Hermann Frischer, Köln, Verfahren und Vorrichtung zur Konzentrierung von Salpetersäure. (Poln. P. 9755 vom 6/12. 1927, ausg. 15/2. 1929. D. Prior. 6/12. 1926. — C. 1929. II. 2710 [D. R. P. 483 146].)

SCHÖNFELD.

Friedrich Curt Bunge, Polen, Aktive Massen, bestehend aus Aktivkohle u. Silicagel. Kohlehaltiges Material wird mit Wasserglas vermischt u. nach Fällung des Gels granuliert, getrocknet u. nach bekannten Verf. geblüht. Z. B. wird mit Pyridin extrahierte Kohle mit Wasserglas vermahlen; dann wird ein Koagulationsmittel zugesetzt, die M. granuliert u. getrocknet. Die getrocknete M. wird geblüht u. ausgewaschen. Sie vermag 70% Bzl. zu adsorbieren. (Poln. P. 9 921 vom 7/11. 1927, ausg. 15/6. 1929. D. Prior. 20/10. 1927.)

SCHÖNFELD.

Chemische Werke Carbon Ges. m. b. H., Ratibor, Gewinnung von organischen Dämpfen und Gasen aus Gasgemischen sowie von gelösten organischen und anorganischen Verbindungen. Zur Adsorption von organ. Dämpfen u. Gasen aus ihren Gemischen mit schwer oder nicht adsorbierbaren Gasen bzw. zur Adsorption von Farbstoffen, von J u. Au aus den Lsgg. usw. wurden vorwiegend z. B. mittels ZnCl_2 hergestellte Aktivkohlen verwendet, die keine genügende Festigkeit besitzen, das Fe der App. angreifen usw. Das Verf. der Erfindung beruht auf der Anwendung einer Adsorptionskohle von folgenden Eigg.: Sie hat stückige Form, eine Stärke von 10—20, 20—30, 30—40° Shore oder mehr, Druckfestigkeit 1—4 kg/qcm, Reißfestigkeit 200—800 kg/qcm, Absorptionswärme 30—40 cal oder mehr. Die Aktivkohle wird hergestellt durch Vermischen fein verteilter Kohle mit einem organ. Bindemittel, das eine gewisse Menge anorgan. Substanz enthält, bzw. vorher mit der anorgan. Substanz imprägniert wurde, Formen des Gemisches unter Druck, Trocknen, Glühen u. Aktivieren. Auch kann die zuvor aktivierte u. gepulverte Kohle nachträglich mit anorgan. Zusätzen u. organ. Bindemitteln behandelt werden, um andere Adsorptionsgele zu erzeugen. Die geformte Kohle wird dann erhitzt oder geblüht, wobei darauf zu achten ist, daß die anorgan. Zusatzstoffe ihr Adsorptionsvermögen nicht verlieren. Als anorgan. Zusätze

eignen sich NaOH, Sulfide, Thiosulfat etc. Diese Körper sind hoch akt. u. adsorbieren 40—120% Gasolin, 50—180% Bzl., 55% Phenol usw., während ZnCl₂-Kohle nur 25% Gasolin adsorbiert. Die Kohle vermag ferner, trotz ihrer Härte, Farbstoffe aus Lsgg. viel intensiver als Knochenkohle aufzunehmen. Die Adsorption kann unter erhöhtem, n. Druck u. im Vakuum durchgeführt werden. Beim Arbeiten im Vakuum lassen sich leicht adsorbierbare Gase von schwer adsorbierbaren trennen. Die adsorbierten Gase bzw. die gel. Stoffe werden mit Wasserdampf wieder ausgetrieben. (Poln. P. 9 911 vom 6/7. 1927, ausg. 15/6. 1929. D. Prior. 1/6. 1927.) SCHÖNFELD.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., übert. von: **Philipp Osswald**, Hofheim a. Taunus, und **Konrad Schad**, Höchst a. M., *Trennen von Salzen*. (A. P. 1 733 272 vom 10/10. 1925, ausg. 29/10. 1929. D. Prior. 31/10. 1924. — C. 1926. II. 1172 [F. P. 604870].) KÜHLING.

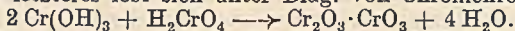
American Potash & Chemical Corp., New York, übert. von: **Charles F. Ritchie** und **William A. Gale**, Trona, Californien, *Reinigung von Rohborax*. Der rohe Na₂B₄O₇ wird bei 22° mit in der Natur vorkommender alkal. Salzlauge behandelt, die in bezug auf Na₂B₄O₇ gesätt. sein muß. Die im Na₂B₄O₇ vorhandenen Verunreinigungen werden gel. u. es hinterbleibt ein Prod. mit einem Reinheitsgrad von 99,5% (Hierzu vgl. auch A. P. 1724420; C. 1929. II. 2928.) (A. P. 1 739 091 vom 8/10. 1926, ausg. 10/12. 1929.) DREWS.

Metallgesellschaft Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: **C. Freiherr von Girsewald**), *Herstellung von Aluminiumoxyd aus Aluminiumsulfid*, 1. dad. gek., daß man CaO mit dem Al₂S₃ durch Erwärmen zur Rk. bringt u. sodann aus der Rk.-Masse das entstandene CaS durch Auslaugen entfernt; 2. dad. gek., daß man das CaO auf im elektr. Ofen gewonnene, aus Al₂S₃ u. Al₂O₃ bestehende Gemische einwirken läßt. 3. dad. gek., daß man das CaO entweder ganz oder teilweise durch CaCO₃ ersetzt. (D. R. P. 481 660 Kl. 12m vom 5/3. 1926, ausg. 31/8. 1929. Schwz. P. 132 903 vom 23/1. 1928, ausg. 16/7. 1929.) DREWS.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von Aluminiumfluorid*, 1. dad. gek., daß man Lsgg. mineralaurer Al-Salze mit HF versetzt unter Ausschluß von Lsgg. von NH₄F, die außer HF eine andere Mineralsäure nicht enthalten. 2. dad. gek., daß bei Verwendung Fe-haltiger Al-Salzlsgg. das Fe vor der Fällung in die Ferroform übergeführt wird. 3. Verwendung der vom ausgeschiedenen AlF₃ abgetrennten sauren Filtrate zum wiederholten Aufschließen von tonerdehaltigen Materialien. (D. R. P. 487 419 Kl. 12i vom 15/2. 1927, ausg. 12/12. 1929.) DREWS.

Siemens & Halske Akt.-Ges. (Erfinder: **Walter Noddack** und **Ida Noddack**), Berlin, *Gewinnung und Anreicherung der Ekamangane*, 1. dad. gek., daß die Verb. der Ekamangane durch Sublimation von anderen Bestandteilen des Ausgangsmaterials getrennt werden. — 2. dad. gek., daß die Ekamangane durch eine Vorbehandlung des Ausgangsmaterials in eine flüchtige Verb. übergeführt u. hierauf durch Sublimation abgeschieden werden. — 3. dad. gek., daß die Ekamangane in oxyd. Form durch Sublimation von den anderen Bestandteilen getrennt werden. — Die Ausgangsstoffe werden, z. B. nach vorhergehender Red. mittels H₂ im Sauerstoffstrom oxydiert. Die durch Sublimation abgeschiedenen Ekamangane können durch Fraktionieren von anderen Bestandteilen getrennt werden. (D. R. P. 483 495 Kl. 40a vom 19/6. 1925, ausg. 16/12. 1929.) KÜHLING.

Marvin J. Udy, Niagara Falls, N. Y., *Herstellung von Chromsäure*. In einen aus einer wss. Lsg. von H₂CrO₄ bestehenden Elektrolyt wird frisch hergestelltes feuchtes Cr(OH)₃ zugegeben; letzteres löst sich unter Bldg. von Chromchromat:



Das Chromat wird an der Anode oxydiert: $\text{Cr}_2\text{O}_3 \cdot \text{CrO}_3 + 3 \text{H}_2\text{O} + 3 \text{O} \rightarrow 3 \text{H}_2\text{CrO}_4$. Die Stromdichte soll etwa 100—300 Amp. je Quadratfuß u. die Temp. etwa 95—100° betragen. Die aus Pb bestehende Hohlanode, durch die Dampf oder h. W. geleitet werden kann, dient zur Regelung der Temp. des Elektrolyten. Die Kathode besteht aus Al oder Fe. Die Konz. der H₂CrO₄ im Elektrolyt soll etwa 15—30% betragen. (A. P. 1 739 107 vom 5/11. 1925, ausg. 10/12. 1929.) DREWS.

Union Oil Co. of California, Los Angeles, übert. von: **Warren A. Raine** und **Ralph C. Pollock**, Long Beach, *Herstellung eines Adsorptionsmittels*. Man behandelt natürlich vorkommende Tone zunächst mit soviel W., daß sich eine dünnfl. Paste bildet; danach erhitzt man unter Rühren u. fügt nach ca. 15 Minuten eine starke Säure hinzu, z. B. H₂SO₄ von 66,2° Bè. Anschließend folgt zweistündiges Erhitzen im Druckgefäß. Das erhaltene Prod. wird mit W. gewaschen. Es eignet sich nach dem Trocknen

besonders zur Entfärbung von Fetten, Ölen u. dgl. (A. P. 1 739 734 vom 21/12. 1922, ausg. 17/12. 1929.) DREWS.

VI. Glas; Keramik; Zement; Baustoffe.

A. N. Finn, *Herstellung der Glasscheibe für einen 70-zölligen Teleskopreflektor.* Die Herst. einer Scheibe von 1,77 m Durchmesser u. 37 cm Dicke aus einem Borosilicat-Kronglas wurde folgendermaßen vorgenommen. Ein Einzelofen, der wahlweise mit niederschlagender Flamme oder rekuperativ beheizt werden konnte, nahm den Hafens auf, der aus einem Gemisch von 2 Tonen, 3 Kaolinen u. 8% Feldspat bestand. Er wurde in einer Gipsform gegossen u. $\frac{1}{2}$ Jahr getrocknet, zur Vermeidung von Rissebldg. in 30 Tagen bis 1425° gebrannt. Die Temp. wurden an vielen Stellen des Ofens u. Hafens dauernd gemessen. Am Boden des Hafens war ein durch wassergekühlten Metallstopfen verschließbares Loch angebracht. Zuerst wurden 450 kg Scherben, dann 2300 kg Versatz eingetragen u. bei 1400° mit einem wassergekühlten Rührer 6 Stdn. lang gerührt. Inzwischen war seitlich u. unterhalb der Sohle des Ofens ein Kühllofen hergestellt worden. Er bestand aus einer Grube, welche in der Mitte ein der zu gießenden Scheibe entsprechendes Loch enthielt. Diese Form war von Steinen eingefaßt, die durch Wicklungen beheizt werden konnte. Der für den Verschluß der Grube vorgesehene Deckel war ebenfalls beheizbar u. gut isoliert. Nachdem das Glas homogen war, wurde der Stopfen entfernt, das Glas trat aus u. floß durch eine Rinne in die Form, welche geschlossen wurde. Das Glas wurde sofort auf 1000° unter dem Deckel u. 850° an den Seiten abgekühlt. Die Eigenwärme des Glases war so groß, daß erst in 4 Tagen die „Kühltemp.“ von 600° erreicht wurde, bei der systemat. Abkühlung mittels Strom eintrat. 8 Tage nach dem Guß war die Temp. 596,7°, nach 11 Tagen 594,8°, nach weiteren 2 Monaten war 461° erreicht. Nach 4 $\frac{1}{2}$ Monaten war Raumtemp. erreicht. Die Scheibe wurde auf Spannungen untersucht, dann mit einem 26 cm weiten Loch versehen, welches mit Messingbohrer u. Karborundkorn in 70 Stdn. gebohrt wurde. (Ind. engin. Chem. 21. 744—50. Aug. Washington, Bureau of Standards.) SALMANG.

M. F. Chalamel, *Die wissenschaftlichen Methoden in der keramischen Industrie. Anwendung dieser Methoden in der Industrie der Steinzeugfliesen.* (Vgl. C. 1929. II. 925.) Zahlenmäßige u. graph. Darst. der Zus. u. Mikrobilder der Steinzeugtone. Angabe von Mischungen, der Aufbereitung u. des Brandes solcher Massen. (Science et Ind. 13. 531—38. 595—603. 1929.) SALMANG.

D. S. Beljankin, *Über die chemischen Veränderungen des Dinas. Ziegelsteine,* welche längere Zeit die Bekleidung eines Martin-Ofens bildeten, wurden analysiert. Rein äußerlich konnten 3 Zonen unterschieden werden: 1. die im Ofen am tiefsten gelagerte, wenig veränderte hellgelbe Zone, 2. die mittlere Tridimitzone, die aus mit Rissen durchsetzten Quarzstücken besteht, 3. die Cristoballitzone, welche die stärksten Änderungen erfahren hatte. Die Analyse zeigte, daß diese Zonen ihrer Zus. nach durchaus ungleich sind. So enthält die erste Zone nur Spuren von Eisen- u. Manganoxiden, während die beiden anderen 6,12% bzw. 4,26% Eisenoxyde u. 1,42% bzw. 1,09% MnO aufweisen. Fe u. Mn stammen augenscheinlich aus dem Metallbad, werden durch den Gasstrom mechan. mitgerissen, oxydiert u. auf den Dinasziegeln niedergeschlagen. Sie reagieren dann mit dem Dinas, bilden Silicate u. diffundieren in dieser Form in die Ziegelsteine herein. Vf. hebt die merkwürdige, vorläufig unverständliche Tatsache hervor, daß die dem Ofen nähergelegene Cristoballitzone weniger Metalloxyde enthält, als die weiterliegende Tridimitzone. Es wird die Vermutung ausgesprochen, daß die Oxydwanderung in keiner Beziehung steht zur Porosität der Ziegelsteine, wie es LARSEN annimmt (Silica Brick in the Open-Hearth Furnace, The Blast Furnace and Steel Plant 16 [1928]. 803—07), daß dieser Vorgang vielmehr der Diffusion in Gelen analog ist (period. Strukturen nach LIESEGGANG). (Compt. rend. Acad. Sciences U. R. S. S. Serie A. 1929. 399—402.) GURIAN.

H. Burchartz, *Versuche mit Hochofenzement.* Prüfungen durch das staatliche Materialprüfungsamt vor der Zulassung des Hochofenzement zu Staatsbauten. Reiches Kurven- u. Tabellenmaterial betreffend Zug- u. Druckfestigkeit, Längenänderung u. Abnutzbarkeit von Proben verschiedener Mörtelmischungen u. Betonprüfung. Ergebnisse der Normenprüfung. (Mitt. dtsh. Materialprüf.-Anstalten Berlin-Dahlem 1929. Sonder-Nr. 7. 19—24.) STOEßER.

A. Sworykin, *Apparat zur Bestimmung des Erhärtungsgrades verschiedener Massen.*

Die bisherigen Best.-Methoden des Erhärtungsgrades von Zementen, Asphalten usw. waren umständlich u. an Ort u. Stelle schwer ausführbar. Es wird ein App. beschrieben, der im wesentlichen aus einem mit 2 Skalen versehenen Stift u. einem Meßquader besteht. Stellt man den Meßquader auf die zu untersuchende M. u. den Stift senkrecht darauf, u. drückt man auf den oben befindlichen Griff, so zeigt die obere Skala die Druckkraft in kg pro Meßquaderfläche. Dringt dabei der Meßquader in die Materialoberfläche ein, so kann die Tiefe des Eindringens in mm auf der unteren Skala abgelesen werden. — Man bezieht die Ergebnisse auf Vergleichseinheiten. (Journ. angew. Chem. [russ.: Shurnal prikladnoi Khimii] 2. 643—45. 1929. Iwanono-Wosnessensk, Lab. d. mineral. Technol. d. Polytechn. Inst.)
GURIAN.

Hermann von Appen, Bützberg, Schweiz, *Schutzschichten für die Silberbeläge von Spiegeln*. Es werden Metall-, z. B. Bleifolien, welche mit einem leicht schm., Ag nicht angreifenden Stoff überzogen sind, durch Hitzebehandlung mit der Silberschicht vereinigt. (Schwz. P. 130 111 vom 27/1. 1928, ausg. 16/1. 1929.)
KÜHLING.

Libbey Owens Glass Co., übert. von: **Horace E. Allen**, und **Wilbur F. Brown**, Toledo, V. St. A., *Tafelglas*. Die Oberfläche, von welcher aus die Glastafeln nach oben zwischen Walzen hindurchgezogen werden, wird durch mehrere Glasströme erzeugt, welche aus verschiedener Richtung innerhalb eines aus hitzebeständigem Stoff bestehenden Tauchkörpers zusammenfließen. (A. P. 1 739 936 vom 1/2. 1928, ausg. 17/12. 1929.)
KÜHLING.

Federal Glass Co. übert. von: **Virgil O. Cornwell** und **Fred J. Blackburn**, Columbus, V. St. A., *Gläser mit rissiger Oberfläche*. Mit der Pfeife aus dem Hafen gehobene Glasmassen werden etwas aufgeblasen, mit Luft auf passende Temp. abgekühlt, durch weiteres Blasen in die gewünschte Form gebracht u. der Einw. von feinen Wasserstrahlen ausgesetzt, welche unter passendem Druck durch Löcher eines Mantelgefäßes aufgespritzt werden. (A. P. 1 739 825 vom 5/3. 1928, ausg. 17/12. 1929.)
KÜHLING.

Felix Singer, Berlin-Charlottenburg, *Herstellung von Cordieriten* gemäß D. R. P. 486218, jedoch in dem für Körper der Cordieritgruppe entsprechenden oder annähernd entsprechenden Mengenverhältnis, 1. dad. gek., daß dem Rk.-Gemisch vor der Erhitzung OH-gruppenhaltige Stoffe zugesetzt werden. 2. dad. gek., daß die für die Synthese von Körpern der Cordieritgruppe notwendigen Hauptbestandteile in Form OH-haltiger Verbb. zur Einführung gelangen. 3. dad. gek., daß neben den für die Synthese von Körpern der Cordieritgruppe notwendigen Hauptbestandteilen OH-haltige Hilfskörper benutzt werden. (D. R. P. 487 724 Kl 12i vom 25/11. 1928, ausg. 12/12. 1929. Zus. zu D. R. P. 486 218; C. 1930. I. 575.)
DREWS.

Henry A. Stockmar, Birmingham, V. St. A., *Leichte Ziegel u. dgl.* Abfallstoffe, welche neben Ton, Schiefer u. ähnlichen Stoffen, Brennstoffe enthalten, z. B. Rückstände von Kohlewäschereien, werden gemahlen, gemischt u. gebrannt. (A. P. 1 740 631 vom 20/6. 1927, ausg. 24/12. 1929.)
KÜHLING.

„**Diana**“ Bau- & Isolierplatten Akt.-Ges., Rapperswil, Schweiz, *Wasserfeste Bauplatten*. In üblicher Weise hergestellte Betonplatten werden völlig getrocknet u. gegebenenfalls im Vakuum mit einer Teer oder Pech enthaltenden Lsg. imprägniert. (Schwz. P. 131 761 vom 2/2. 1928, ausg. 16/5. 1929.)
KÜHLING.

George E. Kendall, Kalamazoo, V. St. A., *Kunststeine*. In eine Form mit glattem, wasserundurchlässigem Boden wird eine gegebenenfalls gemusterte, dünnere Schicht einer Mischung von Sand, Zement, Farbstoff u. verhältnismäßig viel W. gebracht, diese mit einer stärkeren, weniger W., Zement u. Sand enthaltenden Schicht hinterfüllt, feuchter Sand darauf gegeben, die Bodenplatte der umgekehrten Form u. das überschüssige W. entfernt. (A. P. 1 739 677 vom 5/3. 1926, ausg. 17/12. 1929.)
KÜHL.

Walter Düggelin, Uzwil, Schweiz, *Bauelemente*. Schlacken werden mittels kalkarmer, zweckmäßig aus Ölschiefer gewonnener Zemente geformt. Die Erzeugnisse sind gegen chem. Einw. widerstandsfähiger als mittels kalkreicherer Zemente hergestellte Bauelemente. (Schwz. P. 132 245 vom 9/2. 1928, ausg. 17/6. 1929.)
KÜHL.

Chemische Fabrik Grünau Landshoff & Meyer, Akt.-Ges., Berlin, *Mörtelmassen*. (E. P. 312 216 vom 22/2. 1928, ausg. 17/7. 1929. — C. 1929. I. 2225 [D. R. P. 473022].)
KÜHLING.

Amiesite Asphalt Co. of America, Philadelphia, übert. von: **Samuel S. Sadtler**, Springfield Townskip, V. St. A., *Straßenbaustoffe*. Erhitztes Steinklein wird mit möglichst entsäuertem u. gegebenenfalls mit Ca(OH)₂ neutralisiertem Schlamm von der

Petroleumreinigung mittels H_2SO_4 bedeckt u. dann mit geschmolzenem Asphalt gemischt. (A. P. 1739 652 vom 18/8. 1927, ausg. 17/12. 1929.) KÜHLING.

Fairway Co., übert. von: George Cobb, Baltimore, V. St. A., *Bituminöse Mischungen*. (Can. P. 272 168 vom 21/1. 1927, ausg. 5/7. 1927. — C. 1929. I. 2347 [E. P. 302808].) KÜHLING.

„Gallia“ Mineralölprodukte-Vertriebsges. Akt.-Ges., Vaduz, *Imprägnieren ungepflasterter Straßen*. Der Straßengrund wird mit einem Stoff bedeckt, welcher z. B. mit Bestandteilen der Straßenoberfläche einen wasserunl., ölundurchlässigen Stoff, z. B. eine Kalkseife bildet u. dann wird ein öliges Staubbindemittel aufgetragen. (Schwz. P. 131 535 vom 30/12. 1927, ausg. 1/5. 1929.) KÜHLING.

VII. Agrikulturchemie; Düngemittel; Boden.

S. I. Wolfkowitzsch und W. P. Kamsolkin, *Neuer Säurecyclus der Verarbeitung der Phosphorite*. (Mineral. Rohstoffe u. Nichteisenmetalle [russ.: Mineralnoje Ssyrjo i Zwetnyje Metally] 4. 200—03. — C. 1929. II. 1962.) SCHÖNFELD.

S. I. Wolfkowitzsch, *Technisch-experimentelle Untersuchung der Fabrikation von konzentrierten Phosphatdüngern*. Über die in halbbetriebmäßiger Arbeitsweise erzielten Resultate der Gewinnung von H_3PO_4 aus Ssaratower u. Rjasaner Phosphoriten, der Fabrikation von Präzipitat. *Ca-Diphosphat*. Von NH_4 -Phosphat u. Superphosphat wird folgendes berichtet: Die Extraktion der H_3PO_4 aus Phosphoriten wurde nach den Methoden der ein-, zwei- u. mehrfachen Zers. untersucht. Die Zers. des Rjasaner, 20,9% P_2O_5 u. 14,9% $(AlFe)_2O_3$ enthaltenden Phosphorit mit 15—20%ig. H_2SO_4 ergab Auszüge mit einem P_2O_5 -Geh. bis zu 8%; bei Anwendung von 25—30%ig. H_2SO_4 betrug der P_2O_5 -Geh. der Extrakte bis zu 14%. Diese Konz. wurde auch bei zweifacher Extraktion mit der verd. Säure erreicht. Die Zers. des Phosphorits betrug bei der verd. H_2SO_4 93%, bei der stärkeren Säure 85%. Optimale H_2SO_4 -Menge: Die stöchiometr. Menge für die verd., 5% Überschuß für die stärkere H_2SO_4 (ber. auf $Ca_3P_2O_8$ u. $CaCO_3$); hierbei geht die Hälfte der Sesquioxyde in Lsg. — Bei einfacher Zers. des Ssaratower Phosphorits [20% P_2O_5 u. 3,4% $(Al-Fe)_2O_3$] mit der starken H_2SO_4 enthielt die Lsg. 19—20% P_2O_5 bei einer Phosphoritzers. von 93%. Zweifache Zers. mit der verd. H_2SO_4 ergab einen Extrakt mit 18% P_2O_5 u. eine Zers. von 90%. Die nach BRITZKE u. KASAKOW, nach dem „konstanten Cyclus“ durchgeführte Phosphoritzers. ergab Extrakte mit 23—24% P_2O_5 u. eine Phosphoritzers. von 83—84%. Optimale Säuremenge: 5% Überschuß. — Die Arbeitsweise von BRITZKE u. DRAGUNOW (C. 1929. I. 1495) hat sich in halbbetriebmäßigen Verss. zur Gewinnung des Präzipitats als brauchbar erwiesen. Bei der Einw. der Kalkmilch auf den Extrakt gehen bis zu 99% P_2O_5 in den Nd. über; das u. aus Rjasaner Phosphorit hergestellte Präzipitat enthielt 34% P_2O_5 (davon 33,2% citratl.); die Präzipitate aus Ssaratower Phosphorit enthielten 38% citratl. P_2O_5 . — Gewinnung von angereichertem Superphosphat. Der 19% P_2O_5 enthaltende Extrakt wurde der H_2SO_4 (59° Be) in solchen Mengen zugesetzt, um den Geh. des Superphosphats an assimilierbarem P_2O_5 auf 14% zu bringen. Es gelang ein Superphosphat mit 14,7% P_2O_5 , 11,6% in W. l. P_2O_5 bei 16% H_2O u. 5—6% Acidität zu gewinnen. — NH_4 -Phosphat. Die bis 18,5% P_2O_5 enthaltenden Extrakte wurden erst im offenen App., dann im geschlossenen App. mit NH_3 gesätt. Zu der 1. Sättigungsstufe wurde mit Ssaratower Phosphorit, bei Anwendung der stöchiometr. NH_3 -Menge (auf $NH_4H_2PO_4$ ber.), ein Prod. mit 45—47% Gesamt- P_2O_5 , 14—15% citratl. P_2O_5 u. 27—29% in W. l. P_2O_5 , 12—13% NH_3 , 10—14% Sesquioxyde u. 0,5 bis 1,5% SO_3 erhalten; der Nd. aus Rjasaner Phosphorit enthielt 42—42,5% Gesamt- P_2O_5 , 11—12% NH_3 u. 8—8,5% SO_3 . Die Filtrate von den in der 1. Phase ausgefallenen Ndd. werden mit überschüssigem NH_3 abgesätt. Bei Anwendung von 100% NH_3 -Überschuß konnte bei den Ssaratower Filtraten eine vollständige Ausfällung des P_2O_5 als $(NH_4)_3PO_4$ erreicht werden. (Mineral. Rohstoffe u. Nichteisenmetalle [russ.: Mineralnoje Ssyrje i Zwetnyje Metally] 4. 204—07. 1929.) SCHÖNFELD.

F. Münster, *Über Kalisaltpeter*. Da Nitrophoska aus KNO_3 , NH_4Cl u. NH_4 -Phosphat besteht, prüft Vf. die Wrkg. von KNO_3 an Kartoffeln, Tabak, Zuckerrüben, Gerste u. Weizen. Nur bei Weizen brachte KCl etwas höhere Erträge als KNO_3 . Wenn also Nitrophoska in manchen Fällen nicht wirkt, so können nur die beiden anderen Komponenten die Ursache sein. (Ztschr. Pflanzenernähr. Düngung Abt. B 8. 591—99. Dez. 1929. Vers.-Stat. Halle a/S.) TRENEL.

F. Giesecke, *Über die Zusammensetzung einiger in der Türkei vorkommender, als Bodenverbesserungsmittel benutzter „Erden“*. Vf. teilt Analysen von „Kalkerden“ mit, die bis zu 0,32% P_2O_5 enthalten. Ihre Wrkg. beruht in erster Linie auf ihrem CaO -Geh. (Journ. Landwirtschaft. 77. 201—17. Okt. 1929.) TRÉNEL.

Kleberger und Th. Schrader, *Untersuchungen über die Bedeutung des Klärschlammes als Düngemittel*. Klärschlamm ist ein billiges u. hochwertiges Düngemittel. (Ztschr. Pflanzenernähr. u. Düngung Abt. B 8. 577—81. Dez. 1929. Gießen.) TRÉN.

E. Walter und O. Nolte, *Die Stickstoffdüngung der Fischteiche*. Polemik gegen KUHNERT (vgl. C. 1929. II. 627). Der Sonderausschuß des D. L. G. für Fischzucht kann die relativ teure Düngung mit N nicht empfehlen. (Ztschr. Pflanzenernähr. Düngung Abt. B 8. 605—08. Dez. 1929.) TRÉNEL.

Möller und Poecker, *Untersuchungen über den Einfluß der Stickstoffdüngung auf den Ertrag von Mineralbödenweiden*. Einjährige Erfahrungen zeigen folgendes: Harnstoff, Kalksalpeter wirken rasch, am besten wirkte Nitrophoska I. Vff. empfehlen, die N-Gaben in Anteilen zu geben. (Ztschr. Pflanzenernähr. Düngung Abt. B 8. 582—91. Dez. 1929.) TRÉNEL.

H. Rößler, *Felddüngungsversuche zu Zuckerrüben mit verschiedenen stickstoffhaltigen Düngemitteln, durchgeführt im Jahre 1928*. In den Vers. war der Geh. an Zucker u. Trockensubstanz am höchsten, wenn mit $NaNO_3$ gedüngt wurde, in einem Falle war Chilesalpeter am wirksamsten. (Ztschr. Pflanzenernähr. Düngung Abt. B 8. 599—605. Dez. 1929. Landwirtschaft. Vers.-Stat. Darmstadt.) TRÉNEL.

F. E. Denny, *Der Einfluß des Thioharnstoffs auf die Gipfelaugenentwicklung und auf die Vieltriebigkeit der Kartoffelangen*. In Ergänzung früherer Unters. (vgl. C. 1926. II. 813) hat Vf. eine Reihe von Sorten geprüft; alle untersuchten Sorten zeigten die Erscheinung, sobald zerschnittene Kartoffeln zum Vers. verwendet wurden. (Journ. Landwirtschaft. 77. 219—22. Okt. 1929. Boyce Thompson Inst. for Plant Res. Yonkers.) TRÉNEL.

O. K. Kedrow-Sichman, *Über den Einfluß von Torf und Phosphorit auf den Ertrag und die chemische Zusammensetzung von Sommerweizen und Wicke*. Es wurde die Düngerwrkg. eines Wiesentorfs u. eines Moostorfs gesondert u. in Kombination mit Phosphorit untersucht. Bei gleichzeitiger Beigabe von Torf u. Phosphorit wurde ein höherer Erfolg erzielt, als bei einseitiger Verabreichung der Dünger. (Arb. Gory-Goretzkischen Gelehrten Gesellschaft [russ.: Prazy Gory-Garezkaga Nawukowaga Tawarystwa] 5. 86—104. 1928. Gory Gorki, Landw. Inst.) SCHÖNFELD.

I. Jakuschkin, *Ölgehalt und Mineraldünger*. Der Ölgeh. der Sonnenblume wird am meisten durch Kalidüngung erhöht. Der Ölgeh. der Leinsaad wird am günstigsten durch P beeinflusst, auf Soja u. Senf wirken Kalk, S u. Mn am günstigsten ein. (Oel-Fett-Ind. [russ.: Masloboino-Shirowoje Djelo] 1929. No. 10 [51]. 42 bis 45. Okt.) SCHÖNFELD.

W. A. Albrecht und Franklin L. Davis, *Beziehung des Calciums zur Knöllchenbildung der Sojabohne in sauren und neutralen Böden*. Die günstige Einw. der Kalkung eines sauren Bodens (pH 5,5) auf die Bldg. von *B. radicola* in den Wurzeln der Sojabohne ist sowohl auf das Ca^{++} selbst als auf die Veränderung der Acidität des Bodens zurückzuführen. Auch Düngung mit $CaCl_2$ hatte auf sauren, sterilen (in bezug auf *B. radicola*) Böden Erfolg. Andere Faktoren wie Bodenbearbeitung, natürliche Fruchtbarkeit dürfen nicht übersehen werden. (Soil Science 28. 261—74. Okt. 1929. Univ. of Missouri.) TRÉNEL.

F. Giesecke, *Über den Nährstoffgehalt türkischer Böden*. Vf. gibt den Geh. an K, P, Ca, N u. Humus in Tabellen. Die türk. Böden sind mit wenigen Ausnahmen düngedürftig. Insbesondere Nitrophoska u. Kalkung haben sich bewährt. (Journ. Landwirtschaft. 77. 223—50. Okt. 1929.) TRÉNEL.

L. Schmitt, *Beiträge zur Kenntnis der Nährstoffverhältnisse und des Reaktionszustandes der Verwitterungsböden des kristallinen Odenwaldes*. (Vgl. C. 1929. II. 89.) Die untersuchten Böden sind kalkarm, reich an K u. genügend mit P versorgt. Das K ist leicht wurzell., die P_2O_5 jedoch schwer l. Bei hoher Acidität ist die P-Armut am größten. (Ztschr. Pflanzenernähr. Düngung Abt. A 15. 117—34. 1929. Darmstadt, Landwirtschaftl. Vers.-Stat.) TRÉNEL.

Alexander Stebutt, *Die Braunerde*. Vf. gibt eine Einführung in die bodenbildenden Prozesse u. beschreibt typ. Braunerde-Profile Serbiens. (Ztschr. Pflanzenernähr. Düngung Abt. A 15. 134—67. 1929. Belgrad, Univ.) TRÉNEL.

W. H. Mac Intire und A. B. Sanders, *Beziehungen zwischen adsorbierten und austauschbaren Calcium und Magnesium im Boden bei der Nachwirkung der Kalkung*. Vff. berichten über 4-jährige Lysimetervers. (Kalkung in verschiedenen Bodenhorizonten mit 13 verschiedenen Kalk- bzw. Dolomitgesteinen). Das adsorbierte Ca u. Mg wurde nach der Methode HISSINK bestimmt. Der Geh. an adsorbiertem Ca u. Mg ist ohne Ausnahme höher als der nach HISSINK bestimmte. Die Lysimetervers. ergaben, daß 79% der gegebenen Mengen adsorbiert werden, während nach HISSINK nur 63% gefunden werden. Vff. erklären die Abweichung damit, daß ein Teil des gegebenen Ca bzw. Mg nicht „austauschbar“ adsorbiert wird. (Soil Science 28. 289 bis 300. Okt. 1929. Univ. of Tennessee.)

TRÉNEL.

R. Burgess, *Ein Beitrag zum Studium der Wirkung von teilweiser Sterilisation der Erde durch Hitze. Die teilweise Sterilisation von schwach alkalischer Erde durch Dürrgrasfeuer*. Vf. hat die Behandlung des Ackerbodens durch Hitze im Großen durchgeführt. Der sich über 2 Jahre (1925/26) erstreckende Vers. ergab eine Vermehrung der Fruchtbarkeit (Gerstenanbau) des Bodens, eine Zunahme gewisser Mikroorganismen (Actinomyces) u. eine N-Anreicherung im Boden. Eine Nachwrgk. im 2. Jahr war nicht zu beobachten. Der Ackerboden verhielt sich genau wie im Laboratorium teilweise sterilisierter Boden. (Ztrbl. Bakter., Parasitenk. II. Abt. 78. 497—507. 10/9. 1929. Leeds, Univ.)

NERLING.

W. A. Gersdorff und W. M. Davidson, *Neue Lösungsmittel für die wirksamen Bestandteile von Pyrethrum*. Der jetzt in großen Mengen auf dem Markt erscheinende Kerosinauszug von Pyrethrum besitzt mehrere Nachteile, z. B. Brennbarkeit, Nichtmischbarkeit mit W., schädliche Wrkg. auf die Blätter der Pflanzen. Vff. haben daher zahlreiche andere Lösungsm. auf ihre Brauchbarkeit untersucht. CH₃OH, A., Isopropyl-, n-, sek.- u. tert.-Butylalkohol, Bzl., Xylol, CCl₄, Chlf., Äthylen- u. Amylundichlorid, Tetrachloräthylen u. Diäthylcarbonat entfernen aus Pyrethrum vollständig die insekticiden Bestandteile, denn der Rückstand war in allen Fällen unwirksam gegen Myzus persicae Sulz. Bei 5%/ig. Konz. in Verdünnung mit W. oder A. sind alle Extrakte, ausgenommen die mit Xylol u. Amylundichlorid, wirksam gegen genanntes Insekt u. ohne schädliche Wrkg. auf Kohl. Zieht man noch die Kosten in Betracht, so wäre denaturierter A. das beste Lösungsm., wenn der Extrakt mit W. verd. wird. (Ind. engin. Chem. 21. 1251—53. Dez. 1929. Washington, Departm. of Agricult.)

LB.

A. F. Dolloff, *Die Anwendung von Stearaten (Calcium und Aluminium) als Verdünnungsmittel für Pariser Grün beim Nachweis von Anopheles*. Vorläufige Mitt. Calcium- u. Aluminiumstearat, als Ersatzmittel für Kalkhydrat bei der Verdünnung von Pariser Grün, verlängern die Zeit von der Verpuppung bis zum Erscheinen der Anopheles von durchschnittlich 3 Tagen auf 5—6 Tage. (Publ. Health Reports 44. 2588—94. 25/10. 1929. United States Public Health.)

SPLITZGERBER.

F. Hardy, *Gesichtspunkte und Methoden der Bodenuntersuchung*. (Journ. agricult. Science 19. 734—51. Okt. 1929. Trinidad, Imp. Coll. for Trop. Agric.)

TRÉNEL.

Antonin Némec, *Über die colorimetrischen Schnellmethoden zur Bestimmung des Phosphorsäuremangels in Ackerböden*. Vergleiche mit Feldvers. ergaben nach der Methode DIRKS u. SCHEFFER 88%, nach der Methode des Vfs. 90%. Übereinstimmung (Ztschr. Pflanzenernähr. Düngung. Abt. A. 15. 167—70. 1929. Prag, Ldw. Vers.-Anst.)

TRÉNEL.

Rice Williams, *Die Bestimmung der austauschbaren Basen, Magnesium, Kalium und Gesamtbasen im Boden*. Vf. bestimmt in CaCO₃-freien Böden „austauschbares“ Mg u. K durch Ausziehen mit 0,5-n. Essigsäure. Die „Gesamtbasen“ werden wie folgt bestimmt: 500 cem des Bodenauszuges werden zur Trockne eingedampft u. 5 Min. geglüht. Die Asche wird mit 20 cem einer 0,2-n. HCl aufgenommen u. die gel. „Gesamtbasen“ durch Rücktitration mit carbonatfreier NaOH u. Phenolphthalein ermittelt. (Journ. agricult. Science 19. 589—99. Okt. 1929. Bangor, Univ. College.)

TRÉNEL.

V. Subrahmanyam, *Über die Bestimmung löslicher Kohlehydrate, Milchsäure und flüchtiger Fettsäuren im Boden und biologischen Medien*. Kleine Mengen l. Kohlehydrate werden wie folgt bestimmt: der Boden wird 5 Min. in einer Glasstopfenflasche mit einer gesätt. Lsg. von Thymol (Boden: Lsg. = 1:5) u. „Aluminiacream“ (vgl. F. SUTTON, Vol. Analysis, 11. Edition) (Boden: Al = 1: 1/2) geschüttelt. Das Filtrat wird auf 20—30 cem — enthält es mehr als 0,5 mg Zucker, im Vakuum — eingedampft. Humussubstanz wird mit bas. Bleiacetat ausgefällt (vgl. ALLEN, Commerc. Organ. Anal., 5. Edit. [1924]) u. der Überschuß des Fällungsmittels mit Na₂SO₄ beseitigt. Liegt der Zuckergeh. des Bodens über 1%, so wird er mit FEHLINGScher Lsg. nach

SOXHLET direkt titriert (Indicator Methylenblau). Ist der Zuckergeh. des Bodens kleiner, so wird zunächst eine doppelt so starke Lsg. nach FEHLING zugegeben u. der Überschub mit eingestellter Zuckerlsg. zurücktitriert. Milchsäure wird etwas modifiziert nach PAESSLER (C. 1908. I. 66) bestimmt, flüchtige Fettsäuren nach DYER (Journ. biol. Chemistry 28 [1917]. 445). (Journ. agricult. Science 19. 649—55. Okt. 1929. Rothamsted, Exp. Stat.)

TRÉNEL.

Gustav Hilger, Gleiwitz, *Vorrichtung zur Herstellung von Kalkstickstoff* nach Patent 482917, 1. dad. gek., daß das im Innenbehälter befindliche, dem Carbidofen unmittelbar entnommene glühende Carbid als Wärmequelle für das in den Raum zwischen dem Innen- u. dem Außenbehälter eingebrachte gemahlene oder kleinstückige Carbid oder vorazotierten u. weiter mit N₂ zu sättigenden Kalkstickstoff dient, wobei die Wandung des Außenbehälters gasdurchlässig eingerichtet ist, so daß der N₂ in die im Außenbehälter befindliche, zu azotierende M. ungehinderten Zutritt findet. — 2. dad. gek., daß die Innenwand des Innenbehälters ebenfalls gasdurchlässig ist. — Der Abschlußdeckel des Ofens ist mit Gasüberführungskanälen versehen. (D. R. P. 484 571 Kl. 12k vom 1/5. 1927, ausg. 17/10. 1929. Zus. zu D. R. P. 482917; C. 1929. II. 3056.)

KÜHLING.

Gustav Hilger, Gleiwitz, *Vorrichtung zur Herstellung von Kalkstickstoff* nach Patent 482 917, dad. gek., daß der Hohlraum einer elektr. Innenkernheizung oberhalb des Niveaus der Carbidmasse mit Öffnungen u. unterhalb des Niveaus der Carbidmasse mit Öffnungen versehen ist, so daß der durch die oberen Öffnungen in den Hohlraum eintretende N₂ hier intensiv erhitzt wird u. durch die unteren Öffnungen unmittelbar in die den Hohlkörper umgebende Carbidmasse eintreten kann. (D. R. P. 484 572 Kl. 12k vom 10/5. 1927, ausg. 17/10. 1929. Zus. zu D. R. P. 482917; C. 1929. II. 3056.)

KÜHLING.

Gustav Hilger, Gleiwitz, *Vorrichtung zur Herstellung von Kalkstickstoff* nach Patent 482917, 1. dad. gek., daß der Deckel samt der daran befestigten Innenkernheizung u. der elektr. Ableitung sowie den Stickstoffzu- u. -ableitungen von dem Außenbehälter abnehmbar ist. — 2. dad. gek., daß der Außenbehälter mit Drehzapfen versehen ist, welche gleichzeitig zur Stromzuführung dienen. — Der Azotierofen ist mit einer Bodenentleerung versehen. (D. R. P. 484 573 Kl. 12k vom 8/7. 1927, ausg. 17/10. 1929. Zus. zu D. R. P. 482 917; C. 1929. II. 3056.)

KÜHLING.

Fabriques des Produits Chimiques de Thann et de Mulhouse, übert. von: Paul Comment und Daniel Hatt, Thann, Elsaß, *Cyanid*. (Can. P. 272 316 vom 23/7. 1924, ausg. 12/7. 1927. — C. 1926. II. 820 [Schwz. P. 113732].)

KÜHLING.

Marcin Maślanka, Lemberg, *Fabrikation von Düngemitteln von hohem Düngewert aus Fäkalien, Kanalschlamm, Fabrikabwässern und anderen Abfällen*. Zwecks Gewinnung eines trockenen Düngemittels aus Fäkalien, Schlachthausabfällen usw. wird der filtrierte u. teilweise entwässerte Schlamm, zwecks Zerstörung der Kolloide u. der die Entwässerung erschwerenden Stoffe mit festen Stoffen, wie Gips, Knochenmehl, Kaliminerale, Wollabfällen usw. vermischt u. vermahlen. (Poln. P. 9 863 vom 13/2. 1928, ausg. 6/5. 1929.)

SCHÖNFELD.

Karl F. Höller und **Raoul H. Francé**, Salzburg, *Impferde*. Haus- u. Straßenkehricht u. dgl. werden sortiert, die geeigneten Anteile zerkleinert, miteinander, mit CaCO₃ u. Fäkalien gemischt u. die Mischung solange verrührt, bis sie einen Feuchtigkeitsgeh. von etwa 40% hat. Die M. läßt man dann bei höchstens 35° reifen u. beimpft sie mit bodenüblichen „Edaphonorganismen.“ (Oe. P. 115 216 vom 21/10. 1927, ausg. 10/12. 1929.)

KÜHLING.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: **Heinrich Rößner**, **Adolf Steindorff** und **Kaspar Pfaff**, Frankfurt a. M.-Höchst), *Trockenbeizmittel*, gek. durch die Vermischung der üblichen, für die Trockenbeize geeigneten *Fungicide* mit geringen Mengen Öl. — Z. B. gibt man einer als Trockenbeizmittel geeigneten Mischung aus CuCO₃, harzulfosaurem Salz, Phenylarsinsäure u. Kieselgur einige % Öl hinzu, wodurch das Mittel seine feine Verteilung beibehält, andererseits die stäubenden Eigg. völlig verliert. (D. R. P. 481 119 Kl. 45l vom 16/10. 1924, ausg. 14/8. 1929.)

SARRE.

Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: **Warren Moore**, New Brunswick und **Hym E. Buc**, Roselle, V. St. A., *Insektenvertreibungsmittel*, bestehend aus *Dialkylphthalaten*. Z. B. verwendet man eine Lsg. von 3—10 g eines solchen

Esters in 100 g *Petroleum* zum Bespritzen der Haustiere, um Fliegen usw. von ihnen fernzuhalten. (A. P. 1 727 305 vom 20/4. 1928, ausg. 3/9. 1929.) SARRE.

Thomas Lyttleton Lyon and Harry Oliver Buckman, The nature and properties of soils; a college text of adaphology; rev. ed. New York: Macmillan 1929. (442 S.) 12°. (Agricultural science ser.) Lw. § 3.50.

VIII. Metallurgie; Metallographie; Metallverarbeitung.

Max Eckert, *Die Welt-Eisenerzkarte*. Die Belange u. Tatsachen der Eisenerzeugung der ganzen Welt sollen so veranschaulicht werden, daß mit einem Blick alles Wesentliche mühelos überschaut werden kann. Das Kartenbild hat Flächentreue u. durch Abstufungen einer Farbe werden die Länder nach dem Grade ihrer Erforschung unterschieden. Weiter werden angegeben: die Fe-Vorräte der einzelnen Länder, der Fe-Geh., ein Vergleich der Fe-Gewinnung der Jahre 1913 u. 1927 u. der Außenhandel in Fe- u. Mn-Erzen. (Stahl u. Eisen 49. 1827—32. 19/12. 1929. Aachen, Erzausschuß des Vereins deutscher Eisenhüttenleute.) WILKE.

A. Stadeler, *Beiträge zur Eisenhüttenchemie*. Eine Übersicht über die verschiedenen Arbeiten, die auf dem Gebiete der Eisenhüttenchemie im 2. Quartal 1929 (1. vgl. C. 1929. II. 1452) erschienen sind, u. zwar Beschreibungen über Apparate u. Einrichtungen, Unterss. von Roheisen, Stahl, Erzen, Schlacken, Zuschlägen, feuerfesten Stoffen u. a. m., Brennstoffen, Gasen, Ölen u. a. m. (Stahl u. Eisen 49. 1667—71. 14/11. 1929.) WILKE.

Bernh. Osann, *Die Verwendung von Kalkstein und Flußspat im Kupolofenbetrieb*. Der Kalksteinzuschlag soll dazu dienen, eine gut fl. Schlacke zu erzeugen, die sich leicht vom fl. Fe scheidet, wenig Fe-Granalien enthält, u. die Entschwefelung dadurch fördert, daß sie das ausgeiserte Schwefelmangan gut löst. Der Kalkstein muß frei von Gips sein u. wenig SiO₂ u. Al₂O₃ („Rückstand“) enthalten. Bei der Verwendung von Flußspat darf man Kalkstein nicht ausschließen. Dies würde dem Sinne des chem. Vorganges widersprechen u. unwirtschaftlich u. der Umgebung im Zusammenhang mit der großen Menge von Flußsäure nachteilig sein. Man soll Flußspat zu Kalkstein im Verhältnis 1:2 setzen u. von dem Gemenge $\frac{2}{3}$ der n. Kalksteinmenge. Die Entschwefelung des fl. Fe ist auf den rein mechan. Seigerungsvorgang zurückzuführen. Im übrigen ist ein ausreichender Mn-Geh. im Kupolofeneinsatz die Grundlage der Entschwefelung. Ohne diesen gelingt es niemals, u. gleichzeitig muß natürlich die Schlacke dünnfl. genug sein. Demnach ergänzen sich beide Faktoren, Mn u. Flußspat, gegenseitig in ihrer Entschwefelungswirkg. (Gießerei 16. 1189—92. 20/12. 1929.) WILKE.

C. Schwarz, *Die chemischen Vorgänge beim basischen Siemens-Martin-Verfahren*. C. H. HERTY JR. behandelte die chem. Vorgänge im bas. Siemens-Martinofen (vgl. C. 1929. II. 1452. 1966, sowie 1927. I. 3130) u. mit J. M. GAINES JR. (C. 1929. II. 1199) den Einfluß der unreduzierten Oxide. Diese Arbeiten werden zusammenfassend krit. besprochen. (Stahl u. Eisen 49. 1769—72. 5/12. 1929.) WILKE.

Erich Killing, *Der Unterschied zwischen festem und flüssigem Roheiseneinsatz im Siemens-Martinofen*. (Vgl. auch C. 1929. II. 631.) Aus den Unterss. folgt, daß trotz größeren Abbrands u. höheren Erzverbrauchs der fl. Einsatz weit vorteilhafter ist. Im einzelnen ergab sich, daß beim Arbeiten mit fl. Einsatz die Leistung in t/h günstiger ist als beim Einsatz mit festem Roheisen. Die günstigste Leistung liegt bei fl. Einsatz bei rund 35%, bei festem bei rund 19% Roheisen mit Schienenschrott. Der Erzverbrauch ist beim Arbeiten mit festem Einsatz geringer als mit fl. Einsatz. Die Schlackenmenge ist beim fl. Einsatz stets höher u. der Fe-Geh. liegt bei diesem Einsatz auch höher als beim festen. Daher muß der Abbrand beim fl. Einsatz im Durchschnitt auch höher als beim festen Einsatz sein. Eine Begründung der obengenannten günstigsten Zahlen läßt sich durch eine metallurg. Wärmebilanz nicht geben. Das fl. Verf. ist wirtschaftlich bis zu rund 62% Roheisen dem festen Verf. erheblich überlegen; von 62% ist die Wirtschaftlichkeit der beiden Verff. gleich. (Stahl u. Eisen 49. 1821—27. 19/12. 1929. Juliehütte Bobrek [O.-S.], Stahlwerksausschuß d. Vereins deutscher Eisenhüttenleute.) WIL.

E. Ammermann und **H. Kornfeld**, *Über den Zusammenhang zwischen α -Änderung und A₃-Umwandlung*. Die Unters. der Abhängigkeit der α -Änderung von der Behandlung ergab, daß diese Erscheinung einerseits mit der A₃-Umwandlung verknüpft ist, andererseits ein gewisser Zusammenhang mit der Verformung zu bestehen scheint. Die Abhängigkeit von der A₃-Umwandlung wird bewiesen durch folgende Tatsachen: Elck-

trolyt-Fe in kathod. Form ist äderungsfrei, die Äderung kann aber nach mehrmaligem Glühen oberhalb A_2 erzeugt werden. Ferner zeigt hochsilicierter Stahl, der nach dem Zustandsschaubild des Systems Fe-Si keine A_2 -Umwandlung besitzt, in keinem Behandlungszustand Äderung. In der vorliegenden Arbeit wird über eine Reihe von Beobachtungen berichtet, die bei der Erklärung des Ursprungs der α -Äderung Bedeutung zu haben scheinen: So läßt sich durch Rekristallisation unter A_2 äderungsfreier Ferrit erzeugen. Bei Glühung äderungsfrei rekristallisierten Werkstoffs entsteht Äderung nur in den im γ -Zustand gewesenen Ferritanteilen, wobei zu berücksichtigen ist, daß entsprechend der Verteilung des C u. seiner Diffusion der A_2 -Punkt örtlich niedriger liegt, als er sich der Gesamtzus. nach ergeben würde. Äderung des ganzen Ferrits tritt erst nach Überschreitung des der Gesamtzus. entsprechenden A_2 -Punktes wieder ein. Verformung unter A_2 erzeugt in keinem Fall Äderung, sie tritt vielmehr nur in den Bereichen auf, in denen sie auch nach den reinen Glühverss. zu erwarten wäre. — Eine Abhängigkeit von der Verformung besteht lediglich hinsichtlich der Stärke schon vorhandener Äderung; ein bei einer gewissen Temp. verformter Werkstoff zeigt die Äderung in stärkerem Maße als nach einer Glühung allein. (Arch. Eisenhüttenwesen 3. 307—11. Okt. 1929. Hörde i. W.)

WILKE.

Edgar C. Evans, *Brennstoffprobleme in der Eisen- und Stahlindustrie*. (Vgl. auch C. 1927. II. 2100.) In den metallurg. Verff., z. B. bei der Wiedererwärmung, wo starke Einw. chem. auf die therm. Verhältnisse nicht vorkommen, können optimale Verhältnisse mittels charakterist. Kurven bestimmt werden, in denen das Ausbringen u. der Brennstoffverbrauch aus Verss. über einen langen Zeitraum ermittelt werden können. Beim Hochofen liegen die Bedingungen schwieriger, was auf Grundlage des Schrifttums näher auseinandergesetzt wird. Die Strahlung u. andere äußere Wärmeverluste je Einheit der Herdfläche können bis zu einem gewissen Punkt durch Erhöhung des Herddurchmessers vermindert werden. Ein anderes Mittel wäre die Verringerung des Wasserverbrauchs beim Kühlen des Herdes u. der Rostflächen, was aber wiederum eine Frage der Herst. hochfeuerfester Materialien ist. Eine Verbesserung der Dauer des wirksamen Kontakts zwischen Gas u. Erz läßt sich durch die Beobachtung folgender Punkte erreichen: Verteilung der Beschickung, Chargierverf., Korngröße des Materials, Ofenauskleidung u. Koksqualität. Andere Faktoren, die zwar nicht die Wisksamkeit des Kontaktes beeinflussen, die aber wichtig sind, sind: Reduzierbarkeit des Erzes (die die Rk.-Geschwindigkeit zwischen Erz u. Gas beeinflusst) u. die Feuchtigkeit des Windes. Das bisher Bekannte über diese Verhältnisse wird zusammenfassend wiedergegeben. (Proceed. Int. Conf. bitum. Coal 1928. II. 633—56.)

WILKE.

H. B. Knowlton, *Ökonomische Wiederbenutzung fester Kohlunsmaterialien*. Eine Unters. der Wiederverwendung von Kohlunsmaterialien wird gegeben, die sich besonders mit der Menge neuen Materials beschäftigt, die nach jeder Kohlun zugegeben werden muß, um ein konstantes Vol. u. eine konstante Wisksamkeit der Kohlunsmischung zu erhalten. Vor einigen Jahren betrug der Zusatz an neuem Material z. B. rund 33%. Durch bestimmte Änderungen in der Zus. des Materials u. der Bewunungsformen wurde es möglich, den Prozentgeh. des neuen Zusatzes von 33 auf rund 12% zu vermindern, ohne daß eine Änderung des Einsatzes feststellbar war. Alle Kohlunsmittel verringern notwendigerweise beim Gebrauch in größerem oder geringerem Ausmaße ihr Vol. Diese Verluste können entstehen durch: Verbrennen oder Zers. während der Kohlun, Verbrennen während des direkten Abschreckens, Verbrennen nach dem Herausnehmen auf den Boden usw., durch die Entfernung von Staub u. Feinem u. durch mechan. Bewegungen. Einige Verlustursachen kann man einschränken, andere nicht. So ist die Staubentfernung u. Entfernung des Feinen durchaus wesentlich, da diese niemals eine nützliche Funktion ausführen u. oft verminderte Kohlun hervorgerufen. Um die Vol.-Verluste beim Gebrauch festzustellen, wurden Verss. mit verschiedenen Kohlunsmitteln gemacht. Bei dem einen Vers. wurde erst nach dem, 5. u. 6. Glühen abgeseiht u. aufgefüllt, bei dem andern nach jeder Glühung. In beiden Fällen waren die anfänglichen Verluste hoch. Die Holzkohlemischung war in dieser Hinsicht schlechter als ein Holzkohle-Koksmaterial. Nach den Verss. ergibt sich, daß ein Zusatz von weniger als 10% neuem Material nach jeder Glühung genügend ist, um ein konstantes Vol. dieser Materialart aufrechtzuerhalten. Bei Holzkohle-Koksmischung u. jedesmaligem Sieben ist nach der 8. Glühung nur ein 2%ig. Zusatz von neuem Material nötig. Da im Betrieb sich ein Zusatz von 25% als unumgänglich erwiesen hatte, so wurde eine andere Verlustquelle eingehend beobachtet u. dann

abgeändert: das mechan. Beweg. Nach Einführung einer neuen Einrichtung dafür war nur noch ein Zusatz von 10 bis 12% erforderlich. — Die Verluste an Wirksamkeit sind auf die Änderung der chem. Zus. oder der physikal. Eigg. der Verb. während des Gebrauchs zurückzuführen. Die Änderungen in der chem. Zus. können zurückgeführt werden auf: unterschiedliche Schnelligkeit beim Verbrennen der verschiedenen Bestandteile, Zers. eines Bestandteils, der nicht regenerativ ist, chem. Rk. zwischen den vorhandenen Bestandteilen, mechan. Verlust der Chemikalien, Aschenanhäufung, Vorreinigung u. Seigerung der Bestandteile. Im allgemeinen kann die chem. Zus. zwischen bestimmten Grenzen während des Gebrauchs schwanken, aber der chem. Geh. des gemischten Materials sollte nie unter ein bestimmtes Minimum fallen. Für bestimmte Verhältnisse u. Mischungen wurde versucht, diese untere Grenze festzulegen. Benutzt wurde Holzkohle u. als Chemikalien eine Mischung von 3 Teilen Na_2CO_3 , 3 Teilen CaCO_3 u. 9,75 Teilen BaCO_3 . Es zeigte sich, daß in vorliegendem Falle der Chemikaliengeh. nie unter 2% gehen darf, besser ist es, ihn stets über 5% zu halten. Dabei muß man Sorge tragen, daß auch nach dem Zusatz neuen Materials dieser Prozentsatz vorhanden ist, u. zwar überall gleichmäßig verteilt. (Trans. Amer. Soc. Steel Treating 16. 607—25. Okt. 1929. Fort Wayne [Ind.], International Harvester Co.)

WILKE.

Rudolf Stotz, *Neuzeitliches Glühen von Grau- und Temperguß*. Glühgefäße von langer Haltbarkeit können aus Eisenlegierungen mit 24% Cr hergestellt werden, die unter der Bezeichnung Alferon bekannt geworden sind. Andere geeignete Legierungen für diese Zwecke sind die Nichrothermlegierungen der Firma Krupp. Vf. beschreibt mehrere Temperofen für Kohlenstaub- u. Gasfeuerung unter Angabe der Wirtschaftlichkeit ihres Betriebs. Schließlich wird die metallurg. Seite des Glühens berührt. (Gießerei 16. 1209—20. 27/12. 1929.)

KALPERS.

Edward S. Lawrence, *Kontinuierliche Wärmebehandlung von Metallblech*. Das Normalisieren von niedrig-C-haltigen Blechen erfordert einen Ofen, der nicht nur innere Spannungen vermeidet u. eine neue Kornstruktur hervorruft, sondern es müssen auch Mittel in diesem Ofen vorhanden sein, um die Blechtemp. schnell herunterzudrücken, damit die gewünschte Korngröße erhalten bleibt. Die richtige Ofentemp. von 1010 bis 1065°, das schnelle Abkühlen u. der Luftanschluß werden in einem kontinuierlichen Ofen erreicht. Die ersten Ofen hatten eine Herdbreite von 60 bis 72 Zoll; jetzt wendet man Breiten von 96 Zoll ohne übermäßige Wärmeverluste an. Die Schnelligkeit, mit der das Material durch diese Ofen bewegt werden muß, hängt von vielen Faktoren ab, u. a.: Herdbreite u. Länge der Heizzone, C-Geh. des Materials, Entfernung innerer Spannungen, gewünschte Korngröße, zu Gebote stehende Temp. in der Erwärmungszone, Schnelligkeit der Anheizung, Schnelligkeit des Abkühlens u. die Stärke des zu erhitzenden Metalls. Wie man auf diese Faktoren Obacht geben muß, wird des Breiteren dann mitgeteilt. (Blast Furnace Steel Plant 17. 1346—49. Sept. 1929. Pittsburgh [Pa.], Duraloy Co.)

WILKE.

T. D. Yensen, *Die Änderungen der physikalischen Eigenschaften von Eisen-Silicium-Kohlenstofflegierungen bei verschiedenen Wärmebehandlungen*. Durch Vergleich des Diagramms der magnet. Eigg. mit den entsprechenden Konst.-Diagrammen (für 0, 2 u. 4% Si) können die Änderungen der magnet. Eigg. auf Grundlage der Konst.-Diagramme erklärt werden. Das Diagramm mit 0% Si läßt erkennen, warum die magnet. Eigg. mit steigender Anlaßtemp. sich verbessern. Die Permeabilität wächst langsam mit sich erhöhender Temp. bis 700°, dann sehr schnell bei weiterer Erhöhung auf 800° u. wiederum langsam für die noch höheren Temp. Die nicht angelassenen Schmiedestücke werden wegen der schnellen Abkühlung mehr als 0,008% C in Lsg. halten. Darauffolgendes Anlassen u. langsames Abkühlen veranlaßt eine Ausscheidung des gel. C als freien Zementit am so mehr, je höher die Anlaßtemp. ist, bis die maximale Ausscheidung beim langsamen Abkühlen von 720° stattfindet. Eine Erhöhung über 720° beeinflußt nicht die relativen Mengen des gel. u. gefällten C u. beeinflußt daher die magnet. Eigg. nur durch das Kornwachstum. Bei 2% Si ist die Abkühlgeschwindigkeit von 780° für niedrige C-Gehh. (weniger als 0,02%) von geringerer Bedeutung, da der C über 0,008% als Perlit ausgeschieden wird. Für höhere C-Gehh. besteht die Möglichkeit der C-Abscheidung als Graphit durch längeres Anlassen bei 820°. Bei 4% Si wird die Abkühlgeschwindigkeit wieder von großer Bedeutung. C über 0,10% kann hier schnell als Graphit durch Anlassen auf 890° ausgeschieden werden, u. der Rest bildet beim langsamen Abkühlen freien Zementit. — Es ist durchaus möglich, den Geh. an gel. C im Endprod. durch außerordentlich langsames Abkühlen unter 0,008%

zu drücken u. damit gleichzeitig die magnet. Eigg. zu verbessern. (Fuels and Furnaces 7. 1613—14. Okt. 1929.) WILKE.

André Michel und Paul Bénazet, *Studie über das Anlassen der austenitischen Stähle*. (Rev. Métallurgie 26. 455—63. 9/7. 1929. — C. 1929. I. 2574.) KALPERS.

H. J. French und T. E. Hamill, *Die Anwendung heißer Lösungen zum Stahlabschrecken*. Quantitative Unters. über die Art der Abkühlung an den Oberflächen der Stahlkörper, die in Fl. von verschieden hoher Temp. eingetaucht sind, fehlen. Die vorliegende Arbeit gibt einige Mitteilungen hierzu u. außerdem die Beziehung zwischen der Oberflächen- u. Innenabkühlung mit den hervorgerufenen Eigg. u. Strukturen der Stähle. Die Oberflächen- u. Innenabkühlungskurven wurden in Probeylindern aus 0,96% C-Stahl dadurch festgelegt, daß von 875° in W, 5% NaOH, 5% NaCl u. in 2 Abschreckölen bei verschiedenen Temp. zwischen 20 u. 100° abgeschreckt wurde. Die Fl. bewegten sich alle mit 3 Fuß/Sek. Eine Temp.-Erhöhung verringerte die Abkühlgeschwindigkeiten u. erhöhte die Kühlzeiten in W. u. den wss. Lsgg.; die Änderungen waren aber zwischen 20 u. 60° kleiner als zwischen 60 u. 100°. Genau entgegengesetzte Wrkgg. wurden beim Innenabkühlen durch die beiden Öle hervorgerufen, aber die Änderungen waren im ganzen Temp.-Bereich relativ klein. Nähert sich die Temp. der wss. Lsgg. dem Kp. des W. so wird die Abkühlung an den Oberflächen der Zylinder unregelmäßiger u. die Abkühlungsgeschwindigkeiten bei niedrigen Temp. um 200 oder 300° werden größer als bei 300—500° oder bei höheren Temp. Jedoch gute Innenkühlkurven wurden mit W. bis zu 60° oder 5%ig. NaOH- oder NaCl-Lsgg. bis 80° erreicht. Die vorstehenden Angaben legen die Möglichkeit nahe, die h. wss. Lsgg. als Brücke zum Überwinden der Lücke in den Abkühlungsgeschwindigkeiten zwischen W. u. den üblichen Abschreckölen bei gewöhnlicher Temp. zu verwenden. Die folgenden Fl. sind als die besten ermittelt worden u. sind in der Reihenfolge der abfallenden Abschreckgeschwindigkeiten geordnet: 5% NaOH bei 20°, 5% NaCl bei 20°, W. bei 20°, 5% NaOH bei 60°, 5% NaCl bei 60°, W. bei 60°, 5% NaOH bei 80°, 5% NaOH bei 85 oder 90° u. die beiden Öle zwischen 20 u. 100°. (Fuels and Furnaces 7. 1543—45. Okt. 1929.) WILKE.

—, *Das basische Bessemerv erfahren der Stahlgewinnung. Die Gedächtnisfeier des epochemachenden Ereignisses*. Messrs. BOLCKOW, VAUGHAN & Co., Ltd. haben aus Anlaß der 50-jährigen Wiederkehr der Erfindung dieses Verf. durch SIDNEY GILCHRIST THOMAS u. PERCY CARLYLE GILCHRIST ein kleines Büchlein herausgegeben, das die geschichtlichen Zusammenhänge schildert. Eine kurze Inhaltsangabe dieser Schrift wird dem Leser vermittelt. (Iron Coal Trades Rev. 19. 415. 20/9. 1929.) WILKE.

H. P. Rassbach, *Schmelzpraxis für drei Sorten elektrischer Stähle*. Die beim Schmelzen dreier im bas. elektr. Ofen hergestellter Stahlsorten in Anwendung kommende Praxis wird vom prakt. Standpunkt aus beschrieben. Es handelt sich um folgende Serien: einen reinen C-Stahl mit wenig P u. S, einen einfachen Legierungsstahl — Cr-V, Cr-Ni, Cr-Mo usw. — u. einen komplexen Legierungsstahl-Schnelldrehstahl oder irgendein Stahl mit einem geringeren Prozentsatz an Legierungselementen. Bei vorliegender Arbeit werden behandelt: ein reiner C-Werkzeugstahl, ein Cr-V-Stahl u. ein Schnelldrehstahl. Der benutzte Ofen ist ein 7½-Tonnen-Héroultofen. Besonders die ökonom. Gewinnung der einzelnen Stähle wird gezeigt. (Fuels and Furnaces 7. 1563—66. Okt. 1929.) WILKE.

Fritz Stäblein, *Physikalische Eigenschaften von reinen Chrom- und Wolframstählen*. D., elektr. Leitfähigkeit, Wärmeleitfähigkeit, magnet. Sättigung, Koerzitivkraft u. Wärmeausdehnung werden an möglichst reinen Legierungen mit einem Höchstgeh. von 24% Cr bzw. 28% W in Abhängigkeit vom Prozentgeh. der Zusatzlemente gemessen. Einfache Gesetzmäßigkeiten ergeben sich insbesondere für die D., D., wo mit großer Annäherung die Mischungsregel gilt, sowie für die magnet. Sättigung, wo die Abhängigkeit prakt. geradlinig verläuft. Bei W tritt dabei ein Knick (bei 6%) auf, verursacht durch eine nicht ganz sicher festzulegende intermetall. Verb. (FeW?). Bei kleinen Prozentgeh. gilt in beiden Reihen die BENEDICKSCHE Regel für den spezif. Widerstand. 1% Cr erhöht den spezif. Widerstand des Fe um 0,062, 1% W um 0,017% Ohm-qmm/m. Aus den Ausdehnungskurven läßt sich das entsprechende Teilstück des Zustandsschaubildes Fe-Cr entwerfen. Erwähnenswert ist die mit steigendem Cr-Geh. größer werdende Hysterisis zwischen Ac₃ u. Ar₃, ferner, daß die Umwandlung in beiden Richtungen innerhalb eines nicht zu vernachlässigenden Temp.-Bereichs verläuft. Die W-Reihe zeigt schon bei 5% W keine Umwandlung mehr. Die andern untersuchten Eigg. wurden ebenfalls kurvenmäßig zusammengestellt; sie befolgen keine

ganz einfachen Gesetzmäßigkeiten. (Arch. Eisenhüttenwesen 3. 301—5. Okt. 1929. Essen.)

Georges d'Huart, *Über die Sprödigkeit der Stähle*. Man unterscheidet 2 Arten von Sprödigkeit u. zwar eine durch therm. Behandlung mit oder ohne gleichzeitige Korndeformation u. eine, die auf eine im wesentlichen strukturelle Modifikation, die ebenfalls durch therm. Behandlung erhalten werden kann, aber stets von einer Metalldeformation begleitet ist, zurückzuführen ist. Die vorliegende Arbeit beschäftigt sich mit dem 1. Fall für den der Name „Dispersions“-Sprödigkeit vorgeschlagen wird, zum Unterschied vom 2. Fall, den man mit „Struktur“-Sprödigkeit bezeichnen könnte. Die Dispersions-sprödigkeit hat selbst wieder 3 verschiedene Untergruppen: Die Blau-, die Altersungs- u. die Nachlaufbrüchigkeit oder Kruppsche Krankheit. Unter Altershärtung versteht man eine Erscheinung, die in einer plast. Deformation des Metalles besteht, d. h. in einer Überschreitung seiner elast. Grenze mit nachfolgender Ruhe von verschiedener Dauer wie von 1 Stde. bis zu einem oder mehreren Jahren. Diese natürliche Alterung kann in der Dauer abgekürzt werden, indem man das Metall im Augenblick der Deformation oder nach ihr einer kurzen Erhitzung auf 100—300° unterwirft. Die 3 Sprödigkeitsarten haben das gemeinsam, daß der Fall der Schlagfestigkeit an ein krit. Temp.-Gebiet gebunden ist, das im Falle der Altersbrüchigkeit durch ein Liegen bei gewöhnlicher Temp. ersetzt werden kann. Da nach dem Schrifttum die Blau- u. Alterssprödigkeit durch eine anfängliche Metalldeformation hervorgerufen werden können, so wird zuerst die plast. Deformation in der Kälte besprochen. Danach scheint es, daß die Dispersions-sprödigkeit eine langsame Transformation ist, die den Widerstand gegen die Deformation des Stahles erhöht, seine Deformationsfähigkeit vermindert u. seine Korrosionsneigung erhöht. Im besonderen ist das Altern eine Erscheinung, die in der Kälte anfängt, auf jeden Fall bei Temp. unter dem tiefsten Transformationspunkt des Stahls. Man kann also annehmen, daß sich der Stahl durch eine therm. Behandlung unter seinem tiefsten Transformationspunkt stark transformieren läßt. Die Erscheinungen der Dispersions-sprödigkeit sind demnach eine Folge einer Zers. der festen Lsg., die bei höheren Temp. stabil ist. Aus dem Schrifttum kennen wir die Erscheinungen, die die therm. Behandlung der Stähle unter A_1 begleiten u. können damit eine Erklärung für die Angriffsweise des Fryschen u. a. Reagenzien geben. Dieser Angriff ist in sehr engem Zusammenhang mit der physikochem. Dispersion des Zusatzelements. Dies gestattet den Schluß, daß die Schwärzung in den Zonen der Kraftlinien auf fein verteilte oder dispergierte Teilchen zurückzuführen ist, deren Ausfällung durch die plast. Deformation bewirkt worden ist. Die Erscheinung der Alterung kann durch jedes Zusatzelement zum techn. Fe bestimmt werden, das eine in α -Fe von der Temp. abhängige Löslichkeit besitzt u. dessen Ausfällung während des Abkühlens langsam vor sich geht. Solche Elemente sind C, N u. O. Vor allem scheint O in enger Beziehung zum Altern zu stehen, auch der N hat einen sehr deutlichen Einfluß auf die Sprödigkeit des Fe. Will man einen Stahl erhalten, der nicht altert, so muß man ihn mit Al desoxydieren u. nicht mit Si oder Mn. Aber andererseits muß man, um einen leicht schmiegbaren Stahl zu erhalten, mit wenig Al desoxydieren. Zur Erklärung der 3. Art Brüchigkeit wird die Erklärung von GRAEVES u. JONES (Iron and Steel Inst. Sept. 1920) in etwas abgeänderter Form herangezogen, wobei die Löslichkeit des CrO eine große Rolle spielt. (Science et Ind. 13. 559—69. Sept. 1929. Usines d'Hagondange.)

WILKE.

A. S. Jameson, *Eine mikroskopische Untersuchung ungeeignet erhitzter Schmiedestücke*. Der Zweck der Arbeit ist, einige Beispiele von Fehlern zu zeigen, die durch unkontrolliertes Erhitzen von Stahl vor der Warmverarbeitung u. dem Schmieden entstanden sind, u. dadurch auf den Wert des Mikroskops zur Ermittlung derselben hinzuweisen. In vier Teile zerfällt die Arbeit: das Überhitzen von wenig, mittel u. viel C enthaltendem Stahl u. seine Wrkg. auf den Schmiedeprozess, das Überhitzen von einigen Stählen u. sein Einfluß auf die physikal. Eig. der Stähle, zu schnelles Erwärmen u. zu tiefes Erhitzen. (Trans. Amer. Soc. Steel Treating 17. 81—89. Jan. Chicago, International Harvester Co.)

WILKE.

R. Hohage und **R. Rollett**, *Verbesserung der Zähigkeit von Schnellarbeitsstahl durch Carbidglühung*. (Stahl u. Eisen 49. 1519—20. 17/10. 1929.—C. 1929. II. 2363.) LÜ.

E. H. Schulz und **H. Buchholtz**, *Hochwertige Baustähle für den Großstahlbau*. Die meisten Erfahrungen liegen über den Union-Baustahl vor, der mit geringen Mengen Cu u. Cr legiert ist. Er weist die für Si-Stahl von der Eisenbahn vorgeschriebenen Festigkeitseigg. auf u. ermöglicht deren Einhaltung auch bei den größten Walz

abmessungen. Als besonderer Vorteil ist noch der hohe Rostwiderstand infolge des hohen Cu-Geh. (etwas 0,8%) zu nennen. Auch bei breitem Universal-Fe u. dicken Blechen übersteigt der Ausschub bei der Herst. nicht das zulässige Maß. Durch diese Tatsache werden die gegenüber dem Si-Baustahl erhöhten Legierungskosten des Union-Baustahls wettgemacht. Die guten Erfolge bei der Herst. u. Prüfung der Walzerzeugnisse aus Union-Baustahl ließen Verss. zur Entw. eines entsprechend legierten Stahles für die Herst. geschmiedeter Teile als aussichtsreich erscheinen. Mit Rücksicht auf die vielfach wesentlich geringeren Verformungsgrade beim Schmieden u. Pressen mußte naturgemäß die Herst. u. Zus. für den geschmiedeten Union-Baustahl gewisse Änderungen erfahren. Es konnte festgestellt werden, daß der geschmiedete Stahl auch bei geringen Durchschmiedungsgraden die bekannten günstigen Eigg. des gewalzten Stahles erreicht u. den unlegierten C-Stählen besonders durch eines hohe Streckgrenze, Dehnung u. Kerbzähigkeit überlegen ist. Seine Schwingungsfestigkeit liegt mit 28—31 kg/qmm über der eines C-Stahles mit gleicher Festigkeit u. erreicht im vorgüteten Zustande bei kleineren Querschnitten die hohen Werte der Cr-Ni-Verгүйtungsstähle. Der geschmiedete Union-Baustahl weist auch bei tiefen Temp. eine gute Kerbzähigkeit u. einen hohen Alterungswiderstand auf. Ebonso zeigt er gegen krit. Reck- u. Glühbehandlungen sowie gegen Überhitzung eine bemerkenswerte Unempfindlichkeit. Sein Widerstand gegen Rostangriffe entspricht dem des gewalzten Stahles. — Neuartige Rostermüdungsverss. werden im Verlauf der Arbeit durchgeführt. Als *Rostermüdungsfestigkeit* ist dabei die Spannung bezeichnet, die der Stahl bei gleichzeitigem Rosten beliebig lange Zeit — bei den Verss. etwa 17—20 Millionen Lastwechsel — erträgt. (Ztschr. Ver. Dtsch. Ing. 73. 1573—80. 2/11. 1929. Dortmund, Vereinigte Stahlwerke A. G.)

WILKE.

M. Ulrich, *Sonderstähle für den Kesselbau*. Verss. an 2 Sonderstählen, deren Eigg. bei tragbaren Kosten den Bedürfnissen des Kesselbaues Rechnung tragen, werden mitgeteilt. So wird die Alterungsbeständigkeit von *Izettstahl* nachgewiesen, die ein günstiges Verh. gegenüber den Einflüssen der Verarbeitung u. des Kesselbetriebs erwarten läßt. Auch an einem *Mo-Stahl*-Kesselblech von rund 25 mm Dicke wurden eingehende Verss. vorgenommen u. insbesondere der Aufschluß über das Verh. des Stahls bei 500° u. langer Vers.-Dauer angestrebt; die Formänderungen wurden mit größerer Genauigkeit als bei den Werkverss. verfolgt. Die Zugfestigkeit des Mo-Stahls zeigt danach nicht den in der Regel zwischen 200 u. 300° bei gewöhnlichem C-Stahl beobachteten höckerartigen Verlauf, der von einer erheblichen Zunahme der Zugfestigkeit herrührt. Die Streckgrenze nimmt bis zu 500° ziemlich stetig ab. Die Dauer-verss. lassen erkennen, daß der Mo-Stahl hinsichtlich der Festigkeitseigg. bei höherer Temp. dem C-Stahl wesentlich überlegen ist. (Arch. Wärmewirtsch. 11. 11—15. Jan. 1930. Stuttgart, Materialprüfungsanst. d. Techn. Hochsch.)

WILKE.

N. K. G. Tholand, *Eisenschwamm, ein Material für elektrischen Stahl*. (Blast Furnace Steel Plant 17. 1350—55. 1362. Sept. 1929. New York, City EKSTRAND & THOLAND. — C. 1929. II. 1200.)

WILKE.

Stewart J. Lloyd, *Alkalisches Elektrolyteisen*. Das Verf. von ESTELE (A. P. 1 275 161) zum Ausziehen u. elektrolyt. Abscheiden von Fe aus einer Suspension seines Oxydes in starker h. NaOH wurde untersucht. Nur 2 Gesellschaften scheinen die elektrolyt. Fe-Herst. fortgesetzt zu haben. Eine ist die Western Electric Co. bei Harthorne [Ill.], die ein sehr hartes reines Metall für Spezialzwecke (Pupinspulen) benötigt u. die feststellte, daß der in dem Kathodenblock enthaltene H₂ eher vorteilhaft als schädlich ist. Ihr Elektrolyt ist eine Mischung von FeSO₄ u. FeCl₂. Die französ. Gesellschaft Le Fer bei Grenoble arbeitet nach den Patenten von BOUCHER. Alle Verf., die sulfat- oder chloridhaltige Elektrolyte benutzen, müssen säurefeste Materialien für die Zellen, Pumpen usw. vorsehen, was bei dem alkal. Verf. nicht notwendig ist. Die zuerst unternommenen Laboratoriumsverss. folgten den Angaben ESTELLES, in denen Fe(OH)₃, NaOH u. W. in den Gewichtsverhältnissen 30, 35, 35 der Kathodenstromstärke von 20 t/qdm unterworfen wurde. Die Spannung war 2,6 Volt. Bei höherer Temp. (90—95°) u. nur 10 Amp. war ein Fe-Nd. zu erhalten. Hierauf wurde ein örtliches wasserhaltiges Fe-Erz, Brauneisenstein mit rund 50% Fe, bei 90° u. 5 Amp./qdm elektrolysiert. Weiter wurden roter Hämatit von Birmingham [Ala.], grauer Hämatit von Sycamore [Ala.], Schwarzkupfer-Ofenschlacke von Ducktown [Tenn.] mit 25% Fe, „Blue Billy“, der Rückstand der Pyritröstung einer H₂SO₄-Fabrik mit 55,25% Fe, 3,21% S, 0,14% Cu auf ihre Eignung geprüft. Die besten Ndd. wurden mit „Blue Billy“ u. dem Brauneisenstein erhalten.

die nächstbesten von dem roten Erz u. Eisenhydroxyd, während das graue Erz u. die SiO₂-haltige Fe-Schlacke nicht günstig abschnitten. (Iron Steel Canada 12. 249—50. 269. Okt. 1929. Alabama, Univ.) WILKE.

Friedrich Vogel, Harrisverfahren — Ringprozeß — Mischzinnelektrolyse. (Vgl. C. 1929. I. 2812.) Von den drei Verff.: Harrisverf., Ringverf. u. Mischzinnelektrolyse hat bisher nur das Harrisverf. in der Weiß- u. Lagermetalle verarbeitenden Industrie Eingang gefunden; das Ergebnis ist negativ. Das Harrisverf. ist nur ein Pb-Raffinationsverf. Bei richtiger Zus. der drei Verff. zu einem gemeinsamen Zyklus dürfte die Mischzinnäre der Vergangenheit angehören. (Metallbörse 19. 2441—42. 2499. 2555—56. 16/11. 1929.) KALPERS.

Richard Thews, Über das Raffinieren von Zinn. Die Zuss. von deutschem Sn werden mit denen amerikan. Sn verglichen. Von den Verunreinigungen machen sich Fe, As, Sb, Zn u. Cd am unangenehmsten bemerkbar. Ihre restlose Entfernung im schmelztechn. Verf. ist nicht möglich. Abgesehen von dem elektrolyt. Verf. wird Sn durch zwei, meistens aufeinander folgende Verff. raffiniert. Das erste Verf., das Aussaigern, erfolgt auf dem geeigneten Herd eines Flammofens, das zweite besteht aus Kochen, Flappen u. Polen in Kesseln. Die Kesselsaigerung ist am einfachsten, ergibt aber nicht so gute Ausscheidungen von Fe u. Cu als die Flammöfen. Der Herd der Flammöfen kann aus feuerfesten Steinen oder aus Fe bestehen. Verschiedene Abarten des Saigerverf. in den verschiedenen Ländern werden beschrieben. Durch das Polen wird das im Sn gebliebene Fe fast restlos, Pb, Sb u. As zum großen Teil entfernt. (Metallbörse 19. 2553—54. 2610—11. 2666. 30/11. 1929.) KALPERS.

P. J. Potter, Die Behandlung zinnreicher Lagermetallabfälle. (Metallbörse 19. 2722—23. 7/12. — C. 1929. II. 2821.) WILKE.

P. J. Potter, Die Wiedergewinnung des Abfalls bei der Bearbeitung von Zinn als Grundmasse enthaltendem Babbittmetall. (Metal Ind. [New York] 27. 557. Dez. Detroit [Mich.], Federal Mogul Corp. — C. 1929. II. 2821.) WILKE.

R. W. Schulze, Oxydeinschlüsse als Ursache von Verarbeitungsschwierigkeiten bei Kupferhalbzeugen. Während sich bei Blechen u. Bändern Kupferoxydulanreicherungen hauptsächlich auf die Oberflächenbeschaffenheit des Werkstoffs auswirken, werden besonders bei schwächeren Drähten die mechan. Eigg. stark gefährdet, indem größere örtliche Cu₂O-Einschlüsse den Draht schwächen u. seinen vorzeitigen Bruch begünstigen. Ebenso kann grobkörniges Gefüge u. Cu₂O-Einschlüsse die Lebensdauer von Cu-Rohren gefährden. Cu-Gußstücke können durch P, Si oder Sn desoxydiert werden. Im Guß etwa vorhandene Cu₂O-Einschlüsse vermindern die Leitfähigkeit des Cu-Gusses stark, wodurch dessen Wert für die Elektrotechnik sinkt. (DINGLERS polytechn. Journ. 344. 233—36. Dez. 1929.) KALPERS.

R. Karnop und G. Sachs, Die Grobkrystallisation von Aluminium. Der Einfluß der Verunreinigungen macht sich in der Weise bemerkbar, daß beim reinsten amerikan. Al mit 99,9% Al schon bald nach der etwa zwischen 300 u. 400° eingetretenen Rekrystallisation eine deutliche Kornvergrößerung eintritt. Die Korngröße wächst zunächst anscheinend gleichmäßig mit der Temp.; von 500° ab entstehen vereinzelt besonders große Krystalle. Die Proben mit den meisten Verunreinigungen blieben nach dem Glühen prakt. unverändert. Man kann daher sagen, daß die Neigung des Al zur Grobkrystallisation mit wachsendem Geh. an Verunreinigungen schnell abnimmt. Von den Verunreinigungen kommt in dieser Hinsicht dem Fe eine größere Bedeutung zu als dem Si. Der Nachteil des groben Kornes für die techn. Verwendung des Al ist vor allem die dadurch hervorgerufene raue Oberfläche nach Verformungen, z. B. bei Blechwaren. (Metall-Wirtschaft 8. 1115—18. 15/11. 1929.) KALPERS.

P. Hoffmann, Verbrennung von Aluminiumstaub zur Erzeugung einer intensiven Flamme. Des Vers., pulverförmiges Al in Brennern mit O₂ zusammen zu verbrennen (eine vermeintliche Entdeckung des Amerikaners STRONG), ist seit langem in Deutschland bekannt. (Aluminium 11. 6. 15/12. 1929. Frankfurt a. M.) WIL.

—, **Fabrikatorische Anwendung von Beryllium.** Ein Be-Zusatz zum Al erhöht dessen Festigkeit u. Korrosionswiderstand. Eine Legierung mit 70% Be u. 30% Al hat einen viel größeren Widerstand gegen Salzwasser u. Luftkorrosion als irgendeine andere Leichtlegierung. Eine andere Anwendung ist die als Elektroden für Neonreklamen. Berylliumgläser sind etwas feuerfester als Mg- oder Ca-Gläser, u. vor allem viel härter. (Engin. Mining Journ. 128. 963. 21/12. 1929. U. S. Bureau of Mines.) WI.

Karl B. Thews, Die Gewinnung von Vanadin aus seinen Erzen. Von einer Groß-V-Industrie kann erst seit der Entdeckung des Patronits gesprochen werden.

Das in den peruan. Anden gefundene reine Erz enthält 32,8% V u. 67,2% S. Ein Teil der Erze wird bei den Gruben chem. konz.; die Konzentrate werden in Carnegie auf elektrometallurg. Wege zu Ferrovandinit verarbeitet. Weitere Erze gibt es in den amerik. Staaten Colorado u. Kalifornien, in Australien, u. zwar kommt den Roscoelitherzen eine gewisse Bedeutung zu. Die Aufbereitung u. Behandlung dieses Erzes besteht in einem Vermahlen mit NaCl u. Soda mit folgendem Rösten im Wedge- oder Dugalofen. Der Zweck der Sodaröstung ist, den V-haltigen Glimmer in wasserlösliches Natriumvanadat überzuführen. Das Ausbringen von V aus den Carnotiterzen wird vorgenommen nach dem Salzröstverf., dem Schwefelsäure- oder Salzsäurelaugungsverf. V kann aus Pb-V-Erzen nach den Verf. von H. A. DOERNER u. J. E. CONLEY gewonnen werden. (Metallbörse 19. 2301—02. 2358—59. 23/10. 1929.)

KALPERS.

William Hume-Rothery, *Anwendungsbereich der Methoden der elektrischen Leitfähigkeit zur Bestimmung der Konstitution von Legierungen*. Die Bedingungen, unter denen die Methoden der elektr. Leitfähigkeit an Stelle der üblicheren therm. u. mkr. Methoden bei der Best. der Phasengrenzen u. Übergangslinien im Gleichgewichtsdiagramm verwendet werden sollten, werden erörtert. Die Methode ist in den Fällen von großem Wert, in denen feste Lsgg. von sehr geringem Ausmaß gebildet werden, oder in denen ein sehr kurzer oder bedeutende Hysteresis zeigender therm. Haltepunkt einer Veränderung entspricht, bei der die Mikrostruktur entweder unbeeinflusst bleibt, oder ihre Änderung durch Abschrecken nicht festgehalten werden kann. In anderen Fällen gelangt Vf. zum Schluß, daß die Methode zur Best. der Gleichgewichtsdiagramme ungeeignet ist, u. daß man wertvollere Ergebnisse wird erzielen können, wenn man die Leitfähigkeitsmethoden auf das völlig ungel. Problem der die Größe u. Veränderlichkeit der Leitfähigkeiten der verschiedenen Phasen beeinflussenden Faktoren anwendet, statt auf die Best. der Phasengrenzen. (Metall-Wirtschaft 8. 1243—46. 20/12. 1929. Oxford, Magdalen College.)

WILKE.

M. G. Raeder, *Struktur der Silber-Antimonlegierungen*. In einer früheren Arbeit (RAEDER u. BRUN, C. 1928. I. 2489) hat der Vf. festgestellt, daß die Wasserstoffüberspannungskurve des Systems Ag-Sb in dem Gebiet 0—25 Atomprozent Anomalien zeigt, die mit dem Auftreten neuer Strukturelemente in diesem Gebiet in Zusammenhang gebracht wurden. Die Richtigkeit dieser Auffassung wird in der vorliegenden Arbeit bestätigt durch den Vergleich der Überspannungskurve mit dem schemat. Gleichgewichtsdiagramme des Systems Ag-Sb, das von A. WESTGREN, G. HÄGG u. S. ERIKSSON (C. 1929. II. 2973) auf Grund der Röntgenunters. aufgestellt wurde. Es ergibt sich, daß eutekt. Zweiphasengebiete durch einen gleichmäßigen Verlauf der Überspannungskurven, homogene Mischkristallgebiete durch Anstieg bzw. Fallen der Überspannungskurve charakterisiert werden. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 6. 40—42. Nov. 1929. Trondhjem, Norges Tekniske Høiskole, Inst. for Organisk Kemi.)

WAGNER.

W. Kollrepp, *Ein neuer Härteprüfer*. Dieser Härteprüfer ist ein Pendelapp., der nach dem Rückprallverf. arbeitet. Als Ergänzung zum stat. Brinelldruck gibt das „Durosokop“, weil es nach dem dynam. Verf. arbeitet, in vielen Fällen Auskunft über Eigg. des Materials, die sonst erst durch Kerbschlag- oder Dauerschlagprobe festgestellt werden können. Ferner läßt sich damit feststellen, ob sich ein Material durch Druck oder Schlag verfestigt, indem man mit dem App. auf der gleichen Stelle mehrere Rückprallschläge ausführt u. die Werte in einem Koordinatennetz aufträgt. Das Pendel wird durch einen Schwung mit dem Kasten oder Drehknopf in die arretierte Hochstellung gebracht u. der Zeiger durch Drücker auf Null gestellt. Dann wird der Kasten mit der Pendelkopfföfnung an das zu prüfende Material gehalten u. das Pendel ausgelöst. Das Pendel fällt gegen das Material, u. beim Rückprall nimmt das Pendel den Schleppanzeiger zu einer der Materialhärte entsprechenden Stelle der Skala mit. (Metall 1929. 212. 22/12.)

WILKE.

Otto Keune, *Die Prüfung der Härte von Schalenhartguß*. An Hand von zahlreichen Härtemessungen wird gezeigt, daß die Rückprallhärteprüfer, die sog. Skleroskope, nicht nur unter sich sehr ungleich anzeigen, sondern auch im Meßbereich des Schalenhartgusses mitunter weit auseinandergehen, um bei dem Eichstück aus gehärtetem Stahl (95—100°) wieder ziemlich genau übereinstimmende Zahlen zu ergeben. Es dürfte sich daher empfehlen, die Härten von Hartgußzeugnissen nur noch nach Brinelleinheiten anzugeben. Da jedoch die Rückprallhärteprüfung in der Praxis nicht zu unterschätzende Vorteile bietet, so wird ein Weg gezeigt, in welcher Weise die

Messungen mit dem Skleroskop beibehalten, die Meßergebnisse aber in Brinelleinheiten angegeben werden können. Durch das angegebene Berechnungsverf. macht man sich von etwa im Hartgußmeßbereich bestehenden Abweichungen einzelner Geräte unabhängig. (Krupp. Monatsh. 10. 200—03. Dez. 1929. Magdeburg.) WILKE.

W. Tafel, *Das Fließen des Metalls, unter besonderer Berücksichtigung der Arbeiten an der Walzwerkversuchsanstalt der Technischen Hochschule Breslau*. Der gesamte Fließvorgang stellt sich nach den Arbeiten als ein allmählicher Ausgleich der sekundären Spannungen dar. Das Fließen wird nicht durch Spannungen an sich, sondern durch Spannungsdifferenzen (Potentiale) hervorgerufen, u. der Bruch tritt dann ein, wenn bei ideal plast. Material dieser Ausgleich vollständig ist und bei Material mit unvollkommener Plastizität, wenn seine mittlere effektive Spannung gleich der Kohäsion minus dem Fließwiderstand ist. Die Plastizität oder Fließfähigkeit eines Materials stellt sich daher als eine Art Schutzmaßregel der Natur gegen einen plötzlichen Bruch dar, als eine Art Differentialmechanismus, der die Energie von Überlastungen, die einem Metallkörper zugemutet werden, verzehrt. Der Fließwiderstand im Metall ist eine Funktion der Fließgeschwindigkeit u. ist von der Temp. abhängig. Daraus können einige Folgerungen für Praxis u. Theorie gezogen werden: Die obere Fließgrenze ist ein labiler Zustand, dessen Absinken auf die untere, je nachdem der Körper ruhig liegt oder erschüttert wird, früher oder später erfolgen kann. Dies beeinflußt allerdings auch die untere Fließgrenze. Durch Klopfen während des Vers. kann sie gesenkt werden. Trotzdem möchte Vf. die untere Fließgrenze als Materialkonstante vorziehen. Sie besagt, was ein Material in dem ungünstigen Moment zu tragen vermag, wenn die Massenteilchen durch Zusammensinken der die Festigkeit erhöhenden sekundären Spannungen in Bewegung geraten sind. (Metall-Wirtschaft 9. 7—14. 3/1. Breslau.) WILKE.

Walter B. Bartels, *Röntgentechnik in der Gießerei*. Es wird kurz behandelt: Durchstrahlungsgrenzen metall. Werkstoffe, Unsicherheit im Ausfall des Gusses u. Anwendung röntgenolog. Materialprüfung, Prophylaxe durch Röntgenstrahlen beim Formstück. Abschließend bespricht Vf. kurz die Kosten der röntgenolog. Unters. u. empfiehlt die Einrichtung von Gemeinschafts-Röntgenanlagen für mehrere Gießereien. (Gießerei-Ztg. 26. 632—34. 15/11. 1929. Charlottenburg.) LESZYNSKI.

R. Berthold, *Röntgendurchstrahlung in Gießereibetrieben*. Beispiele für Anwendung u. Anwendungsgrenze der Röntgendurchstrahlung im Gießereibetriebe. (Gießerei-Ztg. 26. 642—44. 15/11. 1929. Berlin.) LESZYNSKI.

L. Frommer, W. Kuntze und G. Sachs, *Der Einfluß von Poren auf die Festigkeit von Spritzguß*. Nach Zahlentafeln ergibt sich für den Festigkeitsunterschied der blasigen u. der dichten Stäbe rund 8%. Dieser Verlust an Tragfähigkeit entspricht gut dem reinen Verlust an Querschnitt durch die Blasen, ohne daß eine die Festigkeit noch mehr verringernde Kerbwirkg. hinzukommt. Der Einfluß auch solcher Hohlstellen, die das betriebsübliche Maß erheblich überschreiten, bleibt mit weniger als 10% innerhalb der Grenzen der Festigkeitsstreuungen (20%) von gesundem Spritzguß. Wegen der großen Streuung ist die zuverlässige Feststellung des Poreneinflusses ohne Zuhilfenahme der Röntgendurchleuchtung nur durch Großzahlforschung möglich. Dabei muß auch noch die Beurteilung auf Dichtigkeit u. Undichtigkeit des Gusses durch Beobachtung der Bruchstelle erfolgen, wobei besonders eine zahlenmäßige Abschätzung der Porengröße wenig zuverlässig erscheint. Die übliche Stabform für Zugverss. ist nicht geeignet, um die Einflüsse der Poren auf die Festigkeit erkennen zu können. (Ztschr. Ver. Dtsch. Ing. 73. 1609—12. 9/11. 1929. Berlin-Dahlem, Staatliches Materialprüfungsamt u. Kaiser-Wilhelm-Inst. für physikal. Chemie u. für Metallforschung.) W.

F. Göcking, *Metallguß im Wachsschmelzverfahren*. (Vgl. C. 1930. I. 282.) Dem Eisen im Kern kommt beim Wachsschmelzverf. eine andere Bedeutung zu, als dies in der gewöhnlichen Gießerei der Fall ist. Vielmehr hat sich das Eisen im Kern beim Glühen der Formen ausgedehnt u. beim Abkühlen wieder zusammengezogen, so daß um den Eisendraht dünne Kanäle entstanden sind, die den Gasen einen Durchzug zu dem durch den Guß führenden Eisenblechröhrchen u. weiter ins Freie ermöglichen. (Dtsch. Goldschmiede-Ztg. 32. 552—53. 14/12. 1929.) KALPERS.

Ira T. Hook, *Schweißen mit Kupfer und hochkupferhaltiger Legierung*. Prakt. ist es, elektrolyt. Cu mit dem O₂-Acetylenbrenner, den C- oder den Metalllichtbogen zu schweißen. Bei der letzteren Methode ist ein wenig Anwärmen vor dem Schweißen notwendig. Es müssen Vorkehrungen getroffen werden, um die Berührungsfläche zur Hervorbringung der ganzen Festigkeit des Grundmetalles zu vergrößern. Dies kann durch die Art der Schweißung bewirkt werden. Eine Widerstandstumpf-

schweißung ergibt fast die ganze Festigkeit. Das Cuproxyd ist dabei so fein verteilt, daß die Festigkeit von Cu nur wenig beeinflusst wird. Die Ergebnisse mit desoxydiertem Cu sind nicht die besten von den erhaltenen, doch lassen sich in diesem Falle auch einige Grundsätze aufstellen: Die mit P, Si u. Si-Mn desoxydierten Cu-Arten lassen sich alle gleich gut schweißen. Die höchste Verbindungsfestigkeit wird mit einer hochzinkhaltigen gelben Bronze erreicht. Bei Anwendung eines solchen Schweißstabes braucht das Grundmetall nicht geschmolzen zu werden usw. Die oxydierende Flamme ist bei der Ausführung der Arbeit die ökonomischste, da eine viel größere HitzeKonz. erreicht wird, als mit einer neutralen Flamme, während gleichzeitig der überschüssige O₂ nicht wie bei Stahl oder Bronze schädlich ist. Das geschmolzene Metall muß mit einem dünnen Überzug aus Wasserglas versehen werden. Beim Schweißen mit Si-Mn-Cu fließt das Metall ähnlich wie W., es zeigt aber innerhalb des Rekrystallisationsbereiches unter dem F. Warmbrüchigkeit, weshalb es durch diesen Bereich möglichst schnell abgekühlt werden muß. Beim Schweißen mit der Ni-Si-Cu-Legierung darf nur einmal mit der Flamme geschweißt werden. Zum Schluß werden die Schweißstücke u. die Arbeitsmethode besprochen. (Metal Ind. [London] 35. 520—21. 29/11. 1929.) WILKE.

H. Holler, *Die Schweißbarkeit des Aluminiums*. I. Mitt. Die Schweißung stellt eine der besten Verbindungsarten von Metallstücken dar, weil sie diese unmittelbar, ohne Fremdstoffe oder überstehende Zwischenmittel einheitlich, dicht u. unlösbar vereinigt. Obwohl durch die Erfindung des Hammerschweißverf. 1900 für zahlreiche Anwendungsgebiete des Al eine techn. hochwertige Verb.-Möglichkeit gewonnen war, konnte dies nicht als ideale Lsg. für alle Fälle angesehen werden. Beim Gasschmelzschweißen ist die mechan. Zerstörung der Oxydfilme eine ausgesprochene Praktikerversache u. nur beim Al-Guß erfolgreich anwendbar. Das mit einer bestimmten Art von Schweißstäben arbeitende Puddelverf. bleibt nur auf Al-Guß beschränkt. Die größte Ausbreitung hat natürlich die autogene Schweißung. An Hand von vielen Abbildungen wird die Entw. der verschiedenen Schweißtechniken des Al sowie die Art u. Grenzen ihrer Anwendung gekennzeichnet. Die Schweißarbeiten finden ihre Ergänzung durch die Homogenisierungsarbeit. Sie werden teilweise ersetzt durch Löten unter Verwendung von Zusatzstoffen aus verschiedenen Elementen u. unter Vermeidung der unerwünschten Wärmeaufnahme an der Verbindungsstelle u. den benachbarten Zonen u. weiter durch Nietens nach materialgemäßen Kaltnetverf. mittels Spezialdöpler. Das Hauptanwendungsgebiet des Nietens bilden die vergütbaren Al-Legierungen. (Hausztschr. V. A. W. u. Erftwerk Aluminium 1. 247—61. Jan. Knapsack bei Köln.) WILKE.

Felix Goldmann, *Das Schweißen des Aluminiums und seiner Legierungen*. Die Ausführungen beziehen sich vorwiegend auf Erzeugnisse der Knetbearbeitung des Al u. seiner Legierungen, d. h. auf Bleche, Drähte, Profile, Rohre u. dgl. Die elektr. Lichtbogenschweißung ist der Gasschmelzschweißung ähnlich. Man schweißt meist nach dem BERNADOS-Verf., indem man den Lichtbogen zwischen dem Werkstück u. einer Kohlelektrode zieht u. für die Zuführung des Füllmaterials einen besonderen Zusatzstab verwendet. Die elektr. Widerstandsschweißung gelingt jetzt nach einem Sonderverf. gut. Die elektr. Widerstandsschweißung zerfällt hauptsächlich in drei Schweißarten: die Punkt-, Naht- u. Stumpfschweißung. Diese Schweißarten sind heute grundsätzlich gelöst. Da der fl. Zustand nirgends erreicht werden darf, sondern nur der teigige, da ferner infolge des geringen erhitzten M. u. der kühlenden Wrkg. der Elektroden die Abkühlung plötzlich erfolgt, tritt keine Rückkehr des Werkstoffs zum Gußgefüge, ferner kein Zerfall der gebildeten Mischkristalle ein. Die drei Arten, die dazu notwendigen App. usw. werden ausführlich behandelt. (Hausztschr. V. A. W. u. Erftwerk Aluminium 1. 265—71. Jan. München.) WILKE.

L. Rostosky und E. Lüder, *Das Löten von Aluminium*. Das autogene Schweißen wird als ein Zusammenfügen im eigenen Werkstoff bezeichnet, u. erstrebt in erster Linie Homogenität in der Verbindungsstelle. Das Löten besteht in einer Diffusion verschiedenartiger Metalle oder Legierungen. Der Löttausschuß der Deutschen Gesellschaft für Metallkunde bezeichnet die Al-reichen Lote als „*Alu-Hartlote*“, die Al-armen oder Al-freien Lote als „*Alu-Weichlote*“. Die Oxydbeseitigung geschieht beim Alu-Hartlöten durch die Wrkg. geschmolzener Flußmittel, während beim Weichlöten die Oxydecke meist auf mechan. Wege durch Zerreihen mit fließendem Lot zerstört wird. Das Hartlöten springt überall dort ein, wo die autogene Schweißart zu schwierig oder überhaupt nicht möglich ist. Es werden dann die Vor- u. Nachteile, sowie die Anwendungsgebiete des Lötens mit den beiden Lotarten gezeigt. In neuester Zeit

gelang es, mit einem *Alu-Schlaglot* u. einem Be-haltigen Flußmittel Al-Folien von nur $\frac{8}{1000}$ mm Stärke hart zu löten. (Hausztschr. V. A. W. u. Erftwerk Aluminium 1. 272 bis 278. Jan. Berlin.)

WILKE.

H. Röhrig, *Studien an Weichloten für Aluminiumblech*. Die Unterss. umfassen eine Reihe heute im Handel befindlicher, insbesondere für Blechlötungen vorgesehener Weichlote, für die der Anspruch auf Korrosionsbeständigkeit erhoben wird. Die an den Lötungen durchgeführten Studien erstreckten sich auf die chem. Analyse, die Aufnahme der Erstarrungsdiagramme, Ausführung von Lötungen an Blech aus Rein-Al u. einer vergütbaren Al-Legierung, metallograph. Unters. der Lötnaht, Korrosionsverss. in 3%ig. NaCl-Lsg., Ermittlung der Zerreißfestigkeit der Lötungen vor u. nach dem Korrosionsverss. Es ergibt sich, daß eine unlösbare Verb. von mechan. bearbeiteten Teilen aus Al oder Al-Legierungen durch die untersuchten Weichlote in befriedigender Weise nicht ausführbar ist. Es muß im Gegenteil stets damit gerechnet werden, daß schon nach kurzer Beanspruchung durch korrodierende Agenzien eine starke Beinträchtigung sowohl der Lötstelle wie des gelöteten Materials eintritt. Al als Hauptbestandteil enthaltende Lote sind wesentlich korrosionsbeständiger. Solche Lote sollen besonders dann, wenn sie zur Verb. von Al-Legierungen Verwendung finden sollen, niedriger schmelzen als der leichtest schmelzende Gefügebestandteil dieser Legierungen. (Hausztschr. V. A. W. u. Erftwerk Aluminium 1. 279—84. Jan. Lautawerk.)

WILKE.

W. C. Heräus, *Das Hammerschweißverfahren*. Al wird bei einem bestimmten, noch unter Rotglut liegenden Hitzgrad weich, ohne zu oxydieren. Bei dieser Temp. sind einzelne Stücke ohne Verwendung irgendwelcher Flußmittel durch Zusammenhämmern vollkommen zu verschweißen, u. diese Schweißstellen vertragen jede weitere Bearbeitung durch Hämmern, Walzen, Strecken u. dgl. Das Verf. eignet sich gleich gut für das Zusammenfügen dicker Bleche bis etwa 20 mm Stärke wie auch für dünneres Material u. Draht. Bei der Ausübung des Verf. geht man so vor, daß man die durch Schaben blank gemachten Endflächen der zu verbindenden Stücke in einer Breite von etwa 5—10 mm je nach der Stärke des Metalls aufeinanderlegt u. dieselben mit einem Gebläse so weit erwärmt, daß das Metall eben anfängt, jene weiche Konsistenz anzunehmen. Dieser Arbeitsvorgang ist nicht an bestimmte Formen der zu verbindenden Stücke gebunden. Der Widerstand der Schweißnähte ist sehr gut. (Hausztschr. V. A. W. u. Erftwerk Aluminium 1. 262—64. Jan. W. C. HERÄUS, G. m. b. H.)

WILKE.

Karl Taussig, *Über das Beizen*. Die beschriebenen Verss. sollten die Fragen beantworten, welche geringsten Mengen der verschiedenen Sparbeizen erforderlich sind, um eine bestimmte Hemmungswrkg. des Säureangriffs zu erreichen, welche Kosten hierdurch entstehen, welche Wrkg. die Zusätze auf die Beizdauer, auf die Beizbrüchigkeit haben, welche Säurekonz., welche Beiztemp. die günstigste ist usw. Mit diesen Verss. hängen noch andere, für den Beizbetrieb sehr wichtige Fragen zusammen, wie die Aufarbeitung der Schlußbeizen oder die Wiederverwendung der Mutterlauge von der Eisenvitriolkrystallisation, die Beseitigung der sauren Abwässer usw. Erst bei solch hohen Zusätzen an VOGELScher Sparbeize, die für die Praxis wegen der hohen Kosten nicht in Betracht kommen, würde sich die hemmende Wrkg. auf den Angriff des Fe durch H_2SO_4 -Lsgg. über einige Stdn. ausdehnen. Die VOGELSche Sparbeize eignet sich danach nicht für hohe Beiztemp. in H_2SO_4 -Lsgg. Die Verzögerung des Säureangriffs durch *Rhodine* bei 80° ist ebenfalls nicht zufriedenstellend. Eine mit SG 1 bezeichnete Sparbeize hat ungenügende Wrkg. Es werden die Wrkgg. festgestellt von E 50, Formaldehyd, Polymeren des Formaldehyds, Pyridin, Chinolin, Dippels-Öl, Non plus ultra, Thioharnstoff, Cedol, Adacid, Nopit, Ferroclearol II, Teerfettöl, Generatorgaswasser, Bierhefe, Tafelleim, Gelatine u. Dextrin. Ein Zusatz von $FeSO_4$ verringert die Einw. der 20-, 15- u. 10%ig. H_2SO_4 -Lsg. nicht, wohl aber der einer 5- u. 2%igen. Die Reihenfolge der einzelnen Sparbeizen in ihrer hemmenden Wrkg. ist bei 65° dieselbe wie bei 80°, hingegen erstreckt sich die Dauer der Verzögerung der H_2 -Entw. weit länger. Für das Beizen bei hoher Temp. (80°) in H_2SO_4 -Lsgg. sind von den im Handel erhältlichen Sparbeizen das Adacid-fest u. Nopit am besten u. billigsten. Noch billiger sind Teerfettöl u. Generatorwasser, doch haben beide einige Nachteile. Bei Thomasdraht muß man eine höhere Menge Sparbeize anwenden, um gleichen Wirkungsgrad wie beim SIEMENS-MARTIN-Draht zu erhalten. Bei verschiedenem Werkstoff kann eine kleine Verschiebung in der Reihenfolge der Sparbeizen in ihrer Hemmungswrkg. je Gewichtseinheit eintreten. Nach den gewonnenen Ergebnissen

wäre es wegen der weit gleichmäßigeren Verhältnisse beim Beizen zweckmäßiger, die Säure nicht erst weitgehend zu erschöpfen, sondern die Säurekonz. sich nur bis etwa 10% verringern zu lassen. Die Besprechung der Aufarbeitung der Schlußbeize beschließt die Arbeit. (Arch. Eisenhüttenwesen 3. 253—66. Okt. 1929. Gleiwitz, Ver. Oberschles. Hüttenwerke A.-G.)

WILKE.

—, *Praktische Winke beim Vernickeln von Zinkblech.* Zur Vermeidung der als „Nickelschwarz“ bekannten Ndd. wird empfohlen: Verwendung von sehr hoher Stromstärke im Anfang der Behandlung, Zufügung verschiedener Salze zum Ni-Bade, vorheriges Überziehen des Zn-Blechtes mit einem anderen Metall, z. B. mit Cu oder Messing. Zur Vernickelung von Zn-Blech ist ein Kathodenpotential von mindestens dem gleichen Werte erforderlich, welchen die Lsg.-Tension des Zn in der Ni-Lsg. zeigt. Zu diesem Zweck ist eine hohe Polarisierung wünschenswert. (Metall 1929. 191—92. 24/11.)

KALPERN.

Ernst Beutel und Artur Kutzligng, *Über einige Verfahren zur Oberflächen-entzinkung von Messing und Tombak.* So unerwünscht die Entzinkung des Messings als Korrosionserscheinung ist, so erwünscht kann eine einer Verkupferung gleichkommende, vollständige Entzinkung der Legierungsoberfläche als „Metallfärbung“ sein. Die bereits bekannten Verff. werden krit. besprochen. Andere Verff. sind wie folgt: 1. Man kocht Messing in einer kupferchloridhaltigen Chlorzinklsg. u. berührt es mit Zn. 2. Tombak zeigt nach starkem Erhitzen u. Ablöschen in der „Vorbeize“ (verd. H₂SO₄ 1:10) die Cu-Farbe. Diese Entzinkung gelingt bei Rot-Tombak (91/9) u. Gelb-Tombak (84/16) leicht, bei Messing (66/34) nur unvollkommen oder überhaupt nicht. Aus den angestellten Verss. geht hervor, daß die Cu-reichen Zn-Cu-Legierungen nach dem Erhitzen auf Rotglut unter einer Kupferoxyd- u. Oxydulschicht auch mit einer dünnen Cu-Schicht überzogen sind. 3. Man läßt Eisenchloridlsg. (200 g/l H₂O) etwa 5 Min. auf Messing einwirken, spült mit W. ab u. erhitzt über freier Flamme auf etwa 120°, wobei sich das Messing mit einer hellen Cu-Schicht überzieht. Es handelt sich hierbei um eine Red. des durch die Wrkg. des Eisenchlorids gebildeten Chlorürs durch das Messing. 4. Messing wird durch eine Eisenchloridlsg. bei längerer Einw. entzinkt, wobei es eine rosenrote Farbe annimmt. Auch hier handelt es sich um eine Red. des CuCl durch das Messing. 5. Eine rasche Verkupferung kann durch Eisenchloridlsg. erhalten werden, wenn das Messing oder der Tombak mit einem unedleren Metall berührt wird. (Ztschr. Metallkunde 21. 412—13. Dez. 1929. Wien, Hochsch. f. Welthandel.)

WILKE.

Charles H. Proctor, *Die elektrolytische Zinnabscheidung.* (Metal Ind. [London] 35. 371—72. 18/10. 1929. Perth Amboy [N. J.], R. & H. Chemical Co. — C. 1929. II. 1458.)

WILKE.

A. R. Matthis, *Einige Betrachtungen über die Versuche an verzinneten Kupferdrähten.* Die verschiedenen Unters.-Verff. werden behandelt u. dabei ganz besonders eingehend das von der American Society for Testing Materials vorgeschlagene Verf. geprüft, was sich als durchaus geeignet erweist. Dann wird der bei den Ateliers de Constructions Electriques de Charleroi übliche Analysengang wiedergegeben, wobei Sb, Bi, Pb, Cd, Ag, Cu u. Fe bestimmt werden. 25 g Feilspäne werden in 90 ccm konz. H₂SO₄ gel., 200 ccm dest. W. zugegeben, ammoniakal. gemacht u. 100 ccm NH₃ im Überschuß zugesetzt. Man läßt dann einen starken H₂S-Strom durchgehen, gibt weitere 100 ccm NH₃ hinzu, rührt stark u. läßt über Nacht stehen. Dann wird filtriert, mit (NH₄)₂S gewaschen u. der Rückstand auf dem Filter mit verd. HCl u. unter Umständen etwas Königswasser gel. u. schließlich mit Na₂S gefällt. Man löst die Sulfide dann nochmals mit verd. HCl, neutralisiert, macht schwach sauer u. fällt Pb, Bi, Cd-Ag u. Cu mit H₂S, Fe u. Zn bleiben unter Umständen gelöst. Zur Pb-Best. wird der Nd. in Königswasser gel., mit 8 ccm H₂SO₄ eingengt u. schließlich das Pb als PbSO₄ gewogen. Das Filtrat von PbSO₄-Nd. wird mit NaOH alkal. gemacht, KCN u. Na₂CO₃ in der Hitze zugegeben, das bas. Wismutcarbonat abfiltriert u. als Bi₂O₃ bestimmt. Das Wismutfiltrat wird zur Cd-Ag-Best. mit Na₂S versetzt, der Nd. abfiltriert, gel. u. das Cd als CdO ermittelt. Im Filtrat vom Bi-Nd. wird unter HNO₃-Zusatz die HCN fortgekocht u. das Cu in HNO₃-Lsg. elektrolysiert. Fe u. Zn werden im allerersten Filtrat mit NH₃ bzw. (NH₄)₂S gefällt. Zur Sb-Best. wird das Metall in HCl bei Abwesenheit von Luft gel., wobei Sn in Lsg. geht, nicht aber Sb. Wegen der vielen weiteren Einzelheiten muß auf die Arbeit verwiesen werden. (Bull. Soc. chim. Belg. 38. 223—40. Juli 1929. Charleroi.)

WILKE.

—, *Vergoldung mit Hilfe eines automatischen Fördersystems*. Eine bei der Gem Razor Co., Brooklyn, N. Y., errichtete Anlage wird beschrieben. 11 Behälter, außer k. u. w. Luftzuführern, sind in Serie geschaltet. (Metal Ind. [New York] 27, 551—52. Dez. 1929.) WILKE.

Chester M. Alter und **Frank C. Mathers**, *Verchromungsversuche*. (Metal Ind. [London] 35. 545—46. 6/12. 1929. — C. 1929. II. 3062.) WILKE.

George B. Hogaboom, *Die Spannung beim Chromieren*. Beim Chromieren ist es ratsam, die bei verschiedenen Spannungen erreichbaren Kathodenstromstärken festzustellen, wenn die Anodenfläche größer gehalten wird als die der Kathode. Solche unl. Anoden erlauben eine bessere Kontrolle als unter anderen Bedingungen erreicht werden kann. Dabei darf aber nicht übersehen werden, daß die unl. Anoden auch polarisiert werden können. Zu allererst dachte man, daß zum guten Chromieren mindestens 12 V nötig sind. Später wurde viel der 8-Volt-Dynamo empfohlen u. heutzutage wird das Chromieren in vielen Fabriken noch bei 6 V durchgeführt. Die Beziehung der Anodenfläche zu der der Kathode hat diese Entw. hervorgerufen. Wie Vf. zeigt, kann in einem Bade mit 250 g/l CrO₃ u. 2,5 g/l H₂SO₄ bei 45° u. 150 Amp./Quadratfuß eine sehr niedrige Spannung benutzt werden (etwa 4 V), wenn die Anodenfläche größer als die der Kathode ist (2-fache). (Metal Ind. [New York] 27. 477. Okt. 1929.) WILKE.

Frank P. Romanoff, *Konstruktionsanwendungen der Verchromung*. Die Härte des Cr u. die Konstruktionsbauanwendungen, Benutzung v. Dieselmotoren, Dicke der Cr-Schichten, Anwendung bei Schneidwerkzeugen, bei hohen Temp. usw., bei Maschinenteilen, die unter Abnutzung stehen, bei Druckplatten, Gießformen usw. werden erläutert. (Metal Ind. [London] 35. 443—45. 519. 8/11., 29/11. 1929.) WILKE.

Floyd T. Taylor, *Die Anwendung von Nichteisenmetallen in der Elektroplattierungsindustrie*. Ein kurzer Überblick über dieses Gebiet. (Mining and Metallurgy 10. 475—78. Okt. 1929. Matawan [N. J.], Hanson, Van Winkle Munning Co.) WILKE.

L. R. Westbrook, *Das Elektroplattieren mit Cadmium aus Cyanidbädern*. (Canadian Chem. Metallurgy 13. 241—44. 150. Sept. Cleveland [Ohio], Graselli Chemical Co. — C. 1930. I. 283.) WILKE.

—, *Stahlschutz gegen Korrosion mittels Nichteisenmetallen*. Die bisherigen Verff. leiden daran, daß sie in der Werkstätte, ehe die Artikel benutzt werden, anzuwenden sind. Ein Fehler, der z. B. durch zufällige mechan. Entfernung des Überzuges entsteht, macht stets ein Zurückschicken zur herstellenden Fabrik zwecks Reparatur notwendig. Diese Schwierigkeiten werden mit einer Metallspritzpistole der Firma Metals Coating Co., Ltd., leicht überwunden, die unter dem Namen „Metalayer“-Pistole in den Handel kommt. (Metal Ind. [London] 35. 518. 29/11. 1929.) WILKE.

Henry Squirebrigs Mackay, London, *Metalle aus Erzen*. (A. P. 1 737 425 vom 28/1. 1926, ausg. 26/11. 1929. E. Prior. 24/9. 1925. — C. 1927. I. 1634 [E. P. 262 546].) KÜHLING.

Gotthardwerke Akt.-Ges. für Elektrochemische Industrie und **Arturo Paoloni**, Bodio, Schweiz, *Reduktionsmittel für oxydische Metallverbindungen*. Tonerdehaltige Erze werden elektrotherm. in solchem Verhältnis mit Quarz zusammenschmolzen, daß eine Legierung entsteht, welche 40—60% Al, 30—50% Si, 2—15% Fe u. 1—3% Ti enthält. (Schwz. P. 131 627 vom 26/8. 1927, ausg. 1/5. 1929.) KÜHLING.

Johann Carl Friedrich Albert Schütte, Altdorf, Schweiz, *Elektrolytische Gewinnung von Metallen*. Das metallhaltige Rohgut befindet sich in einem Anodenkäfig, der 2 durchlochte Wandungen aufweist. Er kann in Drehung versetzt werden, während gleichzeitig der Elektrolyt durch eine mit Schaufeln versehene Welle in Umlauf gesetzt wird. (Schwz. P. 130 480 vom 5/12. 1927, ausg. 16/2. 1929.) KÜHLING.

Urlyn C. Tainton, Kellogg, V. St. A., *Elektrolytische Abscheidung von Metallen*. Zur Elektrolyse verwendet man Elektrolyte, welche neben einem Salz des abzuscheidenden das Salz eines Metalles enthalten, welches „höher“ in der elektrochem. Spannungsreihe steht. Z. B. wird Silber-, Blei- oder Kupfersalze enthaltendes Lsgg., wenn es nicht schon vorhanden ist, ein Zinksalz zugesetzt u. ein Kathodenpotential angelegt, welches zur Zinkfällung ausreicht. (A. P. 1 739 772 vom 26/1. 1926, ausg. 17/12. 1929.) KÜHLING.

Fried. Krupp Akt.-Ges., übert. von: **Adolf Fry**, Essen, *Stahllegierungen*. (A. P. 1 735 744 vom 28/7. 1927, ausg. 12/11. 1929. D. Prior. 23/8. 1926. — C. 1927. II. 2781 [E. P. 276 317].) KÜHLING.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. übert. von: **Wilhelm Meiser**, **Walter Schubardt** und **Oskar Kramer**, Mannheim-Ludwigshafen, *Metallkörner*. (A. P. 1 735 405 vom 28/8. 1928, ausg. 12/11. 1929. D. Prior. 10/9. 1927. — C. 1929. II. 481 [E. P. 306 215].) KÜHLING.

Fried. Krupp Akt.-Ges., Essen, übert. von: **Karl Schroeter**, Berlin, *Harte Metallmassen*. (Can. P. 272 330 vom 4/8. 1926, ausg. 12/7. 1927. — C. 1926. II. 1580 [E. P. 251 929].) KÜHLING.

Genzo Shimadzu, Kioto, Japan, *Herstellung von Bleistaub*. (D. R. P. 487 700 Kl. 12n vom 2/5. 1922, ausg. 11/12. 1929. — C. 1923. II. 1087 [F. P. 549209].) DREWS.

Dow Chemical Co., übert. von: **John A. Gann**, Midland, V. St. A., *Verarbeitung von Abfällen von Leichtmetallen und ihren Legierungen*. Ein geeignetes Flußmittel, z. B. ein Gemisch von MgCl₂ u. NaCl wird geschmolzen, die zu verarbeitenden Abfälle werden in die Schmelze eingetragen, bis zum halbfl. Zustand der Abfälle erhitzt, verrührt u. die Temp. wird schließlich bis zum völligen Schmelzen der Metallteile gesteigert. (A. P. 1 739 717 vom 8/11. 1926, ausg. 17/12. 1929.) KÜHLING.

Heinrich Canzler, Düren, *Legierungen*. (Oe. P. 114 427 vom 4/10. 1926, ausg. 10/10. 1929. D. Prior. 2/11. 1925. — C. 1927. I. 1065 [E. P. 260 565].) KÜHLING.

Siemens & Halske Akt.-Ges. und Wilhelm Kroll, Deutschland, *Legierungen*. (F. P. 669 551 vom 13/2. 1929, ausg. 18/11. 1929. D. Prior. 14/2. 1928. — C. 1929. II. 483 [E. P. 306 035].) KÜHLING.

Ture Robert Haglund, Stockholm, *Metalle und Legierungen* durch Reduktion von Erzen im elektr. Ofen mittels kohlenstoffhaltiger Reduktionsmittel. Die Stromstärke wird so geregelt, daß die Belastung während der Red. je qcm Elektrodenquerschnitt weniger als 2,5 Amp. beträgt. Zur Verminderung der elektr. Leitfähigkeit der Beschickung wird wenigstens ein Teil des Reduktionsmittels in „präparierter Form“ zugeführt, z. B. dadurch, daß es fein verteilt u. mit dem (oxyd.) Erz gemischt u. zu Briketten geformt wird. (Schwz. P. 131 624 vom 30/1. 1928, ausg. 16/5. 1929. Schwed. Prior. 1/2. 1927.) KÜHLING.

Allied Process Corp., übert. von: **American Lurgi Corp.**, New York und **Johann Czochzalski**, Frankfurt a. M., *Aluminiumlegierungen*. (Can. P. 272 309 vom 21/11. 1924, ausg. 12/7. 1927. — C. 1927. I. 3136 [A. P. 1 620 082].) KÜHLING.

Kemet Laboratories Co., Inc., New York, übert. von: **Hugh S. Cooper**, Cleveland, V. St. A., *Thoriumlegierungen*. (A. P. 1 732 326 vom 4/5. 1925, ausg. 22/10. 1929. — C. 1928. I. 750 [F. P. 626 916].) KÜHLING.

National Lead Co., New York, übert. von: **Gustave W. Thompson**, Brooklyn, V. St. A., *Reinigung bleireicher Legierungen*. Die geschmolzenen Legierungen werden mit oxydierenden Stoffen, vorzugsweise Alkalinitrat, enthaltenden Schmelzen von Ätzalkalien verrührt. As, Sb u. Sn werden vollständig, Fe, Zn u. Cu teilweise entfernt. (A. P. 1 740 752 vom 12/8. 1924, ausg. 24/12. 1929.) KÜHLING.

Nitalloy Corp., Delaware, V. St. A., übert. von: **Adolf Fry**, Essen, *Metallhärtung*. (A. P. 1 737 711 vom 31/10. 1928, ausg. 3/12. 1929. D. Prior. 17/11. 1927. — C. 1929. I. 1741 [E. P. 300 633].) KÜHLING.

Thomas Daniel Kelly und **George Edwin Leavey**, England, *Metallreinigung*. (F. P. 669 446 vom 9/2. 1929, ausg. 15/11. 1929. E. Prior. 13/2. 1928. — C. 1929. II. 3183 [E. P. 310 119].) KÜHLING.

Franz von Wurstemberger, Zürich, *Reinigen von Passivierbädern*. Der Geh. der Passivierbäder an Cu wird dadurch niedrig gehalten, daß zwischen die Arbeits-elektrolysen Reinigungselektrolysen eingeschoben werden, bei denen, zwecks Aus-scheidung des Cu, mit geringeren kathod. Stromdichten gearbeitet wird als bei der Arbeits-elektrolyse. (Schwz. P. 131 827 vom 12/4. 1928, ausg. 16/5. 1929.) KÜHLING.

Ohio Brass Co., Mansfield, übert. von: **Arthur O. Austin**, Near Barberton, V. St. A., *Schutzüberzüge auf Metallen*. Die z. B. mittels Zn oder Sn zu schützenden Metalle, besonders Fe, werden nacheinander in ein nur wenig über den F. erhitztes u. dann in ein viel heißeres Bad des aufzubringenden Metalls getaucht. (A. P. 1 740 639 vom 25/5. 1925, ausg. 24/12. 1929.) KÜHLING.

Zaidan Hojin Rikagaku Kenkyuto, Tokyo, übert. von: **Tsunetaro Kujirai**, Toyotama-Gori und **Sakae Ueki**, Kitatoshima-Gori, Japan, *Überzüge auf Aluminium*. (A. P. 1 735 286 vom 2/12. 1924, ausg. 12/11. 1929. Japan. Prior. 19/12. 1923. — C. 1926. I. 223 [E. P. 590 800].) KÜHLING.

Soc. Continentale Parker, Cichy, Frankreich, *Rostschutz*. (Oe. P. 114428 vom 11/10. 1926, ausg. 10/10. 1929. A. Prior. 25/1. 1926. — C. 1927. II. 1618 [E. P. 273 168].) KÜHLING.

IX. Organische Präparate.

E. Birk und R. Nitzschmann, *Die Hochdrucksynthese von Dimethyläther und ihre theoretischen Grundlagen*. Bericht über die Herst. von $(\text{CH}_3)_2\text{O}$ aus Methanol durch Dehydratation über Katalysatoren, besonders Al_2O_3 , bei ca. 350° u. über seine Anwendung als Alkylierungsmittel u. zu anderen Umsetzungen. (Metallbörse 19. 2807. 18/12. 1929. Aussig, Verein f. chem. u. met. Prod.) R. K. MÜLLER.

De Bataafsche Petroleum Maatschappij, Holland, *Spaltung von Kohlenwasserstoffen in Gegenwart von Halogenen*. Gasförmige KW-stoffe sollen in ungesätt. in Ggw. von Halogenen, einschließlich J, bei relativ niedriger Temp. gespalten werden, ebenso hochsiedende KW-stoffe in niedriger sd. in Ggw. von Halogenen, ausgenommen J_2 u. seine Verbb. — Bei der Spaltung gasförmiger KW-stoffe können auch organ. u. anorgan. Halogenverbb., wie mit H_2 , S, P u. O_2 u. dgl., die bei der Arbeitstemp. freies Halogen bilden, verwendet werden. Man kann auch noch Aktivatoren, wie Cu, Fe u. ihre Salze, O_2 , S zusetzen. Beispiel: Man setzt zu Propandampf einige Zehntel % J_2 -Dampf u. erhitzt auf 575° . Man erhält 15,5% ungesätt. Verbb. Erhitzt man auf 600° , so bilden sich 25%, bei 650° etwa 35,3% ungesätt. KW-stoffe. Das J_2 scheidet sich bei der Abkühlung der Gase teils ab, teils wird es aus der Lsg. mit Sulfid extrahiert. (F. P. 665 881 vom 14/12. 1928, ausg. 24/9. 1929. Holl. Prior. 16/12. 1927.) DERSIN.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Verflüssigung von Tribromäthylalkohol (I)*. Hierzu vgl. D. R. P. 479520; C. 1929. II. 1467. Nachzutragen ist folgendes: Die Verflüssigung kann auch durch Zusatz sek. oder tert. Alkohole bewirkt werden. Z. B. werden 3 Teile I mit 1 Teil Trimethylcarbinol oder 1 Teil Isopropylalkohol vermischt. Die M. ist haltbar u. wenig lichtempfindlich, während I in Mischung mit prim. Alkoholen wie A., Glykol oder Glycerin merklich HBr abspaltet. (E. P. 302 337 vom 4/9. 1928, Auszug veröff. 6/2. 1929. D. Prior. 16/12. 1927, u. E. P. 317 327 [Zus.-Pat.] vom 12/8. 1929, Auszug veröff. 9/10. 1929. D. Prior. 13/8. 1928.) ALTP.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung organischer Basen*. Die bei der Kondensation von C_2H_2 mit NH_3 in Ggw. eines Katalysators anfallenden Rk.-Gase werden mit $\text{C}_2\text{H}_2\text{-NH}_3$ -Kondensationsprod. vom Kp. $120\text{--}300^\circ$ bei -10° im Gegenstrom in einer geeigneten Vorr. behandelt, wobei die N-haltigen Kondensationsprodd. neben C_2H_2 u. NH_3 gel. werden. Beim Erhitzen der Waschl. entweicht das gel. NH_3 u. C_2H_2 u. kann zur weiteren Umsetzung verwendet werden. — Durch das Auswaschen werden 95—98% des in den Rk.-Gasen enthaltenen NH_3 bzw. C_2H_2 gel., das Restgas ist techn. reiner H_2 (85—90%/ig.). (E. P. 302 939 vom 22/12. 1928, Auszug veröff. 13/2. 1929. D. Prior. 23/12. 1927. Zus. zu E. P. 283 163; C. 1929. I. 1509.) ALTP.

American Cyanamid Comp., übert. von: George Barsky, New York, V. St. A., *Herstellung von Methylamin*. Bei der Hydrierung von HCN in Ggw. von Pt-Katalysator werden besonders gute Ausbeuten u. Prodd. mit bis zu 90% CH_3NH_2 -Geh. erhalten, wenn mit großem H_2 -Überschuß u. schnellem Gasstrom gearbeitet wird, so daß die Bldg. von Nebenprodd. vermieden wird. Ferner ist der Pt-Geh. des Katalysators niedrig zu halten, die Anwesenheit von Katalysatorgiften, wie O_2 , H_2S u. W., auszuschließen u. aus dem Rk.-Gemisch das entstandene CH_3NH_2 durch Waschen der noch h. Gase mit Säuren zu entfernen. Durch Erhöhung des Druckes u. Einhaltung bestimmter Tempp. wird gleichfalls die Ausbeute gesteigert. — Der verwendete H_2 wird zunächst mit Pyrogallol gewaschen, hierauf durch CaCl_2 getrocknet u. durch in Kältemischung gekühlte fl. HCN geleitet, so daß der HCN-Anteil etwa 7—8% beträgt. Das Gemisch wird hierauf nochmals durch CaCl_2 getrocknet u. nach Messung mit einer Gasuhr in ein durch Ölbad oder Dampf geheiztes Katalysatorgefäß besonderer Bauart geleitet, in welchem die Gase mit dem Katalysator in besonders innige Berührung gelangen. Hierauf werden die bas. Stoffe mit Säure ausgewaschen, das Restgas gelangt nach Trocknen mit CaCl_2 wieder zur Umsetzung. — Während der Umsetzung sinkt die Wirksamkeit des Katalysators, die Rk.-Temp. wird daher allmählich von 165° auf 180° um je etwa $1\frac{1}{2}^\circ$ je 24 Stdn. gesteigert. Der Katalysator, vorteilhaft Pt-Asbest, kann durch Waschen mit 30%/ig. HNO_3 regeneriert werden. Die Gasgeschwindigkeit beträgt etwa 0,2 Kubikfuß je Kubikzoll je Stde., die Katalysatormenge etwa 0,1 bis

0,4 g Pt je Kubikzoll. Als Katalysatoren sind auch Pd, Pb, Ni oder Pt-Fe brauchbar. (A. P. 1 736 872 vom 30/3. 1926, ausg. 26/11. 1929.) ALTPEPER.

Imperial Chemical Industries Ltd., London, und **G. F. Horsley**, Norton-on-Tees, England, *Herstellung von Butylalkohol und Butylaldehyd* durch Hydrierung von *Crotonaldehyd*, wobei dieser mit H₂ langsam in Ggw. des Katalysators vermischt wird. Die Komponenten können auch mit W.-Dampf verdünnt werden. Als Katalysator ist metall. Cu u. NiO geeignet. Die Umsetzung erfolgt bei etwa 100—120°, zur Aufrechterhaltung dieser Temp. wird während der exotherm verlaufenden Rk. das Rk.-Gefäß mit h. W. oder Öl gekühlt. Zur Darst. von *Butylalkohol* wird die 3-fache Menge H₂ der theoret. erforderlichen angewendet. (E. P. 321 253 vom 22/8. 1928, ausg. 28/11. 1929.) ALTPEPER.

Consortium für Elektrochemische Industrie, München, übert. von: **Martin Mugdan** und **Joseph Wimmer**, *Herstellung von n-Butyraldehyd* durch Hydrierung von wasserfreiem *Crotonaldehyd* in fl. Phase bei 85—100° unterhalb 30 at in Ggw. von Katalysatoren, insbesondere Ni. — Z. B. trockener, durch Vakuumdest. gereinigter *Crotonaldehyd* wird mit 3% eines Ni-Kieselgurkatalysators von 15% Ni-Geh. versetzt u. bei 90—100° u. 10—20 at unter Rühren mit H₂ behandelt. Nach 4—5 Stdn. besteht das Prod. aus 65—70% *n-Butyraldehyd*, ca. 10% *Crotonaldehyd* neben W. u. Kondensationsprodd., deren Menge durch Abkürzung der Rk.-Dauer infolge intensiver Durchmischung sich vermindert. Wird z. B. durch die gleiche Suspension in einem Eisenzylinder bei 90° u. 10 at ein rascher Strom von H₂ geleitet, so besteht nach 1½ Stdn. die Rk.-Fl. aus 87% *Butyr.*, 3% *Crotonaldehyd* u. ca. 6% Kondensationsprodd. (A. P. 1 730 587 vom 30/3. 1927, ausg. 8/10. 1929. D. Prior. 15/5. 1926. Holl. P. 20 208 vom 10/5. 1927, ausg. 15/7. 1929. D. Prior. 15/5. 1926.) HOPPE.

Imperial Chemical Industries Ltd., London und **George Frederick Horsley**, *Herstellung von Aldol und Crotonaldehyd*. *Acetaldehyd* wird unter Ausschluß von Luft-sauerstoff in neutraler oder so schwach alkal. Lsg. zu *Aldol* kondensiert, daß die OH-Ionenkonz. nicht > 10⁻⁵-n. ist. Die Lsg. wird gepuffert, z. B. mit Na-Acetat, gegebenenfalls mit Zusatz einer geringen Menge CH₃COOH. — Z. B. 52 kg *Acetaldehyd* werden täglich zu einem Gemisch gegeben, daß aus je 40 Teilen *Aldol* u. *Acetaldehyd*, 20 Teilen W. besteht u. 3 g Na-Acetat im l sowie eine Spur CH₃COOH enthält. Die Temp. wird auf ca. 30° gehalten u. inertes Gas durchgeleitet. Gleichzeitig werden 13 kg 1%ig. Lsg. von Na-Acetat zugegeben, wobei die Fl. gegebenenfalls durch Zusatz von Säure oder Alkali lackmusneutral (p_H = 7) gehalten wird. Die entsprechend abgezogene Rk.-Fl. wird mit 0,4 kg H₂SO₄ täglich angesäuert u. der *Crotonaldehyd* abdest., während die *Acetaldehyddämpfe* zurückgeführt werden. (E. P. 313 466 vom 6/2. 1928, ausg. 11/7. 1929. F. P. 669 235 vom 6/12. 1928, ausg. 13/11. 1929. E. Prior. 6/2. 1928.) HOPPE.

Imperial Chemical Industries Ltd., London und **George Frederick Horsley**, *Katalytische Reduktion von Crotonaldehyd* durch Überleiten seines Dampfes mit H₂ u. mit oder ohne W.-Dampf bei Temp. unter 300° über Mischkatalysatoren, die Cu, Ag oder beide Metalle enthalten u. außerdem mindestens ein Oxyd oder Hydroxyd von Fe, Co, Ni, Zn, Ca, Sr, Ba, Mg, Cr oder Mn, oder aus Gemischen von Cu (Ag) mit Fe(Ni) u. FeO(NiO) bestehen. Zweckmäßig werden die gemischten Hydroxyde unter Vermeidung der Bldg. bas. Salze gemeinsam gefällt u. derart reduziert, daß Cu(Ag) vollständig, das begleitende Oxyd dagegen nicht oder nicht vollständig reduziert wird. Wird z. B. eine Mischung von 1 Teil *Crotonaldehyd*, 1 Teil W.-Dampf u. 18 Teilen H₂ bei 120° über einen Katalysator geleitet, der aus äquimolekularen Teilen fein verteilten Cu u. NiO besteht, so wird *Butylalkohol* in guter Ausbeute erhalten. (E. P. 316 399 vom 29/6. 1928, ausg. 22/8. 1929.) HOPPE.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von Ketonen* durch Überleiten der Dämpfe zweiwertiger Alkohole über Katalysatoren, die Schwermetalle der 1. oder 8. Gruppe des period. Systems oder deren Verbb., sowie gegebenenfalls alkal. wirkende Aktivatoren oder schwer reduzierbare Metalloxyde, wie Oxyde von Th, Al, Wo, Cr, Si, Ce, Ti, Mn, Mg u. dgl., enthalten. — Z. B. *1,3-Butylenglykol* wird in Dampfform bei 220° über einen Katalysator geleitet, der durch Aufbringen eines Gemisches von gefälltem bas. Cu-Carbonat u. Ca-Silicat auf Bimssteinkörner u. darauffolgende Red. bei 200° im H₂-Strom hergestellt ist. Aus dem Kondensat, welches noch W., etwas *Acetaldehyd*, A. u. *Butyraldehyd* enthält, werden durch Dest. 70% der theoret. Ausbeute an *Methyläthylketon* gewonnen. An Stelle von Ca-Silicat können sek. oder tert. Na- oder Ca-Phosphate sowie Wasserglas verwendet werden.

In gleicher Weise werden aus 2-Methyl-1,3-butylenglykol Methylisopropylketon u. aus 2,4-Pentandiol Methylpropylketon neben Aceton u. geringen Mengen Acetaldehyd u. Isopropylalkohol gebildet. Bei Verwendung ähnlicher Katalysatoren, hergestellt durch Red. von Gemischen aus Cu, Al(OH)₃ bzw. CeO oder NiO, kolloidaler SiO₂ u. Bimsstein- oder Al-Körnern werden ferner erhalten: Aus Trimethyläthylenglykol Methylisopropylketon, aus α-Methyl-β,β-diäthyläthylenglykol unsymm. Diäthylacetone u. aus Phenylpropandiol Benzylmethylketon. Die Rk. kann auch mit Verdünnungsmitteln wie W.-Dampf, N₂, H₂ o. dgl. durchgeführt werden. Bei Ggw. von H₂ wird gleichzeitig gebildeter Aldehyd in den entsprechenden Alkohol übergeführt. So entsteht aus 1,3-Butylenglykol u. H₂ ein Rk.-Gemisch von 80% Methyläthylketon u. 20% A. (E. P. 318 124 vom 25/5. 1928, ausg. 26/9. 1929. F. P. 667 787 vom 19/1. 1929, ausg. 21/10. 1929. D. Prior. 21/1. 1928.)

HOPPE.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung von Aceton durch Überleiten eines Gemisches von Acetaldehyd u. W.-Dampf bei 350—500° über Katalysatoren, bestehend aus Zn oder Zn-Verbb. u. gegebenenfalls anderen Metallen oder Verbb., deren Acetate beim Erhitzen unter Acetonbildung zers. werden, mit so hoher Strömungsgeschwindigkeit, daß keine Zers. des Acetons erfolgt. Dem Dampf können Sauerstoff oder sauerstoffhaltige Gase zugemischt werden. Geeignete Katalysatoren sind Oxyde, Carbonate oder Acetate des Zn mit Al, Sn oder anderen Schwermetallen ($D > 5$) gegebenenfalls mit Zusatz von Oxyden der Alkalierdmetalle, des Al oder Mg u. von Aktivatoren, wie V₂O₅, MnO₂, Cr- oder Tl-Verbb. Auch Naturstoffe, wie Calamin, Bauxit u. dgl. können verwendet werden. — Z. B. ein Gemisch aus 1 Teil Acetaldehyd u. 4 Teilen Dampf wird durch ein mit ZnO gefülltes Aluminiumrohr bei 400° mit einer Geschwindigkeit von 250 l pro Stde. u. 1 Katalysator geleitet, oder man leitet die Dämpfe von 30%ig. wss. Acetaldehyd bei 410° über ZnCO₃, das sich auf Aluminiumringen befindet, oder über ein Gemisch von gefälltem Al₂O₃ u. ZnO. 90—95% des Acetaldehyds werden in Aceton übergeführt. (E. P. 313 897 vom 16/3. 1928, ausg. 18/7. 1929.)

HOPPE.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Herstellung von Aceton. Zu dem vorst. Ref. nach E. P. 313 897 ist nachzutragen: An Stelle von Acetaldehyd wird ein Gemisch von Acetylen u. W.-Dampf über acetonbildende Katalysatoren geleitet, wobei die Strömungsgeschwindigkeit geringer ist als diejenige, bei welcher hauptsächlich Acetaldehyd entsteht. Gute Acetonausbeuten werden erhalten in Ggw. von Oxyden, Carbonaten oder Acetaten der Erdalkalimetalle, des Zn, Sn, Al, Mg u. dgl. oder von feinverteilten Metallen selbst, wie Pb oder Fe. Auch Gemische dieser Stoffe untereinander oder mit Aktivatoren können verwendet werden. — Z. B. ein auf 300° vorgewärmtes Gemisch von 1 Teil Acetylen u. 3 Teilen W.-Dampf wird über ZnO bei 450° mit einer stündlichen Geschwindigkeit von 30 l C₂H₂ pro 1 Katalysator geleitet. Das aldehydfreie Kondensat enthält 21% Aceton in einer Ausbeute von 68%. (F. P. 661 514 vom 5/10. 1928, ausg. 26/7. 1929. D. Priorr. 21/10. u. 16/12. 1927.)

HOPPE.

Commercial Solvents Corp., Terre Haute, übert. von: William C. Arsem, Schenectady, New York, Darstellung von Ameisensäure aus CO u. W. in Ggw. von CO₂ u. H₂ bei Temp. von 50—150° u. einem Druck über 20 at in Ggw. von CuCl als Katalysator. (A. P. 1 740 140 vom 12/9. 1925, ausg. 17/12. 1929.) M. F. MÜLLER.

Soc. Chimique de la Grande Paroisse, Azote & Produits Chimiques, Paris, übert. von: Georges Claude, Paris, und Albert Henri Gosselin, Montereau, Frankreich, Herstellung von Salzen der Ameisensäure. (A. P. 1 735 107 vom 9/1. 1926, ausg. 12/11. 1929. F. Prior. 17/1. 1925. — C. 1927. II. 864 [Can. P. 262 812].) M. F. MÜ.

Stockholms Superfosfat Fabriks Aktiebolag, Stockholm (Erfinder: E. G. Thorin), Verfahren und Apparatur zur Darstellung von Essigsäure aus Acetaldehyd. (Schwed. P. 62474 vom 16/9. 1921, ausg. 1/3. 1927. — C. 1925. II. 763 [Schwz. P. 106 776].) M. F. M.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Fritz Reubold), Merseburg, Darstellung von essigsaurem Alkali durch Einw. eines Gemisches von Acetylen mit indifferenten Gasen auf wss. Alkalilauge unter Druck bei erhöhter Temp. — In einem senkrecht stehenden, druckfesten Stahlrohr, das mit Eisenspänen, Eisenringen, Koks- oder Holzkohlenstückchen oder einem anderen geeignetem Material gefüllt ist, läßt man unter Erhitzung auf 220—250° Innentemp. eine wss., etwa 20%ig. Natronlauge langsam herabtropfen, während man gleichzeitig ein H₂-C₂H₂-Gemisch mit etwa 5% C₂H₂-Geh. von unten einpreßt. Das am oberen Ende des Druckrohres entspannte Gas zeigt eine starke Abnahme seines Acetylengeh. Bei Verwendung eines 4%ig.

C₂H₂-H₂-Gemisches bei 220—230° wurden 70% der theoret. Menge an Essigsäure erhalten. (D. R. P. 488 174 Kl. 12o vom 4/3. 1927, ausg. 21/12. 1929.) M. F. MÜLLER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Darstellung von Essigsäure-äthylester* aus Essigsäure u. A. unter Verwendung einer starken Säure als Katalysator, wobei das W. ununterbrochen während d. Rk. entfernt wird. Die in der Dest.-Kolonne aufsteigenden Dämpfe werden hochprozentigem Essigester entgegengeführt u. der A. wird allmählich u. nur in solcher Menge zugeführt, die ausreicht, um die Essigsäure zu verestern. Zu dem Veresterungsgemisch wird zunächst $\frac{1}{4}$ der A.-Menge zugeetzt u. die restlichen $\frac{3}{4}$ werden allmählich zugelassen. Das W. wird in Dampfform von dem Essigester aufgenommen, der in einen Absätzbehälter geleitet wird, wo sich das W. absetzt, während der Essigester von dort zu der Rieselkolonne zurückgeführt wird. (F. P. 671 123 vom 8/3. 1929, ausg. 9/12. 1929. D. Prior. 8/3. 1928.) M. F. MÜLLER.

Ernst Berl, Deutschland, *Darstellung von Essigsäureanhydrid* durch Überleiten von Essigsäuredämpfen über Katalysatoren bei hoher Temp. unter Verwendung eines Katalysatorgemisches, das einestils aus Körpern besteht, die eine starke Dissoziation der Essigsäure verursachen, z. B. Amiant, Bimsstein u. dgl., u. andererseits aus Stoffen, die eine zu starke Dissoziation verhindern, z. B. Cu oder Ag. — Z. B. wird eisenfreier Amiant mit CuCl imprägniert u. getrocknet. Beim Überleiten von Essigsäuredampf bei 700° werden 60% Essigsäureanhydrid erhalten neben unveränderter Säure u. geringen Mengen Aceton. — CuCO₃ auf Bimsstein gefällt als Katalysator liefert bei 720° ca. 50% Essigsäureanhydrid. Ein anderer Katalysator besteht aus Ag(OH), das auf eisenfreiem Bimsstein niedergeschlagen worden ist. Temp. 680—690°. (F. P. 670 659 vom 1/3. 1929, ausg. 2/12. 1929. D. Prior. 6/3. 1928. Oe. Prior. 30/11. 1929.) M. F. MÜLLER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., übert. von: **Friedrich August Henglein**, Cöln-Deutz, und **Franz Schleicher**, Wiesdorf a. Rh., *Herstellung von Essigsäureanhydrid*. (A. P. 1 735 433 vom 12/9. 1927, ausg. 12/11. 1929. D. Prior. 22/9. 1926. — C. 1929. I. 696 [F. P. 640 721].) M. F. MÜLLER.

Joseph Hidy James, Pittsburgh, Pennsylvanien, *Darstellung von Salzen von mehrbasischen Säuren* durch katalyt. Oxydation von Petroleum-KW-stoffen mit Luft oder O₂ eventl. unter Zusatz eines indiff. Gases oder von W.-Dampf durch Überleiten des Gas-Dampfgemisches bei Temp. unterhalb 500° über Katalysatoren, wie Molybdänoxyde. Dabei werden Aldehydfettsäuren gewonnen, die mit Halogenen zu Dicarbonsäuren oxydiert u. in bekannter Weise in die Seifen übergeführt werden, die von weißer Farbe u. frei von Aldehydgeruch sind. Die Oxydation kann auch an Stelle von Cl₂ mit anderen stark oxydierenden Mitteln ausgeführt werden, z. B. mit HOCl in Ggw. von CoCl₂, das nach der Gleichung zerfällt: 2HOCl = 2HCl + O₂, oder mit HNO₃. (A. P. 1 721 958 vom 4/4. 1922, ausg. 23/7. 1929; A. P. 1 721 959 vom 18/5. 1923, ausg. 23/7. 1929.) M. F. MÜLLER.

Chemische Fabrik Kalk G. m. b. H., Köln, und **Hermann Oehme**, Köln-Kalk, *Herstellung von Schwefelkohlenstoff* aus H₂S u. C nach D. R. P. 484569 durch Rückgewinnung des nicht umgesetzten H₂S, dad. gek., daß man das den nicht umgesetzten H₂S enthaltende Rk.-Gemisch nach Abtrennung des gebildeten CS₂ direkt wieder in das Kohlendestillationsrohgas zurückführt. (D. R. P. 488 103 Kl. 12i vom 3/10. 1928, ausg. 17/12. 1929. Zusatz zu D. R. P. 484569; C. 1929. II. 3185.) DREWS.

Rubber Service Laboratories Co., Akron, Ohio, übert. von: **Thomas W. Bartram** und **Harold P. Roberts**, Nitro, West Virginia, *Darstellung von Alkalixanthogenaten* aus äquimolekularen Mengen Alkohol, Ätzalkali u. Schwefelkohlenstoff durch langsames Zufügen von CS₂ zu dem Gemisch von A. u. Alkali bei Temp. unterhalb 70°. An Hand einer Zeichnung ist ein App.-Schema beschrieben. (A. P. 1 718 937 vom 8/11. 1926, ausg. 2/7. 1929.) M. F. MÜLLER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Darstellung von Harnstoff und dessen Substitutionsprodukten* durch Überleiten von NH₃ oder Aminen in Dampf- und gleichzeitig mit CO über Carbid enthaltende Katalysatoren. — 10 Teile CO₂ u. 4 Teile NH₃ werden über Si-Carbid bei 500° geleitet. Aus den stark gekühlten abziehenden Gasen scheidet sich Harnstoff vom F. 132—134° ab. — 6 Teile CO u. 10 Teile NH₃ liefern beim Überleiten über Fe-Carbid bei 450—500° gleichfalls Harnstoff. (E. P. 321 566 vom 19/11. 1928, ausg. 5/12. 1929.) M. F. MÜLLER.

Victor Ehrlich, **Aladar Doboczky** und **Stickstoff-Werke Akt.-Ges.**, Ruse in Wien, *Herstellung von Harnstoff in fester Form aus Cyanamidlösung*. (D. R. P. 487 307

Kl. 12o vom 21/5. 1925, ausg. 14/12. 1929. Oe. Prior. 23/5. 1924. — C. 1928. I. 2456 [Oe. P. 107 285.]

M. F. MÜLLER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Reinigen von Benzoesäure*, die auf katalyt. Wege aus Phthalsäure oder -anhydrid hergestellt wurde, durch Behandlung der geschmolzenen oder gel. Rohsäure mit reduzierenden Mitteln u. darauf mit wss. Lsgg. oder Suspensionen von solchen Stoffen, die geeignet sind, die Phthalsäure zu binden. (Vgl. E. P. 307 343; C. 1929. II. 1217.) — 200 Teile rohe Benzoesäure, enthaltend 5,6% Phthalsäure, 3,2% Naphthochinon u. 1,2% andere Verunreinigungen, wird mit 600 Teilen W. von 40—50° verrührt u. nach Zusatz von 30 Teilen NaHSO₃ ³/₄ Stde. lang weiter gerührt. Die Lsg. wird abgezogen u. die zurückbleibende Benzoesäure zweimal mit W. gewaschen. Das Prod. enthält 99% Benzoesäure. Die Phthalsäure wird aus der Mutterlauge durch Ansäuern gewonnen. — 50 Teile rohe Benzoesäure werden in 900 Teilen Xylol gel. u. vom nicht gel. Rückstand dekantiert. Die Lsg. wird mit 125 Teilen W. u. 25 Teilen NaHSO₃-Lsg. 40° Bé verrührt. Nach einer Stde. wird die Xylollsg. abgetrennt u. mit 120 Teilen W. u. 2,1 Teilen Natronlauge 40° Bé 1 Stde. bei 90° verrührt. Es wird k. gerührt, die Xylollsg. abgetrennt u. die reine Benzoesäure daraus isoliert. (F. P. 670 642 vom 1/3. 1929, ausg. 2/12. 1929. D. Prior. 5/3. u. 16/11. 1928.)

M. F. MÜLLER.

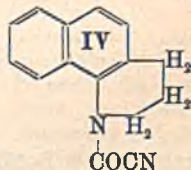
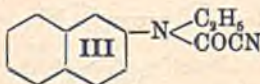
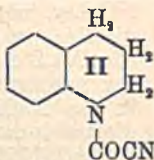
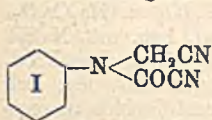
Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vorm. Roessler, Frankfurt a. M., *Darstellung von N-substituierten Cyanformyliden* der Formel



Einw. von HCN bei gewöhnlicher oder erhöhter Temp. auf in Pyridin gel. oder suspendierte Säurechloride der Formel Ar—N—COCl, worin Ar ein beliebiger, substituierter



oder nicht substituierter arom. Rest u. R ein beliebiger, substituierter oder nicht substituierter, z. B. arom. oder aliph., gegebenenfalls mit dem anderen Rest durch Ringschluß verbundener Rest sein kann. — Man löst 184 Teile *N*-Äthylanilinameisensäurechlorid in 400 Teilen Pyridin, fügt zu der Lsg. 35 Teile HCN, verschließt das Gefäß gasdicht u. erwärmt 8 Stdn. auf 50—60°. Das Pyridin wird im Vakuum abdest. u. der Rückstand in der Kälte mit verd. HCl behandelt, um geringe Mengen des zurückgebliebenen Pyridins zu entfernen. Der Rest wird in einem Lösungsm., wie Bzl. oder Ä., aufgenommen. Nach dem Trocknen u. Abtreiben des Lösungsm. dest. man den Rückstand im Vakuum. Es werden 128 Teile *N*-Äthylcyanformanilid (Kp.₁₆ 156—158°, F. 51°) erhalten. — 85 Teile *N*-Methylanilinameisensäurechlorid, 50 Teile Pyridin u. 22 Teile HCN in Autoklaven 2—3 Stdn. auf 70—80° erhitzt geben 60 Teile *Cyanformmethylanilid* (Kp.₁₅ 154—156°, F. 64—65°). Auf diese Weise lassen sich z. B. folgende Nitrile herstellen:



N-Cyanmethylcyanformanilid (I) aus dem entsprechenden Ameisensäurechlorid, ferner das *N*-Cyanform-Py-tetrahydrochinolid (II) aus dem entsprechenden Ameisensäurechlorid oder das *N*-Äthylcyanform-β-naphthalid (III) aus dem Säurechlorid oder das *N*-Cyanform-Py-tetrahydronaphthochinolid (IV) aus dem Säurechlorid. In der Patentschrift sind noch eine Reihe weiterer Beispiele aufgeführt. (F. P. 669 678 vom 15/2. 1929, ausg. 19/11. 1929. D. Prior. 20/2. 1928.)

M. F. MÜLLER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., *Herstellung von halogenierten Naphthalin-ketonen* durch Einw. der Chloride oder Anhydride von Carbonsäuren auf Polyhalogen-naphthaline in Ggw. von AlCl₃. — Z. B. ein Gemisch von 20 Teilen 1,4-Dichlornaphthalin, 16 Teilen Benzoylchlorid, 35 Teilen AlCl₃ u. 130 Teilen CS₂ wird 7 Stdn. unter Rühren im Sieden gehalten. Nach Aufarbeiten in der üblichen Weise erhält man 1,4-Dichlor-8-benzoylnaphthalin. (Aus A. farblose Prismen, F. 104—105°.) Dasselbe Prod. entsteht bei Anwendung von überschüssigem Benzoylchlorid als Verdünnungsmittel, wobei die Temp. des Heizbades innerhalb von 8 Stdn. auf 160° erhöht wird. Analog werden erhalten: 1,5-Dichlor-8-benzoylnaphthalin (Kp.₁₅ 270—275°, F. 112°), 1,4-Dichlor-8-(p-chlorbenzoyl)-naphthalin (F. 118°), 1,4-Dichlor-8-(o-chlorbenzoyl)-naphthalin (F. 122

bis 123°), 1,4-Dichlor-8-(α -naphthoyl)-naphthalin. (Aus Eg. gelbliche Prismen, F. 163 bis 164°), 1,4-Dichlor-8-(β -naphthoyl)-naphthalin, 1,4-Dichlor-8-(*p*-toluyl)-naphthalin (Kp.₁₅ 275—280°, F. ca. 135°), 1,4-Dichlor-*o*-toluyl-naphthalin (F. 91—92°) u. Acetyl-1,4-dichlornaphthalin (gelbes Öl, Kp.₁₃ 250°) aus 1,5- bzw. 1,4-Dichlornaphthalin mit den entsprechenden Säurechloriden, sowie Kondensationsprodd. aus 1,5-Dichlor-naphthalin mit Phthalsäureanhydrid (l. in konz. H₂SO₄ mit gelber Farbe, die beim Erhitzen in Rot übergeht) u. aus 1,5-Dibromnaphthalin mit Benzoylchlorid. (F. P. 664 016 vom 15/11. 1928, ausg. 28/8. 1929. D. Prior. 26/11. 1927.) HOPPE.

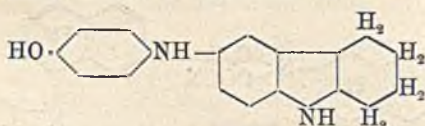
National Aniline u. Chemical Co., Inc., übert. von: Paul Dieterle, Buffalo, New York, Herstellung von 2-Naphthol-3-carbonsäure. 500 Teile trockenes Natrium- β -naphtholat werden bei gewöhnlichem Druck bei 150° 4—6 Stdn. u. hierauf 4—6 Stdn. bei 250° mit trockenem CO₂ behandelt. Die so erhaltene 2-Naphthol-3-carbonsäure ist frei von anderen Naphtholcarbonsäuren. (A. P. 1 725 394 vom 31/10. 1927, ausg. 20/8. 1929.) ULLRICH.

Seiden Co., Pittsburgh, übert. von: Alphons O. Jaeger, Crafton, Pennsylvania, Katalytische Oxydation organischer Verbindungen in der Dampfphase. (A. P. 1 735 763 vom 8/8. 1927, ausg. 12/11. 1929. — C. 1929. II. 1220 [F. P. 649 292].) M. F. MÜLLER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. (Erfinder: Wilhelm Neugebauer, Biebrieh a. Rh.), Frankfurt a. M., Darstellung von Perylen und Abkömmlingen desselben. (D. R. P. 486 491 Kl. 12o vom 10/6. 1926, ausg. 18/11. 1929. — C. 1929. I. 2472 [F. P. 635 599].) ALTPETER.

Newport Co., J. Gubelmann, R. J. Goodrich, E. T. Howell, Carrollville, V. St. A., Reinigung von Benzanthron. Eine in bekannter Weise, z. B. aus Anthranol, Glycerin, gebildete Rk.-M., die Benzanthron neben Verunreinigungen in konz. H₂SO₄ enthält, wird mit W. bis zu einer H₂SO₄-Konz. von ca. 65% verd. u. bei ca. 60° mit Toluol extrahiert. Aus dem Extrakt wird durch Einengen u. fraktionierte Krystallisation oder völlige Verdampfung sehr reines Benzanthron erhalten. Extraktion u. Verdampfung erfolgen zweckmäßig kontinuierlich, indem man das Toluol von unten durch die M. aufsteigen läßt u. das aus der abfließenden Lsg. abdest. Toluol zurückführt. In gleicher Weise können Benzanthronerivv., wie Methylbenzanthron u. dgl. rein erhalten werden. An Stelle von Toluol kommen auch andere mit H₂SO₄ nicht mischbare Lösungsm. für Benzanthron, z. B. Bzl., Xylol, Dichlorbenzol, Tetrachloräthan, Äthylendichlorid u. dgl. in Betracht. (E. P. 305 536 vom 25/1. 1929, Auszug veröff. 4/4. 1929. A. Prior. 6/2. 1928. F. P. 668 085 vom 28/1. 1928, ausg. 28/10. 1929. A. Prior. 6/2. 1928.) HOPPE.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Verfahren zur Darstellung eines Leukoindophenols, dad. gek., daß man Hexahydrocarbazol mit *p*-Aminophenol zusammenoxydiert u. dann zum Leukoindophenol reduziert. Die Oxydation wird in HCl-Lsg. mit H₂SO₄ u. Na₂Cr₂O₇, die Red. in alkal. Lsg. mit NaSH oder Na₂S durchgeführt. Das Prod. der nebenstehenden Zus. löst sich in wss. NaOH erst farblos u. oxydiert sich dann lebhaft an der Luft



unter starker Rotfärbung. (Hierzu vgl. D. R. P. 445 685; C. 1927. II. 741.) (Schwz. P. 133 706 vom 8/2. 1928, ausg. 2/9. 1929. D. Prior. 14/2. 1927. Zus. zu Schwz. P. 124 763; C. 1928. II. 3050.) ALTPETER.

X. Farben; Färberei; Druckerei.

Sam'l L. Hayes, Die Chemie und ihre Beziehung zur Färberei. Es wird in einem Vortrag die Anwendung der Chemie in der Färberei besprochen. (Textile Colorist 51. 732—33. Nov. 1929.) BRAUNS.

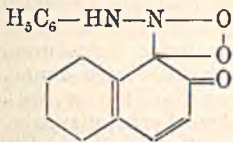
Franz Weiß, Kolloidchemische Grundlagen der Färberei und Druckerei. Vf. behandelt auf Grund der in der Literatur erschienenen Arbeiten die kolloidchem. Grundlagen der Färberei u. Druckerei. (Melliands Textilber. 10. 879—81. Nov. 1929.) BRAUNS.

Edward D. Rogers, Die Wichtigkeit der automatischen Temperaturkontrolle im Färbereibetrieb. In Fortsetzung zu C. 1929. II. 3186 wird das Färben u. Trocknen von Baumwolle, Wolle, Seide u. Kunstseide unter Verwendung der Sylphon-Temp.-Regulatoren behandelt. (Textile Colorist 51. 682—85. 753—56. Okt. 1929. Knoxville, Tenn.) BRAUNS.

George Rice, *Die Rolle des Kochsalzes im Färbereibetrieb*. Es wird die Verwendung des Kochsalzes beim Färben mit direkten Farbstoffen behandelt. (Textile Colorist 51. 688—89. Okt. 1929.)

BRAUNS.

Haller und Guido Ziersch, *Zur photochemischen Zersetzung einfacher Monoazofarbstoffe*. Azofarbstoffe aus β -Naphthol u. diazotierten Aminen wurden sowohl auf Baumwolle fixiert u. in Substanz auf BaSO_4 dem Sonnenlicht ausgesetzt. Die Baumwollfärbungen halten sich zunächst gut. Nach Verlauf einer gewissen Belichtungsdauer treten sichtbare Veränderungen auf in Form einer Trübung der Nuance u. einem Verlust der Leuchtkraft. Dann erst tritt ein Aufhellen u. ein eigentliches Ausbleichen bis zur schmutzig-gelben Farbe ein. Ggw. von Feuchtigkeit begünstigt den Bleich-effekt. Diese belichteten Musterabschnitte zeigen noch photochem. Nachwirkg. Die aus BaSO_4 niedergeschlagenen Farbstoffe zeigen eine hohe Lichtechtheit. Die in Eg. gel. Farbstoffe trübten sich im Verlauf der Belichtung u. es verblieb zum Schluß eine schmutzig-gelbe Lsg., die einen bräunlichen Nd. absetzte. Weiter wurden ungefärbte u. gefärbte Baumwollabschnitte in O_3 , O_2 , N_2 , H_2 u. CO_2 -Atmosphäre der Belichtung ausgesetzt. Dabei wurde gefunden, daß bei allen Verss. infolge der Ggw. geringer Mengen O_2 CO_2 entsteht. Die photochem. Zers. von Azofarbstoffen ist an die Ggw. von O_2 gebunden u. somit als Oxydationsvorgang sicher gestellt. Da im Gasmedium sich außerdem nach der Belichtung eine Zunahme des N-Geh. ergab, muß die Azogruppe zum Teil abgespalten worden sein. Weiter wurde eine Reihe von chem. Oxydationsverss. an Farbstoffen ausgeführt. Diese führten zu folgendem Ergebnis: Bei der Einw. von akt. O_2 auf Monoazofarbstoffe tritt offenbar eine Spaltung der Moll. zwischen Naphthalinkern u. Azogruppe ein. Die weitere Oxydation führt dann auf der Seite der Kupplungskomponenten zum Abbau bis zur Phthalon- u. Phthalsäure. Andererseits polymerisieren sich die Reste der Diazokomponenten unter Aufnahme von Hydroxylgruppen, wobei scheinbar N abgespalten wird. Die



Unters. von belichteten Färbungen ergab die Bldg. von Farbstoffperoxyden, denen Vf. nebenstehende Formel zuschreiben. Für eine solche Formel spricht die Tatsache, daß bei weiterer Oxydation β -Naphthochinon gebildet wird u. daß als weitere Abbauprodukt Phthalon- u. Phthalsäure gefunden wurden. Der Verteilungsgrad der Farbstoffe auf den Textilien kann nicht für die schnelle Zers. verantwortlich gemacht werden, wie das Verh. der Farbstofflsgg. zeigt. Die Unters. der mech. Reißfestigkeit ergaben eine prozentuale Abnahme der Bruchlast von 32% gegenüber einer Abnahme von 34% bei der ungefärbten Probe. (Melliands Textilber. 10. 951—57. Dez. 1929.) BRAUNS.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., *Neue Färbereihilfsmittel*. An neuen Färbereihilfsmitteln der I. G. Farbenindustrie wird das *Akaustan* zum Flammensichermachen von Textilien, das *Cellappret*, ein Appreturmittel für die verschiedensten Zwecke, *Leonil* für die Woll- u. Halbwoilveredelung, *Dekrolin l. konz.* u. *Dekrolin AZA* zum Abziehen gefärbter Ware u. *Feltron C* als Hilfsprod. beim Färben von Haar-, Woll- u. Halbwoollfilzen besprochen. (Dtsch. Färber-Ztg. 65. 1231. 22/12. 1929.) BRAUNS.

R. Blaser, *Über Fettlöser im Wäschereibetrieb*. Es werden Verss. beschrieben, bei denen in Wäschereimaschinen mit Maschinen- u. Paraffinöl getränkte Lappen mit u. ohne Zusatz von Fettlösern mitgewaschen wurden. Nach dem Waschen wurde die in den Lappen verbliebene Menge Öl bestimmt, wobei sich ergab, daß das Öl nur bis zu einer bestimmten Grenze ausgewaschen wird. Die Laugen mit Fettlöserzusatz waschen nicht mehr Öl aus als gewöhnliche Laugen, so daß also derartige Präparate für die Maschinenwäsche wenig Wert haben. Weiter sind Verss. beschrieben, die zeigen, daß Gewebe etwas weniger Öl aus mineralölhaltigen Waschlaugen aufnehmen wenn Fettlöser darin enthalten sind. (Melliands Textilber. 10. 963—64. Dez. 1929.) BRAUNS.

W. E. Billingham, *Die steigende Popularität der Emulsionen*. Vf. schildert die Verwendung von Emulsionen bei den verschiedenen Verff. in der Textilindustrie. (Dyer Calico Printer 62. 648—71. 1/12. 1929.)

BRAUNS.

H. Pomeranz, *Netzen, Färben und Waschen*. Allgemeine Betrachtungen über das Netzen Färben u. Waschen. (Melliands Textilber. 10. 872—75. Nov. 1929.) BRAUNS.

Chas. E. Mullin und Ross M. Stribling, *Die Herstellung und Konstitution von neuen Netz- und Emulgierungsmitteln*. Vf. gibt einen kurzen Überblick über einige neuere Patente über die Herst. u. Konstitution von neueren Netz- u. Dispergierungsmitteln, besonders aus der arom. Reihe. (Textile Colorist 51. 655—58. Okt. 1929.)

BRAUNS.

Chas. E. Mullin und Ross M. Stribling, *Verschiedene Anwendungsmöglichkeiten von Netzmitteln*. Ein kurzer Überblick über die neueren Patente über die Anwendungsmöglichkeiten von Netzmitteln in der Textilindustrie, Kunstseiden- u. verwandten Industrie. (Textile Colorist 51. 727—30. Nov. 1929. Clemson College.) BRAUNS.

Raffaele Sansone, *Bemerkungen über gelbe Schattierungen und ihre Erzeugung auf Baumwollfabrikaten mit direkten Farbstoffen*. Vf. bespricht die Vorsichtsmaßregeln, die bei der Erzeugung gelber Töne zu beachten sind, die Natur der zu färbenden Fabrikate u. die Erzeugung von hellgelben Tönen mit einzelnen Farbstoffen. (Textile Colorist 51. 740—41. Nov. 1929.) BRAUNS.

Thomas F. Hughes, *Textilfarbenmischungen*. Nach kurzen physikal. Betrachtungen über die Farbenlehre bespricht Vf. die Herst. einiger Farbmischen, wie *Orange*, *Violett* u. *Blau* zum Färben von Textilmaterial. (Textile Colorist 51. 663—67. Okt. 1929.) BRAUNS.

George Rice, *Nadelstichähnliche Flecken, die beim Färben oft umgewickelter Textilwaren entstehen*. Die Ursache solcher Flecken ist die ungleiche Färbung von Fasern. (Textile Colorist 51. 749—50. Nov. 1929.) BRAUNS.

F. Scholefield, *Schnelle Fortschritte in der Kunstseidenfärberei*. Es wird die Verwendung der Jiggerfärbemaschine, das Drucken von Kunstseide, das *Whittakerverf.* u. die Verwendung von Küpenfarben für Cellulose besprochen. (Dyer Calico Printer 62. 571—72. 15/11. 1929.) BRAUNS.

J. L. White, *Das Färben von baumwollenen und wollenem Plüsch*. Vf. bespricht die Schwierigkeiten, die sich beim Färben von Baumwoll-Wollmischgeweben einstellen, die Herst. von zum Färben solcher Mischgewebe geeigneter Farbbäder u. gibt eine Zusammenstellung dafür geeigneter Farbstoffe. (Dyestuffs 30. 169—76. Nov. 1929.) BRAUNS.

—, *Ungleiche Baumwollstückfärberei*. Es wird ein Überblick über die Ursachen für ungleiche Stückwarenfärbungen gegeben. Folgende Fehlerquellen werden näher behandelt: ungenügende Entfernung der Schlichte, die Ggw. von freien Fettsäuren, ungleichmäßige Lsgg. der Farbstoffe, schmutzige NaOH bei der Alkaliabkochung, Verzögerung des Auswaschens nach derselben, ein Überschuß von NaOH oder NaCl im Färbebad, schlechtes Füllen, ungleiche Mercerisation, ungeeignete Farbstoffzugabe, unvollkommenes Aufbringen der Ware auf den Jigger u. Ölflecke. (Textile World 76. 2924—25. 16/11. 1929.) BRAUNS.

J. Newsome, *Das Färben von losen Wollstückwaren*. Es wird das Färben von Wollwaren, dafür geeignete Farbstoffe, das Färben von Woll-Baumwollmischgeweben, dafür geeignete Farbstoffe, das Korrigieren von Farbtönen, das Überfärben von Waren ohne Abziehen u. die Verwendung von Janusfarbstoffen beschrieben. (Dyer Calico Printer 62. 495—97. 1/11. 1929.) BRAUNS.

E. Greenhalgh, *Bemerkungen zum Färben von Celanese*. Vf. bespricht den kolloidalen Charakter der *Celanese*faser u. das Färben derselben mit S. R. A.-Farbstoffen. (Dyer Calico Printer 62. 599—600. 15/11. 1929.) BRAUNS.

A. Heilos, *Das Färben von mit Zinn beschwerten Seidestückwaren*. Vf. beschreibt die Herst. von zum Färben mit Sn erschwerten Seidestückwaren geeigneter Farbbäder u. gibt eine Zusammenstellung dazu geeigneter Farbstoffe der *National Aniline u. Chemical Comp.* (Dyestuffs 30. 166—68. Nov. 1929.) BRAUNS.

W. A. Holst, *Das Färben von mit Gummi imprägnierter Baumwolle und Kunstseide*. Geringe Spuren von Cu oder Mn verursachen infolge katalyt. Wrkg. die Zerstörung von mit Gummi wasserdicht gemachten Baumwoll- u. Kunstseidengeweben. Vf. schildert die Best. dieser kleinsten Mengen Cu u. Mn in solchen Geweben u. die Herkunft des Cu u. gibt eine Zusammenstellung von zum Färben solcher Gewebe geeigneter Farbstoffe der *National Aniline u. Chemical Comp. u. Vorschriften* zum Färben damit. (Dyestuffs 30. 161—65. Nov. 1929. National Aniline u. Chemical Comp.) BRAUNS.

H. A. Rodgers, *Das Färben von Naturseidestrümpfen*. Es wird das Färben von naturseidenen Strumpfwaren beschrieben u. dafür geeignete Farbstoffe der *National Aniline u. Chemical Comp.* aufgezählt. (Dyestuffs 30. 149—50. 160. Okt. 1929.) BRAUNS.

—, *Der Druck von Geweben aus Kunstseide und von Mischgeweben aus Kunstseide und Baumwolle*. Rezepte u. Arbeitsvorschriften für farbige Ätzen mit 1. bas. Farbstoffen u. Tannin, 2. Küpenfarbstoffen, 3. chromierten Farbstoffen, 4. Schwefelfarbstoffen, 5. substantiven gelben Farbstoffen, die gegen Rongalit beständig sind, 6. mit

Pigmenten, Lacken u. bas. Farbstoffen, die mit Albumin fixiert werden. (Rev. univ. Soies et Soies artif. 4. 1363—67. Sept. 1929.) KRÖNER.

—, *Der Druck von Geweben aus Kunstseide und von Mischgeweben aus Kunstseide und Baumwolle.* Arbeitsvorschriften u. Rezepte für den Direktdruck mit bas. Farbstoffen, Tanninätze, Halbätzö. (Rev. univ. Soies et Soies artif. 4. 1527—29. Okt. 1929.) KRÖNER.

A. E. Hirst, *Das Drucken von Viscosekunstseidenfabrikaten.* Die Verff. zum Bedrucken von Kunstseidewaren wechseln sehr mit der Art der Seide u. den Mustern. Es wird die Vorbereitung, das Drucken, die zu verwendenden Druckfarben, das Dämpfen, Seifen u. Trocknen kurz besprochen. (Textile World 76. 1786—87. 28/9. 1929.) BRAUNS.

Nelson E. Biden, *Das Färben von Kamelhaar.* Die zum Färben von Kamelhaar geeigneten Farbstoffe der National Aniline u. Chemical Comp. werden besprochen. (Dyestuffs 30. 147—48. 159. Okt. 1929.) BRAUNS.

R. Berger, *Untersuchungen über schweres und leichtes Mahlen.* Kühlung bei Mahlmaschinen u. des Mahlgutes. Tabelle über die Ergebnisse von Mahlverss. mit der Excelsiormühle bei verschiedenen Temp. Bei zunehmenden Temp. nehmen die Siebrückstände zu, weshalb Kühlmahlen der Farbmühle gefordert wird. (Farbe u. Lack 1930. 18. 8/1.) KÖNIG.

W. Semljanitzyn und P. Dobrowolski, *Zur Frage der Herstellung von Sulfozone.* Zur Darst. von Sulfozone, das heute als weiße Farbe das Lithopone immer mehr verdrängt, hat sich folgendes Verf. am geeignetsten erwiesen: In ein Gemisch von 150 Tln. W., 3,65 Tln. ZnSO₄·7 H₂O u. 2,5 Tln. CaCO₃-Pulver wird, unter Rühren, bei 50° ein schwacher Strom von H₂S eingeleitet unter langsamer Erhöhung der Temp. auf 100°. Das Ende der Rk. wird durch das Entweichen von H₂S angezeigt. (Journ. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyshlennosti] 6. 219—20. 1929.) SCHÖNFELD.

F. Ssafonow, *Untersuchung von norwegischem Titanweiß.* Die Unters. von norweg. Spezial-Titanweiß (64,2% BaSO₄, 20% TiO₂, 16,2% ZnO) u. von Standardweiß (43,03% BaSO₄, 29,4% TiO₂ u. 28,2% ZnO) ergab gutes Deckvermögen. Die Trockzeit war etwa 4 Stdn. länger als bei Bleiweiß. Die Farbe war glänzend weiß. (Oel-Fett-Ind. [russ.: Masloboino-Shirowoje Djelo] 1929. No. 9 [50]. 29—30. Sept. Leningrad.) SCHÖNFELD.

S. Wolkowyski, *Darstellung von Chromfarben aus basischem Bleichlorid.* Vf. bespricht die Möglichkeiten der Gewinnung von Chromorange-, Chromgrün- u. Chromgelb-Farben, ausgehend von bas. Pb-Chlorid. (Journ. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyshlennosti] 6. 1332—34. Sept. 1929.) SCHÖNFELD.

—, *Neue Farbstoffe, chemische Präparate und Musterkarten.* An neuen Farbstoffen wurde von der Firma GEIGY A. G. Grenzach das *Polarblau G konz. pat.* für Wolle u. Seide mit guter Waschwasser-, Meerwasser-, Schweiß-, Walk- u. Lichtechtheit, von der Gesellschaft für Chem. Industrie in Basel das *Neolantrau BS* u. *RS* für Seide, eine Musterkarte mit *Cibanongelb GK (P)* u. eine mit 120 Modetönen auf Wolle auf den Markt gebracht. Weiter wird ein Farbenbericht der Firma Färberei- u. Appretur-Gesellschaft vorm. A. CLAVEL u. F. LINDENMEYER A. G. Basel für das Frühjahr 1930, ein Kundenrundsreiben der I. G. Farbenindustrie mit einem Verf. zum Schwarz- u. Braunfärben von Acetatseidengeweben, ein Kärtchen mit I-Farben für licht- u. wetterechte Färbungen auf Markisenstoffe u. *kalkfreie Sulfitalblau* als Hilfsmittel für die Küpenfärberei besprochen. (Melliands Textilber. 10. 893—94. Nov. 1929.) BRAUNS.

—, *Neue Farbstoffe, chemische Präparate und Musterkarten.* Von neuen Farbstoffen wird das *Sandoz Xylenechtgelb P DRP.* für die Seidenfärberei, das *Alizarinsaphirblau 3 G* für die Wollfärberei, das *Thionalrotbraun* der Chem. Fabrik vorm. SANDOZ zur Herst. echter Färbungen auf Baumwolle u. das *Siriusbraun T* u. das *Seidendruckschwarz W* der I. G. Farbenindustrie, an Musterkarten eine Broschüre der gleichen Firma über die *Acetatseidenfärberei*, eine der Gesellschaft für Chem. Industrie mit *Ciba- u. Cibanonfarbstoffen* u. ein Musterkärtchen der I. G. Farbenindustrie über die Anwendung von *Helindonfarbstoffen* auf feine Wollwaren besprochen. Von chem. Präparaten wurde ein *Spezial-Asphalt* der Firma A. W. ANDERNACH zur Herst. säurefester, wasserdichter fugenloser Fußböden, das *Cupalit* der Chem. Fabrik Gröna u. für die Küpenfärberei als Netz- u. Durchdringungsmittel u. ein *Tannin* der Firma SCHERING-KAHLBAUM A. G., Berlin in den Handel gebracht. (Melliands Textilber. 10. 977—78. Dez. 1929.) BRAUNS.

P. P. Viktorow, *Beeinflussung der Nuance des roten Alizarinlacks durch die Anionen der Beize*. Für den Ton des Rotlacks sind hauptsächlich 2 Erscheinungen von Bedeutung, nämlich die Schnelligkeit der Lackbildung auf der Faser beim Dämpfen u. die bremsende Wrkg. der Beizen auf den Eintritt des Fe in den Lack. (Melliands Textilber. 10. 874—79. Nov. 1929.) BRAUNS.

Hans Hebberling, *Neue Ersatzstoffe für die Anstrichtechnik*. Fette Öle. Teerfarblacke. Kunstharze. Zusammengesetzte Anstrichstoffe. Zusammenfassung. (Farben-Ztg. 35. 704—06. 4/1. München.) KÖNIG.

C. D. Mell, *Interessante Quellen von natürlichen Farbstoffen*. In Fortsetzung zu C. 1929. II. 1804 wird das Vork. u. die Gewinnung von *Iroko*, einem westafrikan. Gelbholz, von *Berberin* aus zwei westafrikan. Bäumen aus der Familie der Anonaceen, eines *Gelbholzes* aus Ostafrika, die Verwendung von *Mahagonrinde* in Mexiko als Gerbu. Farbstoff besprochen. (Textile Colorist 51. 690—92. 762—65. Okt. 1929.) BRAUNS.

Friedrich C. Jacoby und Bruno Lange, *Eine allgemeine Methode zur Bestimmung der Farbstoffdispersität in Färbebädern*. (Vgl. C. 1929. II. 656.) In einer vorläufigen Mitt. berichten Vff. über eine allgemein verwendbare opt. Methode zur Best. der Farbstoffdispersität in Färbebädern. Die Methode beruht darauf, daß, wenn in eine kolloidale Lsg. ein Strahlenbündel von natürlichem Licht einfällt, das durch Beugung an den Kolloidteilchen senkrecht zur Einfallsrichtung wieder austretende Tyndalllicht polarisiert ist. Diese Polarisation erfolgt hierbei derart, daß die Schwingungsebene des nunmehr polarisierten Lichtes senkrecht zu derjenigen Ebene steht, die durch Einfalls- u. Austrittsrichtung bestimmt wird. Dieser Polarisationszustand des austretenden Tyndalllichtes ist kein vollkommener, sondern setzt sich aus polarisiertem u. natürlichem Licht zusammen. Der Grad des Polarisationszustandes hängt in erster Linie von der Teilchengröße ab, ist aber auch gleichzeitig abhängig von der Teilchenform u. der Konz. Vff. untersuchen nun mit Hilfe eines eigens dazu konstruierten App. den Zustand des austretenden Tyndalllichtes. Die Resultate sind aus den Tabellen u. Kurven zu ersehen. (Melliands Textilber. 10. 957—59. Dez. 1929.) BRAUNS.

Richard Kempf, *Über ein Verfahren zur Bestimmung der Stärke des Abkreidens von Anstrichen*. Es wurde ein Stempelapp. konstruiert, der den Anstrichen feuchtes, geschwärztes photograph. Gelatinepapier mit konstantem Druck ohne Reibung anzupressen gestattet. Dadurch ist eine objektive u. einigermaßen quantitative Methode erzielt, die den Vorzug der Reproduzierbarkeit hat. Zahlreiche Abbildungen der Abkreideproben, ferner der Stufenskala der Abkreidegrade. (Farben-Ztg. 35. 650 bis 652. 28/12. 1929. Berlin, Chem.-techn. Reichsanst.) KÖNIG.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Darstellung von Sulfonsäuren* durch Einw. eines Gemisches von *aliphat.* oder *cycl. Olefinen* auf *aromat.* oder *cycloaliphat.-aromat. KW-stoffe* oder deren Sulfonsäuren in Ggw. eines sauren Kondensationsmittels u. durch Sulfonierung des Kondensationsprod. entweder während oder nach der Kondensation, wenn keine Sulfonsäuregruppen schon vorhanden sind. — 1280 Teile *Naphthalin* werden in 6000 Teile H_2SO_4 66° Bé eingerührt u. in die erhaltene Suspension werden 10000 Teile eines Gasgemisches bei 50° eingeleitet, das beim Cracken von schwerem Mineralöl erhalten wird u. 4,3% *Propylen* u. 5,7% *Butylen* enthält. Nach längerem Stehen trennt sich das Prod. in zwei Schichten. Die obere Schicht wird abgezogen u. die darin enthaltene Sulfonsäure eventl. in ihr Salz übergeführt. — 1450 Teile eines Gemisches von *Methyl-* u. *Athylmaphthalin* werden mit 6000 Teilen H_2SO_4 66° Bé sulfoniert u. das erhaltene Gemisch wird in eine Kammer durch Zerstäubungsdüsen eingespritzt, in der sich Braunkohlencrackgase befinden, die ca. 7% *Butylen* u. *Propylen* enthalten. Das erhaltene Prod. oder deren Salze werden als Wasch-, Reinigungs-, Emulgierungs- u. Lösungsmittel benützt. In gleicher Weise wird *Tetrahydronaphthalin* sulfoniert u. mit Olefinen kondensiert. (E. P. 322 005 vom 1/9. 1928, ausg. 19/2. 1930.) M. F. MÜLLER.

H. T. Böhme Akt.-Ges., Chemnitz, *Sulfonierung höher molekularer Alkohole*, die den entsprechenden höheren Fettsäuren der Fette entsprechen, mit konz. H_2SO_4 oder anderen stark sulfonierend wirkenden Mitteln, wie $ClSO_3H$ oder rauchende H_2SO_4 , in Ggw. von wasserfreien organ. Säuren, deren Anhydriden oder Chloriden. — Z. B. *Oleinalkohol* ($C_{18}H_{36}O$) wird unter Kühlen in Ggw. von Essigsäureanhydrid mit konz. H_2SO_4 sulfoniert. Die Prodd. sind gegen hartes W. sowie gegen Säuren oder Alkalien beständig u. dienen als Netz-, Dispergier-, Emulgierungs-, Weichmachungs-, Im-

prägnier- oder Schaummittel in der Textil- u. Lederindustrie. (E. P. 317 039 vom 26/6. 1929, Auszug veröff. 2/10. 1929. Prior. 9/8. 1928.) M. F. MÜLLER.

British Celanese Ltd., London, übert. von: **C. Dreyfus**, New York, und **G. Schneider**, East Orange, New Jersey, *Färben und Drucken von Celluloseestern oder -äthern*. Zum Ätzen von Färbungen von Celluloseestern oder -äthern setzt man den Druckpasten an Stelle der Chlorate H₂O₂, die Peroxyde des Na oder Ag, HNO₃, Mischungen von Alkalinitraten mit sauren Alkalisulfaten, Permanganate, Sauerstoffsäuren des Cl usw. zu. Man bedruckt ein mit 1,4-Dimethyldiaminoanthrachinon blau gefärbtes Gewebe aus Celluloseacetatseide mit einer Ätzpaste aus Chlorkalk, Tragant oder Stärke, klotzt mit einer Lsg. von Citronensäure, behandelt mit einer Lsg. von Sulfit, Bisulfit usw. u. trocknet. (E. P. 315 005 vom 6/7. 1929, Auszug veröff. 28/8. 1929. Prior. 6/7. 1928. Zus. zu E. P. 312 655; C. 1930. I. 288.) FRANZ.

Arthur Ronald Trist, London, *Herstellung von Quecksilberdruckplatten*. Zwischen die als Basis dienende Metallplatte u. die die Druckfläche bildende Metallschicht wird auf galvan. Wege eine aus einem amalgamierbarem Metall bestehende Schicht angebracht, die beim Ätzen der zur Aufnahme des Amalgam bildenden Metalles dienenden Vertiefungen freigelegt wird. Die durch Ätzen entstehenden Vertiefungen werden mit einer Anzahl galvan. niedergeschlagenen Häutchen zweier Arten von Metallen, wie z. B. Cu, Ag, Au o. dgl., die verschiedene Affinität zum Hg haben, ausgefüllt. Dabei bildet eine Art des Metalles ein hartes Amalgam mit Hg, während die andere mit demselben eine glänzende Oberfläche ergibt. (Oe. P. 114 019 vom 12/10. 1926, ausg. 26/8. 1929. E. Prior. 5/11. 1925.) THIEL.

L. C. Neale, Flemington, (Victoria, Australien.) *Druckerschwärze* aus vulkanisiertem Kautschuk, der zunächst in Stücke geschnitten wird, um dann in H₂SO₄ eingetaucht zu werden. Die M. wird dann mit Natronlauge neutralisiert u. in Rohöl gelöst. Eventl. werden Ruß u. ein Kolophonium-Holzölfirnis zugesetzt. Schließlich wird die M. zu einer Fl. vermahlen. (E. P. 321 558 vom 12/11. 1928, ausg. 5/12. 1929.) M. F. MÜ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Druckerschwärze für Tiefdruck*, bestehend aus Lsgg. von harzart. Prodd., wie Harnstoff-Aldehyd-Kondensationsprodd., Vinylesterharze, Glyptalharze, in organ. Lösungsm., denen Farbstoffe in genügend feiner Verteilung zugesetzt wurden. — 40 Teile eines Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprod. werden in 40 Teilen Isobutylalkohol u. 20 Teilen A. gel. u. dazu werden 10 Teile Ruß u. 5 Teile eines Azofarbstoffes zugesetzt. Schließlich wird A. bis zur gewünschten Verdünnung zugesetzt. (F. P. 671 082 vom 8/3. 1929, ausg. 9/12. 1929. D. Prior. 15/3. 1928.) M. F. MÜLLER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. (Erfinder: **Eduard Holzappel**, **Otto Braunsdorf** und **Hans Lange**, Frankfurt a. M.-Höchst, Frankfurt a. M.), *Darstellung von Kernsubstitutionsprodukten schwefelhaltiger Benzanthronderivate*, dad. gek., daß man Halogensubstitutionsprodd. der Benzanthronylsulfide, -disulfide oder -mercaptane oder deren Derivv. mit NH₃, aliphat. oder aromat. Aminen, Phenolen oder Mercaptanen kondensiert. — Hierzu vgl. E. P. 294360; C. 1928. II. 2513. Nachzutragen ist folgendes: Durch Erhitzen von *Monobrombenzanthronylsulfid* (I) mit *Monopropylamin*, Cu-Pulver u. K-Acetat unter Druck 10—12 Stdn. auf 170—180° entsteht *Propylaminobenzanthronylsulfid*, rotbraunes Pulver, l. in konz. H₂SO₄ mit blaustichig grüner Farbe. — Aus *Dibrombenzanthronylsulfid*, *Phenol*, K₂CO₃ u. Cu-Pulver bei 160—170° entsteht *Bisphenoxybenzanthronylsulfid*, gelbbraunes Pulver, l. in konz. H₂SO₄ mit grüner Farbe. Bei Anwendung von *p-Tolylmercaptan* (*p-Thiokresol*) an Stelle des Phenols entsteht *Bis-p-tolylthiobenzanthronylsulfid*, hellbraunes Pulver, in konz. H₂SO₄ mit grüner Farbe l. — *Monobrom-Bz-1-benzanthronylmethylsulfid* (II) (dargestellt durch Einw. von Br₂ auf *Bz-1-Benzanthronylmethylsulfid* in Nitroblz., F. 238—240°) liefert, mit *Phenol*, K₂CO₃ u. Cu-Pulver 12 Stdn. auf 171—175° erhitzt, ein *Phenoxy-Bz-1-benzanthronylmethylsulfid*, braunrotes Pulver, orangefarbene Krystalle aus Chlorbz. — A-Gemisch, F. 163—165°, l. in konz. H₂SO₄ mit rein grüner Farbe. — Aus II entsteht durch Einw. von wss. NH₃ in Ggw. von CuSO₄ u. NH₄Cl bei 180—190° ein *Monoamino-Bz-1-benzanthronylmethylsulfid*, dunkelrote Krystalle aus Chlorbz., F. 275—278°, l. in konz. H₂SO₄ mit grünstichig blauer Farbe. — *Brom-Bz-1-benzanthronyl-p-tolylthioäther* (dargestellt durch Umsetzung von *Dibrombenzanthron* mit *p-Tolylmercaptan*) wird in Nitroblz. mit *1-Aminoanthrachinon* (III), Na-Acetat, Na₂CO₃, Cu-Pulver u. CuCl₂ 12 Stdn. zum Sieden erhitzt, wobei *1'-Anthrachinonylamino-Bz-1-benzanthronyl-p-tolylthioäther* entsteht, bräunlichviolett Pulver, F. etwa 330°, l. in konz. H₂SO₄ mit grüner Farbe. — Aus I u. III wird in gleicher Weise *1-Anthrachinonylamino-Benz-*

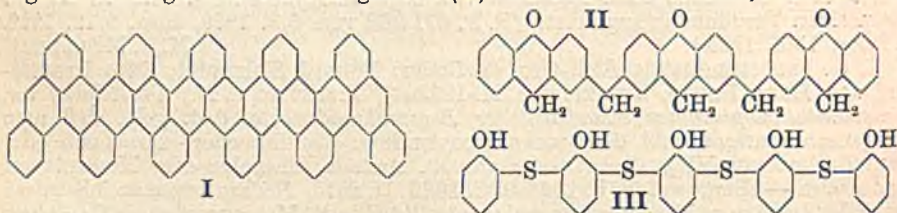
anthronylsulfid erhalten, dunkelrotes Pulver, l. in konz. H₂SO₄ mit grüner Farbe. (D. R. P. 479 356 Kl. 12q vom 3/8. 1926, ausg. 15/7. 1929.) ALTPETER.

Alois Wendorff, Frankreich, Seine, *Füllmittel für Holzporen und -Risse*, bestehend aus einer Lsg. von 32 g Harz in 128 g A., einer Lsg. von 64 g Harz in 96 g Bzn., Ä. oder Terpentin, 600 g Kreidepulver u. 80 g Talk. (F. P. 670 824 vom 5/3. 1929, ausg. 5/12. 1929.) M. F. MÜLLER.

XI. Harze; Lacke; Firnis.

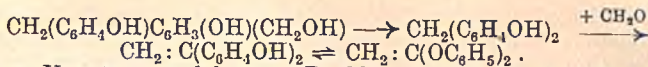
G. Hugel und M. Vincent, *Beitrag zur Kenntnis der Phenolharze*. Es gibt wahrscheinlich keinen Unterschied der Konst. saurer u. alkal. Kondensationsprodd. Die Bakelisierung ist von der Ggw. großer im Harz gel. Formalinmengen abhängig; die Lsg. wird durch die Ggw. kleiner Alkalimengen begünstigt. Die Fälle, wo Alkali im Überschuß oder das ganze Formalin verbunden ist, sind noch näher zu betrachten. (Chim. et Ind. 21. Nr. 2 bis. 540—44. Febr. 1929.) KÖNIG.

Alex. E. Blumfeldt, *Zur Konstitution des Bakelit C*. Der chem. Vorgang der Bakelitbildung aus CH₂O u. Phenolen ist nur bis zur Bildung der Oxy-Benzylalkohole bekannt, während der weitere Polymerisations- u. Kondensationsprozeß noch nicht aufgeklärt ist. Das von RASCHIG angegebene Rk.-Schema, wonach das Stadium C des Bakelits durch das Vorhandensein von O-Brücken im Endprod. charakterist. ist, steht sowohl mit dem Verh. des Bakelits, wie mit dem Rk.-Verlauf im Widerspruch. Vf. untersuchte, ob es nicht möglich wäre, die Methylengruppen des Bakelits durch billigere S-Brücken zu ersetzen. Die Verss. ergaben, daß die *Schwefel-Phenolharze* nur unter bestimmten andersartigen Bedingungen härtbar sind, in ihrer Entstehungsform jedoch mehr den Novolacken ähneln als dem Bakelit. In der Ges. für Chem. Industrie in Basel weitergeführte Verss. führen zu der Annahme, daß das Bakelit C als ein Kondensationsprod. zweier mehr oder weniger lang polymerisierter o-substituierter Oxydiphenylmethane aufzufassen sei, die in der Weise unter W.-Austritt kondensiert sind, daß sich jeweils eine HO-Gruppe des einen Mol. mit der CH₂-Gruppe des zweiten Mol. unter 6-Ringbildung vereinigt hat u. als Endprod. eine Verb. gebildet wird, die einen hochpolymeren, O-freien aromat. KW-stoff darstellt (s. Formel I). *Novolacke* sind Polymerisationsprodd. von p-substituierten Oxydiphenylmethanen, bei denen die Ggw. ätherartiger O-Brücken möglich ist (II). Da aber weder Bakelit, noch Novolack,

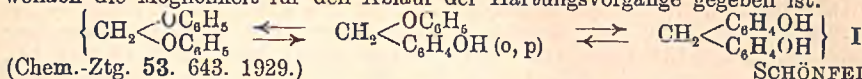


einmal rein o-, das andere Mal rein p-substituiert, prakt. darstellbar sind, dürften in beiden Fällen Gemische vorliegen. Den Novolacken ähnlich verhält sich das *Schwefel-Phenolharz*. Bei der Schwefelung der Phenole treten mehr oder weniger große Mengen S in den Kern unter gleichzeitiger Polymerisation der Sulfide, die durch das Schema III veranschaulicht werden. Erst bei genügendem Alkaligeh. u. unter Zers.-Erscheinungen spaltet auch dieses Harz W. ab u. wird allmählich unl. u. unschmelzbar. Der leichte Übergang in einen Zustand C, wie beim Bakelit, fehlt hier wie beim Novolack ganz. Diese Formulierung stimmt mit den Eigg. der Bakelitharze u. den beobachteten Erscheinungen während ihrer Herst. besser überein, als die RASCHIGsche Formel. (Chem.-Ztg. 53. 493—94. 1929. Riga u. Zürich.) SCHÖNFELD.

Johannes Schreiber, *Zur Konstitution der Kunstharze*. Die von BLUMFELDT vorgeschlagene Formulierung des Bakelitprozesses (vgl. vorst. Ref.) kann keinen Anspruch erheben, das Problem erfaßt zu haben. Bei der Kondensation von Phenolen mit CH₂O in Ggw. von Säuren entstehen „*Novolacke*“, in Ggw. von Alkalien bilden sich „*Resole*“, die beim Erhitzen in „*Resite*“ übergehen, zu denen das *Bakelit C* gehört. Die *Novolacke* stellen Gemische von Methylenethern der Phenole bzw. deren Umwandlungsprodd. dar (I). Für die *Resole* kommen als Hauptbestandteile Phenolalkohole in Betracht. Maßgebend erscheint die aus folgenden 3 Grundprozessen ableitbare Rk.-Folge:



Diese einfachen Umsetzungen führen zu Prodd., welche polymerisierbar sein müssen, wonach die Möglichkeit für den Ablauf der Härtungsvorgänge gegeben ist.



(Chem.-Ztg. 53. 643. 1929.)

SCHÖNFELD.

Hans Lebach, *Zur Konstitution der Kunstharze*. Der Beweis, daß *Bakelit C* in fester Bindung enthält, läßt sich wie folgt erbringen (vgl. BLUMFELDT, vorvorst. Ref.). *Bakelit C* wurde mit A. u. mit Bzl. extrahiert u. dann trocken bis zur Verkockung dest. Das Destillat enthielt Kresol, das mit CH_2O zu *Bakelit C* kondensiert werden konnte. Die Unters. beweist die Ggw. von O u. die Verkettung der einzelnen Moll. durch CH_2 -Gruppen. (Chem.-Ztg. 53. 643. 1929.)

SCHÖNFELD.

A. E. Blumfeldt, *Zur Konstitution der Kunstharze*. Vf. hält es für verfrüht, zu den Anschauungen SCHREIBERS (vorvorst. Ref.) Stellung zu nehmen, solange er nicht den Polymerisations- u. Kondensationsvorgang der Resole an Hand seiner Formeln erläutert hat. (Chem.-Ztg. 53. 643. 1929.)

SCHÖNFELD.

Robert Freund, *Kann der Schellack für Holzpolituren durch Celluloselack ersetzt werden?* Celluloselack kann ebensowenig wie Schellack sofort eine beständige Politur ergeben. Der Auftrag des ersteren in dickerer Schicht gibt einen Ausgleich dadurch, daß die Porenvertiefungen durch „Nachfließen“ ausgefüllt werden. (Farben-Ztg. 35. 653—54. 28/12. 1929. Hamburg.)

KÖNIG.

Harry E. Hofmann und **E. W. Reid**, *Celluloseacetatlacke*. Kurze Zusammenfassung der Vorgesichte der heutigen Celluloseacetatlacke u. deren Herst. Lösungs- u. Verdünnungsmittel; deren Eigg. in Tabellen. Weichmacher u. Harze, Vorschriften. Graph. dargestellte Löslichkeit des Acetats u. andere Eigg. Prakt. Angaben zur Herst. von Lacken u. Einverleibung von Pigmenten. (Ind. engin. Chem. 21. 955—65. Okt. 1929. Pittsburgh [Pa.].)

KÖNIG.

Oscar Heim, *Bestimmungsmethode für Harze und Fettsäuren*. Erprobte Methode zur quantitativen Trennung durch eine modifizierte WOLFF-Methode, die für Lacke, Firnisse, Seifen usw. anwendbar ist. Vf. empfiehlt, statt die Esterifizierung zu wiederholen, sie in einer Art durchzuführen, daß eine harte u. spröde Harzfraktion erhalten wird; im öligen Anteil werden dann die esterifizierten Harzsäuren isoliert u. bestimmt. (Paint, Oil chem. Rev. 88. Nr. 26. 12. 26/12. 1929.)

KÖNIG.

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel (Erfinder: **A. Gams** und **G. Widmer**), *Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukte*. (Schwed. P. 62 338 vom 18/2. 1926, ausg. 8/2. 1927. Schwz. Prior. 10/3. 1925. — C. 1927. II. 983 [E. P. 249 101].)

M. F. MÜLLER.

Fritz Pollak, Wien, übert. von: **Kurt Ripper**, Wien, *Herstellung von Harnstoff-Formaldehyd-Kondensationsprodukten*. (A. P. 1 734 693 vom 20/3. 1924, ausg. 5/11. 1929. Oe. Prior. 31/3. 1923. — C. 1925. II. 785 (Oe. P. 99 415].)

M. F. MÜLLER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Darstellung von Kunstharzen aus Phthalsäure oder -anhydrid und Pentaerythrit* oder den harzartigen Nebenprodd., die bei der Herst. von Pentaerythrit anfallen. — 31 kg *Pentaerythrit* u. 69 kg *Phthalsäureanhydrid* werden bei 140° unter Ersatz des sublimierten Anhydrids verschmolzen bis die Sublimation aufhört. Das Harz ist in A. u. Aceton l. durch Erhitzen auf höhere Temp., z. B. auf 180°, bis die W.-Dampf-Entwicklung aufgehört hat, werden höher schmelzende unl. Prodd. erhalten. (F. P. 671 208 vom 11/3. 1929, ausg. 10/12. 1929.)

M. F. MÜLLER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von Kunstharzen*. Alkylaryläther der allgemeinen Zus. $\text{C}_6\text{H}_3(\text{OR})^1 \cdot (\text{R}')^3 \cdot (\text{R}'')^5$, worin R u. R' gleiche oder verschiedene Alkylgruppen, R'' Alkyl oder H, werden mit *Rohnaphtha* (I) in Ggw. polymerisierender wirkender Mittel (ausgenommen AlCl_3), wie SnCl_4 , Borfluoressigsäure, H_2SO_4 , kondensiert. — Z. B. wird I (Kp. 160—185°) mit 54% Cumarongeh. mit *m-Xylylmethyläther* (H) in Ggw. von SnCl_4 kondensiert, die Rk.-M. mit Xylol verd., CaO zugesetzt, die Mischung filtriert, die Harzlg. eingengt. — Ein Gemisch von rohem *Solventnaphtha* u. *m-Kresylmethyläther* wird unter Rühren mit geschmolzenem kristallisiertem FeCl_3 versetzt, die Rk.-M. mit gereinigtem *Solventnaphtha* verd., filtriert, das Filtrat mit Fullererde u. CaO behandelt, filtriert u. eingengt. — *Solventnaphtha*

wird in durch Methylierung von 55% m-Kresol enthaltendem Rohkresol erhaltenem Methyläthergemisch gel. u. *Borfluoressigsäure* unter Rühren eingetragen. — Rohe *Solventnaphtha* (Kp. 163—182°), phenolfrei, mit 52% Cumaron- u. Indengeh. wird mit II gemischt, Borfluoressigsäure eingetragen, mit Xylol verd., mit CaO oder Ba(OH)₂ behandelt. Die Kondensation gelingt auch mit H₂SO₄, ferner SbCl₅. — Die Prodd. sollen zur Herst. von *Celluloseesterlacken* oder *plast. Massen* Verwendung finden. (E. P. 314 810 vom 1/7. 1929, Auszug veröff. 28/8. 1929. Prior. 2/7. 1928.)

ALTPETER.

Resan Kunstharzfabrik Akt.-Ges., Wien, *Kunstmassen*, insbesondere aus *Kunstharz* u. *Galalith*. Man vereinigt verschieden gefärbte Schichten mittels eines geeigneten Klebstoffes zu einem Block, zerschneidet den Block quer zur Schichtung in Platten u. vereinigt diese wiederum zu Blöcken, wobei gleichfarbige Schichten gegeneinander versetzt sind. Solche Blöcke können nochmals quer zur Schichtung in Platten zerschnitten u. die Platten zu Blöcken zusammengesetzt werden, die dann auf allen Flächen schachbrettartig oder ähnlich gemustert sind. (Oe. P. 113 683 vom 2/8. 1927, ausg. 25/6. 1929.)

SARRE.

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: W. E. Lawson Amerika, *Überzugsmassen* aus polymerisierten *Vinylverbb.* u. trocknenden Ölen. Es eignen sich hierfür *Vinylchlorid*, besonders das α oder acetonl. polymere, *Vinylacetate*, *Propionate* oder *Butyrate* u. die trocknenden Öle mit einer Jodzahl von 100 u. mehr, u. ganz besonders die, deren Jodzahl über 140 liegt. Bevorzugt werden geblasene Öle. Lösungsmm. Pigmente, Weichmachungsmittel können zugefügt werden. (E. P. 312 344 vom 3/4. 1929, Auszug veröff. 17/7. 1929. Prior. 26/5. 1928.)

ENGEROFF.

Lonza Elektrizitätswerke und Chemische Fabriken Akt.-Ges., Basel, *Lackieren mit Celluloseester enthaltenden Lacken*. Nach erfolgtem Lackaufstrich werden die letzten Anteile des im Lackfilm verbleibenden, schädlich wirkenden Lösungsm. z. B. mittels w. Luftstrom oder durch Abspülen mit w. W. entfernt. (Schwz. P. 130 789 vom 15/7. 1927, ausg. 1/3. 1929.)

THIEL.

Louis Bonnet, Frankreich, *Überzugs- und Anstrichmittel mit Perlmutterglanz*, bestehend aus einem Lack, dem *Glimmerpulver* zugesetzt worden ist, das nach dem Waschen in einer oxydierenden Atmosphäre auf 850° erhitzt worden ist. Die Gegenstände werden mit diesem Lack überstrichen. (F. P. 670 044 vom 11/6. 1928, ausg. 23/11. 1929.)

M. F. MÜLLER.

XII. Kautschuk; Guttapercha; Balata.

N. Beumée-Nieuwland, *Die Koagulation von Hevea-Latex*. Vf. kommt zu folgender Vorstellung von Latex: Die Kautschukkügelchen sind in einer Eiweißemulsion suspendiert u. besitzen eine lipide Wand u. viscosen Inhalt. Bei der gewöhnlichen Koagulation, wobei $p_H = 4,8$ wird, kann man sich vorstellen, daß das Eiweiß ausfloekt unter Bldg. eines Gels, worin die Kügelchen gefangen bleiben. Nach der Unters. von RONA u. DEUTSCH (C. 1926. II. 172) wird der isoelekt. Punkt des Lecithins sehr durch das gleichzeitig vorhandene Eiweiß beeinflusst, weshalb wahrscheinlich auch der lipide Stoff bereits bei dem niedrigen p_H ausgefloekt wird. Das dann noch bleibende hydrophobe Sterin kann nun leicht durch die Salze ausgefloekt werden. Der Inhalt der Kügelchen ist darauf nicht mehr geschützt, sondern bleibt zwischen den Gelen aufgeschlossen. Diese letztere Ausfloekung ist irreversibel, u. der Grund, daß die Koagulation nicht mehr rückgängig zu machen ist. (Arch. Rubbercultuur Nederl.-Indië 13. 555—65. [566—67.] Okt. 1929. Buitenzorg.)

GROSZFELD.

Werner Esch, *Der Beschleuniger „Tuads“ und seine Nachahmungen*. Das Tetramethylthiuramdisulfid ist unter dem Namen *Tuads* als Ultrabeschleuniger eingeführt. Es wird zusammen mit ZnO u. S angewandt. Zusatz von Stearinsäure wirkt beim Mischen erweichend, verstärkt aber die Vulkanisate. Zuweilen werden auch Diphenylguanidin oder Anilinöl hinzugesetzt. Kleine Mengen PbO verändern die Vulkanisationskurve erheblich u. verhindern das Anbrennen der Mischungen auf den Walzen. Das vermeidet man am besten, indem man eine Stammischung von Kautschuk u. Tuads 10:1 herstellt u. davon erst kurz vor der Weiterverarbeitung der Hauptmischung die nötige Menge zufügt. Als Nachahmung wird in Amerika das Monosulfid hergestellt u. unter dem Namen *Monex* oder *Thionex* in den Handel gebracht. Die Wrkg. des Disulfids ist aber in vielen Fällen besser als die des Monosulfids + der entsprechenden Menge S. Das Tetraäthylthiuramdisulfid ist unter dem Namen *Vulkafor VII* im

Handel. In Deutschland wird das Methylderiv. unter dem Namen *Thiuram* auf den Markt gebracht. — Nach den Angaben der Prospekte werden die Eigg. von Tuads u. Thiuram verglichen; danach ist Tuads wirksamer. — Es muß davor gewarnt werden, zuviel Beschleuniger u. zu wenig S zu nehmen. — Ferner wird auf fehlerhafte Angaben in älteren Druckblättern über *Vulkacit* hingewiesen. (Kautschuk 4. 255—58. Nov. 1928.)

KROEPELIN.

W. F. O. Pollett und T. J. Drakeley, *Kaoline als Kautschukfüllstoffe*. I. *Einleitung und Einfluß auf die Vulkanisationsgeschwindigkeit*. (Vgl. hierzu C. 1929. I. 3041.) Die vorstärkende Wrkg. von feinem Kaolin u. seine Eigenschaft, gewisse organ. Farbstoffe zu fixieren, lassen ihn als einen wertvollen Kautschukfüllstoff erscheinen. Vergleichende Unterss. von sechs Sorten von Kaolin mit zwei Gasrußsorten sollen über das Verh. in der Mischung Aufschluß geben. Zu einer mit *Diphenylguanidin* beschleunigten Grundmischung (100 heller Crepe, 5 ZnO, 4 S, 1 Diphenylguanidin), die gegen Vulkanisationsschwankungen ziemlich unempfindlich ist, werden steigende Gewichtsmengen Kaolin gegeben u. die entsprechenden optimalen Heizungen ermittelt. Einige Kaolinsorten wirken beschleunigend, während die beiden zum Vergleich herangezogenen Gasrußsorten die Erreichung des Optimums deutlich verzögern. Die beschleunigende Wrkg. ist als eine Funktion des Alkaligeh. anzusprechen. (India Rubber Journ. 77. 973—74. 29/6. 1929.)

FROMANDI.

W. F. O. Pollett und T. J. Drakeley, *Kaoline als Kautschukfüllstoffe*. II. *Der Einfluß auf die Zerreißfestigkeit*. (I. vgl. vorst. Ref.) Ein Vergleich der Festigkeitswerte, deren Ermittlung im Sommer u. im Winter erfolgte, ist wegen der durch den Einfluß der Temp. bedingten Schwankungen nicht ganz zulässig. Mit von 10 zu 10 bis zu 70% steigenden Gewichtsteilen Kaolin — auf den Kautschuk berechnet — erfährt die Festigkeitskurve eine für die Verstärkung typ. Verschiebung in Richtung auf die Zugachse. Das Maximum der Verstärkung erreicht die feinste Kaolinsorte (Stockalite) bei einem Volumprozentgeh. von 11%. Stockalite stellt ein besonders hochwertiges Prod. dar, dessen Aufbereitung kurz beschrieben wird. Gewöhnliche, nicht besonders bearbeitete Kaoline zeigen keine wesentliche Verstärkerwrkg. (India Rubber Journ. 78. 27—28. 6/6. 1929.)

FROMANDI.

W. F. O. Pollett und T. J. Drakeley, *Kaoline als Kautschukfüllstoffe*. III. *Ihre Verstärkerwirkung*. (II. vgl. vorst. Ref.) Charakterist. für eine Verstärkung ist auch die Erhöhung der elast. Energieaufnahme mit steigendem Kaolingeh. (untersucht am Stockalite), deren Maximum bei ungefähr 12 Vol.-% liegt. Im Gegensatz zum Gasruß sinkt die Verstärkung der Kaoline bei höherem Volumzusatz. (India Rubber Journ. 78. 61—62. 13/6. 1929.)

FROMANDI.

W. F. O. Pollett und T. J. Drakeley, *Kaoline als Kautschukfüllstoffe*. IV. *Der Einfluß auf die Gestalt der Zugdehnungskurve*. (III. vgl. vorst. Ref.) Die Kurvenneigung (slope), eine Funktion der Kurve, die über den inneren Wert eines Vulkanisats bzw. über die Wrkg. der Füllstoffe einen befriedigenden Aufschluß gibt, wird von den Kaolinen charakterist. beeinflusst. Bei gleichem Vol.-Zusatz ist die Erhöhung der Strammheit bei Gasruß größer als bei Kaolin. (India Rubber Journ. 78. 99—100. 20/7. 1929.)

FROMANDI.

W. F. O. Pollett und T. J. Drakeley, *Kaoline als Kautschukfüllstoffe*. V. *Der Einfluß auf die Widerstandsenergie*. (IV. vgl. vorst. Ref.) Die Kaoline erhöhen die Widerstandsenergie der Grundmischung in nahezu gleichem Maße, aber nicht so stark wie der Gasruß bei gleichem Volumprozentgeh. Ein Zusatz von Stearinsäure hat auf die Werte für Kaolin keinen Einfluß, während er bei Gasruß stark in Erscheinung tritt. Bei der Ermittlung der ΔA -Funktion nach WIEGAND zeigt Stockalite den höchsten Wert, der nur von einem Gasruß mit Stearinsäure übertroffen wird. Ein kleiner Zusatz von Na₂CO₃ zur Grundmischung mit 30% Stockalite beeinflusst die physikal. Eigg. nicht wesentlich. (India Rubber Journ. 78. 140—41. 27/7. 1929.)

FROMANDI.

C. Olin North, *Beeinflussung der Laufflächenabnutzung durch wachsende Zusätze von Stearinsäure*. Es wurden Laufflächenmischungen mit wachsenden Mengen Stearinsäure (bis 30%) auf der GRASELLI-Abnutzungsmaschine geprüft. Die gemessene Abnutzung fiel ständig bis zu einem Geh. von 10% Säure; dann blieb sie bis 15% gleich hoch u. stieg dann wieder an. Entsprechende Verss. mit Paraffin ergaben ähnliches. Die Ursache für das absurde Ergebnis ist, daß die Stearinsäure an der Oberfläche der Proben in geringem Maße ausblüht u. durch Schmierung die Reibung

vermindert. Man muß also die Abnutzung durch Fahrverss. bestimmen. (Ind. engin. Chem. 21. 725—26. Aug. 1929. Nitro [W. Va.], Rubber Service Laboratories.) KROEP.

Jean Baer, Uster, Schweiz, *Elastische, kautschukartige Körper*. Man läßt auf ein Gemisch von CH_2O mit Äthylendichlorid, Methylendichlorid, Äthylendibromid oder Methylendibromid Schwefel oder schwefelabgebende Stoffe in Polysulfidform bei gewöhnlicher oder erhöhter Temp. einwirken. (Schwz. P. P. 132 512, 132 513, 132 514 und 132 515 vom 15/10. 1927, ausg. 1/7. 1929. Zus. zu Schwz. P. 132 322; C. 1929. II. 3590.) FRANZ.

W. Blunden, London, *Elastische Bänder usw.* Man imprägniert streckbare Gewebe, wie Krepp, mit einer dünnen Kautschuklsg. unter solchen Bedingungen, daß ein Verschließen der Zwischenräume nicht eintritt. Der Stoff dient zur Herst. von Strümpfen, Bandagen usw. (E. P. 314 727 vom 17/9. 1928, ausg. 25/7. 1929.) FRANZ.

Anton Boerder, Cleveland, Ohio, *Form zur Herstellung von Kautschukreifen*. Die Vulkanisierform erhält einen Überzug aus Zirkon, die Kautschukgegenstände lassen sich ohne zu haften, leicht herausnehmen. (A. P. 1 735 916 vom 30/6. 1928, ausg. 19/11. 1929.) PANKOW.

Harzer Achsenwerke G. m. b. H., Bornum a. Harz und **Fritz Ahrens**, Deutschland, *Kautschuk auf Metall*. (F. P. 666 148 vom 20/12. 1928, ausg. 27/9. 1929. D. Prior. 21/12. 1927 u. 14/6. 1928. — C. 1929. I. 2479 [E. P. 302935].) FRANZ.

XIII. Ätherische Öle; Riechstoffe.

W. I. Warentzew, *Oleonaphtha als Adsorbens für ätherische Öle aus Destillationswässern*. Die Rückgewinnung der bei der Wasserdampfdest. der äth. Öle im Kondensat verbleibenden Öreste läßt sich durch Waschen mit Oleonaphtha gut durchführen. (Journ. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyschlenosti] 6. 966—67. Juli 1929.) SCHÖNFELD.

—, *Cymbopogonöle aus Indien*. 1. Öl von *Cymbopogon clandestinus Stapf*. Klar, hellgelb, Geruch an Ingwergrasöl erinnernd, aber stärker nach Carvon. D_{15}^{15} 0,9319, $n_D^{20} = 1,495$, $[\alpha]_D = +45,96^\circ$, SZ. 3,0, EZ. 11,3, nach Acetylierung 167,1, Aldehyde u. Ketone 18%, l. in 2,1 Voll. 70%ig. A. bei 15°. Die Konstanten sind denen des Ingwergrasöls ähnlich. Das Öl könnte mit diesem konkurrieren. — 2. Öl von *Cymbopogon nov. Sp.* Klar, hell gelblichbraun, ziemlich viscos, Geruch etwas an Ingwergrasöl erinnernd. D_{15}^{15} 0,9734, $n_D^{20} = 1,497$, $[\alpha]_D = -48,67^\circ$, SZ. 4,9, EZ. 10,7, nach Acetylierung 178,1, Aldehyde u. Ketone 11%, l. in 1,8 Voll. 70%ig. A. bei 15°. Das Öl gleicht, von der höheren D. u. der entgegengesetzten Drehung abgesehen, dem vorigen. (Bull. Imp. Inst. London 27. 458—60. Jan.) LINDENBAUM.

Elemér Kopp, *Das rumänische Korianderöl*. Rumän. Koriandersamen liefert 0,4—0,9% äth. Öl von sehr verschiedener Farbe. Unters. einer Reihe von Ölen führt zu folgenden Konstanten: D. 0,870—0,888, $\alpha_D = +8$ bis $+13^\circ$, $n_D = 1,463$ — $1,476$, SZ. 2,2—5,0, EZ. 3,0—30,7, Acetylzahl (auf n. Wege) 163,3—182,1, Linaloolgeh. nach BOULEZ 60—74%, teilweise in Abweichung von den bisher allgemein angenommenen Werten. Ganz andere Zus. hat das Öl der blühenden, grünen Pflanzen: D_{15} 0,872, $\alpha_D = +0,9^\circ$, $n_D^{20} = 1,4574$, SZ. 17,0, EZ. 35,5, Acetylzahl 249,9, daraus berechneter Linaloolgeh. 81,7%, in 20 Teilen 70%ig. A. noch nicht l. Dieses Öl war gelblich-grün u. roch unangenehm nach Wanzen. (Pharmaz. Zentralhalle 70. 789—91. 12/12. 1929. Klausenburg, Heilpflanzen-Vers.-Stat.) HERTER.

Heinrich Walbaum und Anton Rosenthal, *Beitrag zur Kenntnis des japanischen Pfefferminzöls*. (Journ. prakt. Chem. [2] 124. 63—66. Dez. 1929. — C. 1930. I. 447.) LINDENBAUM.

Heinrich Walbaum und Anton Rosenthal, *Über das ätherische Öl der grünen Veilchenblätter*. (Journ. prakt. Chem. [2] 124. 55—62. Dez. 1929. — C. 1930. I. 298.) LINDENBAUM.

Heinrich Walbaum und Anton Rosenthal, *Über die Prüfung der Blütenextrakte. I.* (Journ. prakt. Chem. [2] 124. 67—79. Dez. 1929. — C. 1930. I. 448.) LINDENBAUM.

Heinrich Walbaum und Anton Rosenthal, *Prüfung des Resedaeextraktöls auf Schwefelverbindungen*. (Journ. prakt. Chem. [2] 124. 80. Dez. 1929. — C. 1930. I. 299.) LINDENBAUM.

XV. Gärungsgewerbe.

P. Leone, *Widerstandsfähigkeit der verschiedenen Cellulosearten gegen Verzuckerung*. Es werden verschiedene Cellulose Typen nach bekannten Methoden aus derselben Art reiner Baumwolle durch Einw. verschiedener saurer, alkal., oxydierender, lösender Reagenzien hergestellt, u. der Verzuckerung durch konz. Säuren, immer unter denselben Bedingungen, unterworfen. Die Verzuckerung wird nach LEONE u. NOERA (C. 1928. II. 1274) ausgeführt: 4 g Cellulose werden mit 50 ccm der Salzsäurelsg. (vorzugsweise 35—37%ig.) versetzt, mit Korkstopfen verschlossen u. 48 Stdn. sich selbst überlassen. Dann wird geöffnet, zum Liter aufgefüllt u. im Autoklaven $\frac{1}{2}$ Stde. auf 120° erhitzt. Nach dem Abkühlen u. Filtrieren wird das Red.-Vermögen bestimmt. — Bei anderen Verss. wird mit Schwefelsäure im Autoklaven 2 Stdn. auf 160° erhitzt. Es ergibt sich folgendes: *Cellulosehydrate* zeigen geringen Widerstand gegen Verzuckerung, am leichtesten zu verzuckern sind die *Cellulosehydrate*, die aus Celluloseester enthaltenden Lsgg. ausgefällt sind. Es folgen die aus indifferenten Lsgg. ausgefallenen, u. schließlich die mercerisierten Cellulosen, die im Mittel die doppelte Glucosemenge wie natürliche Cellulose ergeben. Die Wrkg. von Alkalilauge beginnt bei Konz. von über 10%, steigt schnell bis 16—18%, um dann langsamer anzusteigen. Analog verhält sich im allgemeinen *mercerisierte Cellulose*. Die mit Salzlsgg. (KJ, ZnCl₂) gewonnenen *Cellulosehydrate* verhalten sich bei der Verzuckerung wie natürliche Cellulose. *Hydrocellulose* zeigt mehr oder weniger dieselbe Widerstandsfähigkeit gegen Verzuckerung wie natürliche Cellulose, es sind merkliche Schwankungen bei den verschiedenen Typen vorhanden. Eine Bestätigung dafür gibt die Tatsache, daß *Hydrocellulosehydrat* dieselbe Menge Glucose liefert wie mercerisierte Cellulose. Wenn das verzuckernde Agens Schwefelsäure ist, so vermehrt erhöhter Druck etwas die Ausbeute an Glucose bei Hydrocellulose. Bei Salzsäure dagegen ist Erhöhung der Temp. u. des Druckes kaum von Einfluß, u. in gewissen Fällen (*Hydrocellulosehydrat*) ist sogar beträchtliche Verminderung der Glucoseausbeute zu bemerken (Zers.). In jedem Falle gibt *Cellulosehydrat* die größten Mengen an Glucose. — Die *Oxycellulosen* hydrolysieren sich etwas leichter als natürliche Cellulose, aber ihr Verh. bei der Hydrolyse ist ein Beweis für ihre nichthomogene Konst. Sie sind zum Teil l. in Alkali, u. der aus den alkal. Lsgg. ausgefallene Teil hydrolysiert sich leichter als der unl., aber immer noch weniger leicht als aus seinen Lsgg. ausgefallenes *Cellulosehydrat*. — Zinkchlorid hat beträchtlichen Einfluß auf die Verzuckerung der Cellulose, auch auf mercerisierte Cellulose, u. sein Einfluß ist bei weitem größer als die Wrkg. der Mercerisation selbst. Bei der Verzuckerung durch Schwefelsäure unter Druck sind die aus allen Hydrolysen, einschließlich des unl. Teils, erhaltenen Daten größer als die aus den filtrierten Lsgg. erhaltenen, wodurch bewiesen ist, daß ein großer Teil des Unlöslichen aus partiell hydrolysiertem Prod. mit reduzierenden Eigg. besteht. (Annali Chim. appl. 19. 432—43. Okt. 1929. Palermo, Techn. Hochsch.) FIEDLER.

Joh. Dehnicke, *Der schwarze Schimmelbefall des Grünmalzes, sein Einfluß auf die Diastasebildung und seine Bekämpfung*. Der Befall tritt erst nach etwa 9-tägiger Führung auf der Tenne ein. Durch Waschung des Grünmalzes mit W. läßt sich der Schimmel zum größten Teil entfernen; die Keimfähigkeit ist aber dann gering, u. es läßt sich für Mälzereizwecke nicht mehr verwenden. Der schwarze Schimmel hemmt die Diastasebildung im Wachstum auf der Tenne, oder vernichtet die bereits gebildete Diastase. Ist die Gefahr des schwarzen Schimmels erkannt worden, dann muß das Grünmalz möglichst jung, als Kurzmalz, nach 8—9-tägiger Führung zur Verarbeitung kommen. Zur Bekämpfung des Schimmels eignen sich Schwefelsäure, Montanin u. Formalin. Die Zusätze erfolgen am besten im 2. Weichwasser, u. zwar von konz. H₂SO₄ von 66° Bé u. Montanin etwa 20 ccm, von Formalin (35—40%ig. Lsg.) bis 200 ccm auf je 1 hl Weichwasser, doch dürften von letzterem meist 30—40 ccm in den meisten Fällen ausreichen. (Ztschr. Spiritusind. 53. 1—2. 2/1.) FRIESE.

P. Marsais, *Die Blaufrüfung der Champagnerweine*. Beschreibung dieses meist infolge von Pilzkrankungen der Trauben auftretenden Weinfchlers u. dessen Verhütung bzw. Beseitigung durch geeignete Kellereibehandlung. (Bull. Assoc. Chimistes Sucr. Dist. 46. 534—38. Dez. 1929. Institut nationale Agronomique.) GROSZFELD.

—, *Die Erzeugung von Muskatellerschamwein in heißen Gegenden*. Beschreibung der Herst., die bei den N-reichen span. Mosten mit hohem Geh. an Fermenten weniger leicht ist: Die Moste der Presse werden leicht sulfithisiert, mit Klärerde behandelt, dann unter Zusatz von 12—15 g Tannin u. 15 g Gelatine je hl umgeschüttelt, worauf

die Klärstoffe mit dem größten Teil der Fermente u. N-Verbb. im Schaum abgeschieden werden. Der dann filtrierte Most kommt in leicht geschwefelte Fässer, um eine langsame Gärung zu erzielen. Der Most wird 5—6 Tage in kühlen Räumen gehalten, der Bodensatz entfernt, u. kommt dann in Druckflaschen, die unter Verschluss 1 Jahr gelagert u. dann umgefüllt oder, wie in der Champagne, weiter behandelt werden. Die erhaltenen Schaumweine kommen den klass. Muskatellerschaumweinen sehr nahe. (Internat. landwirtsch. Rdsch. 20. I. Teil. 458—60. Nov. 1929.) GROSZFELD.

O. Reichard, *Über die Aufgaben des Chemikers beim Schönen mit Kaliumferrocyanid*. Ausführliche Beschreibung der Vorprüfung des Weines auf Voraussetzungen für diese Schöpfung, Best. der notwendigen Menge $K_4Fe(CN)_6$ u. Nachprüfung des Weines nach vollzogener Schöpfung. Wiedergabe u. 16 Lichtbilder für mkr. Trub- u. Hefounterss. (Ztschr. Unters. Lebensmittel 58. 488—505. Okt. 1929. Speyer a. Rh., Kreisuntersuchungsamt.) GROSZFELD.

J. Ribéreau-Gayon, *Schnellbestimmung des Eisens in Weißweinen*. (Ann. Falsifications 22. 522—24. Nov. 1929. — C. 1929. II. 1484.) GROSZFELD.

Paul Hirsch und Karl Richter, *Die Stufentitration der wichtigsten in Obst und Wein vorkommenden organischen Säuren mittels Indicatoren*. Die Anwendung der θ -Funktion (vgl. TILLMANS, C. 1929. I. 704) auf die sogenannten Obstsäuren Bernsteinsäure, Apfelsäure, Weinsäure, Citronensäure u. Milchsäure lieferte bei Titration einer der Obstsäuren neben ihrem Salz oder von Säurepaaren brauchbare Werte. Zur Vermeidung von Salzfehlern, deren Einfluß erörtert wird, wurde mit Vorteil Zusatz von NaCl benutzt, so daß die zu titrierende Lsg. u. die Pufferlsg. $\frac{1}{5}$ ihrer Endvoll. bei Zimmertemp. gesätt. NaCl-Lsg. enthielten. Das Indicatorenverf. ist weniger genau als das elektrometr. Die Genauigkeit ist um so kleiner, je näher die θ -Kurven der betreffenden Säuren beieinander liegen. Besprechung einiger bei prakt. nahrungsmittellehem. Unterss. eintretenden Schwierigkeiten. (Ztschr. Unters. Lebensmittel 58. 433—48. Okt. 1929. Frankfurt a. M., Univ.) GROSZFELD.

R. Morelod, *Untersuchung über Trockenbeerweine*. Ausführliche Darst. des Gebietes, so der für Schweiz u. Griechenland gültigen gesetzlichen Bestst., Zus. der griech. Weine, Bezeichnungen, Prüfungsverf., besonders auf Rosinenweine, Analysentafeln. Vf. fordert für n. Weine: Keine Fluorescenz im Ultralicht, keine Rotfärbung mit Resorcin-HCl (FIEHES Rk.) unter 0,5 g/l Saccharose, keine Dunkelblaufärbung mit Ammoniummolybdat. Vf. berichtet über Unterss. von 132 Weißwein- u. 54 Rotweinproben. (Ann. Falsifications 22. 524—42. Nov. 1929. Vallorbe-Gare, Schweiz.) GROSZFELD.

H. C. S. Snethlage, *Über den Nachweis und die Bestimmung von Ameisensäure und Formaldehyd in Essigsäure und dergleichen*. Zusammenstellung einer empfehlenswerten Arbeitsvorschrift auf Grund der Angaben in GROSZFELDS Anleitung zur Unters. der Lebensmittel. Noch 0,01% Ameisensäure ließen sich nachweisen. Vf. hält auch eine angenäherte colorimetr. Best. von Ameisensäure u. Formaldehyd für möglich u. regt zu Verss. hierüber an. (Chem. Weekbl. 26. 611—12. 21/12. 1929. Assen.) GD.

Fleischmann Co., Ohio, übert. von: **John Hasling jr.**, Baltimore, Maryland, *Gewinnung von Hefe durch Züchtung in einer Hefenährmittellsg., die durchlüftet wird*, bis die Saathefe sich um ca. 50% erhöht hat. Darauf wird ein Drittel der Fl. abgezogen, die Hefe abgetrennt u. eine entsprechende Menge frische Hefenährlsg. zugesetzt. (A. P. 1 722 746 vom 30/12. 1924, ausg. 30/7. 1929.) M. F. MÜLLER.

Fleischmann Co., Ohio, übert. von: **Fred Ransohoff**, *Gewinnung von Backhefe durch Züchtung in einer Hefenährlsg. unter Durchlüftung u. unter zeitweiligem Zusatz von A. in solcher Menge, wie ohne Schädigung der Hefe von dieser aufgenommen wird*, z. B. von insgesamt 10% 25%ig. wss. A. der Nährlsg.-Menge. Die zeitweise vorhandene Menge an A. beträgt dabei 1,5 bis 2%. Dadurch wird eine höhere Ausbeute an Hefe gewonnen. (A. P. 1 722 858 vom 19/1. 1922, ausg. 30/7. 1929.) M. F. M.

Fleischmann Co., New York, übert. von: **Ejnar Alfred Meyer**, Clifton, Bristol, *Gewinnung von Hefe*. (A. P. 1 724 952 vom 30/4. 1927, ausg. 20/8. 1929. E. Prior. 4/5. 1926. — C. 1928. I. 429 [E. P. 275 328].) M. F. MÜLLER.

Witold Kraszewski und Kazimierz Monikowski, Polen, *Verfahren zur Konservierung von Preßhefe und Herstellung von Trockenhefe mit Hilfe von Aluminiumhydroxyd oder Aluminiumsalzen*. Kolloides $Al(OH)_3$ vermag das pH der Hefe längere Zeit auf gleicher Höhe zu erhalten, wodurch die Beständigkeit wie auch die Gärkraft der Hefe erhöht wird. (Poln. P. 9 816 vom 7/7. 1927, ausg. 25/3. 1929.) SCHÖNFELD.

Albert François Cavelier-Trannoy, Frankreich, *Verfahren zum Absüßen von Weinen und anderen zuckerhaltigen Getränken* u. zur Verhinderung der Nachgärung durch Vorbehandlung des Mostes mit Luft oder O₂ zwecks Absättigung damit, ferner durch ein rasches Aufzehrenlassen der in dem Most enthaltenen Nährstoffe durch die Fermente u. Hefen u. durch nachfolgende Sterilisation. (F. P. 670 652 vom 1/3. 1929, ausg. 2/12. 1929.)
M. F. MÜLLER.

XVI. Nahrungsmittel; Genußmittel; Futtermittel.

W. Clayton, *Der Kolloidbegriff und seine Bedeutung für den Lebensmittelchemiker*. III. *Grahams kolloide Kohlenhydrate*. (II. vgl. C. 1929. II. 2121.) Es werden die kolloiden Eigg. von Stärke, Dextrin u. Agaragar geschildert. (Food Manufacture 4. 350. Dez. 1929. London, Messrs. CROSSE and BLACKWELL, Ltd.) GROSZFELD.

P. Martell, *Über Trockeneis*. Besprechung der Vorteile des neuen Kühlmittels (festes, in Blöcke gepreßtes CO₂), das in Amerika besonders zur Kühlung von Eisenero beim Versand dient; die Vorteile sind Raum- u. Gewichtsersparnis, leichte Temp.-kontrolle, gleichmäßige Kälteverteilung, große Sauberkeit durch Fortfall des Schmelzwassers. Ersparnis an Fracht u. Löhnen, Desinfektionswrkg. des CO₂. Nachteile z. B. höherer Preis, Entw. von CO₂ u. dadurch u. U. mögliche Giftwrkgg., Herstellbarkeit nur in großen Anlagen. (Fischwirtschaft 5. 184—89. Dez. 1929. Berlin.) GROSZFELD.

C. Massatsch, *Beitrag zur Frage der Unschädlichkeit von Aluminiumgeschirr*. Nach den Verss. wirken weiche Wässer auf Al aggressiver als z. B. das harte Berliner Leitungswasser, in allen Fällen, selbst bei stundenlangem Kochen, gehen nur wenige Milligramm Al in Lsg., das dann im Kesselstein wieder ausfällt. Von diesem wurden aus 278 Litern Leitungswasser 25 g mit 6% Al₂O₃ erhalten. *Fütterungsverss.* damit durch **Stuedel** an Ratten u. Hunden über 100 Tage ergaben keinerlei gesundheitliche Schädigungen. Von Nahrungsmitteln enthielten von Natur an Al (mg/kg) Milch 1,0, Brot 1,0, Tomaten 3,41, Rotkohl 0,18, Blumenkohl 17,1, Weißkohl 13,6, Äpfel 54,0, Kakao 30,2. Verss. über Al-Aufnahme bei Zubereitung von Rührei, Kakao, Kohlgemüse, Gulasch, Suppe, Kuchen u. Apfelmus (Tabelle im Orig.) zeigten, daß saure Zubereitungen gegenüber fettigen mehr, allerdings nur minimale Mengen Al aufnehmen, die physiol. bedeutungslos sind. (Dtsch. Nahrungsmittel-Rdsch. 1929. 203 bis 205. 27/12. 1929. Berlin, SW. 68.) GROSZFELD.

A. Thieme, *Über die Eignung von Reinaluminiumgeschirr für den Küchengebrauch*. Eingehende Unterss. über die Einw. von Al auf den tier. Organismus u. über die Mengen, die beim Kochen in Al-Gefäßen durch die Speisen aufgenommen werden, führten zu dem Ergebnis, daß Al-Kochgeschirre vom gebrauchstechn. sowohl als auch vom hygien. Standpunkt aus einwandfrei sind. Bemerkenswerte Al-Mengen werden von den Speisen nicht aufgenommen. Nachteilige Wrkgg. auf die Gesundheit sind ausgeschlossen. (Chem.-Ztg. 53. 973—74. 18/12. 1929. Charlottenburg.) JUNG.

K. B. Lehmann, *Kritisches und Experimentelles über die Aluminiumgeschirre vom Standpunkt der Hygiene*. Kritik einer Arbeit von HELD u. BETTS (Golden Age 1927. Nr. 213) über Gesundheitsschädlichkeit der Aluminiumgeschirre unter Gegenüberstellung neuer eigener Verss. zum Beweis der Unschädlichkeit kleiner Aluminiummengen aus Aluminiumgeschirren; insbesondere sind auch die Aluminiumbackpulver ungefährlich. (Arch. Hygiene 102. 349—65. Dez. 1929.) SPLITTGERBER.

F. A. Collatz, *Die Bedeutung der freien Säure im Mehl in Beziehung zu Mehlsorten*. Bei 20 vergleichenden Verss. einerseits durch Ausziehen mit W., Titration gegen Phenolphthalein (A. O. A. C.-Verf.), andererseits mit 85%ig. A., Titration gegen Curcuma nach dem amtlichen griech. Verf. fand man im ersten Falle bedeutend höhere unregelmäßige Werte, Verhältnis 1: 2,2 bis 1: 7,8. In letzterem Falle wird die Enzymwrkg. ausgeschaltet. (Cereal Chemistry 6. 515—20. Nov. 1929. Minneapolis, General Mills, Inc.) GROSZFELD.

C. C. Fifield und **C. H. Bailey**, *Die Säurezunahme bei gelagerten Mehlen*. Nach dem amtlichen griech. Verf. (vgl. vorst. Ref.!) bestimmt, nahm die Säure in Mehl (second clear) aus Frühlingsweizen mit anfangs etwa 0,1% unter guten Lagerbedingungen bei 25—35° nach 40 Tagen etwa bis 0,15% (Grenzwert der griech. Regierung) zu. Bei der höheren Temp. war die Zunahme größer. Durumweizenmehl, 1. Sorte, hatte bei Beginn 0,05—0,06% Säure u. erreichte 0,15% bei 25° in 150 Tagen. Patentmehl hielt sich mehr als 5 Monate unter 0,15%. Bei Backverss. ergaben sich keine Be-

ziehungen zwischen Backfähigkeit u. Säuregeh., auch nicht, wenn letzterer über 0,15% hinausging. (Cereal Chemistry 6. 530—40. Nov. 1929. St. Paul, Univ. of Minn.) Gd.

M. J. Blish und R. M. Sandstedt, *Über die Natur des aus Weizenmehl mit heißem Alkohol ausgezogenen Proteins*. Sd. 70%ig. A. dispergiert oder löst nicht nur das Gliadin des Weizenmehls, sondern wirkt auch merklich peptisierend auf das Glutenin; er ist daher zur quantitativen Best. oder Abtrennung des Gliadins ungeeignet. — Glutenin scheint eher ein Deriv. als ein eigentlicher Proteinkörper zu sein. (Cereal Chemistry 6. 494—503. Nov. 1929. Lincoln, Univ. of Nebraska.) GROSZFELD.

L. Karácsonyi, *Über die Einwirkung von Aldehyden auf Weizenbrot*. Unter Prüfung des Altbackenseins nach Vf. (C. 1929. II. 946) wurde gefunden, daß die hemmende Wrkg. der Aldehyde darauf ihrer Flüchtigkeit u. Wasserlöslichkeit proportional ist, solange die Aldehydkonz. genügend groß ist. Einige Aldehyde, wie Acet- u. Crotonaldehyd färben die Krume stark, schwächer Salicyl- u. Butylaldehyd, kaum wahrnehmbar Propionaldehyd; das Licht ist hierbei ohne Einfluß. Andere Aldehyde ändern die Konsistenz. Die Färbung betrifft besonders die Eiweißkörper, nicht die Stärke. Auch lassen sich die Aldehyde aus ersteren viel schwieriger entfernen. Das kolloidchem. Zusammenwirken zwischen Stärke- u. Eiweißgel zur Erklärung des Altbackenwerdens bedarf noch eingehender Unterr. (Ztschr. Unt. Lebensmittel 58. 517—24. Okt. 1929. Budapest, Kgl. Techn. Hochschule.) GROSZFELD.

Richard Spatz, „Brot“getreide, seine Lagerung und Verarbeitung bei den Negerstämmen am Senegal. Vf. schildert auf Grund eigener Reisebeobachtungen, wie die Negerfrauen die Hirse in Holzmörsern durch Stampfen u. Sieben zu Mehl zerkleinern u. daraus mit h. W. den Hirsebrei herstellen, der bei armen Leuten das Brot völlig ersetzt, während bei wohlhabenden Familien oder bei festlichen Veranlassungen der Brei noch durch Zutaten, wie Öl, getrockneten Fisch oder Fleisch verbessert wird. Auch ein sog. „Kuskus“ wird mit Hirse oder Mais zubereitet. Dazu wird die Hirse gedämpft u. mit einer Tunke u. Fleisch oder Fisch gegessen. Eigentliches Brot wird von den Negern nicht hergestellt, obwohl es selbst in ausgetrocknetem, tagealtem Zustand von ihnen als Delikatesse geschätzt wird. (Ztschr. ges. Getreidewesen 16. 287—90. Dez. 1929. Berlin.) GROSZFELD.

M. H. Haller, *Änderungen in den Pektinbestandteilen von Äpfeln beim Teigigwerden*. Über die Beziehung zwischen dem Weichwerden (softening) der Frucht am Baume oder beim Lagern, geprüft durch einen mechanischen Druckprober, u. den Änderungen im Geh. an Pektinbestandteilen der Frucht wurde folgendes ermittelt: Das Weichwerden der Äpfel am Baume bei beginnender Reife ist bis zu einem gewissen Betrage von einer Abnahme des Geh. an Protopektin u. entsprechend an Gesampektinstoffen begleitet, während das in kleinen Mengen vorhandene Pektin selbst konstant bleibt. Der Vorgang kann nicht ausschließlich durch die Änderungen der Pektinbestandteile erklärt werden. Die relative Festigkeit verschiedener Apfelsorten ist gleichfalls nicht durch Unterschiede in den Pektingeh. bedingt. Das Weichwerden beim Lagern beruht augenscheinlich auf einer Umwandlung der unl. Pektinstoffe, besonders des Protopektins, in l. Der Umwandlungsgrad bei bestimmter Temp. ist proportional dem Erweichungsgrade. (Journ. agricult. Res. 39. 739—46. 15/11. 1929. U. S. Dep. of Agriculture.) GROSZFELD.

E. J. Sipperly, *Elektrische Fruchtbehandlung bietet neue Gewinnmöglichkeiten*. Zur Konservierung der Früchte, besonders gegen Schimmel, werden sie (zurzeit in 25 Anlagen für Citrusfrüchte, 50 für Äpfel) zuerst mit einer verd. Boraxlsg. gewaschen, dann getrocknet u. in einer Nebelkammer, die elektr. geheizt ist, einem feinen Paraffinnebel ausgesetzt, die die Poren der Frucht mit Paraffin abdichtet. Darauf folgt Polierung bei 200° F. mit besonderer Bürstvorr., wodurch die Früchte wieder ein völlig natürliches Aussehen annehmen. (Electrical World 94. 1226. 21/12. 1929. Los Angeles, Calif., General Electr. Co.) GROSZFELD.

Carl R. Fellers, *Natriumbenzoat und Benzoesäure als Konservierungsmittel für Apfelsaft und andere Fruchtsäfte*. Zusammenhängende Besprechung von Literaturangaben u. prakt. Winke für die Anwendung. (Fruit Products Journ. Amer. Vinegar Ind. 9. 113—15. Dez. 1929. Amherst, Mass., Agricult. Coll.) GROSZFELD.

A. Hanak, *Zur Kenntnis der Flußsäure-Konservierung von Himbeersaft*. Der Erfolg der Entfernung der HF aus Säften (Entflußsäuerung), die zwecks Konservierung einen HF-Zusatz enthielten, ist in hohem Maße von der Zus. des Saftes abhängig, vorwiegend von dessen Mineralstoffen, die gleich nach Zusatz der HF bereits einen beträchtlichen Teil derselben ausfällen. Dieser Nd. enthält neben CaF₂, Mg, P₂O₅,

Fe, SiO₂ u. Spuren von Mn. Beim Eindampfen des Saftes treten HF-Verluste ein, die durch vorherige Neutralisation mit CaO oder CaCO₃ vermieden werden. Bei Best. des F in der Asche nach PENFIELD, wozu eine besondere Vorr. angeben wird, sind Chloride, Oxyde u. Carbonate zuvor zu beseitigen. Bei der Entfluorierung wird das Maximum der Ausfällung prakt. in 6—7 Tagen erreicht. Erhöhung der CaO-Menge wirkt günstig, aber nicht besonders auffallend. Gewässerte Säfte unterscheiden sich von reinen nur wenig. Unterschiede der Temp. sind ohne Bedeutung. Andere Fällungsmittel als Kalk bewährten sich nicht. Die Entfluorierung führte im günstigsten Falle bei einem Saft mit 0,25 g HF unter Zusatz der dreifachen Menge CaCO₃ bei 3tägiger Einw. zu einem Restgeh. an gel. HF von 0,0552 g/Liter. Mg hemmt die Fällung, noch mehr Fe u. Al. Alkalisalze fördern sie, daneben wirken kolloidchem. Einflüsse. Die Best. freier neben gebundener HF nach CRONHEIM war unter den vorliegenden Verhältnissen nicht geeignet. CaF₂ wird durch organ. Säuren teilweise in HF zers., so daß auch richtig entfluorierte Säfte neben CaF₂ HF enthalten. Besondere Verss. ergaben Beziehungen zwischen Ätzverlust an Glaspulver u. freier HF, so daß hierauf eine Best. der im Saft vorhandenen freien HF gegründet werden kann. So zeigte sich, daß etwa $\frac{3}{4}$ der gel. bleibenden HF im freien Zustande, der Rest wahrscheinlich als MgF₂ vorliegen. Die durch richtige Fluorierung u. Entfluorierung bedingten Änderungen sind für die übliche Fruchtsaftanalyse u. -beurteilung nur von geringer Bedeutung. Bei Arbeiten mit einem Kalküberschuß können Asche u. Alkalität wesentlich erhöht werden, doch wird dadurch der Saft stark in Genußwert u. Farbe geschädigt. Eine zufriedenstellende Entfernung der HF aus dem Saft ist ohne dessen Schädigung nicht möglich. Die verbleibenden Reste sind gesundheitlich bedenklich. (Ztschr. Unters. Lebensmittel 58. 453—77. Okt. 1929. Brünn, Vers.-Lab. von J. THEIMER u. Dr. A. HANAK.)

GROSZFELD.

Abelardo Valenzuela, *Zusammensetzung von Philippinischem Kaffee*. Analysen verschiedener Kaffeearten der Philippinen:

	W. %	Coffein %	Fett %	Red. Zucker %	Rohfaser %	N-Sub- stanz %	Asche %
<i>Coffea robusta</i> . .	8,11	1,79	9,36	4,08	18,57	13,70	4,57
„ <i>liberica</i> . .	8,18	1,69	9,69	4,75	17,86	15,01	4,09
„ <i>canephora</i> .	11,72	2,42	7,39	6,35	25,80	11,26	4,33
„ <i>abeocuta</i> . .	8,93	1,74	9,10	6,85	17,66	11,96	3,69
„ <i>excelsa</i> . .	10,49	1,83	9,54	4,55	22,80	13,12	3,47
„ <i>ugandae</i> . .	10,48	2,06	7,41	6,05	18,38	12,54	4,05
„ <i>arabica</i> . .	11,08	1,62	8,20	3,97	16,52	13,00	4,44

Bemerkenswert ist der ziemlich hohe Geh. an Coffein u. der niedrige an Fett u. reduzierendem Zucker. (Philippine Journ. Science 40. 349—51. Nov. 1929. Manila, Bur. of Science.)

GROSZFELD.

C. Griebel und P. Casal, *Beiträge zur Kenntnis der Bestandteile der Kakaoschale*. Zur Darst. des Kakaoschalenschleimes wurde die durch Abpressen der Schalen erhaltene wss. Fl. mit Tierkohle entfärbt, eingengt, filtriert u. der Schleim mit 5 Vol. A.-Ä. ausgefällt. Helle Flocken oder faserartige Massen. Nach nochmaligem Umfällen war der Körper in W. mit schwach saurer Rk. l., schwach rechtsdrehend, Nd. mit Säuren sowie AgNO₃, Pb-Acetat, CuSO₄, CaCl₂, bei Oxydation mit HNO₃ Schleimsäure, F. 213°, bei Dest. nach TOLLENS Furfurol u. etwas Methylfurfurol, durch Hydrolyse mit 5%ig. H₂SO₄ (6 Stdn. in sd. W.) Gemenge von 14% Arabinose, 7% Methylpentose, 32% Galaktose, 47% Galakturonsäure (als Lacton). Da letzteres nach LEFEVRE mit HCl CO₂ abspaltet, kann darauf Best. des Schleimgeh. der Kakaoschalen begründet werden; genaue Beschreibung der Arbeitsweise zur Messung des aus dem Schleim stammenden CO₂. Ergebnis bei Kakaopulver im allgemeinen dem Geh. an Schalen parallel gehend, Störungen jedoch vorerst noch bei aufgeschlossenem Kakao durch l. Pektinstoffe. (Ztschr. Unters. Lebensmittel 58. 478—84. Okt. 1929. Berlin, Staatl. Nahrungsm.-Unters.-Anst.)

GROSZFELD.

C. L. Roadhouse und G. A. Koestler, *Beitrag zur Kenntnis des Geschmacks der Milch*. Man muß den Geschmack der Milch bei Einw. auf die Zunge (taste) von Einw. auf Zunge u. Nase (flavor) unterscheiden. Der Hauptgeschmack der Milch ist durch das Zusammenwirken der n. Milchbestandteile bedingt; der sekundäre Geschmack wird durch verschiedene Futter- u. Krankheitseinflüsse veranlaßt. Die wichtigste

Grundlage des Milchgeschmacks ist das Chlorid: Lactose-Verhältnis; ist dieses hoch, so schmeckt die Milch relativ schlechter als wenn es niedrig ist. Der Hauptgeschmack der Magermilch gleicht prakt. dem der Vollmilch, aus der sie gewonnen. Durch Dialyse konnte Milch in 2 völlig verschieden schmeckende Teile zerlegt werden, indem alle ursprünglichen Geschmacksstoffe in das Dialysat gingen u. die geschmacklosen als Rückstand zurückblieben. Bei der Dialyse zeigte sich auch, daß Fett u. Proteinstoffe u. schwer dialysable Salze trotz ihrer großen Menge in der Milch den Hauptgeschmack nur wenig beeinflussen. Die Dialyse von Milch mit ausgesprochenem Futtergeschmack ergab, daß der Nebengeschmack nicht dialysierbar oder in irgendeiner Weise an Milchlactose oder andere nicht dialysierbare Stoffe gebunden war. (Journ. Dairy Science 12. 421—37. Nov. 1929. Liebfeld-Bern.)

GROSZFELD.

Lynn Copeland, *Einfluß von Brunst auf Butterfettgehalt der Milch und Milch-ertrag*. Der Einfluß der Brunst war auf Grund von 211 Beobachtungen sehr beschränkt. Bei den meisten Kühen zeigte sich in der Periode eine geringe Abnahme der Milchmenge u. eine entsprechende Zunahme der Fettmenge; einzelne Kühe reagierten auch entgegengesetzt oder gar nicht. Eine Steigerung des Milchertrags vor der Brunst wurde nicht beobachtet. (Journ. Dairy Science 12. 464—68. Nov. 1929. New York City, American Jersey Cattle Club.)

GROSZFELD.

Heine, *Die Behandlung der Milch mit ultravioletten Strahlen*. Hinweis auf den Vitaminisator nach Dr. HEINE der Silektra, G. m. b. H. in Leipzig, bei dem nur die Sahne, nicht die Ganzmilch, bestrahlt u. dann mit der Magermilch im ursprünglichen Verhältnis wieder gemischt wird. Die Pasteurisierung ist auf die Wirksamkeit des durch Bestrahlung angereicherten D-Vitamins ohne Einfluß. (Dtsch. tierärztl. Wehschr. 37. 739—40. 23/11. 1929. Duisburg.)

GROSZFELD.

Heine, *Neue Molkerei-Apparate*. An Hand von Abb. werden beschrieben: Moment-erhitzer Herkules von BEYER u. VOGT in Düsseldorf, Plattenpasteurisierungsapp. von HOLSTEIN u. KLAPPERT in Dortmund, Montana-Erhitzer des Bergedorfer Eisenwerkes, Kolonnenbionisator nach Dr. LOBECK, Hansatiefkühlanlage der Kälteindustrie in Bergedorf, Westfalia Klein-Melker, RAMESOHL u. SCHMIDT in Oelde u. Astramilchfilter des Bergedorfer Eisenwerkes. (Dtsch. tierärztl. Wehschr. 37. 641—44. 12/10. 1929. Duisburg.)

GROSZFELD.

Walter M. Mitchell, *Rostfreie Legierungen und deren Bedeutung in der Milch-industrie*. Im einzelnen dargelegt werden die Rolle des Cu in diesen Legierungen, deren techn. Entw., Eigg., Anforderungen für Milchgeräte, Qualitäten der techn. Prodd. u. Aussichten für Bedarfsdeckung. (Creamery Milk Plant Monthly 18. 18—21. Dez. 1929.)

GROSZFELD.

Charles C. Walts, *Säureweckerkulturen und Butteraromen*. 9 käufliche Säurewecker wurden bakteriolog. u. besonders auf ihre Wrkg. auf das Aroma von Butter aus neutralisiertem oder süßem Rahm geprüft. 5 derselben waren nicht Reinkulturen von Milchsäurebakterien, 4 enthielten Alkali erzeugende Bakterientypen u. eine 5. auch Hefen, wahrscheinlich als Verunreinigungen aus Herst. oder Verpackung. 254 daraus bereitete Butterproben wurden von 7 Prüfpersonen auf Aroma untersucht u. gefunden, daß die Wrkg. der einzelnen Säureweckerproben fast eine gleiche war; eine Klassifizierung auf Grund von Geruch u. Aroma der Butter war nicht ausführbar. (Creamery Milk Plant Monthly 18. 58. 60. 62. 64. Dez. 1929. Arkansas Exp. Stat.)

GROSZFELD.

Paul Arup, *Die Abnahme der Reichert-Meißlschen Zahl bei der Aufbewahrung von Butterproben*. Beobachtet wurden folgende Änderungen:

Probe	RMZ. frisch	Freie Säure	Gleiche Proben nach 6 Jahren			
			RMZ.	PZ.	KIRSCHNER-Z.	VZ.
1	20,7	27,0	8,0	1,3	7,1	211
2	21,8	14,5	16,5	1,6	11,9	224
3	20,7	14,0	15,8	1,3	12,4	224
4	21,1	7,5	19,5	2,2	14,4	231
5	21,5	6,0	20,8	2,0	15,2	230

(Analyst 54. 736. Dez. 1929. Dublin, Butter Testing Station.)

GROSZFELD.

A. More, *Sterine in Butter*. Mitteilung einer Vorschrift zur Abscheidung der Sterine nach VAN SILLEVOLT in Leiden: 15 g filtriertes Fett werden mit 9,5 ccm KOH (1000 g KOH in 1400 ccm W.) u. 20 ccm A. (95%ig.) in einer kon. 300 ccm-Flasche

w. bis zur Lsg. des Fettes geschüttelt u. dann $\frac{1}{2}$ Stde. gekocht. Nach Abkühlen setzt man 60 ccm W., 180 ccm A. (von 96%) zu, mischt, dann 10—20 ccm 1%ig. Digitoninlsg. in 96%ig. A. läßt 24 Stdn. k. stehen, nutsch ab, wäscht mit wenig A., wägt das Digitoninsterid, das sich beim Trocknen vom Filter abschält u. behandelt mit der 10-fachen Menge Essigsäureanhydrid nach BÖMER weiter. (Analyst 54. 735—36. Dez. 1929.)

GROSZFELD.

K. Täufel und H. Dünwald, *Über die Ermittlung des Alkohols in Lebensmitteln nach dem Aussatzverfahren mit Kaliumcarbonat*. Eine bestimmte Menge Untersuchungsfll. wird dest. u. das Destillat in dem Zylinder von TÄUFEL u. PANKOW (C. 1928. I. 1897) aufgefangen. Daraus wird der A. durch K_2CO_3 abgeschieden, Schichtmengen abgelesen u. nach besonderer Formel der A. berechnet. Genaue Ergebnisse bei über 20% A. Bei niedrigeren Alkoholgehh. ergeben sich Schwierigkeiten bei Einbringung des K_2CO_3 . (Ztschr. Unters. Lebensmittel 58. 485—88. Okt. 1929. München, Deutsche Forschungsanst. f. Lebensmittelchemie.)

GROSZFELD.

Earl B. Working, *Gärfähigkeit*. Die auf gewöhnliche Weise ermittelte Gärfähigkeit gibt kein völlig ausreichendes Maß für die Mehlqualität. Sie wird gut ergänzt, durch Prüfung der Kurve des Teigzustandes unabhängig von der Gasproduktion. Erst durch genaue Ermittlung der Umstände, die den Teigzustand bedingen, können die Fähigkeiten eines Mehles erkannt werden. Hierzu sind genau angepaßte Gär- u. Backverss. nötig. (Cereal Chemistry 6. 506—12. Nov. 1929. Manhattan, Kansas State Agricult. College.)

GROSZFELD.

H. Kühl und Paul G. Gottschalk, *Vergleichende Proteinbestimmungen im Getreide mit der Quecksilbermethode*. (Vorläufiger Bericht über das bereits beschriebene Verf. (vgl. C. 1929. II. 810). (Cereal Chemistry 6. 512—14. Nov. 1929.)

GROSZFELD.

Th. von Fellenberg, *Eine rasch ausführbare Mikro-Arsenbestimmungsmethode für organische Stoffe*. Ausführliche Beschreibung eines rasch ausführbaren Verf., darin bestehend, daß der Stoff nach SCHULEK u. VILLECZ (C. 1929. I. 1721) mit $H_2O_2 + H_2SO_4$ verbrannt wird, woraus man das As als $AsCl_3$ abdest., als As_2S_3 fällt u. es nach Abtrennung durch Abdest. oder Filtrieren nach MÖRNER (1902) mit 0,01-n. $KMnO_4$ in alkal. Lsg. titriert. Angabe von Berechnungstabellen u. Faktoren. (Mitt. Lebensmittelunters. Hygiene 20. 321—37. 1929. Bern, Eidgen. Gesundheitsamt.)

GROSZFELD.

Th. von Fellenberg, *Über den Arsengehalt natürlicher und mit Arsenpräparaten behandelter Lebensmittel*. 125 mit Pb-Arsenat u. 15 mit Nosprasil (Cu-As-Verb.) gespritzte Früchte ergaben nach obigem Verf. (vgl. vorst. Ref.) einen As-Geh. von wenigen γ bis zu 117 γ für die Frucht. Auch Süßmost u. vergorener Obstwein aus dicsen Früchten enthielten erhebliche Mengen As u. Pb. Gefundene As-Gehh. gewöhnlicher Lebensmittel (γ in 100 g Trockenmasse): Kuhmilch 17,7, Rahm 5,0, Hühnerei 50,0, Weizen 15,6, Reis 18,4, Mais 2,9, Erbsen 15,7, Erdnuß 9,7, Kakao (mit K_2CO_3 behandelt) 114,0, Schokolade 16,8, Honig 0, Gemüsearten 17,0—32,5, Zwiebeln 11,6, Kartoffeln 3,4, Pfälzerrüben 4,5, Birnen 14,2, Äpfel 6,2—19,2, Sultaninen 24, 100 g Weißwein 0,85, 100 g helles Bier 1,56. In Regenwasser 1,7—4,9 γ /l. Auf As-reichem Boden gewachsenes Obst zeigte keinen erhöhten As-Geh., wohl aber zeigten Heu, sowie Rotklee u. spitzer Wegerich stark bis sehr starke (bis 340 γ /100 g) Erhöhung; ein Regenwurm enthielt sogar 0,0089% As. Sehr hohe As-Gehh. wurden auch in Meeresorganismen gefunden, z. B. Hering 850, Dorschmehl 1550, Dorschlebertran 70, Langusten 1630—1670, Badeschwamm 550, eßbare japan. Alge Kombu 2010, dgl. Nori 3010 γ in 100 g Trockenmasse, in Fischen aus Schweizer Seen 43—170, in einer Alge aus der Aare bei Muri 180 γ . — Es wird der Schluß gezogen, daß mit As gespritzte Früchte kaum zu As-Vergiftungen Veranlassung geben können, dagegen ist Pb-Arsenat zu verwerfen. (Mitt. Lebensmittelunters. Hygiene 20. 338—54. 1929.)

GROSZFELD.

—, *Die Beurteilung von Himbeersäften*. Hinweis auf die Arbeit von DILLER (C. 1930. I. 606.) (Konserven-Ind. 16. 648—50. 14/11. 1929.)

GROSZFELD.

M. Wagenaar, *Quantitative Schalenbestimmung in Kakao und Kakaopräparaten*. (Pharmac. Weekbl. 66. 1185—1202. 28/12. 1929. — C. 1929. II. 2275.)

GROSZFELD.

J. Ruffly, *Über die Bestimmungen der Rohfaser in Kakao und Schokolade*. Ein Vergleich des KÖNIGSchen Verf. in der Abänderung von MATTHES u. MÜLLER (1906) mit dem nach VON FELLEBERG (C. 1919. II. 685) entschieden zugunsten des ersteren. Doch empfiehlt es sich, die Substanzmenge von 5 g bei Kakao auf 1 g, bei Schokolade auf 2 g u. die Reagensmenge entsprechend zu verkleinern. (Mitt. Lebensmittelunters. Hygiene 20. 355. 1929. Bern, Eidgen. Gesundheitsamt.)

GROSZFELD.

H. C. S. Sneathlaga, *Über den Nachweis und die Bestimmung von Nitraten und Nitriten in Fleischwaren.* Zur Prüfung auf Nitrate wird das Verf. von TILLMANS mit Diphenylamin-H₂SO₄ zur colorimetr. Best. das Brucinreagens u. zur Best. der Nitrite das Reagens von GRIESS-ROMIJN empfohlen. Klärung des Fleischsausages mit HgCl₂ + HCl nach TILLMANS. (Chem. Weekbl. 26. 612. 21/12. 1929. Assen.) Gd.

Ch. Schweizer, *Die Methode der Altersbestimmung von Eiern mit Hilfe der Wasserstoffkonzentration in der Praxis.* In der Praxis hat sich das Verf. (C. 1930. I. 453) vorläufig nicht bewährt, da nicht nur Wasserglas- u. Kalkeier, sondern auch bei Händlern entnommene Importeier eine ebenso hohe [H'] zeigten wie frische Eier. (Mitt. Lebensmittelunters. Hygiene 20. 312—13. 1929. Bern, Eidgen. Gesundheitsamt.) GROSZFELD.

Georg Röttger, Heidenau b. Dresden, *Pasteurisierungseinrichtung.* Die Einrichtung besteht aus einem mit einem abnehmbaren Deckel versehenen Pasteurisierungsgesäß mit auswärts gerichtetem oberen Rand, Absatz o. dgl., einem Kochwassergeäß u. einem aus unglasiertem porösem Stoff, wie Ton, bestehenden Kühlwassergeäß, wobei die beiden letzteren Gefäße von solchem Innendurchmesser u. von solcher Höhe, sowie mit einem derart ausgebildeten oberen Rand oder dgl. versehen sind, daß das Pasteurisierungsgesäß freihängend mit seinem Rand auf den Rand der anderen Gefäße dichtend aufgesetzt werden kann. (Schwz. P. 134 354 vom 14/5. 1928, ausg. 1/10. 1929. D. Prior. 17/5. 1927.) SCHÜTZ.

Julien Petitpas, Seine, Frankreich, *Eindicken von Nahrungsmitteln.* Man setzt den betreffenden Mitteln, z. B. Milch, Kartoffelmehl u. Gummi zu, worauf die M. erhitzt wird. (F. P. 670 889 vom 28/6. 1928, ausg. 5/12. 1929.) SCHÜTZ.

Ulderio Giomi, Italien, *Konservieren von Nahrungsmitteln.* Früchte werden kurze Zeit in A. getaucht u. nach dem Trockenwerden in Behälter gefüllt, in denen sie unter Druck in einem indifferenten Gas, z. B. N₂, erhitzt werden. Gemüse u. Fleisch bringt man zunächst in Büchsen, in denen sie mit überhitztem Dampf behandelt werden, worauf sie dann z. B. mit N₂ unter Druck gesetzt werden. Die Büchsen werden dann geschlossen. (F. P. 670 795 vom 5/3. 1929, ausg. 4/12. 1929.) SCHÜTZ.

N. Slomnesco-Bangerter, Bienne, Schweiz, *Konservieren von Gemüse.* Man kocht das Gemüse, z. B. Karotten, Blumenkohl, Spargel u. dgl. in wenig gesalzener W. unter Zusatz von feinem Öl (je kg Gemüse 150 ccm Öl) u. sterilisiert die M. in Büchsen. (Schwz. P. 134075 vom 27/3. 1929, ausg. 16/9. 1929.) SCHÜTZ.

General-Direktion der österr. Tabakregie, Österreich, *Herstellung von nicotinarmen, jedoch aromatischen Tabaken*, bestehend im Vermischen eines stark entnicotinierten Tabaks mit einem nicht entnicotinierten oder im Vermischen mehrerer Sorten teilweise entnicotinierten Tabake. (F. P. 671 096 vom 8/3. 1929, ausg. 9/12. 1929. D. Prior. 10/3. 1928.) RICHTER.

Johann Feistbauer, München, *Verfahren zum Schnellpökeln*, dad. gek., daß die größeren Fleischstücke mit an sich bekannten gelochten Hohladeln versehen werden, durch welche die Luft aus dem Fleischinnern abgesaugt u. die Lake eingepreßt wird. (D. R. P. 488 228 Kl. 53 c vom 29/2. 1928, ausg. 21/12. 1929.) SCHÜTZ.

Adriaan Hendrik Willem Aten, Hliversum u. Warner Lulofs, Amsterdam, *Vorrichtung zur Pasteurisation oder Sterilisation von Flüssigkeiten, besonders von Milch, auf elektrischem Wege.* Die zu behandelnde Fl. wird durch ein aus nicht leitendem Material hergestelltes Rohrnetz geführt, welches zwischen als Elektroden dienenden Behältern aus leitendem Stoff angeordnet ist, wobei die Behälter je mit einer Phase des Wechselstromes verbunden bzw. am Ende liegen. (Schwz. P. 134 353 vom 23/3. 1928, ausg. 1/10. 1929. Holl. Prior. 24/9. 1927.) SCHÜTZ.

Helene Baum, Breslau, *Verfahren zum Formen und Verpacken von zweckmäßig im Vakuum getrocknetem und gepulvertem Käse unter Erhaltung der Streufähigkeit*, dad. gek., daß der Käse in Formen gepreßt u. die Formlinge sogleich in Stanniol eingeschlagen werden. — Die Trocknung erfolgt bis zu einem Wassergeh. von 10—25%; alsdann kann das Pressen des gepulverten Prod. bis zu einer Volumverminderung von 25% erfolgen, ohne durch Zusammenbacken die Streufähigkeit zu beeinträchtigen. (D. R. P. 487 570 Kl. 53c vom 22/4. 1927, ausg. 9/12. 1929.) SCHÜTZ.

Swift & Co., übert. von: **Clinton Henry Parsons**, Chicago, V. St. A., *Nahrungsmittel.* Man vermischt Käse mit Milchpulver u. trocknet die M. bei einer 100° F nicht überschreitenden Temp. (A. P. 1 737 770 vom 15/3. 1928, ausg. 3/12. 1929.) SCHÜTZ.

Marc Georges Joseph Fouassier, Seine, Frkr., *Konservieren von Kleie*. Man setzt der Kleie etwa 10% Casein zu, feuchtet die Mischung mit schwach alkal. W. an, so daß eine plast. M. entsteht u. preßt sie. (F. P. 670 234 vom 23/2. 1929, ausg. 26/11. 1929.) SCHÜTZ.

XVII. Fette; Wachse; Seifen; Waschmittel.

H. I. Waterman und M. J. van Tussenbroek, *Nähere Untersuchung der Umsetzungen, die beim Erhitzen von Ölen und Fettsäuren mit aktivem Nickel auf Trägern auftreten*. Unters. über den Einfluß des Erhitzens im Vakuum in Ggw. von akt. Ni auf die Konstanten der Linolsäure. D. u. Refraktion steigen, Jodzahl sinkt. Ähnliche aber geringere Änderung auch bei Linolsäure an sich. Die Rhodanzahl lieferte verschiedene Werte, was auch bei Verss. mit Stearinsäure u. Ni beobachtet wurde, obwohl Jodzahlen unverändert bzw. 0 blieben; diese Abweichungen stehen wahrscheinlich mit der Wrkg. des Ni auf die Fettsäuren in Verb. Beim Linolsäureäthylester blieb bei 225° im Vakuum für 5 Stdn. die Rhodanzahl prakt. unverändert, die Jodzahl sank, während D., Lichtbrechung u. Dispersion stiegen. Bei ähnlichen Verss. mit Ölsäureäthylester wurde prakt. keine Änderung beobachtet. Nach der Unters. ist es sehr wahrscheinlich geworden, daß die großen Änderungen in den Kennzahlen von *Sojabohnenöl* beim Erhitzen mit N-Katalysatoren hauptsächlich durch Linolsäureglyceride bedingt sind. (Chem. Weckbl. 26. 566—67. 16/11. 1929. Delft, Techn. Hochsch.) GROSZFELD.

A. Moschkin, *Zur Methodik der Laboratoriumsarbeiten mit Katalysatoren*. Zur Reduktion des für die *Ölhydrierung* im Laboratorium bestimmten Katalysators verwendet Vf. einen kleinen, aus einem weiten Rohrstück mit angeschweißtem Boden, verfertigten Ofen. Der Katalysator wird in 4 kleinen Krystallschalen untergebracht. Die H₂-Zuleitungsrohre reichen fast bis zum Boden der Schalen. Nach erfolgter Reduktion wird durch dieselben H₂-Zuleitungsrohre Öl über die Katalysatoren gegossen, so daß sie vor der Einw. der Luft völlig geschützt sind. Bei der Hydrierung ist auf völlige Gleichmäßigkeit der Erhitzung u. der Geschwindigkeit des H₂-Stromes zu achten. (Oel-Fett-Ind. [russ.: Masloboino-Shirowoje Djelo] 1929. No. 10 [51]. 18—20. Okt. Nishni Nowgorod.) SCHÖNFELD.

Sergius Iwanow und A. J. Magnitowa, *Zur Erkenntnis der Pflanzenöle der Union der S. S. R.* III. *Die Natur der Fettöle der Familie der Anacardiaceae im Zusammenhang mit den klimatischen Bedingungen ihres Herkunftslandes*. (II. vgl. C. 1929. II. 3073.) Neu untersucht wurden die Früchte von *Pistacia vera* L. (I) bzw. *Muticaf. & M.* (II). Ölgeh. der Kerne von I: 35%, des Öles D₁₅ 0,9181, n_{D25} = 65, VZ. 192, Jodzahl 76. — Ölgeh. der Kerne von H: 48—54%, des Öles D₁₅ 0,920, n_{D20} = 1,4729, VZ. 196—199, Jodzahl 108—114, Rhodanzahl 70,1, also *Linolsäure* geh. 44,16%, *Ölsäure* 33,36%. Die Anacardiaceenöle sind hauptsächlich Ölsäureglyceride. Je weiter südlich der Standort der Pflanzen, um so geringer die Jodzahl u. der Linolsäuregehalt. (Chem. Umschau Fette, Öle, Wachse, Harze 36. 322—24. 23/10. 1929. Moskau, Mendelew-Inst.) H. HELLER.

Felix Fritz, *Über die Abhängigkeit der Trockenkraft des Leinöls vom Gewinnungsort der Saat*. Aufführung der Verschiedenheiten in den Jodzahlen von Ölen aus k. u. h. Klimaten, die bei russ. u. La-Plata-Ölen im allgemeinen niedriger, bei ind. Ölen höher sind. Diese Unterschiede können noch nicht einwandfrei erklärt werden; es wird die Wichtigkeit betont, die Ölausbeute u. Jodzahlen von den Örtlichkeiten mit verschiedenen Bodenverhältnissen gewonnenen Leinernten aus dem gleichen Saatgut in Beziehung zu bringen. (Farben-Ztg. 35. 287—88. 9/11. 1929. Berlin.) KÖNIG.

Bruno Hassel, *Die geruchlose Gewinnung von Fetten und Futtermitteln aus tierischen Abfallprodukten im modernen Großbetrieb*. Es wird eine von dem Vf. in Amerika erbaute Extraktionsanlage beschrieben, in der alle Arten von tier. Abfallstoffen zwecks Gewinnung von Fett u. Futtermitteln verarbeitet wurden. Durch eine Anzahl von Tabellen werden die Betriebsergebnisse dargestellt. (Seifensieder-Ztg. 56. 409—12. 21/11. 1929.) SCHWARZKOPF.

Adolphe Lapidus und Émile Lapidus, Frankreich, *Mit Wasser mischbares Wachs*. Man stellt eine Emulsion eines KW-stoffs in einem verseiften Wachs, z. B. *Bienenwachs*, her, indem man z. B. 100 kg *Bienenwachs* mit Dampf in Ggw. eines Mineralstoffs verseift u. danach in die geschmolzene M. 100 kg *Paraffin* unter stetem Rühren einträgt. Die erkaltete M. wird zerkleinert. Die Mischung des Prod. mit W.

oder W. + Bzn. dient zur Behandlung von Holz, Leder, Marmor u. dgl. als Ersatz für Wicse u. dgl. (F. P. 666 404 vom 26/12. 1928, ausg. 1/10. 1929.) DERSIN.

Deutsche Hydrierwerke Akt.-Ges., Berlin, *Gewinnung von Substanzen mit wachstümlichem Charakter*, die zur Herst. von Emulsionen geeignet sind, aus neutralen Wachsen oder hochschmelzenden KW-stoffen u. hochmolekularen Alkoholen, die bei gewöhnlicher Temp. fest sind, unter Zusatz von hochmolekularen Fett- oder Harzsäuren. — Z. B. werden zusammengeschmolzen 65 Teile Walrat mit 25 Teilen Cetylalkohol u. 10 Teilen Stearinsäure. Das Prod. beginnt bei 50° zu schmelzen u. vermag 600⁰/₁₀ seines Gewichtes an 2⁰/₁₀ig. Natronlauge aufzunehmen. In gleicher Weise können an Stelle von Walrat benützt werden neutralisierte Mineralwachs, Paraffin, Ceresin, Ozokerit, ebenso statt Cetylalkohol die Wollfettalkohole oder organ. Mono- oder Diglyceride u. statt Stearinsäure die Palmitinsäure oder Kolophonium. Die Prodd. dienen als Schlichtemittel, Maschinenfett, Pasten- u. Salbengrundlagen, zur Herst. von Ölemulsionen u. Schädlingsbekämpfungsmitteln. (F. P. 671 063 vom 8/3. 1929, ausg. 9/12. 1929. D. Prior. 8/3. 1928.) M. F. MÜLLER.

XVIII. Faser- und Spinnstoffe; Papier; Cellulose; Kunststoffe.

S. R. Trotman, *Wenig Änderungen im Bleichverfahren*. Die Vorbehandlung des zu bleichenden Materials mit verd. HCl erzeugt eine bessere Weiße. Die Hauptschwierigkeit der Baumwollbleiche ist die vollständige Entfernung des Baumwollwachses, was durch Zusatz von *Perpentol* erreicht werden kann. Weiter wird die Verwendung von Emulgierungsmitteln bei der Bleiche, das Bleichen mit Ozon u. das Bleichen nach dem E. P. 260190 u. 266691 besprochen. (Dyer Calico Printer 62. 569—70. 15/11. 1929.) BRAUNS.

A. Foulon, *Die Haltbarkeit von Chlorbleichlaugen*. Vf. behandelt die Haltbarkeit von Chlorbleichlaugen unter besonderer Berücksichtigung der Arbeiten von H. KAUFFMANN u. Mitarbeitern. Eine Bleichlauge wird nicht durch die Rückgangsrate, sondern durch die Rückgangskonstante gekennzeichnet. (Leipziger Monatsschr. Textilind. 44. 454—55. Okt. 1929.) BRAUNS.

A. Richter, *Die Kochbleiche*. Zur Entfernung bzw. Lösen des Baumwollwachses wird als guter Emulgator das *Terpinopol B T* empfohlen. Es handelt sich um ein wasserl. gemachtes Terpinol, das einen Emulgator enthält, welcher die Härtebildner des W. in unl. Form überführt, ohne dabei Kalkseifen zu bilden. (Leipziger Monatsschr. Textilind. 44. Fachheft 3. 130—31. Nov. 1929.) HESSE.

George P. Feindell, *Die Chemie bei der Baumwollstückbleiche*. Vf. behandelt in einem Vortrag die Bedeutung der Chemie für die Bleicherei von Baumwollwaren. (Textile Colorist 51. 733—34. Nov. 1929.) BRAUNS.

Walter Mitfessel, *Die Baumwollwickelbleiche mit Nekal BX*. Es wird das Bleichen von Baumwollwickeln mit Hilfe von *Nekal BX* als Netzmittel u. eine dazu geeignete Vorr. kurz beschrieben. (Melliands Textilber. 10. 885—86. Nov. 1929.) BRAUNS.

Raffaele Sansone, *Das Bleichen von Seide- und Kunstseidewaren mit Peroxyden*. Vf. bespricht drei verschiedene Vorr. zum Bleichen von Seide- u. Kunstseidenfabrikaten mit Peroxyd u. schildert die einzelnen Vorteile dieser App. (Silk Journ. Rayon World 6. Nr. 65. 45—47. Nr. 66. 38—39. 20/10. 1929.) BRAUNS.

Karl Wagner, *Appreturwirkungen durch das Trocknen*. Vf. behandelt das Trocknen von Stückwaren, wobei rasche u. einfache Arbeitsweise u. geringer Wärmeverbrauch maßgebend sind. (Ztschr. ges. Textilind. 32. 905—06. 11/12. 1929.) BRAUNS.

—, *Die Ausrüstung von Halbwoollwaren*. Es wird das Ausrüsten von Baumwoll-Woll-Mischgeweben, von rein baumwollenen u. von baumwoll-kunstseidenen Mischgeweben unter Verwendung von *Eufullon H* beschrieben. (Ztschr. ges. Textilind. 32. 904—05. 11/12. 1929.) BRAUNS.

Charles L. Schuttig, *Chemie beim Textilfärbischen*. Vf. schildert in einem Vortrag die Bedeutung der Chemie beim Färbischen von Textilwaren. (Textile Colorist 51. 731—32. Nov. 1929.) BRAUNS.

R. Hünlich, *Dekatieren oder Schrinken*. Es wird das Dekatieren u. Schrinken von Wollwaren kurz beschrieben. (Melliands Textilber. 10. 886. Nov. 1929.) BRAUNS.

Erich Sellenk, *Dekatieren oder Schrinken*. (Vgl. vorst. Ref.) Im Anschluß an

die Arbeit von HÜNLICH macht Vf. darauf aufmerksam, daß das Schrinken das Dekatieren nicht ersetzt. Vor dem Schrinken muß dekatiiert werden. (Melliands Textilber. 11. 49. Jan. 1930.)

BRAUNS.

Bernh. Teufer, *Gewichtsverlust der Textilwaren bei der Veredelung*. Vf. bespricht die Ursachen, die eine Gewichtsverminderung bei ganz n. verlaufenden Veredelungsprozessen an Textilwaren hervorrufen. (Dtsch. Färber-Ztg. 65. 1229—30. 22/12. 1929.)

BRAUNS.

Michimaro Nakano, *Untersuchungen über die Struktur von Pflanzenfasern*. III. *Spiralstrukturen von Fichtennadeln, Bananen-, Hanf-, Ramie-, Maulbeerbaum- und Gurkenfasern*. (II. vgl. C. 1930. I. 457.) Vf. zeigt an Mikrophotographien das perlartige Quellen u. die Spiralstruktur folgender Fasern, die nach schwacher Xanthogenierung gequollen sind: Fasern japan. Fichtennadeln (*Pinus densiflora*), Bananen-, Hanf- u. Ramiefasern, Fasern von Maulbeerbaumbast u. Fasern von Gurkenfrüchten. (Cellulose Industry 5. 28. Okt. 1929.)

BRAUNS.

Michimaro Nakano, *Untersuchungen über die Struktur von Pflanzenfasern*. IV. *Das allgemeine Vorkommen von Spirallamellen in Pflanzenfasern*. (III. vgl. vorst. Ref.) Im japan. Text werden die Mikrophotographien des perlartigen Quellens u. der Spiralstruktur der äußeren Häutchen von Leinen- u. Jutefasern gezeigt. Da Vf. an ungefähr 20 verschiedenen Fasern: Samenhaaren, Holzfasern, Dicotyledonenbastfasern, Monocotyledonenfasern u. Fruchtfasern immer im Außenhäutchen die Spiralstruktur nachweisen konnte, so schließt er daraus, daß alle Pflanzenfasern in der Außenhaut spiralig aufgebaut sind. Die Faserwand besitzt im allgemeinen keine vollständige Spiralstruktur, denn man kann die Fasern der Länge nach mechan. aufspalten, indem man Stücke oder Faserfäden gegen einen sich drehenden Sandsteinzermahler preßt. K. HESS u. Mitarbeiter nehmen dagegen an, daß bei Baumwollfasern der ganze Faserkörper spiralig aufgebaut ist. — Bei der mikrophotograph. Unters. der inneren Häutchen von Baumwoll- u. Gampifasern zeigt sich, daß sie auch spiralig gebaut sind. — In manchen Fasern konnten ein oder zwei Zwischenlamellenschichten von spiraliger Struktur in der Faserwand zwischen den inneren u. äußeren Häutchen nachgewiesen werden, jedoch nicht in Baumwoll- oder Holzfasern. — Die inneren Teile der Faserwand können sich stärker ausdehnen als das äußere Häutchen; denn bei verschiedenen, in kurze Stücke geschnittenen u. gequollenen Fasern quillt der innere Teil an beiden Seiten heraus, u. dünne Schnitte irgendeiner Faser, senkrecht zur Faserachse geschnitten, dehnen sich im allgemeinen nicht in einer Ebene aus, sondern nehmen die Form eines hohlen zylindr. Kegels an (s. die Abbildungen im japan. Text). Da rohe Cellulosefasern leichter als gereinigte die perlartige Struktur zeigen, nimmt Vf. an, daß dieses besondere Quellen an die Ggw. von Verunreinigungen in der Cellulose gebunden ist. — K. HESS u. M. LÜDTKE erklären die regelmäßigen Abstände, in denen die perlartigen Figuren beim Quellen von Cellulosefasern in Kupferamminlsgg. erscheinen, durch die Ggw. von widerstandsfähigen Häuten in regelmäßigen Abständen senkrecht zur Faserachse; aber solche Häute konnten noch nicht festgestellt werden, u. außerdem sind die Abstände zwischen den Verengungen nicht in einer einzigen Faser regelmäßig; sie hängen hauptsächlich von der Art der Vorbehandlung der Faser ab. (Cellulose Industry 5. 31—33. Nov. 1929. Mitsubishi, Papiermühle.)

MICHEEL.

Charles F. Goldthwait, *Baumwolle, vom Molekül bis zur Fabrik*. In Fortsetzung u. Schluß zu C. 1929. II. 3256 bespricht Vf. die neueren Ansichten über die Struktur der Cellulose, das Quellen derselben, die Garnfestigkeit u. den Feuchtigkeitsgeh., das Schrumpfen von Baumwollwaren, die Natur der Alkalicellulose u. das Verh. der Alkalicellulose als chem. Verb. (Textile Colorist 51. 667—71. Okt. 1929. Pittsburgh, Pa.) BRA.

W. Rotta, *Über moderne Baumwollausrüstung*. Es werden folgende Prodd. der Chem. Fabrik TH. ROTTA, Zwickau i. Sa., empfohlen: *Melano* als keimtötender Zusatz zu Schlichten, *Kern-Gummi* u. *Dialyn* als griffgebende Appreturmittel, *Paralin* als Paraffinemulsion zur Erzielung eines vollen geschmeidigen Griffes u. Glanzes u. *Para-Imprägnier-Wachs E. N. B.* zum Porös-Wasserdichtimprägnieren. (Leipziger Monatschr. Textil-Ind. 44. Fachheft 3. 129—30. Nov. 1929. Zwickau.)

HESSE.

—, *Gezotol und Hydroexamine in der Baumwollveredelung*. Wiedergabe von Ausführungen aus einer Broschüre der Chem. Fabrik G. Zimmerli, Aarburg (Schweiz). *Gezotol* ist ein Netzmittel, *Hydroexamin M* bzw. *S* sind Fettlöser, die auch Kalknieder schläge verhindern. (Leipziger Monatschr. Textil-Ind. 44. Fachheft 3. 140—43. Nov. 1929.)

HESSE.

P. Dingeldey, *Ein Beitrag zur Kontrolle in der Veredlung baumwollener Gewebe*. Vor dem Beuchen ist das Entschlichten von besonderer Bedeutung. Als Entschlichtungsmittel wird *Degomma* empfohlen. (Leipziger Monatsschr. Textil-Ind. 44. Fachheft 3. 131. Nov. 1929.)

A. K. West, *Die größte Papiermaschine der Welt in Canada*. Es wird an zahlreichen Abb. die einzelnen Anlagen der *Great Lakes Paper Co.* in Fort William, Ont. mit der größten Papiermaschine der Welt beschrieben. (Pulp Paper Magazine Canada 28. 465—70. 504. 506. 26/9. 1929.)

—, *Sisalstumpfen und -stengel aus der Kenyakolonie als Quelle für Papierzellstoff*. Frische wie getrocknete Stumpfen u. Stengel von Sisal gaben nach dem alkal. Aufschluß in guter Ausbeute einen ungebleichten Zellstoff. Der aus den Stengeln u. Blattrippen erhaltene Stoff hatte eine schlechte Qualität, kurze Fasern, die erhaltenen Blätter schrumpften stark zusammen. Er war nur ungenügend bleichbar. Dagegen zeigte der aus den Stumpfen erhaltene Stoff gute Bleichbarkeit. Das daraus hergestellte Papier hatte gute Festigkeitseigg. u. zeigte nur geringe Schrumpfung. (Bull. Imp. Inst. London 27. 293—98. Okt. 1929.)

Royal H. Rasch, *Eine Untersuchung über den gereinigten Holzzellstoff als Papierrohstoff*. Vf. untersucht in einer ausführlichen Arbeit die Brauchbarkeit von sogenannter gereinigter Cellulose für die Papierherst. Die Eigg. der gereinigten Holzzellulose u. daraus hergestellte handelsübliche Papiere wurden auf ihre chem. Zus., Farbe, Haltbarkeit u. Lebensdauer untersucht u. mit anderen typ. Papieren u. Papierrohstoffen verglichen. Weiter wurden die handelsüblichen Sorten von Papierrohstoffen, wie Natron-, Sulfit- u. gereinigter Holzzellstoff u. gereinigter Lumpenhalbstoff u. die physikal. Eigg. der aus diesen Stoffen hergestellten Papiere untersucht. Ferner wurde der Einfluß des beschleunigten Alterns auf die chem. u. physikal. Eigg. dieser Papiere u. der Rohstoffe bestimmt, um einen Einblick in die relative Lebensdauer dieser Materialien zu bekommen. Vf. beschreibt ausführlich die Art der Probenahme, die chem. u. physikal. Best.-Methoden, die Prüfung des beschleunigten Alterns, die untersuchten Rohstoffe u. handelsüblichen Papiere. Die Ergebnisse aus diesen Unters. sind aus zahlreichen Tabellen u. Kurven ersichtlich. Aus diesen Ergebnissen kommt Vf. zu folgenden Schlussfolgerungen: Da der α -Cellulosegeh. von Papierrohstoffen als möglichst hoch wünschenswert erscheint, so können doch Schlüsse, die auf diese Best. allein basieren, irrtümlich sein, weil die Nicht- α -Cellulose der verschiedenen Faserarten in dem Maße variieren, als sie die Lebensdauer dieser Fasern beeinflussen. Veränderte Cellulosen verursachen bekanntlich eine schnelle Zerstörung der Cellulose, andererseits scheinen Pentosane in dieser Beziehung unschädlicher zu sein. Die Abnahme des α -Cellulosegeh. durch künstliches Altern kann als ein Kennzeichen der relativen Lebensdauer angesehen werden. Gereinigter Holzzellstoff, ebenso gereinigte Lumpenfaser erfahren nur einen geringen Verlust an α -Cellulose nach künstlichem Altern durch Erhitzen auf 100° während 72 Stdn. Wechsel des α -Cellulosegeh. des Papierses durch künstliches Altern ist von einem fast proportionalen Wechsel der physikal. Eigg., wie der Falzzahl u. der Festigkeit begleitet. Gereinigter Holzzellstoff u. Lumpenfasern widerstehen außerordentlich der Vergilbung beim Altern. Ein hoher Hydrationsgrad scheint für die Lebensdauer eines Papierses schädlich zu sein. Mineralfüllstoffe scheinen bis zu einem gewissen Grad die Zerstörung zu verhindern. Die durch Oberflächenleimung hervorgerufene Festigkeitszunahme geht beim Erhitzen schnell verloren trotz der Tatsache, daß die Lebensdauer so geleimter Papiere anscheinend zunimmt. Wahrscheinlich wirkt der Leim wie eine schützende Oberfläche, die die chem. Zerstörung verzögert. Stärke, die vielfach für oberflächengeleimte Papiere gebraucht wird, verhält sich ähnlich wie Leim, aber das bisher untersuchte Material läßt noch kein entgültiges Urteil zu. Die Art u. Weise, wie sich der gereinigte Holzzellstoff u. die aus ihm hergestellten Papiere bei den verschiedenen Prüfungen verhielten, zeigt, daß sie sich sehr gut zur Herst. von Papieren hoher Qualität eignen, welche bisher ausschließlich aus hochwertigem Lumpenhalbstoff hergestellt wurden. (Bureau Standards Journ. Res. 3. 469—506. Sept. 1929. Washington.)

Fritz Rühlemann, *Temperaturmessungen im Schleifstein*. Verss. über Temperaturmessungen im Schleifstein, deren Ausführungen an zahlreichen Bildern u. Skizzen beschrieben wird, ergaben, daß der Einfluß der Reibung auf den Schleifstein sich zu folgenden Punkten zusammenfassen läßt: Beim Drehen wird das im Stein befindliche W. nach außen geschleudert u. dabei die Wärme abgeleitet, was sich in einer beträchtlichen Abkühlung der inneren Steinzonen bemerkbar macht. Die auf der Ober-

fläche zwischen Stein u. Holz erzeugte Reibungswärme ist abhängig von der W.-Zufuhr auf den Stein. Bei den Verss. schwankten die ermittelten Reibungstemp. zwischen 66 u. 120°. Die Reibungswärme wird hauptsächlich durch das Zuwasser u. den Stoff abgeleitet. Die auf der Schleiffläche erzeugte Wärme dringt trotz der entgegenwirkenden Zentrifugalkraft in das Innere des Steines ein, wobei die äußeren Seiten eine höhere Temp. als die inneren aufweisen. Die in Kunststeinen eingebaute Eisenarmierung erwärmt sich gleichmäßig mit ihrer Umgebung. Die in den Lagern erzeugte Reibungswärme hat keinen Einfluß auf das Steininnere. Beim Beginn des Schleifprozesses erfolgt die Erwärmung gleichmäßig über die ganze Steinbreite. (Papierfabrikant 27. Verein der Zellstoff- u. Papier-Chemiker u. -Ingenieure 734—50. 1/12. 1929.) BRAUNS.

Arthur St. Klein, *Hydratation beim Stoffmahlen*. Vf. definiert Hydratation dahin, daß Faserstoffe W. in großen Mengen zurückhalten, einschließen, absorbieren u. dabei geschmeidig werden. Wie das W. zunächst gebunden wird, ist nicht geklärt, da verschiedenartige Fasern diese Eig. in verschiedenem Maße zeigen. Wichtig ist, daß durch die Mahlung die Plastizität der Faserstoffe u. deren Verfilzbarkeit erhöht wird. Wieweit die Festigkeit des Papiers damit zusammenhängt, erklärt sich Vf. die Sache so, daß durch die Quellung die Länge der Faser nur unbedeutend verändert wird, während in der Dickerichtung 20—30%ig. Vergrößerungen auftreten u. die Vergrößerung der Dicke eine Vergrößerung der Reibung beim Abgleiten der Fasern zur Folge hat. Zum Schluß werden noch die wichtigsten Arbeiten über die Vorgänge im Holländer kurz besprochen. (Papierfabrikant 27. Verein d. Zellstoff- u. Papier-Chemiker u. -Ingenieure 755—57. 1/12. 1929.) BRAUNS.

P. W. Carr, *Einfluß von Leim und Alaun auf das Färben von Papier im Holländer mit Anilinfarbstoffen*. (Paper Trade Journ. 89. Nr. 22. 69. 28/11. 1929. — C. 1929. II. 1494.) BRAUNS.

Bruno Wieger, *Technologie und Harzleimung*. (Paper-Maker 78. Sonder-Nr. 43. — C. 1930. I. 458.) BRAUNS.

Casimir Wurster, *Die Harzleimung des Papiers*. Übersetzung einer im Jahre 1900 auf dem Congrès international des Fabricants de papier in Paris gehaltenen Vortrages über die Freiharzleimung von Papier. (Papierfabrikant 27. Verein der Zellstoff- u. Papier-Chemiker u. -Ingenieure. 661—64. 27/10. 1929.) BRAUNS.

Alfred B. Halward, *Über die chemische Veränderung des Fabrikationswassers und seinen Einfluß auf die Verwendung von Schwefelsäure bei der Leimung*. Die durch Temp.-Schwankungen auftretenden Veränderungen des W. sind für die Papierfabrikation von großer Bedeutung. In 2 Tabellen werden die Unters.-Ergebnisse über die Temp. u. den Kalkgeh. eines Fluß- u. eines Quellwassers einer Papierfabrik u. einige Verss. über den Einfluß der Zus. des W. auf die Holländerleimung u. den Zusatz von H₂SO₄ mitgeteilt. Aus diesen Verss. geht hervor, daß dem Fabrikwasser im Holländer nur soviel H₂SO₄ zugefügt werden darf, als zur Neutralisation des W. unter Verwendung von Methylorange als Indicator notwendig ist, was einem pH von 4,3—4,6 entspricht. (Technologie u. Chemie d. Papier- u. Zellstoff-Fabrikation 26. 165—68. Beilage zu Wehbl. Papierfabr. 60. 2/11. 1929.) BRAUNS.

A. Landolt, *Das Färben von Papier durch Tauchen*. Vf. beschreibt das Färben von Seidenpapier, gibt eine Zusammenstellung der dafür geeigneten Farbstoffe der Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel u. Vorschriften zum Färben damit. (Le Papier 32. 1105—06. 15/10. 1929.) BRAUNS.

George Rice, *Das Färben von Papier und Pappe für Milchbehälter*. Vf. bespricht das Färben von Papier u. Pappe im Stoffbrei u. das Leimen des gefärbten Papiers. (Dyer Calico Printer 62. 475—76. 1/11. 1929.) BRAUNS.

F. T. Carson, *Papierstandards*. Vf. bespricht kurz die Papierstandards u. entwickelt einige Gesichtspunkte für neue Standardmethoden. (Paper Trade Journ. 89. Nr. 16. 57—58. 17/10. 1929.) BRAUNS.

H. Postl, *Löschpapier und Löschkarton*. Es werden die Rohstoffe für die Herst. von Löschpapier- u. -karton, die Aufbereitung derselben, die Herst. von feinem weißem u. mittelfeinem Löschpapier u. -karton, das Färben derselben u. die Prüfung besprochen. (Zellstoff u. Papier 9. 757—59. Nov. 1929.) BRAUNS.

Togo, *Isolierpappe*. Kurze Beschreibung der Herst. von Isolierpappe in Amerika, die als Ersatz für Holz gebraucht wird. (Wehbl. Papierfabr. 60. 889—90. 1929.) BRAUNS.

Togo, *Nochmals Isolierpappe*. Kurze Ergänzung zu dem Artikel über die Herst. von Isolierpappe (vgl. vorst. Ref.) (Wehbl. Papierfabr. 60. 1336. 26/10. 1929.) BRAUN.

Korn, Prüfung von Rohpappen auf Anthracenölaufnahme. Die Best. der Anthracenölaufnahme von Rohpappen ergab, daß die Dauer des Abtropfens bei den g-Prob. zwischen 5 u. 19 Min., bei den qdm-Prob. zwischen 15 u. 42 Min. schwankt. Die Abtropfdauer ist bei Prob. mit hohem Quadratmetergewicht etwas kürzer, als bei Prob. mit niedrigerem Gewicht. Bei allen untersuchten Prob. wurde eine etwas geringere Ölaufnahme gefunden, wenn die Wägung der Prob. später als vorgeschrieben erfolgte u. zwar betrug die Abnahme bei den verschiedenen Pappen 0,5—2%, wenn die Prob. 1 Stde., 4—11,6%, wenn die Prob. 18 Stdn. nach vollständigem Abtropfen gewogen wurden. (Papierfabrikant 27. Verein der Zellstoff- u. Papier-Chemiker u. -Ingenieure 765—66. 8/12. 1929. Berlin-Dahlem, Materialprüfungsamt.) BRAUNS.

Anton D. J. Kuhn, Fortschritte in der Zellstoffindustrie Europas. Es werden die Neuerungen bei der Holzlagerung, beim Schälen, der Laugenbereitung, beim Kochprozeß, beim Entleeren, bei der Astaufbereitung, der Sortierung, der Bleiche u. dem Trocknen kurz besprochen. (Wchbl. Papierfabr. 60. 1499—52. 30/11. 1929. Bad Liebenwerda.) BRAUNS.

Max Steinschneider und Ernst Stolz, Zur Theorie des Sulfitkochprozesses. Vff. konnten aus der Sulfitablauge Lignin herstellen, das in W. vollkommen unl. ist u. einen S-Geh. von 6—6,5% hat, während das mit A. gefällte Lignin einen solchen von 8—9% aufweist. Die W.-Löslichkeit der geschwefelten Lignine scheint also vom S-Geh. abhängig zu sein. u. die S-Aufnahme bei der Kochung in 2 Phasen zu erfolgen. Zur Prüfung dieser Frage wurde das Holz bzw. der Zellstoff während des ganzen Verlaufes der Kochung auf ihre S-Aufnahme hin untersucht u. mehrere Prob. mit verschiedenem Ligningeh. der Hydrolyse mit 1%ig. HCl unterworfen. Die Ergebnisse sind in Kurven u. Tabellen zusammengestellt, woraus hervorgeht, daß das Lignin des Holzes früh S u. Ca anlagert, ohne in Lsg. zu gehen u. am Ende der Kochung mit einem S-Geh. von 6% als vollkommen kerngeschwefelt angesehen werden kann. In keinem Fall konnte in den Zellstoffprob. ein Lignin gefunden werden, das bereits vor seiner Aufnahme in die Kochlauge restlos sulfuriert ist u. einen entsprechenden S-Geh. von 8—9% hat. Durch Hydrolyse mit 1%ig. HCl kann das dem Zellstoff noch anhaftende in W. unl. Lignin zum größten Teil in Lsg. gebracht werden. Vff. sind jedoch der Ansicht, daß diese HCl-Hydrolyse sich nicht ohne weiteres mit dem Sulfitkochprozeß vergleichen läßt. Auch bei Betrachtung der Zus. des durch HCl-Hydrolyse gel. Lignins ergeben sich keine Anhaltspunkte für einen Verlauf der Hydrolyse im Sinne der Auffassung HÄGGLUNDS, wonach schon zu Beginn der Kochung vollkommen sulfoniertes Lignin als wasserl. Prod. aus der Cellulose-Ligninverb. hydrolyt. abgespalten wird. Auf Grund ihrer Unters.-Ergebnisse kommen Vff. zu der Ansicht, daß vor der ersten S-Aufnahme oder gleichzeitig mit dieser eine Aufspaltung des Ligninkomplexes eintritt. Die S-Aufnahme des Lignins erreicht im Kocheer zunächst mit 6% ihr Maximum u. ist in dieser Form wasserunl. Erst durch die darauffolgende Anlagerung von SO₂ an die Carbonylgruppe geht das Lignin in die sogenannte wasserl. Ligninsulfosäure über. Es folgt eine Beschreibung der Verss. (Papierfabrikant 27. Verein d. Zellstoff- u. Papier-Chemiker u. -Ingenieure 750—55. 1/12. 1929.) BRAUNS.

E. Morterud, Morteruds Verfahren für die Kochung von Sulfitzellstoff. (Vgl. auch C. 1929. II. 2958.) Vf. erklärt an einer Skizze kurz sein Kochersystem, bei dem die Lauge unter Vorwärmung zirkuliert, u. zählt dessen Vorteile auf. (Zellstoff u. Papier 9. 753. Nov. 1929.) BRAUNS.

I. Fukushima und Y. Takamatsu, Die Einwirkung von Ätznatron auf Cellulose. Verss. über die Einw. von NaOH auf Cellulose ergaben, daß die Löslichkeit der Cellulose mit abnehmender Temp. steigt, wobei bei 10, 8, u. 8—7 Vol.-%ig. NaOH bei 20°, 7° u. —10° ein Maximum der Löslichkeit erreicht wird. Das gleichzeitige Maximum der Löslichkeit u. Quellungsgrades fanden Vff. bei 8%ig. NaOH u. 1°. Das Maximum der Kontraktion der Cellulose wurde für 10 u. 12 Vol.-%ig. NaOH bei 20° bzw. 4° gefunden, sie nimmt auch mit abnehmender Temp. zu. Die Kontraktion steht im unmittelbaren Zusammenhang mit der Löslichkeit u. ebenso mit der Quellung. Vff. glauben, daß bei der Merzerisation die Kontraktion u. die Löslichkeit zuerst stattfinden, u. daß dann erst die Quellung erfolgt. Die Eig. der nach der Behandlung mit NaOH regenerierten Cellulose waren folgende: Die Viscosität der regenerierten Cellulose in SCHWEIZERS Reagens nimmt mit dem Grad der Löslichkeit der Cellulose bei der Merzerisation oder mit der Entfernung der Hemicellulosen aus der Cellulose zu, die Viscosität der aus der Alkalicellulose hergestellten Viscose wird durch die bei der Merzerisation herrschenden Temp. beeinflußt; die Hydrolysierzahl nach SCHWALBE

der regenerierten Cellulose nimmt mit der Konz. der NaOH u. mit abnehmender Temp. zu; der Einfluß der Temp. während u. nach der Merzorisierung auf die Eigg. der Cellulose ist groß. (Cellulose Industry 5. 27. Okt. 1929.) BRAUNS.

L. A. van Bergen, *Kunstseide mit Naturseidenglanz*. Verschiedene Vorschläge zur Herst. edelmatter Kunstseidegarne werden kurz geschildert. An der *Nobrilla* der N. V. Hollandsche Kunstzijde Industrie, Breda, wird der seidene Mattglanz unter anderem hervorgehoben. (Melliands Textilber. 11. 49. Jan.) SÜVERN.

Fred. Grove-Palmer, *Kunstseide und Leinen*. Vf. bespricht die Verwendung von Kunstseide u. Leinen in Mischgeweben zur Erzeugung von Zweifarbeneffekten, die Vorbehandlung der Gewebe u. das Färben. (Silk Journ. Rayon World 6. Nr. 66. 57—58. 20/11. 1929.) BRAUNS.

H. Gidsakis, *Die Herstellung von Kunstwolle aus Viscose*. In Fortsetzung zu C. 1929. II. 2395 bespricht Vf. die Fertigstellung der Kunstwolle, das Geschmeidigmachen, weiter die Herst. feiner Fäden durch feinste Spinndüsen, durch Verdünnung der Viscose u. durch Strecken des Fadens während des Spinnens. Dann wendet er sich der Herst. des Fadens nach dem Viscoseverf. zu, das ausführlich geschildert wird. (Silk Journ. Rayon World 6. Nr. 65. 59—60. Nr. 66. 52. 56. 20/10. 1929.) BRAUNS.

James Chittick, *Die Verwendung von Mischungen von Kunstseide und Wolle in Duvelyn*. Es wird die Verwendung von Kunstseidenstapelfaser in Verb. mit Wolle zur Herst. von Mischgeweben behandelt. (Textile World 76. 1769—80. 28/9. 1929.) BRAUNS.

Brompton, *Synthetische und vegetabilische Fasern in wollenen und Kammgarnfabrikaten*. Vf. bespricht eine neue franz. Faser, die der Mungofaser ähnlich ist, u. die Herst. von Kunstseidenstapelfaser u. ihre Verwendung in wollenen u. Kammgarnfabrikaten. (Textile World 76. 1770—71. 28/9. 1929.) BRAUNS.

Alois Herzog, *Neue Hilfsvorrichtungen zur mikroskopischen und chemischen Analyse von Faserstoffen*. (Jentgen's artificial Silk Rev. 2. 14—18. Okt. 1929. C. 1930. I. 610.) BRAUNS.

M. C. Marsh, *Beschreibung eines Instruments zur Dickenmessung von zusammen-drückbaren festen Substanzen*. Der Vf. beschreibt ein Instrument, das gestattet, die Dicke von Textilgeweben unter verschiedenen Drucken (von 1 mg bis 100 g/qcm) zu messen. Das Instrument zeichnet sich durch hohe Empfindlichkeit u. Zuverlässigkeit aus. Die Dickenmessung ist bis auf 0,01 mm genau. (Journ. scient. Instruments 6. 382—85. Dez. 1929. British Research Association for the Woolen and Worsted Industries.) FABER.

Albert H. Grimshaw, *Hinweise, die sich auf die Bewertung und Prüfung einiger Chemikalien beziehen, die zum Beuchen und Bleichen von Baumwolle dienen*. Nach kurzer Aufzählung der beim Beuchen u. Bleichen von Baumwolle in Frage kommenden Chemikalien, bespricht Vf. die Beurteilung u. Prüfung von Gasteer, ZnO, ZnCl₂, MgCl₂, von Entschlichtungsmitteln, HCl, NaOH, KOH, Na₂CO₃, K₂CO₃, Na₂SiO₃, Borax, Kalk, Seife, sulfonierte Öle, H₂SO₄, Cl₂ fl., Chlorkalk, Na-Hypochlorit, Peroxyde, Perborate, Essigsäure u. Bisulfite. (Canadian Textile Journ. 46. 23—26. 28/11. 1929.) BRAUNS.

—, *Die Prüfung von Abfallwolle auf ihren Ölgehalt nach dem Emulsions- und Extraktionsverfahren*. Es wird die Best. des Ölgeh. nach der Emulgier- u. Extraktionsmethode beschrieben. (Textile World 76. 2794—95. 2819. 9/11. 1929.) BRAUNS.

—, *Gegenwärtige und vorgeschlagene Methoden zur Bestimmung der Gleichmäßigkeit von Rohseide*. Es werden die bisherigen Methoden zur Prüfung von Rohseide auf ihre Gleichmäßigkeit besprochen. Die japan. Prüfungsmethode B mit dem *Seirplane-Tester* wird als die geeignetste zur allgemeinen Benutzung vorgeschlagen. (Textile World 76. 4074—77. 30/11. 1929.) BRAUNS.

W. F. Edwards, *Eine neue Erfindung zur Prüfung der Gleichmäßigkeit von roher Seide*. Vf. beschreibt an Hand einiger Abb. einen App., mit dem durch Aufzeichnen von Kurven die Rohseide auf ihre Gleichmäßigkeit geprüft wird. (Textile World 76. 3052—54. 23/11. 1929.) BRAUNS.

James d'A. Clark, *Das Messen des Kontrastverhältnisses von durchscheinenden und durchsichtigen Papieren*. Nach einem kurzen Überblick über die bisher erschienenen Arbeiten auf diesem Gebiet, beschreibt Vf. den von ihm konstruierten *Clark Opacitätsprüfer* zur Best. der Qualität eines Papieres, die besonders für den Drucker wichtig ist. (Pulp Paper Magazine Canada 28. 835—36. 858. 28/11. 1929.) BRAUNS.

Fritz Hoyer, *Die Prüfung des Holzschliffes*. Vf. bespricht die Prüfung des Holzschliffes auf seinen Trockengeh., Mahlgrad, Geh. an Splintern, die mkr. Prüfung, auf Geh. an Harz, auf seine Festigkeit, auf seine Reinheit u. seine Verwendbarkeit zu satinierten Papieren. (Czechoslovak. Papier-Ztg. 10. Nr. 1. 1—3. 4/1. 1930. Köthen.) BRAUNS.

Gösta A. Hall, *Die Identifizierung und Bewertung von ungebleichten Holzcellstoffen*. (Lo Papier 32. 953—64. 1059—96. Sept. 1929. — C. 1929. II. 1495. 1611.) BRAU.

Harry C. Bradford, *Festigkeitsbestimmung von Holzcellstoff*. Vf. bespricht in einem Vortrag die Holländerfüllung, die Probenahme u. die Blattbildg. zur Best. der Festigkeit von Holzcellstoff. (Paper Trade Journ. 89. Nr. 16. 53—54. 17/10. 1929. Kalamazoo, Mich.) BRAUNS.

W. Meskat, *Die Trockenprobenentnahmen aus Zellstoffballen unter Berücksichtigung der Austrocknung*. Es wird ein mathemat. Gesetz aufgestellt, nach dem die Austrocknung des Zellstoffes im Ballen vor sich geht u. im Zusammenhang mit diesem die geometr. Grundlagen der engl. Keilmethode, der Methode nach BOMMEN u. die in Deutschland übliche Streifenmethode nachgeprüft. (Papierfabrikant 27. Verein der Zellstoff- u. Papier-Chemiker u. -Ingenieure 722—27. 24/11. 1929.) BRAUNS.

Erich Richter, *Zur Frage der Zellstoffbeurteilung. Über die wahren Kupferzahlen und eine physiko-chemische Reaktion der Zellstoffe*. (Vgl. C. 1929. II. 673.) Vf. untersucht eine Reihe ungebleichter u. gebleichter Zellstoffe, indem er sowohl die Cu-Zahl als auch den Berstdruck u. die Doppelfaltungen bestimmt. Die Best. der Cu-Zahl wird nach einer von ihm modifizierten Methode in der Weise ausgeführt, daß 2—2,5 g Stoff mit insgesamt 500 ccm W. aufgeschlagen u. in einen 1 Literkolben gespült, mit 30 ccm CuSO₄-Lsg. (100 g CuSO₄ im Liter) u. 190 ccm einer Lsg. Lsg. II. (100 g wasserfreie Soda u. 50 g NaHCO₃ i. L. versetzt u. im Dampfbad 3 Stdn. auf 93—94° gehalten werden. Danach wird wie gewöhnlich verfahren. Weiter wird die Herst. der Blätter für die Festigkeitsbest. mitgeteilt. Die erhaltenen Resultate aus den Cu-Zahl-, Festigkeits- u. Mahlgradbest. sind in Tabellen zusammengestellt. Vf. versucht nun die Cu-Zahl eines Zellstoffes mit seiner Festigkeit u. damit für die Bewertung des Zellstoffes in Verbindung zu bringen. Die Cu-Zahl muß nach den bisherigen allgemeinen Erfahrungen der Festigkeit entgegen proportional sein. Bei Anwendung der vom Vf. aufgestellten Formel: Festigkeit × Mahlgrad/100 × Cu-Zahl kommt er zu einer Konstanten, der sogenannten R - Zahl. Stoffe im Holländer oder in einer Kugelmühle gemahlen, geben mit Hilfe der neuen Cu-Zahl dieselbe R-Zahl. Die neue Cu-Zahl ist also nach Ansicht des Vf. ein Ausdruck für die physikal.-chem. Beschaffenheit des Zellstoffes. Die neue Cu-Zahl ist dazu geeignet, die R-Zahl zu bestimmen, die einen dem Absoluten angenäherter Ausdruck für die Qualität eines Zellstoffes ist. Mit Hilfe der R-Zahl sollen auch die Unterschiede bei Festigkeitsbest. des gleichen Stoffes in verschiedenen Laboratorien ausgeglichen werden. Im zweiten Teil untersucht Vf. die Veränderungen der neuen Cu-Zahl unter wechselnden Bedingungen, um an Hand der erzielten Konstante (R-Zahl) den Wert der Arbeitsmethode zu ermitteln. (Technologie u. Chemie d. Papier- u. Zellstoff-Fabrikation 26. 157—65. 173—80; Beilage zu Wchbl. Papierfabr. 60; Pulp Paper Magazine Canada 26. 439—40. 452—58. 483—88. 2/11. 1929. Port Alice, B. C.) BRAUNS.

A. P. Sakostschikow, *Kupferoxydammoniak, seine Bereitung, Bestimmung und Anwendung in den textil-mikroskopischen Untersuchungen*. Die Bereitung von Kupferoxydammoniak erfolgt am besten durch Auflösung des Cu in NH₄OH unter Einleiten von Luft. Die Auflösungsfähigkeit des Reagens gegenüber Cellulose wird durch den %-Geh. des Cu bestimmt, das nach der Cyankaliummethode von Low bestimmt wird u. nicht durch das, das nach der gravimetr. Methode ermittelt ist. Mit so hergestelltem Schweizer Reagens läßt Vf. verschiedene Cellulosefasern quellen, deren Ergebnisse in einer Reihe von Mikrophotographien gezeigt werden. Die Kupferoxydammoniaklsgg. müssen für Baumwollfasern 0,55%, für Bastelementarfasern 0,35% Cu enthalten. Die Konz. des Reagens muß bei allen Beschreibungen der Quellungserscheinungen angegeben werden, denn diese werden hauptsächlich von der Konz. der Cu-Lsg. bestimmt. (Melliands Textilber. 10. 947—50. 11. 32. Dez. 1929. Nowotshcherkassk, Polytechn. Inst.) BRAUNS.

D. Appel, *Kunstseideuntersuchungen im Bureau of Standards*. Es wird eine Vorr. zur Prüfung von gleichmäßig gespannten Kunstseidefäden nach der *Multiple-Strand*-Methode auf ihre Festigkeit u. die Vorteile dieser Methode besprochen. Die aus der Fadenzahl u. der Belastung erhaltenen Kurven ergeben grade Linien. (Textile World 76. 4372—73. 14/12. 1929.) BRAUNS.

Edward R. Schwarz, *Die mikroskopische Prüfung von Kunstseidequerschnitten*. Vf. bespricht die Abhängigkeit des Glanzes von der Querschnittsform der Faser, die Zackenform an den Querschnitten, die Abhängigkeit des Völligkeitsgrades von der Form des Querschnittes, die Best. des spezif. Gewichts, der Querschnittsfläche u. quantitative Vergleiche derselben. (Textile World 76. 1792—95. 1800. 28/9. 1929. Massachusetts Inst. of Techn.)

BRAUNS.

Arthur K. Johnson, *Die Identifizierung der Kunstseiden*. Es werden die verschiedenen Methoden zur Best. der verschiedenen Arten von Kunstseiden u. die Prüfung mit der WRIGHTSchen Lsg. mitgeteilt. (Textile World 76. 1787—88. 28/9. 1929.) BRAU.

Herbert Renner, Chicago, V. St. A., *Verfahren zur Herstellung von Mottenholz* gemäß D. R. P. 470 458, dad. gek., daß man einzelne bei gewöhnlichen Temp. nicht fl., riechende insekticide *Campher, Terpene, Phenolderivate* bzw. deren bei gewöhnlichen Temp. nicht fl. Mischungen mit oder ohne Zusatz von Färbemitteln auf an sich bekannte Weise bei erhöhten Temp. zur Tränkung von Holz benutzt. — 2. dad. gek., daß man den zur Tränkung des Holzes verwendeten Schmelzen *Naphthalin, Naphthalinderivate* u. bzw. oder *Phenole* einzeln oder in Mischung miteinander zusetzt. — Mit solchen Stoffen vorimprägnierte Hölzer können mit den nach dem Hauptpatent hergestellten Schmelzen nachbehandelt werden. Man verwendet auch bei gewöhnlicher Temp. fl. insekticide Stoffe zum Tränken u. kann dann auf das getränkte Holz Gase, wie O_2 u. CH_2O einwirken lassen, die mit dem fl. Imprägnierungsmittel feste Rk.-Prodd. bilden. Das Mottenholz kann ferner mit porösen Materialien, wie *Gips, Zement, Papier*, ferner mit porösen Schichten von nicht luftdurchlässigen Stoffen, wie *Lacken, Firnissen, oxydierenden Ölen* überzogen werden. (D. R. P. 481 679 Kl. 45 I vom 21/7. 1927, ausg. 21/9. 1929. Zus. zu D. R. P. 470 458; C. 1929. I. 2256.)

SARRE.

Soc. Berjonneau, Jacqueau et Cie., Frankreich, *Seine-Inférieure, Gewebe für Kardengarnituren*. Der Filz des Gewebes erhält einen direkten Schutzüberzug aus vulkanisiertem Kautschuk oder einem Nitrocellulose-Kautschukgemisch. Das Überziehen geschieht auf dem Kalandr oder durch Aufstreichen u. Vulkanisieren oder der Kautschuk wird zunächst auf einer präparierten Gewebeunterlage vulkanisiert, abgezogen u. auf den Filz geklebt. (F. P. 665 584 vom 12/12. 1928, ausg. 20/9. 1929.)

PANKOW.

Linn Bradley, Montclair, New Jersey und **Edward P. Mc Keefe**, Plattsburg, New Jersey, *Herstellung von Papierstoff aus Holz* durch Verkochen mit einer sauren, bisulfithaltigen Kochlauge u. durch Fertigmachen mit einer neutralen Alkalisulfidlauge. (A. P. 1 722 993 vom 3/11. 1921, ausg. 6/8. 1929.)

M. F. MÜLLER.

Champion Coated Paper Co., übert. von: **Donald B. Bradner**, Hamilton, Ohio, *Herstellung eines Überzuges für Papier, Papiergewebe etc.* Durch Überziehen desselben mit einem Brei von Rohstärke u. durch Nachbehandlung mit gesätt. Dampf von solcher Temp., daß die Stärke gelatinirt. Zum Schluß wird das Papier etc. getrocknet. (A. P. 1 733 524 vom 8/11. 1926, ausg. 29/10. 1929.)

M. F. MÜLLER.

Exportingenieure für Papier- und Zellstofftechnik G. m. b. H., Berlin, *Verfahren zum Regenerieren der Festigkeit von pflanzlichen Fasern in Papierform*, dad. gek., daß die zu imprägnierende Faserstoffbahn durch ein Leimbad geleitet u. hierauf einem so hohen Druck ausgesetzt wird, daß die Oberfläche der geleimten Bahn nach dem Austritt aus der Preßvorr. trocken erscheint, während der aufgenommenen Leim zwischen die im Innern der Faserstoffbahn liegenden Fasern hineingepreßt ist, u. daß schließlich auf die Oberfläche der geleimten Bahn ein Härtmittel in dünner Schicht u. in genau bemessener Menge aufgetragen wird, bevor noch der Leim aus dem Innern wieder an die Oberfläche der Faserstoffbahn gedrungen ist. Die Vorr. zur Ausführung des Verf. ist mit einem Leimbad mit Führungsvorr. für die Faserstoffbahn versehen, sowie mit einer Preßvorr. für hohen Druck, mit einstellbaren Preßwalzen u. einer Feuchtvorr. zum Auftragen von Härtmitteln in dünner Schicht. Die Feuchtvorr. befindet sich in unmittelbarer Nähe der Preßvorr., so daß die Faserstoffbahn zwischen beiden Vorr. nur einen kurzen Weg zurückzulegen hat. Eine schemat. Zeichnung erläutert das Verf. (Schwz. P. 133 815 vom 5/6. 1928, ausg. 2/9. 1929. D. Prior. 7/6. 1927.)

M. F. MÜLLER.

Wellington George Reynolds, Holyoke, Massachusetts, *Herstellung von glanzfreiem Schreibpapier*. Zu dem Papierbrei werden zugesetzt auf 1000 Teile Papierstoff geringe Mengen Auramin-Doppel O u. eines l. blauen Farbstoffes. Der gefärbte Papier-

stoff wird in üblicher Weise auf der Papiermaschine verarbeitet u. kalandert. (A. P. 1 721 576 vom 12/3. 1927, ausg. 23/7. 1929.) M. F. MÜLLER.

Lester Kirschbraun, Evanston, Illinois, *Herstellung von wasserdichtem Papier*. Zu einem Papierstoffbrei werden auf 30 Teile trocknen Faserstoff 60 Teile eines Bindemittels auf einer Basis von Bitumen, Asphalt, Pech u. Ton zugesetzt. (A. P. 1 723 355 vom 10/9. 1919, ausg. 6/8. 1929.) M. F. MÜLLER.

Lester Kirschbraun, Evanston, Illinois, *Herstellung von wasserdichtem Papier*. Zu dem Papierstoffbrei wird eine wasserdichtmachende Emulsion zugesetzt, die z. B. aus Ton unter Zusatz eines Bindemittels, wie Paraffin oder Asphalt, u. von h. W. hergestellt ist. (A. P. 1 722 431 vom 4/9. 1918, ausg. 30/7. 1929.) M. F. MÜLLER.

Lester Kirschbraun, Chicago, Illinois, *Papiermaschine*, die geeignet ist, eine Asphalt- oder bituminöse Schicht zwischen den Papierbahnen einzufügen u. ein wasserdichtes Papier zu erzeugen. An Hand einer Zeichnung ist die App. beschrieben. (A. P. 1 722 432 vom 27/3. 1924, ausg. 30/7. 1929.) M. F. MÜLLER.

Lester Kirschbraun, Chicago, Illinois, *Apparatur zur Herstellung von Emulsionen*, bestehend aus einer mit Rührwerk versehenen Mischkammer, in der eine wss. Suspension hergestellt wird, die einen kolloidalen Stoff enthält. Diese ist mit anderen Kammern verbunden, in denen die kolloidale Suspension, die zu der Mischkammer zugelassen wird, hergestellt wird, ferner mit einer Kammer, in der der zuzusetzende wasserdichtmachende Stoff geschmolzen wird. An Hand einer Zeichnung ist die App. beschrieben. (A. P. 1 722 433 vom 27/3. 1924, ausg. 30/7. 1929.) M. F. MÜLLER.

Lester Kirschbraun, Leonia, New Jersey, *Herstellung von wasserdichtem Papier*. Der wasserdichtmachende Stoff wird in Form einer wss. Dispersion auf der Papiermaschine zu dem Papierstoffbrei in regulierten Mengen zugesetzt. Dabei bildet sich eine ununterbrochene dichte Filmschicht auf den Fasern. Das Prod. wird in üblicher Weise aufgearbeitet. An Hand von mehreren Zeichnungen ist das Verf. u. die App. beschrieben. (A. P. 1 722 434 vom 19/11. 1924, ausg. 30/7. 1929.) M. F. MÜLLER.

A. G. Pollard, Buxted, Sussex, und J. R. Whincop, London, *Herstellung von Cellulose* zwecks Weiterverarbeitung auf Derivv. der Cellulose aus Holz u. anderem Fasermaterial durch Sättigen der Fasern mit Cl₂-Gas, Eintauchen in eine schwache Alkalilsg. von weniger als 3%, Na-OH, Holländern, Waschen, nochmaliges Chlorieren, Eintauchen in verd. Säure u. Auswaschen. Das Verf. wird bei gewöhnlicher oder lauwarmer Temp. ausgeführt. (E. P. 321 282 vom 25/9. 1928, ausg. 28/11. 1929.) M. F. M.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., übert. von: Heinrich Heilmann und Hermann Seefried, Dessau, Irfried Petersen, Wolfen, Kreis Bitterfeld, und Alfons Bayerl, Dessau, *Gewinnung von Cellulose*. (A. P. 1 736 080 vom 7/7. 1927, ausg. 19/11. 1929. D. Prior. 21/7. 1926. — C. 1928. I. 444 [E. P. 274 892].) M. F. MÜ.

Charles Henry Field und Douglas Haslett, England, *Künstliche Seide aus Cellulose-derivaten*. Man verwendet als Lösungsm. oder als Bestandteile von Lösungsmittelgemischen *Monochlorhydrin, Dichlorhydrin, Epichlorhydrin, Monoacetin, Diacetin, Triacetin* oder ähnliche Ester des Glycerins oder Glycerin selbst oder Gemische von 2 oder mehreren dieser Stoffe. Diese Lösungsm. eignen sich insbesondere zur Bereitung der Lsgg. von Cellulosederivatgemischen (Xanthogenat u. Nitrat, Acetat). (E. P. 319 294 vom 13/6. 1928, ausg. 17/10. 1929.) ENGEROFF.

René Guilmain, Technologie du papier. T. I. La Fabrication du papier, de ses origines au XIX^e siècle. V: Le Matériel mécanique de papeterie au début du XIX^e siècle, précédé de quelques notes sur le papyrus et le parchemin. (S. M.) (S. 49—68.)

XIX. Brennstoffe: Teerdestillation; Beleuchtung; Heizung.

W. E. Plevin, *Verunreinigungen in Kohlen: Ihr Einfluß auf die Verkokung*. Vf. weist auf den Geh. der Kohlen an mechan. Beimengungen wie Schiefer u. dgl. u. an chem. gebundenen Verunreinigungen — freie u. gebundene Asche — hin u. berichtet über die Ergebnisse der Unters. von 2 in einer Trockenreinigungsanlage für Kohle gesammelten Mustern von Schlacken u. mechan. Verunreinigungen. Folgerungen aus den Ergebnissen. Erörterung. (Gas Journ. 188. 653—55. 4/12. 1929. Blackpool Gas-Works.) WFM.

David Brownlie, *Verkokungsverfahren von Honigmann-Bartling*. Vf. beschreibt das Verf. der Trocknungs-, Verschmelzungs- u. Vergasungs-A.-G. LUDWIG HONIGMANN u. FRIEDRICH BARTLING in München zur Tieftemp.-Dest. von Braunkohle u. nichtkokenden Kohlen. Besonders hervorgehoben wird der hohe

Durchsatz an Rohkohle mit 50—55% W. ohne Vortrocknung, wie sie bei dem Verf. der Kohlenveredelungs-Gesellschaft erfolgt. (Gas Age-Record 63. 69—70. 19/1. 1929.)

WOLFFRAM.

W. N. Ipatjew, *Kohlehydrierung*. Nach einer Schilderung der histor. u. techn. Entw. des Berginverf. wird die Möglichkeit der Hydrierung russ. Kohlen besprochen. (Journ. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyshlennosti] 6. 1243—49. Sept. 1929.)

SCHÖNFELD.

R. Mezger und Th. Payer, *Beiträge zur restlosen Vergasung der Kohle, insbesondere die Eignungsprüfung der Kohle für die restlose Vergasung*. Vff. erörtern die Bedeutung der restlosen Vergasung von Kohle für die neuzeitliche Gasbereitung, besonders zur Deckung plötzlichen Spitzenbedarfs, u. die Betriebsschwierigkeiten bei Herst. von Doppelgas nebst Beseitigung ihrer Ursachen. Die Methoden zur Unters. der Kohlen auf ihre Eignung für den Kohlenwassergasprozeß werden unter Ergänzung durch neue Verf. bzw. Modifikationen bekannter Arbeitsweisen eingehend geschildert, die mit einer Anzahl verschiedener Kohlensorten erzielten Ergebnisse übersichtlich zusammengestellt u. in geeigneter Form bewertet. (Gas- u. Wasserfach 73. 1—8. 7/1. Stuttgart, Gaswerk.)

WOLFFRAM.

—, *Das „C.A.S.“-Verfahren von Koppers*. Nach einer Übersicht der auf die Verwendung des H₂S im Gase zur Herst. von (NH₄)₂SO₄ beruhenden Verf. von LAMING, MARIOTT, FELD, BURKHEISER u. BAER beschreibt KOPPERS sein halbindirektes C. A. S. - V e r f. zur Entfernung von CN, NH₃ u. H₂S aus dem Gasé unter Gewinnung von (NH₄)₂SO₄ u. S u. hebt die Überwindung der bei FELD vorhandenen Schwierigkeiten u. die erheblichen wirtschaftlichen Vorteile durch Ersparung von 1 t H₂SO₄ je t (NH₄)₂SO₄, Erhöhung der Ausbeute an letzterem um 10%, Fortfall der hohen Kosten für die „trockene“ H₂S-Reinigung u. Gewinnung von überschüssigem S für Handelszwecke bei sehr geringem Dampfverbrauch hervor. (Gas Journ. 188. 643—44. 4/12. 1929.)

WOLFFRAM.

E. W. Smith, *Nasse Reinigung von Kohlengas mittels Ammoniak*. Die Verwendung von NH₃ zur Entfernung von H₂S u. anderen Verunreinigungen des Kohlengases auf nassem Wege ist im Verlaufe der Entw. der Gasindustrie von WILSON, LAMING, HILLS, CLAUS u. a. immer wieder versucht, konnte aber die „trockene“ Reinigung nur in wenigen Ausnahmefällen ersetzen, die techn. u. wirtschaftlichen Gründe hierfür werden eingehend erörtert. (Gas Age-Record 64. 905—07. 21/12. 1929. London, The Woodall-Duckham Co.)

WOLFFRAM.

H. Hollings, S. Pexton und R. Chaplin, *Gewinnung von Benzol aus Kohlengas: Die Verwendung von aktiver Holzkohle*. Vff. erörtern die Vor- u. Nachteile der Gewinnung von Bzl. durch Auswaschen mit Öl u. schildern dann ausführlich die Ergebnisse beim Gebrauch von Holzkohle zu diesem Zweck in einer Vers.-Anlage, die Erträge an Bzl., die Verwendung der Kohle zur Vorreinigung u. zur Absorption des Bzl., die Einzelheiten der handelsüblichen Apparatur, die Arbeitsweise, Änderungen der Dest.-Methode, HCN-Unterss., N-Geh. der ausgebrauchten Kohle u. Unters. der in ihr enthaltenen gummiartigen Bestandteile, Wrkg. HCN-freien Kohlengases, weitere Verss. u. den Einfluß von HCN auf Bzl. (Gas World 91. 614—19. 21, 12. 1929. Gas Light and Coke Co.)

WOLFFRAM.

W. Kärsten, *Gewinnung von Benzol und Naphthalin aus Kokerei- und Leuchtgas durch Druck und Kälte*. Zur Gewinnung von Bzl. u. C₁₀H₈ in einem Arbeitsgange wird das von Staub, Teer usw. befreite rohe Kokerei- oder Gaswerksgas nach Vorkühlung u. Kompression in einer Expansionsmaschine unter gleichzeitiger Arbeitsleistung entspannt u. dabei Bzl. wie C₁₀H₈ in nahezu verkaufsfähigem Zustand abgeschieden. Beschreibung der mit Gegenstromaustauschern arbeitenden Apparatur. Vollständige Gewinnung des Bzl., auch bei hoher Gas- u. Kühlwassertemp., im Gas verbleibt nur 1 g Bzl. je cbm. Gewinnung von absolut trockenem Gas. Vorteile gegenüber dem Washölverf. u. der Adsorption durch akt. Kohle oder Silicagel. (Teer u. Bitumen 28. 1—3. 1/1. 1930. Essen.)

WOLFFRAM.

W. N. Shurawski, *Fraktionierte Kondensation von Rohbenzol*. Vf. entwickelt ein Arbeitsschema, bei dem die Dest. des Rohbenzols mit der Gewinnung der Einzelaktionen durch fraktionierte Kondensation der die Destillationskolonnen verlassenden Dämpfe vereinigt wird, so daß die vorangehende Fraktionierung als selbständiger Fabrikationsprozeß entfällt. (Journ. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyshlennosti] 6. 1249—53. Sept. 1929.)

SCHÖNFELD.

Robert Schwarz, *Nomenklaturen für Erdöl- und Mineralölprodukte in verschiedenen Ländern*. Vf. will eine wirklich richtige Bezeichnung für Erdöl- u. Mineralölprod. im internationalen Verkehr schaffen. Er gibt an Hand einer Nomenklaturtabelle die Bezeichnung für Erdöl- u. Mineralölprod. in den einzelnen Ländern Europas, Amerikas, Asiens. (Montan. Rdsch. 21. Nr. 22. 11—12. 16/11. 1929.) HOSCH.

Leon Zuckermann, *Das Problem der Rohölverarbeitung auf Asphalt oder Koks*. Für spezielle poln. Petroleumvork. wird gefunden, daß man bei Raffinerien mit Hochvakuumdest. auf Asphalt, bei Raffinerien mit gewöhnlicher Rohöldest. oder Crackdest. dagegen auf Koks hinarbeiten soll. Tabellen im Text. (Petroleum 25. 1691—93. 19/12. 1929.) LOEB.

S. Kyropoulos, *Physikalische Eigenschaften und Konstitution der Mineral-schmieröle*. Vf. entwickelt ein Verf., Schmieröle ohne chem. Eingriffe, einfach durch Best. von Brechungsindex u. Mol.-Gew., nach ihrer Stellung im Mol.-Brechungsindexdiagramm zu klassifizieren. Auf diese Weise wurde die Konst. der Paraffinbasisöle (Valvolineöle) aufgeklärt u. nachgewiesen, daß sie Gemische der Isoparaffine sind. — Aus der Isoparaffinnatur erklären sich die guten Schmiereigg. u. die hohe Widerstandsfähigkeit gegen hohe Lagerdrucke auf Grund ihres räumlich komplizierten Baues. Eine Reihe gesätt. KW-stoffe werden nach diesem Verh. als Isoparaffingemische klassifiziert. — Vf. weist auf die Bedeutung der Vakuumdest. zur Eignungsprüfung von Schmierölen hin, sowie auf die Zweckmäßigkeit der Wahl enger Siedintervalle. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. A. 144. 22—48. Okt. 1929.) HOSCH.

Saikichi Mizushima und Teikichi Yamada, *Einfluß auf die Oxydation von weniger ausraffinierten Transformatorenölen durch Zusatz von Schwefel*. Vff. haben weniger ausraffinierte amerikan. Transformatorenöle u. ein Schalteröl unbekannter Herkunft mit (0,2%) u. ohne Zusatz von S in einem Ölbad 100 Stdn. bei 135° erhitzt, wobei sich zeigte, daß S-Zusatz die Schlammbligd. in weniger ausraffinierten Ölen erhöht. (Journ. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 32. 316 B. Nov. 1929.) KELLNER.

Teikichi Yamada, *Eine Untersuchung über die Schlammbildner in Transformatorenölen*. I. *Faktoren für die Schlammbildung*. Vf. hat festgestellt, daß S u. ungesätt. KW-stoffe bei der Bldg. von Schlamm in Transformatorenölen eine große Rolle spielen. (Journ. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 32. 317 B. Nov. 1929. Tokyo.) KELLNER.

—, *U. S. Motor Gasolin (U. S. Bureau of Standards)*. Während der letzten 5 Jahre zeigte das U. S. Government Motor-Gasolin folgende „Flüchtigkeit“ bei der Dest.: Siedebeginn nicht über 55°; 20% Dest. nicht über 105°; 50% nicht über 140°; 90% nicht über 200°; Endpunkt nicht über 225°. Gesamtdest. mindestens 95%. — Einige Änderungen der Lieferbedingungen für Motorkraftstoffe werden mitgeteilt. (Journ. Franklin Inst. 208. 797—98. Dez. 1929.) NAPHTALI.

Donald A. Howes und Alfred W. Nash, *Die Klopfwerte von aromatischen Kohlenwasserstoffen*. In Verfolgung ihrer früheren Verss. (C. 1929. I. 2007) bestimmten Vff. die Klopfwerte reiner KW-stoffe in 20%ig. Lsg. in kaliforn. Bzn., u. zwar von Bzl., Toluol, o-, m-, u. p-Xylol, Äthylbenzol, Isopropylbenzol, p-Cymol, sek. Butylbenzol, tert. Butylbenzol, tert. Amylbenzol u. p-tert.-Butyltoluol. Alle außer sek. Butylbenzol hatten einen höheren Antiklopfwert als Bzl. (Journ. Soc. chem. Ind. 49. Transact. 16. 3/1. 1930. Birmingham, Univ.) BEHRLE.

W. P. Semljanitzyn, *Zur Bestimmung des Kohlenstoffgehalts in kohlehaltigem Schwefelkies*. Der bei der Kohlenbearbeitung abfallende Schwefelkies ist öfter als Rohmaterial für die H₂SO₄-Fabrikation versuchsweise verwendet worden. Als schädlichste Beimengung dieses Materials ist Kohle anzusehen, die zur Verbrennung mehr O₂ erfordert, als S. Vf. hat deshalb eine Methode für die Analyse solcher Prodd. ausgearbeitet. Der Gesamt-S wird nach LUNGE bestimmt. H₂SO₄ wird durch Kochen mit HCl in einer CO₂-Atm. u. Fällen des Filtrats mit BaCl₂ ermittelt. SiO₂, Cu, Fe, Ca u. Mg werden in üblicher Weise bestimmt. Zur Best. des NaCl wird ein größeres Muster mit Königswasser zers., das Cu, Fe, Ca u. Mg entfernt, u. nach Entfernen der NH₄-Salze wird das NaCl gewogen. H₂O wird durch Trocknen bei 110° in CO₂ u. Auffangen des W. im CaCl₂-Rohr bestimmt. N nach KJELDAHL, C u. H durch Elementaranalyse. FeO wird durch Subtraktion des Fe-Sulfids vom Gesamt-Fe berechnet. Ein nach der Methode untersuchter Schwefelkies, der ein inniges Gemisch von C u. Kies darstellte, ergab folgendes: 34,36% S, 0,24% SO₃, 30,11% Fe, 1,72% FeO, 1,20% CaO, 0,34% MgO, 0,01% Cu, 1,33% SiO₂, 26,26% C, 1,68% H, 0,49% N, 1,07% O, 0,56% NaCl, 0,52% H₂O. Der C kann auch durch Verbrennen mit Chrom-Schwefelsäure bestimmt werden, bzw. aus dem Glühverlust. Dieser betrug 51,21% u. diese Zahl muß um den

für die Oxydation des Fe u. des FeO zu Fe₂O₃ erforderlichen O₂ erhöht werden, im vorliegenden Falle also um 13,09%. Zieht man hiervon den S-Geh. u. den W.-Geh. ab, so erhält man den C-Geh. (Journ. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyslennosti] 6. 889—90. 1929.)

SCHÖNFELD.

Manfred Mannheimer, *Bestimmung des Wassergehalts von Kohle und ähnlichen Stoffen*. Eine schnelle Methode zur Best. des W.-Geh. beruht auf der Erhöhung der D. von Methanol, das mit der fein gepulverten Probe (60-Maschen-Sieb) mindestens 1/2 Min. geschüttelt wird. Ein App. wird beschrieben u. abgebildet. Das mit dem W. der Probe verdünnte Methanol gelangt in ein Glasgefäß mit Schwimmer, das in einem W.-Bad steht. Die Temp. des Bades wird vorsichtig so weit erhöht, daß der Schwimmkörper eben schwimmt. Diese Temp.-Erhöhung ist das Maß für den W.-Geh. des Methanols. Eine Tabelle gestattet den W.-Geh. gegenüber absol. CH₃OH abzulesen, woraus sich der W.-Geh. der Probe berechnen läßt. Einzelheiten über die Ausführung im Original. Das Verf. ergibt einen etwas höheren Wert als das Xylol-verf. (MARCUSON). (Ind. engin. Chem. Analytical Edition 1. 154—56. 15/7. 1929. New Haven, Chem. Labor. der Yale Univ.)

NAPHTALI.

R. E. Brewer und E. P. Harding, *Modifikation des Parrschen Verfahrens zur Bestimmung des Gesamtkohlenstoffs in Kohle*. Die gasvolumetr. Methode zur Best. des C aus der CO₂ im Schmelzrückstand der Kohlenprobe mit Na₂O₂ u. KClO₃ (Journ. Amer. chem. Soc. 26 [1904]. 294) ist einfacher u. in ihrer hier beschriebenen Modifikation schneller ausführbar als die A. S. T. M.-Methode (Amer. Soc. Test. Materials, Standards 1927. D. 271—27. 535). Der App. (Abbildung) u. das volumetr. Verf. zur Best. der CO₂ wird ausführlich mit den Korrekturen für Druck, Temp. u. CO₂ in den Reagenzien u. im anorgan. Teile der Kohle beschrieben. Eine Tabelle gestattet, das Gewicht des C pro cem CO₂ bei verschiedenen Drucken u. Temp. abzulesen. (Ind. engin. Chem. Analytical Edition 1. 145—48. 15/7. 1929. Minneapolis, Univ. v. Minnesota, Abt. f. Techn. Chem.)

NAPHTALI.

R. C. Griffin, *Schwefelbestimmung in Petroleumfraktionen*. Vergleichende Verss. zwischen Bomben- u. Lampenmethode zur S-Best. ergaben nach der Bombenmethode stets geringere Werte. Die Ursache davon ist, daß ein Teil des S zu Sulfonsäuren u. dgl. oxydiert wird, deren Ba-Salz in W. l. ist u. daher beim üblichen Verf. nicht zur Wägung kommt. Durch Eindampfen des Filtrats von der BaSO₄-Fällung u. Kochen mit konz. HCl wird die Sulfonsäure in H₂SO₄ hydrolysiert. — Bei Mercaptane enthaltenden Ölen geben Bomben- u. Lampenmethode zu niedrige Resultate. Die Mercaptane werden in der Bombe weitgehend zu Sulfonsäure oxydiert; in der Lampe gehen sie durch Bldg. anderer Verb. als SO₂ oder SO₃ verloren. — Auch durch Verdünnung mit Kerosin läßt sich der S in *schweren Rohölen* nicht nach der Lampenmethode bestimmen. Bei sehr schweren Ölen werden nur 65% des vorhandenen S ermittelt. Versuchsresultate im Original. (Ind. engin. Chem. Analytical Edition 1. 167—69. 15/7. 1929. Cambridge [Mass.], Arthur D. Little Inc.)

NAPHTALI.

A. Rinck und E. Kaempff, *Bestimmung von Reinschwefel in ausgebrauchten Gasreinigungsmassen*. Übersicht u. Bewertung der bisherigen Methoden zur Best. des rohen u. reinen S in ausgebrauchter Gasreinigungsmasse. Vorteile der Oxydationsmethoden in komprimiertem O₂, durch rauchende HNO₃ u. KClO₃-HCl. Methode der Vff. durch Überführung des S in eine in W. l. Verb.: Lösen des Roh-S in CS₂, Abdunsten, Digerieren des Rückstands mit REICHERT-MEISSL-Lauge (75 g KOH in 100 ccm), Auffüllen mit W., Oxydieren mit Br-W. u. Fällung als BaSO₄ in salzsaurer Lsg. nach Verjagen des Br-Überschusses. Genauigkeit der Methode durch Kontrollbestat. erwiesen. (Gas- u. Wasserfach 72. 1269—70. 28/12. 1929. Cottbus, Städt. Untersuchungsamt.)

WOLFFRAM.

Joseph Étienne Henri Marty und Pierre Hippolyte Marie d'Imbert de Corneillan, Frankreich, *Katalysator für Brennstoffe*, bestehend aus Fe, Mg, K u. Cl₂, wobei noch Na₂CO₃ zugesetzt werden kann. Mit einer Lsg. dieser Stoffe sollen feste Brennstoffe getränkt werden, in fl. Brennstoffen soll der trockene Katalysator gel. werden. Der Zusatz dieser Mischung soll die vollständige Verbrennung in Luft katalysieren. (F. P. 664 568 vom 26/11. 1928, ausg. 5/9. 1929.)

DERSIN.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Erhitzung von festen bituminösen Stoffen bei der Schmelzung oder Trocknung*. Die festen Brennstoffe gleiten durch erhitzte Retorten, die in solchem Winkel aneinander anschließend im Zickzack angeordnet sind, daß ein Festsetzen des Materials u. ein Anfüllen der Retorten aus-

geschlossen ist. Die abdest. Dämpfe werden durch Auslässe abgeleitet. (E. P. 320 147 vom 13/7. 1928, ausg. 31/10. 1929.)

DERSIN.

Imperial Chemical Industries Ltd., England, *Aufarbeitung der Druckhydrierungsprodukte von Kohlen, Teeren u. dgl.* Zur Trennung der Öle von den nicht umgesetzten, festen Rückständen behandelt man das noch heiße Kohlehydrierungsrohprod, zweckmäßig nach Abtrennung der bis 220° sd. Anteile, bei etwa 100° auf Trommelfiltern oder in Zentrifugen, nachdem man 10—50% fein verteilter Kohle oder Koks, bezogen auf den Geh. der M. an festen Bestandteilen, zugesetzt hat. Das Kohlepulver soll so fein sein, daß es durch ein Sieb von 180 Maschen je 25 mm hindurchgeht. Durch den Zusatz soll die Filtrationsgeschwindigkeit erhöht werden. Der entölte Rückstand soll als Brennstoff Verwendung finden. (F. P. 666 872 vom 31/12. 1928, ausg. 7/10. 1929. E. Prior. 28/1. u. 30/1. 1928.)

DERSIN.

Imperial Chemical Industries Ltd., England, *Aufarbeitung der Druckhydrierungsprodukte von Kohlen, Teeren u. dgl.* Die Trennung der Öle von den festen Bestandteilen soll dadurch erleichtert werden, daß man das Rohprod. mit einem Öl, besonders einem relativ hochsd. Kohlehydrierungsprod., das Pech zu lösen vermag, verdünnt u. anschließend filtriert, zentrifugiert oder dekantiert, wobei die Bedingungen so gewählt werden, daß eine Ausscheidung von Pech vermieden wird. Die Menge des Zusatzes beträgt etwa 20—50% des Rohprod. Man kann ferner noch fein verteilte Kohle oder Koks zur Erhöhung der Filtrationsgeschwindigkeit zusetzen. Beispiel: Man mischt ein Steinkohlehydrierungsrohprod. bei 100° mit 40% seines Gewichts eines Öles, das zwischen 200 u. 300° sd., d. h. einem Gemisch von Leicht- u. Mittelöl. Man kann auch ein von 220—300° sd. Mittelöl nehmen u. mit einem von 190—220° sd. Leichtöl nachwaschen. Das abfiltrierte Ölgemisch wird erneut der Druckhydrierung unterworfen. Der Rückstand besteht aus Asche, unangegriffener Kohle u. dem Katalysator, falls ein solcher verwendet wurde. (F. P. 666 873 vom 31/12. 1928, ausg. 7/10. 1929. E. Prior. 30/1. 1928.)

DERSIN.

South Metropolitan Gas Co., Herbert Pickard und Harold Stanier, England, *Änderung der Viskosität von Teerölen, Goudron und Teer* durch Zusatz von Kohle oder anderen bituminösen Stoffen bei ca. 300° in einer 15% nicht überschreitenden Menge. (F. P. 670 729 vom 2/3. 1929, ausg. 4/12. 1929. E. Prior. 3/3. 1928.) M. F. MÜLLER.

Humphreys & Glasgow, Ltd. und L. D. Carroll, *Herstellung von carburiertem Wassergas*. Das von dem Generator kommende Gas wird in 2 Ströme geteilt, von denen der eine zu einem Carburierer, Überhitzer u. Wärmeaustauscher, der andere direkt in den Wärmeaustauscher u. von dort zum Sammelbehälter geleitet wird. (E. P. 320 852 vom 22/6. 1928, ausg. 21/11. 1929.)

DERSIN.

Dessauer Vertikal-Ofen Ges. m. b. H., Berlin-Wilmersdorf, *Gewinnung eines Mischgases aus Destillationsgasen und Wassergas bei Öfen zur Erzeugung von Gas und Koks unter Mitbenutzung von minderwertigem Brennstoff*. (D. R. P. 487 975 Kl. 26 a vom 14/10. 1926, ausg. 19/12. 1929. — C. 1929. I. 178 [F. P. 643 965].) DERSIN.

José Ylla-Conte, Barcelona, Spanien, *Herstellung von flüssigen Kohlenwasserstoffen aus Acetylen*. Man erhält Bzl., Bzn. u. andere KW-stoffe durch Erhitzen von C₂H₂ auf geeignete Temp., wobei man die h., aus dem Rk.-Ofen abziehenden Gase durch Zirkulierenlassen in einem Wärmeaustauscher dazu benutzt, die im Gegenstrom dazu eintretenden Gase vorzuwärmen. Die Vorr. besteht aus einem doppelwandigen Rohr aus Stahl, das in einen Ofen eingebaut ist u. das mit zwei Röhrenwärmeaustauschern verbunden ist. — Das Rk.-Rohr kann auch so ausgebildet werden, daß das Gas einen Kreislauf zwischen dem inneren u. äußeren Rohr macht. Die Gasbewegung im Inneren des Ofens wird dadurch erreicht, daß ein Ventilator das Gas in das innere, oben u. unten offene Rohr drückt. Dadurch sollen Wärmestauungen u. Überhitzungen vermieden werden. (E. P. 299 425 vom 20/10. 1928. Auszug veröff. 19/12. 1928. Span. Prior. 26/10. 1927. F. P. 664 180 vom 20/11. 1928, ausg. 30/8. 1929. Span. Prior. 26/11. 1927.)

DERSIN.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von in Wasser löslichen chlorhaltigen Produkten aus Braunkohle und anderen Mineralstoffen*. Das z. B. durch Behandeln mit Sulfat aufgelockerte Braunkohlenprod. wird in W. im geschlossenen Kessel bei 10° derart chloriert, daß auf je 1 kg zugesetzten Cl 3,4 kg NaOH von 30° Be. zugeführt werden, wobei darauf zu achten ist, daß die Lsg. nicht sauer wird, sondern bis zu Ende der Cl-Einw. schwach alkal. oder neutral bleibt. Es resultiert eine hellgelbe Suspension, aus der nach Abpressen u. Trocknen im Vakuum ein etwa 25% Cl enthaltendes gelbes Pulver erhalten wird; l. in W. mit saurer Rk.; fällt Gelatine;

das Pulver ist ll. in Alkoholen, Phenolen, organ. u. anorgan. Basen u. in die Carboxylgruppe enthaltenden Lösungsm.; weniger ll. in Estern, unl. in KW-stoffen; l. in konz. H₂SO₄ unter Abscheidung von HCl. Aus dem Filtrat des Chlorierungsprod. läßt sich durch Extraktion ebenfalls ein Gelatine fallendes Prod. gewinnen, das sich aber aus der konz. wss. Lsg. durch konz. Säure nicht niederschlagen läßt. (Poln. P. 9 892 vom 3/2. 1928, ausg. 15/6. 1929. D. Prior. 3/2. 1927.) SCHÖNFELD.

T. Seifer, Hannover, *Cracken von Kohlenwasserstoffen*. Geschmolzenes Metall oder Salz wird als Crackmittel im Kreislauf geführt, der durch Temp.-Differenzen in der App. bewirkt wird. Das geschmolzene Metall wird in einem Kessel erhitzt, steigt zusammen mit dem nun zugeführten Öl durch den mit Raschigringen gefüllten Crackraum, an dessen oberen Ende durch ein Sieb u. eine Prallplatte Öl u. Metall getrennt werden. Das Öl verläßt den App. durch eine obere Öffnung, während das Metall durch ein Rohr in den Heizkessel zurückgeleitet wird. (E. P. 320 126 vom 28/6. 1928, ausg. 31/10. 1929.) DERSIN.

Universal Oil Products Co., Chicago, übertr. von: **John R. Mardick**, New York, *Cracken von Ölen mit Chlor*. Das vollkommen trockene Chlorgas (1/4—20%) wird vor dem Einleiten in das 300° h. Öl in einem Metallrohr durch elektr. Hochspannungsentladungen aktiviert. (A. P. 1706 629 vom 5/5. 1923, ausg. 26/3. 1929.) KIND.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von gasförmigen und leicht kondensierbaren Olefinen, Benzenen und aromatischen Kohlenwasserstoffen aus Teeren, Mineralölen, Asphalten, Kohlehydrierungsrückständen u. dgl.* Man trinkt poröse Stoffe, wie Bimsstein, Schlacke oder Koks mit obigen Stoffen u. führt sie schnell durch eine auf Rotglut erhitzte Kammer, worauf die entstehenden Gase schnell abgetrennt u. gekühlt werden. Der auf den porösen Stoffen abgeschiedene Koks wird vergast oder verbrannt, u. die Gase werden zur Beheizung der Kammern verwendet (Abbildung). Leitet man mit Teer imprägnierte Schlacke durch eine von 600—700° erhitzte Kammer, so erhält man ein Gas, das 1,2% CO₂, 35% C_nH_{2n}, 4,4% CO, 11,4% H₂, 47% CH₄ u. 1% N₂, ferner beträchtliche Mengen Bzn., Bzl. u. Diolfine enthält, die durch Kühlen gewonnen werden. Man kann als Heizofen einen Cowperapp., ein Cr-Ni-Stahl-Rohr oder einen geeigneten Revolverofen verwenden. (E. P. 320 211 vom 14/9. 1928, ausg. 31/10. 1929. Zus. zu E. P. 301 775; C. 1929. I. 2375.) DERSIN.

Universal Oil Products Comp., übertr. von: **Gustav Egloff** und **Jacque C. Morrell**, Chicago, V. St. A., *Entschwefelung von ge crackten Mineralöldestillaten* durch Behandlung mit einer Lsg. von CuSO₄ in H₂SO₄. Anschließend soll mit Alkali, W. u. Absorptionserden gereinigt werden. (A. P. 1 725 068 vom 3/7. 1926, ausg. 20/8. 1929.) DERSIN.

Lemuel M. Johnston und **James L. Farrell**, Paco, Wyoming, *Reinigen von Kohlenwasserstoffen*. Die Dämpfe streichen durch eine Kammer, in die fortlaufend von oben eine strangförmige Paste aus Fullererde u. W. eingeführt wird, die durch die h. Dämpfe getrocknet wird. Die verbrauchte M. wird unten fortlaufend abgezogen u. von adsorbierten KW-stoffen befreit. (A. P. 1 706 614 vom 22/8. 1925, ausg. 26/3. 1929.) KINDERMANN.

Steel Bros. & Co., Ltd., London, **P. J. Ward** und **J. Mitchell** der **Attock Oil Co.**, Punjab, Indien, *Destillation von Kohlenwasserstoffölen*. Bei der Dest. u. Fraktionierung von Ölen wird die latente Wärme von W.-Dampf benutzt, um die leicht flüchtigen Anteile abzudest., während die weniger flüchtigen Teile mittels Hg-Dampf dest. werden. (E. P. 320 135 vom 14/6. 1928, ausg. 31/10. 1929.) DERSIN.

Foster Wheeler Ltd., London, übertr. von: **Foster Wheeler Corp.**, V. St. A., *Destillation von Kohlenwasserstoffen*. (E. P. 318 700 vom 3/7. 1928, ausg. 3/10. 1929. — C. 1930. I. 469 [F. P. 657874].) DERSIN.

Laszlo Bolgar, Ungarn, *Herstellung von Kunstmassen* aus rohen Mineralölen, Schieferölen, Asphaltölen, Goudron, deren Dest.-Prodd., Rückständen, Abfällen, aus bituminösen Stoffen u. ähnlichen Stoffen, welche man mit Oxydationsmitteln mischt, z. B. mit Säuren oder diese enthaltenden Stoffen, wie Harzsäuren, Rückstandssäuren etc., worauf man die M. auf 120—200° erhitzt. Dabei entsteht ein Säureadditionsprod., das sich von der Fl. trennt u. das man durch Dekantieren etc. trennt. — Man erhitzt ein Gemisch von 100 kg rumän. „Pacura“ mit 12% H₂SO₄ (50° Bé.) auf 150 bis 160°. Dabei bildet sich ein in W. unl. Nd., der von den fl. Anteilen durch Dekantieren getrennt wird. Der fl. öhaltige Teil wird bei gewöhnlicher Temp. raffiniert. Die sauren Harze, die bei der Raffination erhalten werden, werden zum Verbinden des vorher erhaltenen Nd. benutzt. Die gewonnenen Öle haben eine Viscosität von

10 bei 50°. — 100 kg Petroleumrückstände u. 10 l H₂SO₄ (50° Bé.) u. 80 kg Harzsäure werden bei 250—270° unter Luftdurchblasen verrührt. Nachher wird die M. noch auf 320° erhitzt u. dabei ein künstlicher Asphalt erhalten. (F. P. 669 245 vom 6/2. 1929, ausg. 13/11. 1929. Ung. Prior. 16/2. u. 27/12. 1928.) M. F. MÜLLER.

F. W. Mc Rae, Los Angeles, V. St. A., *Wasserfestes und gegen chemische Angriffe widerstandsfähiges Anstrichmittel*, bestehend aus *Trinidadasphalt*, der durch Erhitzen auf höhere Temp. von den Leichttölen befreit worden ist, *Gilsonit* u. einem *Petroleumdestillat* von 46 bis 52° Bé. Nach Abtrennung des Schlammes ist das Prod. gebrauchsfertig. Evtl. werden noch Pigmente zugesetzt, wie Graphit, Ruß, Metallpulver etc. (E. P. 320 886 vom 19/7. 1928, ausg. 21/11. 1929.) M. F. MÜLLER.

Jerome P. Strasser, New York, *Wasserdichte Mischung*. Geschmolzener Asphalt wird mit einer auf noch höhere Temp. erhitzten Dextrinlg., welche auch etwas Na₂B₄O₇ u. CH₃O enthält, gemischt. (A. P. 1 738 022 vom 28/6. 1924, ausg. 3/10. 1929.) PANK.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Reinigung von Montanwachs durch Behandlung mit Wasserstoff* bei 300—400° u. unter Druck, wobei so gearbeitet wird, daß eine Aufspaltung in niedriger molekulare Prodd. nicht eintritt. Als Katalysatoren verwendet man dabei *Metalle* oder deren *Verbb.* der 3., 4. u. 6. Gruppe, besonders *Mo* oder *MoO₂*, deren Wirksamkeit durch Zusatz von *Fe*, *Co*, *Ni* oder deren Oxyden gesteigert werden kann. Geeignet sind Gemische von *MoO₃* oder *MoO₂* mit *Al₂O₃*, *NiO*, *ZrO₂*, *CrO₃*, *SiO₂*, *CeO₂*, Gemische von *Al₂O₃* u. *Cr₂O₃* oder *CrO₃* u. *ZrO₂*. Man behandelt z. B. *braunes Rohwachs* mit H₂ bei 375° u. unter 200 at Druck in einem mit *Cr-Ni-Stahl* oder *Al* ausgekleideten Druckgefäß in Ggw. eines Katalysators, der aus 6 Teilen *MoO₃*, 0,3 Teilen *Cr₂O₃* u. 5 Teilen *Al₂O₃* besteht. Das Prod. ist weiß u. geruchlos, der Geh. an S ist von 0,28% auf 0,008% u. die *Jodzahl* von 43 auf 1,6 gefallen, während der *F.* von 52,5 auf 53° gestiegen ist. (E. P. 320 921 vom 19/7. 1928, ausg. 21/11. 1929.) DERSIN.

Simplex Refining Co., San Francisco (Erfinder: G. A. Kramer), *Schmieröle*. (Schwed. P. 62 441 vom 6/8. 1925, ausg. 22/2. 1927. A. Prior. 9/5. 1925. — C. 1926. II. 311 [F. P. 603 944].) M. F. MÜLLER.

Charles E. Felch-Blake, Habana, Cuba, *Apparatur zum Reinigen von Automobilschmieröl*. Das Öl wird in einem Spiralgang, der in den Kanal der h. Auspuffgase mündet, hoch erhitzt, nachdem es vorher durch eine Spiralleitung, die um das Auspuffrohr herumgeführt ist, geleitet u. darin vorgewärmt worden ist. Dabei werden die leicht flüchtigen Betriebskohlenwasserstoffe u. W. entfernt. An Hand mehrerer Zeichnungen ist das Verf. u. die App. näher beschrieben. (A. P. 1 723 023 vom 3/3. 1925, ausg. 6/8. 1929.) M. F. MÜLLER.

Georg Agde und Ludwig v. Lyncker, *Die Vorgänge bei der Stückkoksbildung*. Halle: W. Knapp 1930. (VI, 48, 24 S.) gr. 8°. = Kohle, Koks, Teer. Bd. 20. nn. M. 6.40; gcb. nn. M. 7.90.

Ch. Berthelot, Les Houilles. Leur marché. Leur préparation mécanique. Leur utilisation chimique. Paris: J.-B. Baillière et fils 1929. (330 S.) 16°.

Mines Dept., Safety in Mines Research Board. Papers. 56. The relative inflammability of coal dusts: a laboratory study. London: H. M. S. O. 1930. 6 d. net.

XXI. Leder; Gerbstoffe.

Karl Schorlemmer, *Aus der Praxis der Herstellung und Anwendung von Fettprodukten für die Lederindustrie*. Vf. behandelt zunächst die Fettung von Leder mit sulfurierten Ölen u. Fetten u. erörtert die Frage, wieweit auch eine Gerbwrg. dieser Stoffe in Betracht kommt, bespricht dann die verschiedenen bei der Sulfurierung von Ölen u. Fetten wichtigen Faktoren u. liefert schließlich Erfahrungen über die Anwendung von Lederölen. (Collegium 1929. 526—36.) STATHER.

Liboslav Másner, *Der Einfluß der Wasserwerkstatt auf die Chromgerbung*. Vortrag. behandelt verschiedene Äschermethoden u. ihre Vor- u. Nachteile u. verweist besonders auf die Bedeutung des pH-Werts der Äscherbrühen. (Gerber 55. 237—38. 25/12. 1929. Prag, Hauptvers. d. I. S. L. T. C.) STATHER.

L. Jablonski, *Das Luckhaußsche Schnellgerbverfahren*. Vortragender behandelt zunächst kurz die bekannten Schnellgerbverf.: Faßgerbung, Vakuumgerbung, Elektrosomosegerbung u. ihre Nachteile u. beschreibt dann das neue LUCKHAUßsche Schnellgerbverf. Es handelt sich dabei um ein Vakuumgerbverf., bei dem keine Evakuierung der Hautporen stattfindet u. trotzdem eine schnelle Gerbung erreicht wird. Er

bespricht schließlich die Vorteile des neuen Verf. (Collegium 1929. 574—77. Stuttgart, Tagung d. deutschen Sektion d. I. V. L. I. C.)

E. Stiasny, E. Olschansky und St. Weidmann, Beiträge zum Verständnis der Chromgerbung. IX. Über das Basischmachen von Chrombrühen mit Soda. (VIII. vgl. C. 1928. II. 1615.) Beim Basischmachen von Chromsalzlgg. wird ein Teil der zugesetzten Sodamenge zur Bldg. von Carbonato-Chromkomplexen verbraucht. Daß der beträchtliche Unterschied zwischen wirklicher u. vermeintlicher Basizitätszahl unbemerkt blieb, ist auf die Eigenart der Basizitätsbest. zurückzuführen. Die neu vorgeschlagene Best.-Methode für die Basizität (l. c.) eignet sich nach Angabe der Vff. nur für Chrombrühen, die aus Chromchlorid- oder -nitratlgg. mit Soda hergestellt sind, versagt dagegen bei bas. Chromsulfatlgg. Vff. haben eine bei bas. Chromsulfatlgg. anwendbare Methode ausgearbeitet, die darauf beruht, daß man die bei der Fällung von Chromsalzlgg. mit Ammoniak gebildeten Ammonsalze formoltitriert. Da das bei der Ammoniakfällung von Hydroxo-Carbonato-Chromsulfaten gebildete Ammoncarbonat sich nicht formoltitrieren läßt, müssen die gebildeten Ammonsalze durch Fällung mit BaCl₂ zuvor in Ammonchlorid verwandelt werden. Die Gefahr einer NH₄Cl-Bldg. bei Fällung mit NH₃ u. BaCl₂ in der Hitze durch Einw. der Luftkohlen-säure wird durch rasches Fällen mit einem NH₃-NH₄Cl-Puffer ausgeschaltet. Die im Puffer zugesetzte NH₄Cl-Menge wird bei der Formoltitration in Abzug gebracht. Die Methode gibt mit der Theorie befriedigend übereinstimmende Basizitätszahlen. Man kann richtige Basizitätswerte auch erhalten, indem man die Carbonato-Chromsulfat-brühe im Vakuum von gel. CO₂ befreit, durch Erhitzen mit H₂SO₄ den Carbonato-komplex zerstört u. das freigesetzte CO₂ bestimmt. Die Menge des so ermittelten CO₂ wird als NaOH umgerechnet zu der bei der üblichen Basizitätsbest. verbrauchten NaOH-Menge zugezählt. — Carbonatkomplexe sind unbeständig u. wandeln sich beim Altern, noch rascher u. weitgehender beim Erhitzen in Hydroxo-Chromkomplexe um, so daß die Unterschiede zwischen dem Basischmachen mit Soda u. NaOH allmählich verschwinden. In h. bereiteten Chromsulfatlgg. werden durch Soda etwas weniger Carbonato-Chromkomplexe gebildet als in k. bereiteten Lsgg. Das ist auf Verolung u. Anreicherung an SO₄-Resten im Chromkomplex in h. bereiteten Lsgg. zurückzuführen. Der Einfl. von Carbonato-Chromkomplexen auf die Gerbung ist noch nicht geklärt. (Collegium 1929. 565—73. Darmstadt, Inst. f. Gerbereichemie d. Techn. Hochschule.)

STATHER.

O. Dujardin, Die Basizität von Chrombrühen. (Hide and Leather 78. Nr. 24. 26—28. 14/12. 1929. — C. 1928. I. 1607.)

STATHER.

W. Schindler, K. Klanfer und E. Flaschner, Untersuchungen über die Neutralisation von Einbadchromleder. Zur Feststellung der Neutralisationswrkg. verschiedener Neutralisationsmittel auf Chromleder verglichen Vff. zunächst geeignete, teils maß-analyt., teils gewichtsanalyt. Verf. in ihrer Brauchbarkeit. Zur Beobachtung des Neutralisationsvorgangs wurden stets die Veränderungen in der Neutralisations-Fl. u. die Veränderungen im Leder getrennt betrachtet. Dabei ergab sich, daß Schlüsse aus dem Verlauf des einen Vorgangs auf den andern gleichzeitig verlaufenden nicht gezogen werden dürfen. Beim Vergleich der durch verschiedene Neutralisationsmittel verursachten Veränderungen im Leder wurden beträchtliche Unterschiede in der Wirksamkeit festgestellt, u. zwar wurde von den Vff. die Einw. des Entsäuerungsmittel auf die Narben- u. Mittelschicht des Leders gesondert untersucht. Die untersuchten Entsäuerungsmittel lassen sich in drei Gruppen einteilen: 1. Bicarbonat, Soda; 2. Natronlauge, Wasserglas; 3. Ammoniak mit oder ohne Ammonsalzzusatz. Borax steht im Verh. zwischen 1. u. 2. — Bei der Anwendung einer Menge von 2% Bicarbonat oder einer entsprechenden Menge Soda ist die Einw. auf die Narbenschicht des Leders zunächst wesentlich stärker als auf die Mittelschicht. Die Unterschiede gleichen sich im weiteren Verlauf der Neutralisation ziemlich aus, da der zunächst im Narben erreichte Effekt später ziemlich beträchtlich abnimmt. — Natronlauge u. Wasserglas, in geringerem Maße auch Borax, wirken sehr weitgehend entsäuernd auf die Narben-schicht, während die Einw. im Innern des Leders gering ist. Ein Rückgang des zunächst erreichten Neutralisationseffekts tritt nur ganz schwach in Erscheinung. Es wird von den Vff. angenommen, daß bei der Einw. von Wasserglas u. evtl. Borax, die freiwerdenden schwachen Säuren, Kieselsäure u. Borsäure, an der Verdrängung der im Leder gebundenen H₂SO₄ Anteil nehmen, wodurch die intensivere Wrkg. der genannten Stoffe erklärt werden könnte. — Ammoniak mit oder ohne Ammonsalz-zusatz verringert während der Einw. auf Leder die Menge der im Leder hydrolysierbar

gebundenen Säure relativ sehr wenig. Die Abnahme der Alkalität entspricht aber völlig den unter 1. u. 2. aufgezählten Stoffen. Vff. nehmen an, daß Ammoniak u. Ammonsalze in den Chromkomplex einzutreten vermögen, wodurch der hohe Alkaliverbrauch bei sehr geringer Veränderung der gebundenen Säuremenge erklärt wäre. (Collegium 1929. 472—99. Rammersdorf, Lab. d. Wiener Lederind. A.-G.) STATHER.

H. A. Brecht, *Über die gerbenden Eigenschaften der Farbholzextrakte.* (Ledertechn. Rdsch. 21. 226—30. 31/10. 1929. — C. 1929. II. 1120.) STATHER.

J. Berkmann, *Adsorption und Gerbvermögen der synthetischen Gerbstoffe.* (Ledertechn. Rdsch. 21. 205—08. 30/9. 1929. — C. 1929. I. 2610.) STATHER.

M. C. Lamb, *Lederfärbung und Lederzurichtung.* (Hide and Leather 78. Nr. 18. 38—39. Nr. 19. 27—28. 2/11. 1929. London, Leathersellers Technical College. — C. 1930. I. 154.) STATHER.

Kordatzki, *Die Ermittlung von p_H-Werten bei der Fabrikationskontrolle.* Vf. weist auf eine neue Verwendungsmöglichkeit der Indicatorfolien nach WULFF für die Betriebskontrolle. (Gerber 55. 238—39. 25/12. 1929. München.) STATHER.

M. Bergmann und O. Dietsche, *Über eine neue Bestimmungsmethode proteolytischer Beizenzyme.* Vff. beschreiben ein Schnellverf. zur Best. der enzymat. Wirksamkeit von Beizpräparaten, bei dem die enzymat. Wirksamkeit auf die Gelatineschicht photograph. Platten gemessen wird. Die Gelatine ist mit einem Graukeil versehen u. die Aufhellung dieses Graukeils infolge der teilweisen Auflösung des Gelatine-trägers durch die Enzymlösung wird als Maß der Enzymkonz. benutzt. Das Verf. erlaubt die üblichen Handelspräparate in Konz. von 0,1—0,8% auf 0,1% genau zu messen oder in Konz. von 0,1—0,4% auf etwa 0,05% genau. (Collegium 1929. 583 bis 588. Dresden, Kaiser Wilhelm-Institut für Lederforschung.) STATHER.

J. v. Schroeder, *Die Bestimmung der Schwefelsäure im Leder.* Die Methode von BALLAND u. MALJEAN zur Best. freier H₂SO₄ im Leder gibt bei mit sulfitierten Extrakten gegerbtem Leder zu hohe Werte für die „freie H₂SO₄“. Die Methode von VAN DER HOEVEN ist in bezug auf das Gesamtsulfat einwandfrei, kann aber für die Alkalisulfate zu niedrige Werte ergeben. Durch Überstellen mit W., wie bei der Methode von IMMERHEISER, läßt sich dem Leder nicht die gesamte Schwefelsäure entziehen. Vf. beschreibt eine neue Methode zur Best. der Schwefelsäure im Leder, die darauf beruht, daß freie H₂SO₄ in den in Betracht kommenden Konz. bei Durchlaufen durch eine mit Hautpulver gefüllte Filterglocke vom Hautpulver quantitativ aufgenommen wird, daß dagegen beim Durchleiten von Na₂SO₄-Lsgg. nach Abfließen von 100 ccm kein Sulfat mehr vom Hautpulver absorbiert wird. Die zu untersuchende Lederprobe von 20 g wird durch 10-maliges Überstellen mit je 100 ccm W. extrahiert, der Auszug durch eine mit Hautpulver gefüllte Filterglocke geschickt, wobei H₂SO₄ u. ausgelaugter Gerbstoff entfernt werden u. im Filtrat nach Verwerfen der ersten 150 ccm das Sulfat als BaSO₄ bestimmt. Eine zweite Probe des zu untersuchenden Leders wird nach Zusatz von 3—5 g Natriumacetat ebenso wie die erste ausgelaugt u. darin direkt oder nach Entfernen des mit ausgelaugten Gerbstoffs durch Hautpulver das Gesamtsulfat bestimmt. Die Differenz der Bestst. 2 u. 1 ist die freie H₂SO₄ im Leder. Die Fehlergrenze der Methode beträgt 0,05—0,1%. (Collegium 1929. 520—26. Lab. der Lederwerke CH. FRAENKEL-Schaulen.) STATHER.

E. Stiasny, *Zur Bestimmung des Unlöslichen in Gerbextrakten.* Vortragender behandelt die verschiedenen Methoden zur Best. des Unlöslichen in Gerbextrakten u. ihre Vor- u. Nachteile u. erörtert den Einfluß der Herst. der Lsgg. auf die gefundenen Werte des Unlöslichen. (Collegium 1929. 578—82. Stuttgart, Tagung der deutschen Sektion des I. V. L. I. C.) STATHER.

W. Stelkens, Köln, *Leimen von Leder* unter Anwendung von pulverförmigem oder filmartigem Klebstoff, wie Celluloseestern oder -äthern, Gummi, harztartigen Kondensationsprodd., vor allem in Mischung mit Celluloseestern. — Z. B. wird ein Gemisch von Acetylcellulose u. Triphenylphosphat hergestellt. Die Lederoberfläche wird mit einer Lsg. von Acetylcellulose durch Bürsten befeuchtet, das Pulver aufgetragen, die beiden Flächen in der Wärme zusammengepreßt. — Nitrocellulose, Triphenylphosphat u. Dibutylphthalat werden in A. u. Ä. gel., ein Film aus der Lsg. hergestellt, zweckmäßig auf Gazegewebe. Die mit A. befeuchteten, zu verleimenden Flächen werden mit dem Film w. verpreßt. (Hierzu vgl. F. P. 659 005, C. 1929. II. 1756.) (E. P. 314 867 vom 27/6. 1929, Auszug veröff. 28/8. 1929. Prior. 3/7. 1928.) ALTPETER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung eines Färberei- und Gerbmittels* durch Sulfonierung eines Gemisches aus einem arom. KW-stoff oder dessen OH-Verb. u. aus einem natürlichen Harz u. durch Kondensation mit einem Aralkylhalogenid. — *Kolophonium* wird in Naphthalin oder Rohkresol gel. Das Prod. wird sulfoniert u. mit Benzylchlorid behandelt. — Das Sulfonierungsprod. von Kolophonium u. Phenol wird mit o-Chlorbenzylchlorid behandelt. Wolle, Baumwolle u. künstliche Seide werden in Ggw. dieses gewonnenen Prod. mit Orange II u. dann mit Brilliantblau 6B gefärbt. (E. P. 321 190 vom 28/6. 1928, ausg. 28/11. 1929.) M.F.M.

Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: Arman E. Becker, Elizabeth, New Jersey, *Mittel zum Zureichten von Lederriemen*, insbesondere von Kupelungsscheiben etc., bestehend aus 70 Teilen Mineralschmieröl (100—300 sec. Saybolt bei 100° F.) u. 20 Teilen öllösl. Mineralöl-Na-sulfonat, 10 Teilen Klauenöl, dem evtl. 2,6% Kolophonium zugesetzt werden. (A. P. 1 721 762 vom 25/6. 1925, ausg. 23/7. 1929.) M. F. MÜLLER.

XXIII. Tinte; Wichse; Bohnermassen usw.

—, *Die Technologie des Kohlepapiers. Seine wichtigsten Eigenschaften und Anweisungen für seine Herstellung.* Es werden die Eigg. u. die Fabrikation des Kohlepapiers besprochen. (Papeterie 51. 1422—26. 25/12. 1929.) BRAUNS.

Emory Winship, Macon (Georgia), übert. von: George D. Knight, Redwood City (Kalifornien), *Herstellung einer schnell trocknenden Tinte auf Asphaltbasis.* — 4000 g *Gilsonit* werden mit 8000 Teilen eines Petroleumdestillats, z. B. Solventnaphtha (Kp. 140—170°) oder M. & P. thinner (Kp. 251° bis 392° F.), erhitzt, u. dabei wird eine Suspension oder Lsg. gewonnen. Dazu werden Leim, W. u. Farbstoffe zugegeben. Eine geeignete Mischung enthält z. B. 21 Gallonen Petroleumdestillat, 9 Gallonen W., 18 Pfd. Leim, 75 Pfd. *Gilsonit*, 6 Pfd. Ruß, 29 Pfd. eines braunen Pigmentfarbstoffes, 1 Pfd. rot Pigmentlack u. 1 Pfd. orange Pigmentlack. (A. P. 1 725 649 vom 1/4. 1927, ausg. 20/8. 1929.) M. F. MÜLLER.

A. Bryce und A. J. Evans, London, *Siegellackpaste*, bestehend aus 4—8 Teilen Kork, 2—4 Teilen Schwefelblume, 1,5 Teilen Tragant oder Leim, 2—4 Teilen Glimmer oder anderem flockigem Material u. W. Die mit PbO-rot gefärbte Paste wird in Tuben abgefüllt. (E. P. 321 404 vom 3/5. 1928, ausg. 5/12. 1929.) M. F. MÜLLER.

Petroleum Derivatives Co., übert. von: Edward F. Heydt, Montclair, New Jersey, *Reinigungsmittel*, bestehend aus 30 bis 70% eines Gemisches von *Isopropylalkohol* u. von in geringerer Menge vorhandenem *tert. Butylalkohol* sowie aus 70 bis bis 30% W. Ein Prod. mit 50% W.-Geh. ist nicht brennbar. (A. P. 1 723 169 vom 21/5. 1927, ausg. 6/8. 1929.) M. F. MÜLLER.

Fritz Heldt, Berlin-Reinickendorf, *Herstellung eines Reinigungsmittels für Wände, Decken, Tapeten u. dgl. unter Verwendung von Weizenmehl mit verdünnter Kupfervitriollösung.* (D. R. P. 487 882 Kl. 22g vom 22/2. 1927, ausg. 13/12. 1929. — C. 1929. II. 1760 [Schwz. P. 131320].) M. F. MÜLLER.

Albert E. Plank, Pasadena, Kalifornien, *Reinigungsmittel für mit Öl und Fett verunreinigten Fußboden in Garagen etc.*, bestehend aus Holzmehl, KW-stoffen, roher Carbonsäure u. Oxalsäure. (A. P. 1 723 521 vom 16/9. 1927, ausg. 6/8. 1929.) M. F. M.

XXIV. Photographie.

F. C. Toy, E. R. Davies, B. H. Crawford und B. Farrow, *Bericht über die Trübung, mit besonderer Berücksichtigung ihrer Bedeutung für die photographische Industrie.* Ausführliche Wiedergabe der bereits C. 1929. I. 963 referierten Arbeit. Nach einer histor. Einleitung werden exakte Definitionen des Begriffes „Trübung“ gegeben u. eine Theorie der Trübung u. Trübungsmessung entwickelt. Ausführlich wird auf die Anwendungen in der Photographie eingegangen, so unter anderem auf die Anwendung der Trübung als Prüfmaßstab für den Dispersitätsgrad u. auf die Beziehungen zur Korngröße. (Ztschr. wiss. Photogr., Photophysik u. Photochem. 27. 193—235. Dez. 1929.) LESZYNSKI.

J. E. Thornton, Jersey, Amerika, *Farbenphotographie.* Auf einen doppelt breiten Cellulose-Blankfilm werden die beiden positiven Teilfarbenbilder nebeneinander auf-

gedruckt, wobei entweder der Aufdruck direkt auf den Cellulosefilm mit besonderen Farben stattfindet oder der Film erst mit einer Gelatineschicht überzogen wird, auf welche die Bilder nach dem Pinatypieverf. aufgedruckt werden. Der Film wird erst nach dem Aufbringen der Bilder perforiert, worauf er umgefaltet wird u. die beiden Längshälften mit den beiden Teilbildern im Register zusammengekittet werden. Als Druckmatrize kann eine Metalldruckform oder ein Gelatinerelief dienen. (E. P. 316 367 vom 18/5. 1928, ausg. 22/8. 1929.) GROTE.

Eugen von Kessel, Hamburg, *Photomechanische Trockenplatte für Rasteraufnahmen*. 1. dad. gek., daß die Emulsions-Gelatineschicht eine von ihrer Oberfläche bis zum Grunde allmählich zunehmende Härtung derart aufweist, daß eine dünne Oberflächenschicht ganz oder im wesentlichen ungehärtet u. allein vom Entwickler, Verstärker usw. durchdringbar ist. — 2. Herst. von Trockenplatten durch aufeinanderfolgendes Aufgießen einer gehärteten Gelatineschicht u. einer Emulsions-Gelatineschicht auf den Schichtträger, dad. gek., daß die Härtung der zuerst gegossenen Gelatineschicht mit einem Dampf entwickelnden, an sich bekannten Härtemittel, wie Formalin, erfolgt u. die Menge dieses Härtemittels bzw. der Zeitpunkt des Aufgießens der Emulsionschicht so gewählt wird, daß die sich aus dem in der Gelatineschicht nicht gebundenen Härtemittel entwickelnden u. vom Grunde her in die Emulsionschicht eindringenden Dämpfe nicht ausreichen, um die Emulsionsschicht in ganzer Stärke durchzuhärten, aber genügen, um sie bis auf eine dünne Oberflächenschicht so zu härten, daß nur letztere vom Entwickler, Verstärker usw. durchdrungen werden kann. (D. R. P. 486 644 Kl. 57 b vom 17/1. 1928, ausg. 22/11. 1929.) GROTE.

Johannes Heidenhain, Berlin, *Herstellung von Transparentbildern*, 1. dad. gek., daß man auf einem auf einer transparenten Platte erzeugten Bleisulfidspiegel durch Gravieren oder durch Ätzen ein Bild erzeugt. — 2. dad. gek., daß zur Erzeugung von photomechan. Negativen der auf der transparenten Platte erzeugte PbS-Metallspiegel mit einer lichtempfindlichen Schicht überzogen wird. — 3. dad. gek., daß zur Herst. von Rasternegativen entweder zunächst auf einer transparenten Platte ein Metallspiegel aus PbS erzeugt wird u. darauf durch Wahl geeigneter Chemikalien oder durch mechan. Bearbeitung oder durch beides zugleich die zu verstärkenden Rasterpunkte verstärkt u. die abzuschwächenden abgeschwächt werden. (D. R. P. 486 392 Kl. 57 b vom 17/6. 1928, ausg. 13/11. 1929.) GROTE.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Behandlung von Ätzplatten aus Mg-Legierungen*. Zum Zwecke der Chemigraphie (wie Autotypie u. dgl.) wird die polierte Oberfläche der Platte vor dem Auftragen der Kopierschicht mit Putzmitteln bearbeitet u. mit bichromathaltigem W. gewaschen, um die Entw. von Wasserstoffbläschen auf der Metalloberfläche zu verhindern. (E. P. 316 207 vom 7/3. 1929, Auszug veröff. 18/9. 1929. D. Prior. 25/7. 1928.) GROTE.

O. M. Miller, New York, Amerika, *Herstellung von Druckformen für Höhenmessungskarten*. Die genau abgestuften Halbtonfärbungen werden dadurch gewonnen, daß eine photograph. Kopie der Zeichnung gemacht wird, daß schrittweise die Oberflächen aneinandergrenzender Flächen auf dieser Kopie verändert werden, daß nach jeder Veränderung die Kopie wiederholt auf eine einzige Platte photographiert wird, um ein latentes Bild aus den aufeinanderfolgenden Veränderungen aufzubauen, u. daß von der entwickelten Platte in bekannter Weise eine Druckform hergestellt wird. Eine zweite von der entworfenen Karte hergestellte photograph. Kopie kann zur Anfertigung der Druckform für die Höhenlinien benutzt werden. Für Mehrfarbendruck wird von dem entwickelten latenten Bild eine Halbdruckform für jede Farbe hergestellt. (E. P. 315 257 vom 19/9. 1928, Auszug veröff. 4/9. 1929. A. Prior. 10/7. 1928.) GROTE.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: **Hermann Lummerzheim**, Dessau-Ziebigk, **Eduard Schnitzler**, Wolfen, Kr. Bitterfeld und **Franz Weil**, Dessau), *Bedrucken von photographischen Gelatineschichten*, 1. dad. gek., daß man wasserhaltige Lsgg. von Farbstoffen in organ. Lösungsm. anwendet. — 2. dad. gek., daß man Gemische wss. Farbstofflsgg. mit Lsgg. wasserunl. Farbstoffe in organ. Lösungsm. anwendet. — Hierdurch wird ein schnelles u. tiefes Eindringen von Farbstoffen in die Gelatineschicht erreicht. Ein derartiger Aufdruck ist z. B. für die Längsnumerierung von Kinofilmen erforderlich. (D. R. P. 487 586 Kl. 57 b vom 27/3. 1928, ausg. 9/12. 1929.) GROTE.