

# Chemisches Zentralblatt.

1932 Band II.

Nr. 4.

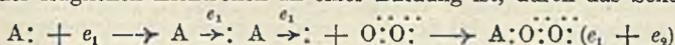
27. Juli.

## A. Allgemeine und physikalische Chemie.

**F. W. Aston**, *Isotopischer Aufbau des Bleis verschiedener Quellen*. Vf. wiederholt seine Pb-Analysen verschiedener geolog. Quellen mit dem Massenspektrographen. Die Wrkg. der Anwesenheit von Hydriden ist bestimmt worden. Verschiedene seltene Isotope, die früher vermutet worden sind im gewöhnlichen Pb, konnten jetzt gefunden werden, aber ihre Mengen sind so klein, um sie ganz sicher festzustellen. (*Nature* **129**. 649. 30/4. 1932. Cambridge, Cavendish Lab.) G. SCHMIDT.

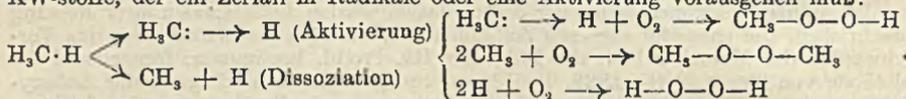
**A. Smits, J. L. Meyering und M. A. Kamermans**, *Die Komplexität des Aluminiumchlorids*. II. (I. vgl. C. 1932. I. 1050.) Es werden die Resultate von zwei weiteren Versuchsreihen gegeben, nach denen  $\log p_{\text{fest}} = -6,00 \cdot 10^3/T + 15,115$  ist. Die Verdampfungswärme des fl.  $\text{AlCl}_3$  ist 95,10, die Sublimationswärme (aus  $\log p_{\text{fl.}} = -2,07 \cdot 10^3/T + 6,678$ ) 274,10, also die Schmelzwärme 179,10. Der Sublimationspunkt ist  $180,2^\circ$ .  $Q/T_{\text{subl.}}$  ist mit 60 abnorm hoch, die TROUTONsche Konstante mit 22 n. (Koninkl. Akad. Wetensch. Amsterdam, Proceedings **35**. 193—96. 1932. Amsterdam, Univ., Lab. f. allg. u. anorgan. Chemie.) W. A. ROTH.

**Nicholas A. Milas**, *Autoxydation*. Zusammenfassende Übersicht mit ausführlichen (274) Literaturangaben. Nach einer Skizzierung der Theorien von ENGLER, WIELAND, gegen die u. a. die Verss. von GILLESPIE u. LIU (C. 1932. I. 484) angeführt werden, u. der Elektronentheorie der Autoxydation werden die Methoden ihrer Messung beschrieben, die entweder den pro Zeiteinheit absorbierten Sauerstoff oder das Verschwinden des Materials bzw. die Bldg. der Rk.-Prodd. bestimmen; ferner wird die Methode von TRILLAT (C. 1926. I. 813) zur röntgenograph. Verfolgung der Autoxydationsvorgänge besprochen. Nach der Elektronentheorie der Autoxydation besitzen die autoxydablen Verb. A an Bindungen nicht beteiligte Valenzelektronen („molekulare Valenzelektronen“), deren Energieinhalt sich in der ersten Stufe der Autoxydation verändert; diese Stufe kann, wenn  $e_1$  die Aktivierungsenergie,  $e_2$  die Energie der Beteiligung der fraglichen Elektronen an einer Bindung ist, durch das Schema:



wiedergegeben werden. Durch die Aufnahme der Energie  $e_2$  sind die Elektronen wahrscheinlich zu einer Erhöhung ihrer Hauptquantenzahlen befähigt. Das formulierte energiereiche Peroxyd kann Rk.-Ketten einleiten (CHRISTIANSEN, C. 1924. I. 1621) oder die Energie  $e_1 + e_2$  an einen Inhibitor abgeben. Im Sinne dieser Theorie wird die Autoxydation von Alkoholen u. die Oxydation von Aminosäuren (WIELAND u. BERGEL, C. 1924. II. 1788) formuliert. — Als Kriterien der Autoxydation werden folgende angegeben: Sie ist autokatalyt., spricht auf positive u. negative Katalysatoren an, induziert die Oxydation gegen mol. Sauerstoff beständiger Verb., induziert Polymerisationsvorgänge, ist häufig mit Chemiluminescenz verknüpft u. häufig von der Struktur der Verb. abhängig. — Die Autoxydationen, deren autokatalyt. Charakter mit ihrer gewöhnlich exothermen Natur zusammenhängt, besitzen eine Induktionsperiode. Ob diese durch Verunreinigungen oder durch die Natur der Autoxydationsrkk. bedingt ist, läßt sich noch nicht entscheiden. Gegen die Auffassung von KUHN u. MEYER (C. 1929. I. 1442), daß die Autoxydation von Benzaldehyd durch Schwermetallspuren veranlaßt wird, spricht der Befund von DUFRAISSE u. HORCLOIS (C. 1931. I. 1061), daß gewisse Eisensalze dabei sogar hemmend wirken. — Als Katalysatoren der Autoxydation werden behandelt Persäuren u. Peroxyde, deren Wrkg. auf Vorgänge in der lebenden Zelle von Interesse ist (vgl. VAN LOON, A. P. 1 727 223 [1929]), Ozon, Adrenalin (bzw. wahrscheinlich ein Peroxyd davon, das den Sauerstoff am Stickstoff gebunden enthält), Sulphydrylverb., deren Wrkg. zwar durch Metalle erhöht wird, aber nicht durch sie bedingt zu sein scheint, Metalle u. Metallsalze, insbesondere Eisensalze, von denen nach WIELAND u. FRANKE (C. 1928. II. 957) oft die zweiwertige Stufe wirksamer ist als die dreiwertige (vgl. noch DUFRAISSE u. HORCLOIS, l. c.),

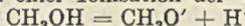
das Atmungsferment. Ferner wird die katalyt. Wrkg. der Strahlung behandelt (vgl. noch SCHMITT, JOHNSON u. OLSON, C. 1929. I. 2267) u. die negative Katalyse, insbesondere die MOUREU-DUFRAISSEsche Theorie der Antioxygene, gegen die verschiedene Argumente sprechen, z. B. das allmähliche Nachlassen der Inhibitorwrkg. (vgl. noch CHRISTIANSEN, C. 1929. I. 835). Inhibitoren müssen nicht, wie mehrfach angenommen, selbst autoxydabel sein, vielmehr müssen auch sie „molekulare Valenzelektronen“ (s. o.) besitzen. Zwischen der Inhibitionskonstante  $K$ , der maximalen  $O_2$ -Absorptionsgeschwindigkeit  $V_m$ , der Induktionsperiode  $t$  u. der Inhibitorkonz.  $C$  besteht nach Vf. (C. 1929. II. 3100) die Beziehung  $K = V_m C^{1/n}/t$ , aus der zu folgern ist, daß bei Abwesenheit eines Inhibitors  $V_m$  unendlich würde, wenn nicht die Autoxydationsketten irgendwie abgebrochen werden. — Es wird weiter die induzierte Oxydation u. die Beziehung der Autoxydation zur Polymerisation besprochen, welche letztere von den trocknenden Ölen her schon lange bekannt ist u. besonders am Acrolein studiert wurde. Solche Polymerisationen können durch dieselben Katalysatoren gehemmt werden wie die Autoxydationen, doch kann z. B. Anthracen die Polymerisation, nicht aber die Autoxydation von Styrol hemmen. Es kann entweder Autoxydation oder Polymerisation der (aktivierten) ungesätt. Moll. oder Polymerisation durch die labilen primären Peroxyde eintreten. — Mit Autoxydation verknüpfte Chemilumineszenzerscheinungen werden vom Vf. zusammengestellt — zu ihnen scheint auch die Biolumineszenz zu gehören —, ferner die Beziehungen zwischen Struktur u. Autoxydabilität, insbesondere von Aldehyden (STAUDINGER, Ber. Dtsch. chem. Ges. 46 [1913]. 3530; BOGERT u. DAVIDSON, C. 1930. I. 2323). Bei Äthylenen sind endständige Doppelbindungen weniger reaktiv als in der Mitte des Mol. gelegene. — Es werden schließlich zwei Klassen von Autoxydationsrkk. einander gegenübergestellt, die reversiblen (Hämoglobin, Hämocyanin, das Atmungsmodell von KUNZ u. KRESS [C. 1927. I. 1584], Rubren) u. die irreversiblen. Zu letzteren gehört die Autoxydation gesätt. KW-stoffe, der ein Zerfall in Radikale oder eine Aktivierung vorausgehen muß:



Die Oxydation der ungesätt. KW-stoffe ist ähnlich zu deuten, z. B. die des Acetylens am besten nach dem BODENSTEINSchen Schema (C. 1931. II. 5). Hierher gehört ferner die Autoxydation der trocknenden Öle, die noch ziemlich ungeklärt ist, die der Aldehyde, die nach den bisherigen Erfahrungen sicher eine Kettenrk. darstellt u. bei der die Beobachtung von BOGERT u. DAVIDSON (C. 1931. II. 1851) von Interesse ist, daß trans- $\alpha$ -Amylzimtaldehyd bei der Autoxydation in cis- $\alpha$ -Amylzimtsäure übergeht, endlich die der Äther, die am besten durch die Annahme gedeutet wird, daß primär ein Oxoniumperoxyd durch Addition von mol. Sauerstoff an die Ätherbrücke entsteht. (Chem. Reviews 10. 295—364. April 1932. Cambridge, Massachusetts Institute of Technology.)

BERGMANN.

**James Kenner**, *Zur Theorie der Oxydationsprozesse; Bemerkungen zu der Abhandlung von F. Haber und R. Willstätter: „Unpaarigkeit und Radikalketten im Reaktionsmechanismus organischer und enzymatischer Vorgänge.“* Vf. ist im Gegensatz zu HABER u. WILLSTÄTTER (C. 1932. I. 778) der Ansicht, daß Oxydationen u. Dismutationen ihren Ursprung in einer Ionisation der —OH-Gruppe haben:



Diese Ansicht wird an mehreren Beispielen belegt. Vf. verweist weiter darauf, daß die Dehydrierung auch durch Abspaltung von atomarem Wasserstoff erfolgen kann. Auch die Beobachtung, daß  $Fe^{2+}$  bei Oxydationen u. Disproportionierungen besser wirkt als  $Fe^{3+}$ , steht im Widerspruch zu dem von HABER u. WILLSTÄTTER angegebenen Mechanismus. (Ber. Dtsch. chem. Ges. 65. 705—10. 4/5. 1932.) LORENZ.

**H. Austin Taylor**, *Die Theorie der Gasexplosionen und die Oxydation von Schwefelwasserstoff.* Die Kritik von THOMPSON (C. 1932. I. 1622) an der Verwendung der Gleichung  $\log p = A/T + B$  (vgl. C. 1931. II. 2559) statt der Gleichung von SEMENOFF veranlaßt Vf., die zahlreichen Vereinfachungen, die zur Aufstellung der beiden Gleichungen führten, auszuwerten. Wenn auch die SEMENOFFsche Gleichung theoret. genauer ist, wird doch der aus ihr abgeleitete  $A$ -Wert zu hoch. (Journ. physical Chem. 36. 1051—55. März 1932. New York, N. Y., Univ., Nichols Chem. Lab.) LORENZ.

**Susumu Miyamoto, Tetsuo Kaya und Akira Nakata**, *Die Oxydationsgeschwindigkeit von Natriumsulfidlösungen durch Sauerstoff bei Gegenwart eines Molekularfilmes*

von Fettsäure. (Vgl. C. 1931. I. 3434.) Es werden die Ergebnisse der früheren experimentellen Unterss. der Vff. über die Oxydationsgeschwindigkeit von wss.  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ ,  $\text{Sn}(\text{OH})_2$  u.  $\text{Fe}(\text{OH})_2$ -Lsgg. zusammengestellt. Die folgenden Verss. sollen entscheiden, ob man, wie dies unter anderen DAVIS u. CRANDALL (C. 1931. I. 39) getan haben, annehmen muß, daß der an der Oberfläche einer Fl. befindliche, mit dem betreffenden Gas gesätt. Fl.-Film durch Rührung der Fl. tatsächlich nicht zerstört wird. Vff. untersuchen die Oxydationsgeschwindigkeit einer  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ -Lsg. bei Ggw. u. bei Abwesenheit eines Palmitin- oder Stearinsäurefilms auf der Fl.-Oberfläche u. finden die Oxydationsgeschwindigkeit der Lsg. in beiden Fällen gleich groß. Die Fl. wird während des Verss. gut durchgerührt. Das Vorhandensein einer durch die Rührung nicht zerstörten Fl.-Schicht wird durch diese Verss. sehr unwahrscheinlich gemacht; die Oxydationsgeschwindigkeit ist vielmehr, wie die Vff. schon früher festgestellt hatten, der Lösungsgeschwindigkeit von  $\text{O}_2$  in W., das frei von  $\text{O}_2$  ist, proportional. Eine Rechnung unter Berücksichtigung der Größe der Fettsäuremoleküle zeigt, daß die Dicke des stationären Filmes, wenn er überhaupt existiert, kleiner als die Länge des Palmitinsäuremoleküles sein müßte. (Journ. Science Hiroshima Univ. Serie A 1. 203—14. Hiroshima, Univ. Lab. of Phys. Chem.) JUZA.

S. Seltzer, *Beiträge zur Kenntnis der Salpetersäure als Oxydationsmittel. I. Der Reaktionsmechanismus bei der Oxydation von Salzsäure.* Es wird die Kinetik der Rk. zwischen  $\text{HNO}_3$  u.  $\text{HCl}$  (in großem Überschuß) untersucht, indem durch ein Gemisch dieser beiden Säuren ein  $\text{N}_2$ -Strom hindurchgeleitet wird u. die von dem  $\text{N}_2$  mitgeführten Rk.-Prodd. in  $\text{H}_2\text{SO}_4$  u.  $\text{KJ}$  absorbiert u. bestimmt werden. Bei den Verss. wird auf die störende Verdampfung der  $\text{HCl}$  u. den Einfluß der Strömungsgeschwindigkeit des  $\text{N}_2$  Rücksicht genommen. Die Rk. läßt sich vollständig durch die Gleichung  $3\text{HCl} + \text{HNO}_3 \rightleftharpoons 2\text{H}_2\text{O} + \text{NOCl} + \text{Cl}_2$ , wiedergeben; die oxydierende Wrkg. geht also nicht von als Zwischenprod. gebildeter  $\text{HNO}_2$ , sondern von der  $\text{HNO}_3$  selbst aus. Die Rk. ist monomolekular u. hat einen Temp.-Koeff. von 2,45. Bei Verwendung von  $\text{CO}_2$ , Luft oder  $\text{O}_2$  an Stelle von  $\text{N}_2$  erhält man den gleichen Wert für die Rk.-Geschwindigkeit. Chloride in der Konz.  $1/100$ -n. ( $\text{TlCl}$ ,  $\text{CuCl}_2$ ,  $\text{CdCl}_2$ ,  $\text{PbCl}_2$  u. a.) sind ohne Einfluß auf die Rk. Dagegen wird durch  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  ( $1/100$ -n.) eine starke katalyt. Beschleunigung der Rk. hervorgerufen. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. A 159. 428—35. Mai 1932. Prag, Inst. f. physikal. u. Elektrochemie d. deutschen techn. Hochsch.) JUZA.

Paul S. Roller, *Chemische Aktivität und Teilchengröße. II. Die Lösungsgeschwindigkeit von Anhydrit und Gips bei langsamer Rührung.* (I. vgl. C. 1931. I. 2965.) Fein-gepulverter Anhydrit u. Gips werden durch Sieben in homogene Fraktionen gleicher Teilchengröße ( $1$ — $250\ \mu$  mittlerer Durchmesser) getrennt. Die relative Lösungsgeschwindigkeit dieser Fraktionen wird durch Leitfähigkeitsmessungen bei einer Rührungsgeschwindigkeit von 130 Touren/Min. bestimmt. Die Zeit-Konz.-Kurven haben für alle Fraktionen gleiche Form; anfänglich ist die Lösungsgeschwindigkeit sehr hoch u. nimmt nach den ersten 2—3 Min. rasch ab auf eine geringe, meist lineare Geschwindigkeit. Bei den feinsten Fraktionen besteht eine Induktionsperiode von 4 bis 5 Sekunden, wenn die Stoffe trocken zum Lösungsm. zugegeben werden. Die Lösungsgeschwindigkeit ist bei den feinsten Anteilen sehr gering. Dies wird der Schwierigkeit des Eindringens des Lösungsm. zugeschrieben; der Effekt ist bei Gips größer als bei Anhydrit. Steigerung der Rührungsgeschwindigkeit erhöht die Lösungsgeschwindigkeit nahezu auf den n. Wert. Wird Anhydrit zuvor in W. dispergiert, dann wächst die Lösungsgeschwindigkeit der feinsten Teilchen sehr stark an, während sie bei den größeren Teilchen fast unverändert bleibt. Setzt man — bei trockener Zugabe der Stoffe — die Lösungsgeschwindigkeit der größten Fraktion gleich 1, so steigt der Wert bei Anhydrit auf 8,6 bei  $7\ \mu$  Teilchengröße, bei Gips nur auf 4,4 bei  $16,5\ \mu$ , fällt dann bei weiterer Verkleinerung der Teilchengröße unter 1 bei Anhydrit wie auch besonders bei Gips. Das Maximum der Lösungsgeschwindigkeit wird durch Steigerung der Rührungsgeschwindigkeit auf 470 Touren/Minute erhöht auf 17,6 für Anhydrit der Teilchengröße  $2,8\ \mu$ . Wenn Anhydrit feucht zugegeben wird, dann steigt die Lösungsgeschwindigkeit über 1 mit abnehmender Teilchengröße unter  $50\ \mu$ , wird bei  $8\ \mu$  nahezu konstant u. steigt dann weiter auf 10,2 bei  $1\ \mu$ . Der trocken zugegebene Stoff setzt sich innerhalb weniger Sekunden zu Boden; die Lsg. erfolgt also durch Eindringen des Lösungsm. in das Sediment. Die Struktur des Sediments — ob locker oder dicht gepackt — bestimmt hauptsächlich die Lösungsgeschwindigkeit. Vf. zeigt nun, daß der NERNSTsche Diffusionsfilm, falls er existiert, eine Dicke von weniger als  $0,2\ \mu$  haben muß, also etwa nur  $1/100$  der theoret. Dicke von 20 bis  $50\ \mu$ . Es wird daher versucht, die Ergebnisse

unter der Annahme zu diskutieren, daß die Lsg. von akt. Zentren, die durch Ecken u. Kanten gebildet werden, erfolgt. Für den trocken zugegebenen Stoff bestimmt nur die Struktur des Sediments die Lösungsgeschwindigkeit. Für den vorher dispergierten Anhydrit gilt anscheinend das gleiche bis zu einer Teilchengröße von  $8 \mu$ . Bei dieser Teilchengröße verschwindet die physikal. Wechselwrg. zwischen den Teilchen, die Lösungsgeschwindigkeit wird der Oberfläche proportional. Unterhalb dieser Teilchengröße müßte nun die Lösungsgeschwindigkeit proportional der Zahl der Ecken u. Kanten sein. Dies ist nicht der Fall. Die Lsg. erfolgt also von der Oberfläche her; doch ist anzunehmen, daß akt. Zentren in der Oberfläche die Lösungsgeschwindigkeit bestimmen. (Journ. physical Chem. 36. 1202—31. April 1932.) LORENZ.

**J. H. Simons, R. W. McNamee und Charles D. Hurd**, *Die thermische Zersetzung von Tetramethylblei*. Die Zers. von  $(\text{CH}_3)_4\text{Pb}$  wird nach einer stat. u. nach einer dynam. Methode ähnlich der von PANETH u. HOFEDITZ, C. 1929. I. 2867, bei Temp. zwischen  $550$  u.  $820^\circ$ , bzw. zwischen  $265$  u.  $620^\circ$  untersucht. Bei der stat. Methode (Drucke zwischen  $820$  u.  $1000$  mm) entstehen zwischen  $265$  u.  $365^\circ$  etwas C u. teerartige Prodd.; das Hauptprod. der Rk. ist bei  $265^\circ$   $\text{CH}_4$  ( $65\%$ ), dessen Menge bis  $340^\circ$  ansteigt ( $86\%$ ), um dann abzunehmen ( $28\%$  bei  $620^\circ$ ); die  $\text{C}_2\text{H}_6$ -Menge sinkt von  $22\%$  ( $265^\circ$ ) bis auf  $8\%$  ( $340^\circ$ ), steigt auf  $40\%$  ( $440^\circ$ ) u. nimmt schließlich auf  $20\%$  ab.  $\text{H}_2$  wird bei niedriger Temp. überhaupt nicht gefunden; bis  $400^\circ$  bildet sich etwa  $1\%$ , bei weiterer Temp.-Erhöhung steigt die  $\text{H}_2$ -Menge rasch auf  $28\%$  ( $550^\circ$ ) an; etwa parallel geht die  $\text{C}_2\text{H}_4$ -Ausbeute. Propylen bildet sich bei allen Temp. in etwa gleicher Menge ( $2$ — $3\%$ ); die Isobutylmenge nimmt von  $5\%$  bei der niedrigsten Temp. auf  $0,5\%$  bei der höchsten Temp. etwa gleichmäßig ab; bei  $265^\circ$  werden  $2,5\%$   $\text{C}_2\text{H}_2$  gefunden. Bei der dynam. Methode (Drucke  $1$ — $2$  mm) nimmt die  $\text{C}_2\text{H}_6$ -Ausbeute von  $83\%$  ( $550^\circ$ ) auf  $24\%$  ( $820^\circ$ ) ab, die  $\text{CH}_4$ -Menge von  $10$  auf  $48\%$  zu, die Äthylenausbeute von  $2$  auf  $18\%$ .  $\text{C}_2\text{H}_2$  bildet sich nur bei  $550^\circ$  in geringer Menge; die Ausbeuten an Propylen, Isobutylen u.  $\text{H}_2$  sind niedrig. Aus den Ergebnissen geht hervor, daß bei niedriger Temp. ( $256$ — $365^\circ$ ) eine langsame Rk. an den Gefäßwänden vor sich geht, während bei höherer Temp. eine homogene Rk. rasch abläuft. Die verschiedenen Ausbeuten an den einzelnen Hauptprodd. lassen sich unter dieser Annahme erklären. (Journ. physical Chem. 36. 939—48. März 1932. Evanston, Ill., Northwestern Univ., Chem. Lab.) LOR.

**Arthur F. Scott**, *Das scheinbare Molvolum von Salzen in Lösung*. III. Gesättigte Lösungen der Mischungen von Elektrolyten. (II. vgl. C. 1932. I. 2923.) Aus dem geringen vorliegenden Vers.-Material über gesätt. Lsgg. von Elektrolytmischungen (hauptsächlich Alkalihalogenide u. HCl) berechnet Vf. das scheinbare Molvol. der Salze. Die zu einer Salzlsg. zugesetzten Salze können in ihrer Wrg. auf das Mol.-Vol. in 2 Klassen geteilt werden: 1. Wenn der zugefügte Elektrolyt ein Kation mit dem sättigenden Salz gemeinsam hat, dann ist sein scheinbares Vol. das gleiche, wie wenn das zugesetzte Salz das sättigende wäre. 2. Wenn das zugesetzte Salz ein Anion mit dem sättigenden Salz gemeinsam hat, so hat sein scheinbares Vol. einen bestimmten konstanten Wert.  $\text{KNO}_3$  bildet eine Ausnahme von diesen Regeln. — Vf. weist auf die Möglichkeit hin, das  $n$  in der Gleichung  $\Phi = V - n v$  ( $\Phi$  = scheinbares Mol.-Vol.,  $V$  = Vol. der Lsg., die ein Mol. Salz enthält,  $n$  = Zahl der W.-Moll.,  $v$  = Vol. des Lösungsml.) als Hydratationszahl anzusehen. (Journ. physical Chem. 36. 1022—34. März 1932. Houston, Texas Rice Inst.) LORENZ.

**V. Kohlschütter und A. Torricelli**, *Über elektrolytische Krystallisationsvorgänge*. IV. *Versuche über Einzelkrystallbildung*. Unter Mitarbeit von A. Good. Fortsetzung der Unters. über die typ. Formen der elektrolyt. Metallabscheidung (I.—III. Mitt. vgl. C. 1927. II. 1335). Es werden die Entstehungs- u. Wachstumsbedingungen, sowie die Eigg. von polygonal begrenzten Silbereinkristallen mkr. Dimensionen angegeben, diskutiert u. mit den entsprechenden Verhältnissen bei polykrystalliner Silberabscheidung verglichen. 1. Anordnung: Silberkathode u. -anode sind stabil miteinander in einer Zelle verbunden, welche mkr. Ausmessung der Krystalle während des Wachstums gestattet. Eine selbsttätige Stromregulierung sorgt für gleichmäßige Elektrolyse bei minimaler konstanter Spannung unter Vermeidung von Konz.-Polarisation. Es bildet sich auf der Kathode ein einziger Silberkeim aus. 2. Wachstum des Einkeims: Die Stromstärke-Zeitkurven sind abhängig vom Wachstumsvorgang. Sie steigen als Gerade an bei gleichmäßig bleibendem Flächenwachstum des Krystalls, zeigen scharfe Knickpunkte beim Auftreten neuer Flächen u. fallen ab beim Eintritt von Deformationserscheinungen des Krystalls zu unregelmäßig begrenzten Körnern. Nur die sichtbar wachsenden Flächen sind für die Metallabscheidung „aktiv“. Keimbldg.

tritt u. U. erst nach einer „Verzugszeit“ mit spontanem Stromstoß ein. 3. Die Form-entw. des Krystals geschieht immer in gleicher Folge von Kombinationen (001)/(111) über (001)/hhl) zu (hkk). Maximale Größe der Krystalle ca. 1 mm. 4. Das Wachstum der Krystalle hat period. Charakter. Es findet schichtweises Aufwachsen der Flächen statt, mit deutlicher Differenzierung der verschiedenartigen Flächen. Die Wachstums-schichten setzen an Kanten u. Ecken an, den Stellen höchster Ladungsdichten. (Aus-führliche Beschreibung der Einzelheiten im Text.) 5. Passivierungserscheinungen: Die für die Metallabscheidung akt. (wachsenden) Flächen behalten ihre Aktivität bei kurzer, verlieren sie bei längerer Stromunterbrechung. Verschiedenartige Flächen lassen sich verschieden leicht passivieren. Alte Krystalle sind inakt. Die Ursache der Passi- vierung wird in einer anod. Anätzung während der Stromunterbrechung durch inter- kathod. Vorgänge vermutet u. durch Kontrollvers. wahrscheinlich gemacht. Frisch gewachsene Flächen befinden sich noch nicht im stabilen Endzustand. Die Verzögerung der Keimbldg. ist vermutlich auf eine chem. Egalisierung der Kathodenoberfläche durch den Vorgang  $\text{Ag} + \text{Ag}' \rightleftharpoons \text{Ag}'_2$  zurückzuführen. 6. Die Erfahrungen an Ein- krystallen werden auf die gewöhnliche polykrystalline Silberabscheidung übertragen. (Ztschr. Elektrochem. angew. physikal. Chem. 38. 213—27. April 1932. Bern, Anorg. Inst. d. Univ.) H. W. KOHLSCHÜTTER.

**Artur March**, *Mathematische Theorie der Regelung nach der Korngestalt bei affiner Deformation*. Vf. betrachtet den besonderen Fall, daß stäbchen- oder blättchenförmige Teilchen durch eine affine Deformation des Mediums, in das sie eingebettet sind, geregelt werden. Die Unters. zeigt, daß es in einem solchen Falle immer möglich ist, die ein- tretende „affine Regelung“ durch ein exaktes Gesetz darzustellen. Die relative Häufig- keit aller nach der Regelung vorkommenden Richtungen läßt sich in Beziehung bringen zu einem Regelungsellipsoid. Die Regelungsellipsoide für stäbchen- u. blättchenförmige Teilchen haben aber nicht gleiche Richtung, sondern sind um  $90^\circ$  gegeneinander ver- dreht. (Ztschr. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristallchem. 81. 285—97. Febr. 1932. Innsbruck, Inst. f. theoret. Physik.) HÜNIGER.

**Bruno Sander**, *Zur Kinematik passiver Gefügeregelungen*. Die gefügekundliche Bedeutung der MARCHschen allgemeinen Ableitung affiner Regelung nach der Korn- gestalt (vgl. vorst. Ref.) wird erörtert. Mit Heranziehung einer geometr. Betrachtung von **H. Schatz** wird versucht, auch für affine Regelung nach dem Kornbau einige rein kinemat. Bedingungen in ihrer Auswrkg. aufzuzeigen. (Ztschr. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristallchem. 81. 298—308. Febr. 1932. Inns- bruck.) HÜNIGER.

**Nora Wooster**, *Die Wechselbeziehung zwischen Spaltbarkeit und Struktur*. In homöo- polaren Krystallen mit gleichen Bindungskräften findet die Spaltung in solcher Weise statt, daß keine Moll. zerstört werden. Die Spaltungsbedingungen für homöo- polare Krystalle, welche verschiedenen starke Bindungen enthalten, sind folgende: 1. Die durch Spaltung freigelegten Netzebenen enthalten ganze Moll. 2. Kurze Bin- dungen werden durch die Spaltung nicht zerstört. — Alles, was sich über Ionenkrystalle vom AX-Typ sagen läßt, ist dies, daß sie kub. Spaltbarkeit haben. Andere Ionen- krystalle, die keine Radikale enthalten, machen beim Spalten Netzebenen frei, die aus großen Anionen bestehen. Die Spaltung von Radikale enthaltenden Ionenkrystallen geht so vor sich, daß die Radikale intakt bleiben. (Science Progress 1932. 462—73. Jan. Cambridge, Girton Coll.) SKALIKS.

**H. Tertsch**, *Wie erfolgt der Spaltungsvorgang bei Krystallen?* Die Betrachtung der Anziehungs- u. Abstoßungskräfte zwischen den Ionen benachbarter Ebenen, deren algebraische Summe die Kohäsion darstellt, führt zur Unterscheidung zweier Arten des Spaltungsvorganges. Liegen die Verhältnisse des ungestörten Gitters vor, (Schlag- spaltung), so erfolgt die Spaltung durch Teilung (Zerreißung, Spaltwrkg. von außen). Die Spaltung erfolgt ruhig, ohne sprengungsartige Nebenerscheinungen. Im Falle des durch plast. Verformung gestörten Gitters (Druckspaltung) tritt Sprengung nach einer Gitterebene (Spaltwrkg. von innen) ein. Bei der Zugspaltung scheinen beide Formen des Spaltvorganges ineinander zu greifen, wobei die Deformation durch Druck das Hauptgepräge liefert. (Ztschr. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristall- chem. 81. 275—84. Febr. 1932. Wien.) HÜNIGER.

**H. Tertsch**, *Einfache Kohäsionsversuche*. III. Die (110)-, „Spaltung“ am Steinsalz. (II. vgl. C. 1931. II. 528.) An Steinsalz wurde die Spaltung nach (110) mit den in I. u. II. angewendeten Methoden untersucht. Einheitliche, genau gelagerte (110)-Flächen wurden nicht erhalten, sondern nur unschöne, raue Flächen mit Riefungen, die durch

Kombination mit (100)-Flächen u. (110)-Vizinalen entstehen. Nur die bestentwickelten Flächen wurden zur Auswertung der Spaltverss. herangezogen. Die Schlag- u. Druckspaltungsverss. gaben für (110) die gleichen Gesetzmäßigkeiten wie für (100). Bei der Zugspannung scheint das Abhängigkeitsgesetz einer einfachen Quadratfunktion zu entsprechen. Die zur Spaltung nach (110) notwendige Energiemenge ist bei der Druck- u. Zugspaltung größer, bei der Schlagspaltung auffallenderweise kleiner als bei der Spaltung nach (100). (Ztschr. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristallchem. 81. 264—74. Febr. 1932. Wien.) HÜNIGER.

**H. Romanowicz und E. J. M. Honigmann**, *Zug- und Druckfestigkeit von Eis*. Die Zugfestigkeit wird wie bei Zementwaffeln, die Druckfestigkeit an 7 cm-Würfeln bestimmt. Zugfestigkeit bei ca.  $-8^{\circ}$  ca. 17 kg/qcm, Druckfestigkeit ca. 43 kg/qcm. Der von J. MEYER (1911) erreichte Wert des Negativdruckes von W. (30 kg/qcm) wird bei der linearen Zugfestigkeit des Eises nicht erreicht. (Forsch. Gebiet Ingenieurwesens Ausg. A. 3. 99. März/April 1932. Wien, Technolog. Gewerbemus.) W. A. ROTH.

**W. A. Wood**, *Kristallgitterstörung in gedehnten Drähten*. (Vgl. C. 1932. I. 1820.) Die bei Kaltbearbeitungsprozessen (Walzen, Ziehen) auftretende Gitterstörung wurde auch an Konstantandrähten beobachtet, welche durch steigende Belastung gedehnt wurden. Das Kriterium für Gitterstörung ist die Verbreiterung der Linien im mit monochromat. Röntgenstrahlen erhaltenen Beugungsbild. Die Verbreiterung läßt sich am besten am Grad der Auflösung des  $K\alpha_{1,2}$ -Dubletts nachweisen. Daß es sich um wirkliche Gitterstörung, u. nicht Kornverfeinerung handelt, ist aus einer Aufnahme von Konstantan ersichtlich, die (420) als verwaschene Linie zeigt, während (331) daneben noch als scharfes Dublett vorhanden ist. Die Krystallite können nicht in der [331]-Richtung groß u. zugleich in [420]-Richtung sehr klein sein. — Analoge Resultate bei Ni, Cu u. Legierungen. (Nature 129. 760—61. 21/5. 1932. Teddington [Middlesex], Nat. Physics Lab.) SKALIKS.

**Eric R. Jette und Frank Foote**, *Feste Lösungen von Blei und Zinn in Wismut*. In der Arbeit von GOETZ u. FOCKE (C. 1932. I. 2143) wird festgestellt, daß nach der Röntgenograph. Unters. ein Einkrystall aus 3% Sn enthaltendem Bi von einem n. Bi-Krystall nicht zu unterscheiden ist. Wegen der Differenz der Atomradien dürften diese Feststellungen nur als Näherung gelten, u. Vff. unternahmen eine Nachprüfung nach der SEEMANN-BOHLIN-Methode. Es scheint danach sicher, daß eine leichte aber meßbare Änderung des Bi-Gitters eintritt, wenn die gesätt. Lsgg. mit Pb oder Sn gebildet werden (Unterss. an Bi mit 10% Sn bzw. Pb). Die Gitteränderung durch Sn ist von der gleichen Art wie durch Pb, trotzdem Sn kleineren, Pb größeren Atomradius hat als Bi! — Bei Bi mit 1% Fremdmetall konnte keine Änderung des Gitters nachgewiesen werden. (Physical Rev. [2] 39. 1018—20. 15/3. 1932. New York [N. Y.], Columbia Univ., School of Mines.) SKALIKS.

**John Arrend Timm**, *An introduction to chemistry: a pandemic text*. 2nd. ed. London: Mc Graw-Hill 1932. (573 S.) 8°. 2ls. net.

**G. Coffari**, *Problem di chimica assegnati negli esami di Stato e loro soluzioni*. Chimica organica. Chimica generale. Chimica fisica. Milano: U. Hoepli 1932. (VIII, 160 S.) 8°. L. 18.—

[russ.] **Adam Wladislawowitsch Rakowski**, *Chemische Kinetik und Katalyse*. Ergänzung zu den „Grundlagen der physikal. Chemie von Prof. A. Euken“. 2. Aufl. Moskau-Leningrad: Staatl. Chem.-Techn. Verlag 1932. (84 S.) Rbl. 1.50.

#### A<sub>1</sub>. Atomstruktur. Radiochemie. Photochemie.

**Raymond T. Birge**, *Beziehungen zwischen grundlegenden physikalischen Konstanten*. Die von MILLS (C. 1932. I. 2541) gefundenen Beziehungen beruhen nur auf zufälligen zahlenmäßigen Übereinstimmungen, da es sich um keine dimensionslose Konstanten handelt. (Science 75. 383. 8/4. 1932. Univ. of Californien.) LESZYNSKI.

**Richard Reinicke**, *Raumgeometrische Vorstellungen als Grundlage für Auswahlprinzipien*. Das in der C. 1931. II. 1383 referierten Arbeit benutzte raumgeometr. Verf. kann zur Behandlung einer Reihe von Problemen dienen, die unter Umständen Beziehungen zu Matrizen u. Auswahlprinzipien haben könnten. Eins dieser Probleme wird in der vorliegenden Arbeit rein mathemat. behandelt. (Monatsh. Mathematik u. Physik 39. 139—48. 1932. München-Planegg. Sep.) SKALIKS.

**B. D. Holbrook**, *Die Wärmebewegung der Atome in Krystallen*. Die Theorie der Wrkg. der therm. Schwingungen der Atome auf die Reflexion von Röntgenstrahlen durch Krystalle wird nachgeprüft, u. es wird ein Ausdruck gewonnen für die Ver-

teilung der Atomzentren um ihre Mittellagen. Dieser Ausdruck enthält nur Größen, welche direkt erhalten werden können aus Messungen 1. des Reflexionsvermögens der Krystalle für Röntgenstrahlen, 2. der Streuung von Röntgenstrahlen durch Gase. Die Verteilungsfunktion wird für einen Spezialfall berechnet aus 1. dem Reflexionsvermögen von KCl bei 2 Temp. u. 2. Streuungsmessungen an Ar. Es ergibt sich für die Atome erheblich mehr Translationsenergie als die klass. Theorie fordert, was auf die Existenz von Nullpunktenergie schließen läßt. (Physical Rev. [2] 39. 177. 1/1. 1932. Univ. of Chicago.) SKALIKS.

**F. Halla**, *Bemerkungen über die Strukturbestimmung mittels Weissenbergaufnahmen*. Eine Methode zur Parameterbest. bei Strukturen, die in Form zweier oder mehrerer isomorpher Repräsentanten vorliegen, wird an dem Beispiel des *Diphenyldisulfids* bzw. *Diselenids* erörtert. Die beiden Substanzen gehören der Raumgruppe  $V^4$  an (ausführliche Veröffentlichung erfolgt anderweitig). Ferner wird gezeigt, wie sich Zwillingsbldg. im WEISZENBERG-Diagramm zu erkennen gibt, u. es wird die Best. des Nullpunktes in der Umzeichnung von WEISZENBERG-Aufnahmen höherer Schichtlinien erörtert. (Ztschr. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristallchem. 82. 316 bis 323. Mai 1932. Wien, Inst. f. physikal. Chemie d. Techn. Hochsch.) SKALIKS.

**J. M. Cork**, *Änderung der effektiven Gitterkonstante von Krystallen mit der Wellenlänge*. Es wird geprüft, ob die Wellenlängenwerte, die aus Winkelmessungen mit einem Calcitkrystall erhalten wurden, Abweichungen zeigen infolge der Änderung des Brechungsindex des Krystalles. Zu diesem Zweck werden mit einem Calcit- u. einem Quarzkrystall Reflexionswinkel für Wellenlängen bis zu 5,5 Å gemessen. Der Wert  $\log(\lambda_{\text{Calcit}}/2 \sin \vartheta_{\text{Quarz}})$  wird gegen die Wellenlänge aufgetragen; er weist eine Diskontinuität bei der K-Absorptionskante des Ca auf. Diese Diskontinuität hat gerade ein umgekehrtes Vorzeichen, als nach der allgemein angenommenen Theorie der Refraktion zu erwarten wäre. Dagegen geben die Dispersionstheorien von KALLMANN u. MARK u. von KRONIG die Beobachtungen befriedigend wieder. Zu ähnlichen Ergebnissen führt der Vergleich der Messungen mit Calcit u. Gips (STIEGBAHN u. HJALMAR). (Physical Rev. [2] 39. 177. 1/1. 1932. Univ. of Michigan.) SKALIKS.

**E. A. Owen** und **John Iball**, *Präzisionsmessungen der Krystallparameter einiger Elemente*. Al, Cu u. Ag wurden nach einer Präzisionsmethode mit Strahlungen verschiedener Wellenlänge untersucht. Ferner wurde eine Anzahl anderer Elemente nach derselben Methode, aber nur mit Cu-Strahlung allein untersucht. Die verwendete, nach dem Fokussierungsprinzip gebaute Kamera wird ausführlich beschrieben, u. die Genauigkeit der Messungen wird diskutiert. Die chem. Reinheit der untersuchten Elemente war 99,5—99,9%. Ergebnisse:

Element	Gitterkonstante	Kürzester Atom- abstand	Berechnete D. (16,5°)
Ag . . . . .	4,077 <sub>3</sub> ± 0,0003	2,883	10,50 <sub>6</sub>
Al . . . . .	4,040 <sub>6</sub> „	2,857	2,69 <sub>8</sub>
Cu . . . . .	3,607 <sub>6</sub> „	2,551	8,93 <sub>7</sub>
Au . . . . .	4,071 <sub>1</sub> ± 0,001	2,879	19,29 <sub>1</sub>
Ir . . . . .	3,831 <sub>4</sub> „	2,790	22,66 <sub>1</sub>
Mo . . . . .	3,140 <sub>3</sub> „	2,720	10,23 <sub>1</sub>
Ni . . . . .	3,517 <sub>9</sub> „	2,487	8,89 <sub>8</sub>
Pb . . . . .	4,939 <sub>3</sub> „	3,493	11,35 <sub>0</sub>
Pd . . . . .	3,885 <sub>0</sub> „	2,747	12,01 <sub>1</sub>
Rh . . . . .	3,795 <sub>1</sub> „	2,684	12,42 <sub>8</sub>
Ta . . . . .	3,311 <sub>4</sub> „	2,868	16,49 <sub>7</sub>
W . . . . .	3,159 <sub>3</sub> „	2,736	19,25 <sub>9</sub>

(Philos. Magazine [6] 13. 1020—28. Mai 1932. Bangor, Univ. College of North Wales.) SKALIKS.

**W. G. Burgers**, *Krystallstruktur von β-Zirkonium*. Die Krystallstruktur der oberhalb 862° beständigen Hochtemp.-Modifikation des Zr wurde bestimmt. Das Gitter ist kub. raumzentriert, der Elementarwürfel enthält 2 Atome. Die Gitterkonstante bei einer Temp. in der Nähe des Umwandlungspunktes ist 3,61 Å. (Nature 129. 281. 20/2. 1932. Eindhoven [Holl.], Naturkundig Lab. d. N. V. PHILIPS Gloeilampenfabrieken.) SKALIKS.

**E. Zintl und W. Dullenkopf**, *Polyantimonide, Polywismutide und ihr Übergang in Legierungen*. (3. Mitt. über Metalle und Legierungen.) (2. vgl. C. 1931. I. 3432.) Durch Extraktion von Legierungen aus Sb oder Bi mit 25 At.-% Na mit fl. NH<sub>3</sub> werden Lsgg. von Natriumheptaantimonid Na<sub>3</sub>[Sb<sub>7</sub>]·x NH<sub>3</sub> bzw. eines Gemisches von Penta- u. Heptawismutid erhalten. Aus der Lsg. der Polywismutide kristallisiert bei Raumtemp. eine NH<sub>3</sub>-freie Na-Bi-Legierung. Vom Heptaantimonid wurden Ammine mit 6 u. 1 NH<sub>3</sub> nachgewiesen. Sie zeichnen sich als Stufen auf der Isotherme ab, geben aber keine Röntgeninterferenzen. Die NH<sub>3</sub>-freie Legierung Na<sub>3</sub>Sb<sub>7</sub> liefert scharfe Interferenzen. — Für die Verb. NaBi wird vorläufig eine tetragonale, raumzentrierte Struktur ( $a = 3,46$ ,  $c = 4,80$  Å, je ein Atom Na u. Bi im Elementarkörper) vorgeschlagen, die mit den Röntgenintensitäten u. den Atomradien in Einklang steht. — NaSb kristallisiert monoklin u. enthält je 8 Atome Na u. Sb im Elementarkörper. Die Unters. über diese Verb. ist noch nicht abgeschlossen. — Aus den Röntgendaten ergibt sich, daß die Verb. NaSb u. NaBi nicht die Struktur eines Na-Triantimonids Na<sub>3</sub>[Sb<sub>3</sub>] u. Triwismutids haben, wie sie in ammoniakal. Lsg. nachgewiesen sind. Höhere Polyantimonide u. Polywismutide zerfallen bei völliger Entfernung des NH<sub>3</sub> in NaSb u. Sb bzw. in NaBi u. Bi. Die röntgenograph. Unters. bestätigt die Richtigkeit der von anderen Beobachtern früher festgestellten Zustandsdiagramme Na-Sb u. Na-Bi im Bereich von 0—50 At.-% Na. — Bei der Umwandlung der salzartigen Ammine in die Legierungen wird also in allen Fällen (wie bei den Polyplumbiden der 2. Mitt., 1. c.) das komplexe Anion durch die kontrapolarisierende Wrkg. der Na-Ionen zerstört. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 16. 183—94. März 1932. Freiburg i. Br., Chem. Lab. d. Univ.)

SKALIKS.

**E. Zintl und W. Dullenkopf**, *Über den Gitterbau von NaTl und seine Beziehung zu den Strukturen vom Typus des  $\beta$ -Messings*. (4. Mitt. über Metalle und Legierungen.) (3. vgl. vorst. Ref.) Pulveraufnahmen der Verb. NaTl ergeben ein kub. Gitter mit  $a = 7,473$  Å u. 8 Moll. im Elementarwürfel. Die Struktur besteht aus zwei ineinandergestellten Diamantgittern, von denen eins mit Na-, das andere mit Tl-Atomen besetzt ist u. die um eine halbe Elementarkörperdiagonale gegeneinander verschoben sind. NaTl hat danach ein reines Koordinationsgitter entsprechend einem früher formulierten Satz, daß Na in fl. NH<sub>3</sub> mit Elementen 5—7 Stellen vor den Edelgasen keine Komplexverb. mehr liefert (vgl. 1. Mitt., C. 1931. I. 3432). Die Radien des Tl u. Na im NaTl-Gitter sind gleich groß = 1,62 Å. Der Na-Radius ist um 13% kleiner als im metall. Na. — NaTl ist strukturell verwandt mit den raumzentrierten Legierungsphasen vom Typus des  $\beta$ -Messings. Der Einfluß der Polarisation, des Größenverhältnisses der Atome u. der durchschnittlichen Zahl der Valenzelektronen pro Atom auf die Art der Verteilung zweier Atomsorten in einem solchen Gitter wird erörtert. Das Gesetz von HUME-ROTHERY, WESTGREN u. PHRAGMEN über den Zusammenhang von Strukturtypus u. durchschnittlicher Zahl der Valenzelektronen pro Atom ist bei Legierungen sehr unedler Metalle nicht mehr gültig. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 16. 195—205. März 1932.)

SKALIKS.

**E. Zintl und A. Harder**, *Gitterstruktur von KBi<sub>2</sub>*. (5. Mitt. über Metalle und Legierungen.) (4. vgl. vorst. Ref.) Pulveraufnahmen ergeben kub. Struktur mit  $a = 9,501 \pm 0,005$  Å u. flächenzentrierter Translationsgruppe. D. (pyknometr.) = 6,908. 8 Moll. im Elementarwürfel. KBi<sub>2</sub> hat den gleichen Gitterbau wie MgCu<sub>2</sub>. Das Radienverhältnis der Komponenten ist in beiden Fällen nahezu dasselbe. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 16. 206—12. März 1932.)

SKALIKS.

**C. A. Beevers und H. Lipson**, *Die Kristallstruktur von Berylliumsulfattetrahydrat BeSO<sub>4</sub>·4 H<sub>2</sub>O*. In der von SCHONEFELD (C. 1931. II. 381) bestimmten Struktur haben die SO<sub>4</sub>-Gruppen eine ungewöhnliche Form (plan), die Atomradien stimmen schlecht u. die Übereinstimmung der berechneten Intensitäten mit den beobachteten ist nicht gut. Alle Intensitätsberechnungen mit der von SCHONEFELD angenommenen Raumgruppe  $D_{4h}^{18}$  gaben unbefriedigende Resultate. Gute Intensitätswerte wurden dagegen mit der Raumgruppe  $D_{2d}^{10}$  erhalten, wie der Vergleich mit Intensitätsschätzungen an neu hergestellten Schwenkaufnahmen zeigte. — Die Struktur besteht aus tetraedr. SO<sub>4</sub>-Gruppen u. tetraedr. Be(H<sub>2</sub>O)<sub>4</sub>-Gruppen, u. die Ionenradien sind von der üblichen Größe. Die physikal. Eigg. der Kristalle werden aus dem Gitterbau erklärt. (Ztschr. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristalchem. 82. 297—308. Mai 1932. Liverpool, Univ., George Holt Physics Lab.)

SKALIKS.

**R. Hocart und A. Serres**, *Magnetische Eigenschaften und Kristallstruktur von wasserfreiem Kobaltsulfat verschiedener Herstellung*. Durch Erhitzen von CoSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O

auf 400 bzw. auf 700<sup>0</sup> werden zwei verschiedene Formen von  $\text{CoSO}_4$  erhalten, deren eine durch ein magnet. Moment von 25 Magnetonen (Form I), das andere durch ein Moment von 26 Magnetonen (Form II) charakterisiert ist. Das sogenannte oktaedr.  $\text{CoSO}_4$  von KLOBB (Compt. rend. Acad. Sciences 114 [1892]. 836) besitzt gleichfalls 26 Magnetonen (Form IIb). DEBYE-Diagramme ergeben, daß I u. II kristallin sind (wie IIb); die Spektren von II u. IIb sind ident. Drehkrystallaufnahmen von IIb ergeben für die Größe des Elementarkörpers:  $a = 4,65 \text{ \AA}$ ,  $b = 6,7 \text{ \AA}$ ,  $c = 8,45 \text{ \AA}$ ; der Elementarkörper enthält 4  $\text{CoSO}_4$ . Da die DEBYE-Diagramme von I u. II Linien gleicher Lage, aber verschiedener Intensität zeigen, wird geschlossen, daß der Elementarkörper von I gleich groß wie der von II ist, daß aber die Anordnung der Atome in beiden Formen verschieden ist. (Compt. rend. Acad. Sciences 193. 1180—82. 1931.) LOR.

**Kurt Schneider**, *Über eine organische Molekülverbindung mit kleinem Elementarkörper*. Um festzustellen, ob bei der Bldg. einer Mol.-Verb. aus Styphninsäure das Molekülzitter der letzteren erhalten bleibt, untersucht Vf. die Verb. (1:1) mit Acenaphthen (orangefarbige Nadeln, F. 153—154<sup>0</sup>). Die Krystalle sind monoklin (Winkel  $\beta = 99^0$ ) u. besitzen die Dichte 1,46. Das Styphninsäuregitter ist in ihnen nicht erhalten, wie die Strukturanalyse zeigte: Abmessungen des Elementarkörpers  $J_a = 9,05$ ,  $J_b = 14,8$ ,  $J_c = 6,8$ , Zahl der Mol.-Verbb. im Elementarkörper 2, Translationsgruppe  $I_m^-$ . Aus den Auslöschungen ergibt sich, daß die Raumgruppen  $C_2^1$ ,  $C_2^2$ ,  $C_{2h}^1$  allein in Frage kommen, zwischen denen nicht entschieden wird. In keiner können die Komponentenmoll. in allen 3 Richtungen abwechseln. Als wahrscheinlich ergibt sich  $C_2^1$ ; dann müssen in Richtung der  $b$ -Achse die Komponenten abwechseln, während das in den beiden anderen Richtungen nicht möglich ist, oder es findet Abwechseln in der  $b$ -Richtung u. einer darauf senkrechten statt. So wird auch verständlich, daß die untersuchte Verb. u. die Verb. Acenaphthen-Dinitroxylolel nahezu das gleiche Verhältnis der Elementarkörperdimensionen zeigen (HERTEL u. KLEN, C. 1931. I. 1063).  $J_a$  ist bei der gleichfalls monoklinen Verb. mit Dinitroxylolel (die eine  $\text{NO}_2$ -Gruppe weniger u. statt der  $\text{CH}_3$ -Gruppen Hydroxyle hat) nahezu doppelt so groß. In dieser Richtung besitzen also die aufeinanderfolgenden Moll. der untersuchten Verb. ident. Lagen. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 16. 460—64. April 1932. Bonn, Chem. Inst. d. Univ.; physikal.-chem. Abt.) BERGMANN.

**Ralph W. G. Wyckoff** und **Robert B. Corey**, *Die Krystallstruktur von Thioharnstoff*. Pulveraufnahmen wurden gemacht u. spektrometr. Intensitätsmessungen aller Prismenreflexe mit  $2\theta < 100^0$ . Die durch FOURIER-Analyse bestimmte Struktur weicht nur wenig von der von DEMÉNY u. NITTA (C. 1928. II. 1970) gefundenen ab.  $V_h^{16}$  u. 4 Moll. im Elementarkörper. C u. S in  $uv^{1/4}$ ;  $\bar{u}^2 \bar{v}^{3/4}$ ;  $1/2 - u$ ,  $v + 1/2$ ,  $1/4$ ;  $u + 1/2$ ,  $1/2 - v$ ,  $3/4$ .  $u_c = -0,14$ ,  $v_c = 0,10$ ,  $u_s = 0,12$ ,  $v_s = -0,007$ . N in allgemeiner Lage;  $x = 0,27_8$ ,  $y = -0,13_0$ ,  $z = -0,12_5$ . Die Anordnung hat mit der von Harnstoff (C. 1931. I. 214; 1932. I. 1755) nichts gemeinsam. (Ztschr. Kristallogr. Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristallchem. 81. 386—95. März 1932. New York, Rockefeller Inst. f. Medical Res.) SKALIKS.

**Mata Prasad** und **K. V. Desai**, *Eine Röntgenuntersuchung der Krystalle von o-Azotoluol*. Die Unters. wurde nach dem Drehkrystallverf. durchgeführt. Elementarkörper:  $a = 13,93$ ;  $b = 6,604$ ;  $c = 14,55 \text{ \AA}$ .  $\beta = 101^0 4'$ .  $\Gamma_m$ . Raumgruppe  $C_{2h}^5$ . 4 asymm. Moll. im Elementarkörper. Der Wert  $c \cdot \sin \beta$  ist ebenso groß wie bei Azobenzol, nämlich  $14,29 \text{ \AA}$  (vgl. PRASAD, C. 1930. II. 2869), er entspricht wahrscheinlich der Länge des Mol. (Philos. Magazine [7] 13. 600—603. März 1932. Bombay, Royal Inst. of Sci., Chem. Lab.) SKALIKS.

**Robert A. Millikan**, *Weitere Experimente über die gleichmäßige Verteilung der Höhenstrahlung*. In Fortsetzung der Verss. des Vis. (C. 1931. I. 1065) über die tägliche Schwankung der Höhenstrahlungsintensität werden Messungen unter solchen Bedingungen unternommen, bei denen die Temp. des Elektroskops sehr nahe konstant gehalten wurde. Der Druck in dem Elektroskop betrug 30 Atmosphären. Der Barometerstand blieb annähernd gleich während der ganzen Versuchsdauer. In den Ergebnissen wird der Ionisationsstrom, der durch die Höhenstrahlung erzeugt wurde, für die verschiedenen Tageszeiten angegeben. Die Differenzen in den Mittelwerten der einzelnen Meßreihen rühren wahrscheinlich von kleinen Veränderungen in der Dicke der atmosphär. Schicht her, die wiederum durch Luftströmungen bei der täglichen Erwärmung durch die Sonnenstrahlen entstehen. Vf. schließt aus seinen Ergebnissen, daß innerhalb der Fehlergrenzen der Beobachtungsgenauigkeit, die etwa 0,3% beträgt, die Sonne keinen direkten Einfluß auf die Intensität der Höhenstrahlung hat.

Diese Feststellung deckt sich mit den Beobachtungen, die in Halle (Physikal. Institut) ausgeführt wurden. (Physical Rev. [2] 39. 391—96. 1/2. 1932. Pasadena, California Institut.) G. SCHMIDT.

**Robert A. Millikan**, *Höhenstrahlungsionisation und Elektroskopkonstanten als eine Funktion des Druckes*. (Vgl. C. 1931. II. 3078.) Aus Ionisationsmessungen der Höhenstrahlung in großen Wassertiefen mit Hochdruckelektroskopen verschiedener Drucke ging hervor, daß 1. eine merkliche Abhängigkeit des Nulleffektes des Elektroskops vom Druck bestand u. 2. daß ein bedeutend kleinerer Ionisationsstrom bei hohen Drucken gemessen wurde als der erwarteten Beziehung zwischen Druck u. Ionisation entsprach. In diesen Verss. wird gefunden, daß die Restionisation in einem Elektroskop (Nulleffekt) einer inversen Abhängigkeit vom Druck folgt. In einem besonderen Falle betrug der Nulleffekt bei 1 Atmosphäre 5,13 Ionen pro ccm pro Sek., während er bei 30,1 Atmosphären auf 1,2 Ionen gefallen war. Ebenfalls stieg die Ionisation nur um den Faktor 13,8, wenn der Druck im Elektroskop von 1—30,1-Atmosphären anwuchs. Dieser Faktor war der gleiche für  $\gamma$ -Strahlen wie für die Höhenstrahlung. Als Erklärung gibt Vf. an, daß die Sättigung bei hohen Drucken unmöglich wird, selbst wenn das angelegte Potential vergrößert wird, da die Rekombinationskräfte bedeutend schneller anwachsen. Durch Anwendung des Multiplikationsfaktors ergibt sich für die Anzahl der Höhenstrahlen bei 1 Atmosphäre ( $24^\circ$ ) der Wert: 2,63 Ionen pro ccm u. Sek. Der Ionisationswert für den Meeresspiegel wird zu 2,48 Ionen pro ccm pro Sek. bestimmt. (Physical Rev. [2] 39. 397—402. 1/2. 1932. Pasadena, California Inst.) G. SCHMIDT.

**L. M. Mott-Smith**, *Über einen Versuch der magnetischen Ablenkung der Höhenstrahlung*. (Vgl. C. 1932. I. 347.) In Fortsetzung der Verss. des Vf. über die magnet. Ablenkung der Höhenstrahlung wird jetzt mit einem App. gearbeitet, der meßbare Ablenkungen von Elektronen mit der Energie von  $10^9$  e-V. aufzunehmen gestattet. Analog früheren Verss. anderer Autoren wird zwecks Nachweis der abgelenkten Strahlung mit Zählrohren nach der Koinzidenzmethode gearbeitet, jedoch mit dem Unterschied, daß hier 3 GEIGER-MÜLLER-Zählrohre verwendet werden, die in einer Richtung übereinander angeordnet sind. Zum besseren Nachweis der magnet. Ablenkung der Höhenstrahlung wird das magnet. Feld unter dem zweiten Zähler angebracht. Das Experiment besteht in der Beobachtung der Häufigkeit der dreifachen Koinzidenzen bei Entfernung des untersten Zählers aus seiner ursprünglichen Lage. Aus den Ergebnissen geht hervor, daß keine Ablenkung durch das magnet. Feld festgestellt werden konnte, die eine gleichzeitige Entladung der Zähler hervorrief. Berechnungen über die Empfindlichkeit der Methode zeigen, daß eine beobachtbare Ablenkung der Höhenstrahlung aufgetreten wäre, wenn die Elektronen eine Energie bis zu  $2 \cdot 10^9$  e-V. besitzen oder wenn es sich um Protonen mit  $10^9$  V. Energie oder weniger handelt. Vf. diskutiert die Schwierigkeiten, die sich bei der Erklärung dieses Ergebnisses ergeben. (Physical Rev. [2]. 39. 403—13. 1/2. 1932. Rice Inst.) G. SCHMIDT.

**G. Failla**, *Vergleich von 700 000-V-Röntgenstrahlen und Gammastrahlen*. Die Röntgenstrahlen wurden mit einer für 900 000 Volt Maximalspannung berechneten Kaskadenröhre von COOLIDGE erzeugt, die kurze Zeit mit 850 000 Volt, längere Zeit mit 700 000 Volt u. 5 Milliampere betrieben wurde. Unter den letztgenannten Bedingungen ist die emittierte Strahlung, nach Passieren von 5 mm Cu, äquivalent der  $\gamma$ -Strahlenemission von 400 bis 600 g Ra. Die Strahlung wurde ionometr. gemessen, nachdem ihre Intensität durch 4 cm Pb reduziert war. (Physical Rev. [2] 39. 176. 1/1. 1932. New York, Memorial Hospital.) SKALIKS.

**E. O. Wollan**, *Streuung von Röntgenstrahlen und Atomstruktur*. Zusammenfassender Bericht mit Literaturverzeichnis. — Inhalt: A. Reflexion von Röntgenstrahlen an Krystallen. B. Streuung von Röntgenstrahlen durch Gase. C. Diffuse Streuung von Röntgenstrahlen durch Krystalle. D. Vergleich der verschiedenen Methoden für die Best. des Atomstrukturfaktors. (Rev. modern Physics 4. 205—58. April 1932. Univ. of Chicago, Ryerson Physical Lab.) SKALIKS.

**Jesse W. M. Du Mond**, *Mögliche Verminderung der Breite der Comptonlinie infolge bevorzugter Richtungen der Elektronenmomente in Ceylongraphit*. Nach der Theorie des Vfs. sind die Anfangsmomente der Elektronen verantwortlich für die Breite der COMPTON-Linie, u. zwar nur die Komponenten der Momente in Richtung einer Bezugsachse, welche den Winkel zwischen einfallender u. gestreuter Strahlung halbiert (vgl. C. 1932. I. 2680). Sind nun die Richtungen der Elektronenmomente nicht regellos verteilt, so ergibt sich eine geringere Breite der COMPTON-Linie als die ursprünglichen Gleichungen fordern. Vf. vermutet, daß in Ceylongraphit die äußeren Elektronenschalen in be-

stimmter Weise relativ zum Gitter orientiert sind (parallel 0001). Nachdem die Herst. guter einheitlicher Krystalle von Graphit gelungen ist (vgl. GOETZ u. Mitarbeiter, nachfolgendes Ref.), sind Verss. zur Prüfung der obigen Vermutung im Gange. Die Bedeutung der Experimente wird besprochen. (Physical Rev. [2] **39**. 166—68. 1/1. 1932. California Inst. of Technology, Norman Bridge Lab. of Physics.) SKALIKS.

**Alexander Goetz, Alfred B. Focke und Alfred Faessler**, *Die Herstellung großer künstlicher Graphitkrystalle*. (Vgl. C. 1932. I. 3268.) Graphitkrystalle haben eine ungewöhnlich große diamagnet. Anisotropie, die Susceptibilität parallel [0001] ist 7-mal größer als die senkrecht zu dieser Richtung. Diese Eig. verwendeten Vff. zur Gewinnung großer einheitlicher Krystalle: Mit HF u. HCl gereinigter Ceylongraphit wurde in einer 3%/ig. Lsg. von Damarharz u. Bzl. suspendiert u. im inhomogenen Felde eines starken Elektromagneten absetzen gelassen. Danach wurde das Bzl. verdampft. Die zurückbleibende Graphitplatte ist wegen des zwischen die einzelnen Teilchen gelagerten Bindemittels recht fest. — Um den Grad der kristallograph. Gleichrichtung der einzelnen Krystallite zu prüfen, wurden Messungen der magnet. Anisotropie gemacht. Es resultierte der Wert 13,2. Doch wird aus den Schwankungen des Zahlenwertes geschlossen, daß die wahre Anisotropie etwa den Wert 20 erreichen dürfte, daß also die Parallelrichtung noch nicht vollkommen ist. Mit Ausnahme der Sn-legierten Bi-Krystalle zeigen diese Graphitkrystalle bei weitem die größte bekannte diamagnet. Anisotropie. — Die Anwendbarkeit der Methode für die Messung orientierter Susceptibilitäten sehr kleiner Krystalle wird besprochen. (Physical Rev. [2] **39**. 168—70. 1/1. 1932. Pasadena, California Inst. of Techn.) SKALIKS.

**S. Mrozowski**, *Kernspin und Hyperfeinstruktur in Bandenspektren*. Es werden weitere Beweise dafür geliefert, daß die vom Vf. festgestellte (C. 1932. I. 2292) Feinstruktur in den HgH-Banden nicht von der Isotopenverschiebung — wie HULTHEN (vgl. C. 1932. II. 19) annimmt —, sondern vom Kernspin herrührt. Die relative Intensität der Feinstrukturkomponenten der Bandenlinien ist eine ganz andere, als es im Falle der Isotopenverschiebung zu erwarten wäre. Auch die Unabhängigkeit der Aufspaltung von der Rotationsquantenzahl spricht für die Deutung des Vfs. (Nature **129**. 399—400. März 1932. Warschau, Univ., Inst. f. theoret. Phys.) BORIS ROSEN.

**Ludwik Natanson**, *Die Änderungen der relativen Intensitäten in einem Resonanzspektrum*. Deckt sich inhaltlich mit der in C. 1931. I. 1240 referierten Arbeit. (Sprawozdania i Prace Polskiego Towarzystwa Ficyznego **5**. 327—36. 1931. Warschau, Univ., Inst. f. Experimentalphysik.) BORIS ROSEN.

**H. Krefitt und R. Rompe**, *Über das Auftreten von Metalledelgasbanden in der positiven Säule elektrischer Entladungen*. (Vgl. C. 1931. I. 2585.) In einem elektr. Ofen wird Metalldampf von hinreichendem Druck in einem Glas- oder Quarzrohre erzeugt, durch das reines Edelgas von 2—10 mm (He, Ne oder Ar) zirkuliert u. eine Entladung von 0,1—20 Amp. pro qcm beim Potentialgradienten ca. 0,5 Volt/cm erzeugt wird. Aufnahmen im Glasspektrographen ergeben in einigen Minuten die Metalllinien u. neben diesen diffuse Banden, die lockeren Verb. der angeregten Metallatome mit Edelgasatomen zugeschrieben werden (OLDENBERG fand solche Banden an der Hg-2537 Å-Linie, vgl. C. 1929. II. 1381). Die Metalle Tl, In, Zn, Na, K u. Rb werden angewendet. Die gefundenen Banden zeigen sich an der kurzwelligen Seite der Metalllinien, sie haben ein diffuses Maximum im Abstand  $\Delta \nu_1$  von der Linienmitte (Typus 1) oder auch (Typus 2) zwei Maxima in Abständen  $\Delta \nu_1$  u.  $\Delta \nu_2$ ; die  $\Delta \nu$ -Werte liegen zwischen 60 u. 575  $\text{cm}^{-1}$ . Beim Tl (Linie 5350 Å) ergab sich für die  $\Delta \nu_1$ -Werte der Banden des He, Ne u. Ar, daß diese sich wie  $1/\sqrt{\text{At.}}\text{-Gew.}$  des betreffenden Edelgases verhalten; die Werte ( $\Delta \nu_1 - \Delta \nu_2$ ) wie die Polarisierbarkeiten  $\alpha$  der Edelgasatome multipliziert mit  $\sqrt{\text{At.}}\text{-Gew.}$ ; für die anderen Metalle sind keine einfachen Beziehungen gefunden. Zur Deutung wird die Existenz von solchen Potentialkurven der Edelgas-Metallmoleküle im Grund- u. im Anregungszustand angenommen, die Maxima aufweisen (oberhalb der asymptot. Dissoziationsenergie) u. erst in größerer Kernnähe Minima besitzen, die von Polarisationskräften herrühren; für die verschiedenen „Typen“ der Banden werden schemat. Potentialkurven entworfen. Die Intensität der Banden relativ zu den Metalllinien nimmt mit steigender Stromdichte stark ab. (Ztschr. Physik **73**. 681—90. 8/1. 1932. Berlin, Studiengesellsch. Osram.) BEUTLER.

**R. Rompe**, *Über einige Absorptions-, Fluoreszenz- und Emissionsbanden des Caesiums*. Die Absorption des Cs-Dampfes wurde in 6 cm Schichtdicke bei Temp. 230—500° (Sättigungsdruck  $3 \cdot 10^{-1}$ —110 mm) mit kleiner Dispersion (50 Å/mm)

untersucht. Lichtquelle Wolframbogenlampe. Absorptionsgefäße aus Borsilicatglas, besonders geeignet für Cs bei hohen Temp. Bei Temp.-Erhöhung erscheinen sukzessiv 4 Bandengruppen: Zwischen 7540—7680 Å (bei 230°), zwischen 7030—7300 u. zwischen 6250—6330 Å (bei 300°) zwischen 8082—8300 (bei 350°). In allen Gruppen bleibt die zuerst erscheinende kurzwelligste Bande die intensivste; von dieser Bande erstreckt sich das System nur nach längeren Wellen hin. Das System 6250—6330 Å wurde auch mit großem Spektrograph des EINSTEIN-Turms (Dispersion 2,5 Å/mm) aufgenommen. Die mit kleiner Dispersion beobachteten Banden erweisen sich dabei als Fluktuationen in einem ausgedehnten System äquidistanter Banden, die durch  $\nu = 15\,943,6 - 13,28\nu + 0,0052\nu^2$  dargestellt werden können ( $\nu = 0$  entspricht der stärksten Kante). Der Abstand der Fluktuationsmaxima ist ca.  $50\text{ cm}^{-1}$ . Es wird angenommen, daß es sich um Übergänge zwischen einem n. Zustand mit Kernschwingungsfrequenz  $50\text{ cm}^{-1}$  u. einem angeregten Zustand mit flachem Potentialverlauf u. Kernschwingungsfrequenz von ca.  $13\text{ cm}^{-1}$  handelt. Die Intensitätsverhältnisse werden durch das FRANCK-CONDONSCHE Prinzip befriedigend erklärt. Es wird vermutet, daß auch die anderen 3 Systeme ähnlich aufgebaut sind. An den Resonanzlinien u. am zweiten Dublett der Hauptserie treten bei höheren Drucken in Absorption u. Emission (in der positiven Säule einer Entladung in Cs) stark unsymm. Verbreiterungen nach längeren Wellen hin auf. Sie werden nach JABLONSKI durch den Potentialverlauf der Wechselwirkungsenergie zwischen angeregten u. unangeregten Cs-Atomen gedeutet. Auf der kurzwelligen Seite der Linien treten (sowohl in Absorption wie in Emission) Banden auf, die den Metalledelgasbanden (vgl. KREFFT u. ROMPE, vorst. Ref.) ähnlich sind u. vielleicht auf dieselbe Weise zustande kommen. (Ztschr. Physik 74. 175—86. 11/2. 1932. Berlin, Osram-Konzern.)

BORIS ROSEN.

**Birger Grundström**, *Die Bandenspektren des Calciumhydrids*. II. (I. vgl. C. 1931. II. 680.) In Ergänzung zu C. 1931. II. 680 werden die 0—1-, 0—2-, 0—3-, 1—2-Banden des  ${}^2\Sigma - {}^2\Sigma$ -Systeme in CaH untersucht, u. die Analyse wird vervollständigt. Die Nullagen des Systems lassen sich durch  $\nu = 22525,0 + (1115,2\nu' - 32,3\nu'^2) - (1297,5\nu'' - 19,2\nu''^2)$  darstellen. Die Banden bestehen aus doppelten P-, R-Zweigen. Die Dublettaufspaltung im oberen Zustand weist mehrere Unregelmäßigkeiten auf. In den Banden, die von  $\nu' = 1$  u. 2 ausgehen, treten bei niedrigen Rotationszahlen zwei Satellitenserien ( $R^*$ ,  $P^*$ ) auf. Zur Deutung dieses Verh. wird die Annahme gemacht, daß im oberen Niveau außer dem Dubletterm  $T_{1,2}$  ein weiterer  $T^*$ -Term vorhanden ist u. daß beide mit dem Dubletterm  $T_{1,2}$  des Grundzustandes kombinieren. Die Konstanten des Systems sind:  $B_0' = 2,50$ ,  $-D_0' \cdot 10^4 = 1,00$ ,  $\omega_0' = 1083,0$ ,  $B_0'' = 4,228$ ,  $-D_0'' \cdot 10^4 = 1,81$ ,  $\omega_0'' = 1260,2$ . Der obere Term wird in Analogie mit ZnH, CdH, HgH als  $4s\sigma$ ,  $4p\sigma^2$ ,  ${}^2\Sigma^+$  bezeichnet, u. die Unregelmäßigkeit der Dublettaufspaltung wird durch die Wechselwrkg. mit einem  $4s\sigma$ ,  $4p\sigma\pi$ ,  ${}^2\Pi$ -Term gedeutet, mit dem der  ${}^2\Sigma^+$ -Term in Beziehung der „reinen Präzession“ steht. Versuchsweise wird dieser Term mit dem Anfangsterm des in C. 1931. II. 680 angegebenen (noch nicht vollständig analysierten) Bandensystem bei 4900 Å identifiziert. Die Konstanten dieses Systems sind:  $r_0 = 2,0 \cdot 10^{-8}\text{ cm}$ ,  $\nu_0 = 20400\text{ cm}^{-1}$ , Dissoziationsenergie  $\sim 15000\text{ cm}^{-1}$ . (Ztschr. Physik 75. 302—12. 6/4. 1932. Stockholm, Phys. Inst. d. Hochschule.)

BORIS ROSEN.

**W. R. Fredrickson und William W. Watson**, *Das Spektrum des Bariumhydrids*. (Vgl. C. 1931. II. 197.) Der Lichtbogen zwischen Ba-Elektroden in  $\text{H}_2$  wird mit großer Dispersion aufgenommen u. das Bandensystem im Gebiet 6925—6380 Å analysiert als  $(0 \rightarrow 0)$ ,  $(1 \rightarrow 1)$  u.  $(2 \rightarrow 2)$ -Banden eines  ${}^2\Pi \rightarrow {}^2\Sigma$ -Übergangs nach Fall a, mit 12 Zweigen in jeder Bande. Die A-Typverdoppelung ist weit im  ${}^2\Pi_{1/2}$ -Term, klein u. von entgegengesetztem Vorzeichen im  ${}^2\Pi_{3/2}$ -Term mit  $p_0 = +0,85$  u.  $q_0 = +0,0067$ . Die Spinverdoppelung ist regelrecht mit  $\gamma_0 = +0,186$ . Die Mol.-Konstanten sind:  $B_0'' = 3,404$ ,  $D_0'' = -9,61 \cdot 10^{-5}$ ,  $B_0' + \frac{1}{2} = 3,4468$ ,  $D_0' + \frac{1}{2} = -1,13 \cdot 10^{-4}$ ;  $B_0' - \frac{1}{2} = 3,5156$ ,  $D_0' - \frac{1}{2} = -1,20 \cdot 10^{-4}\text{ cm}^{-1}$ . Die Berechnung der beiden  ${}^2\Pi$ -Terme ergibt  $A = 462$ , Ba hat  $A = 832$  für die  ${}^3P$ -Terme. Eine starke Störung in einem der  ${}^2\Pi_{3/2}$ -Terme u. die Größe u. die Vorzeichen der  $p_0$ - u.  $q_0$ -Werte deuten auf einen anderen tiefer liegenden BaH-Term hin. (Physical Rev. [2] 39. 179. 1/1. 1932. Syracuse Univ. u. Yale Univ.)

BEUTLER.

**B. Lowather**, *Das Bandenspektrum des Zirkonoxyds*. Chem. reines Zr-Oxyd wird auf den positiven Pol eines Fe- oder Cu-Lichtbogens (nach PFUND) gebracht, der mit 5 bzw. 9 Amp. brennt. Aufnahmen in großem Glasspektrographen mit 8,6 Å/mm bei 5600 u. 35,5 Å/mm Dispersion bei 8700 Å, ferner in einem Konkavgitter (3 m) in 1. u.

2. Ordnung. Der Bereich zwischen 2600 u. 8800 Å wurde photographiert, Banden wurden von 3200—7600 Å gefunden, deren Köpfe gegen Fe-Linien vermessen wurden. Die Aufnahmen von 4300—7700 Å sind in großem Maßstab reproduziert; die Bandenköpfe sind nach Wellenlänge, Intensität, Schwingungszahl u. Zuordnung in Tabellen (270 Köpfe von 3472—7597 Å) aufgeführt, ferner in Kantenschematen geordnet. Alle Banden sind nach langen Wellen zu abschattiert, die R-Zweige bilden die Kanten, außerdem häufig andere, vorläufig mit  $\alpha$  bezeichnete Zweige. Die Banden werden in der Analyse in 3 Tripletsysteme geordnet, die den Grundterm  $^3\Pi$  (mit Termen bei 0; 292,1 u. 605,5  $\text{cm}^{-1}$ ) gemeinsam haben, Schwingungszahl  $\nu'' \sim 933 \text{ cm}^{-1}$ . Das blaue System ( $\alpha$ ) hat oben einen  $^3\Pi$ -Term mit Niveaus bei 21639,8; 21848,1 u. 22148,6  $\text{cm}^{-1}$ ;  $\nu' \sim 817 \text{ cm}^{-1}$ ; das gelbe System ( $\beta$ ) hat oben  $^3\Sigma$  bei ca. 18050  $\text{cm}^{-1}$  u.  $\nu' \sim 842 \text{ cm}^{-1}$ ; das rote System ( $\gamma$ ) oben auch (?)  $^3\Sigma$  bei 16048  $\text{cm}^{-1}$  mit  $\nu' \sim 851 \text{ cm}^{-1}$ . Die genauen Formeln werden für 15 Bandensysteme angegeben. Die Aufnahmen zeigen weitere, noch nicht eingeordnete Banden, deren Analyse in Angriff genommen ist. (Proceed. physical Soc., London 44. 51—66. 1/1. 1932. Cambridge.) BEUTLER.

P. Lueg und K. Hedfeld, *Die Rotationsschwingungsbanden des Wasserdampfes zwischen 0,9 und 6,5  $\mu$* . Die Rotationsschwingungsbanden des W.-Dampfes bei 9050, 9400 u. 11300 Å wurden mit großer Dispersion photographiert u. ausgemessen. Aus den ermittelten konstanten Differenzen der Schwingungszahlen werden die 3 Trägheitsmomente  $A = 3,07 \times 10^{-40}$ ,  $B = 2,13 \times 10^{-40}$  u.  $C = 0,97 \times 10^{-40}$  u. damit alle Größen des Moleküles berechnet. Die Werte sind im allgemeinen in guter Übereinstimmung mit denen früherer Unterss. (Ztschr. Physik 75. 512—20. 20/4. 1932. Bonn, Univ.) DADIEU.

E. K. Plyler, *Die Infrarot-Absorptionsbanden des Wasserdampfes*. (Vgl. C. 1932. I. 2290.) Mit einem Gitterspektrographen werden die  $\text{H}_2\text{O}$ -Banden bei 1,40 u. 1,90  $\mu$  mit 3 bzw. 3,5 Å effektiver Spaltbreite aufgenommen. Als Absorptionsgefäß dient ein Rohr von 6 m Länge mit 20—15 mm  $\text{H}_2\text{O}$ -Druck. Diagramme der Galvanometerausschläge für die Feinstrukturen der Banden sind wiedergegeben, in Tabellen werden Wellenlängen, Wellenzahlen u. Intensitäten für 45 Linien der 1,40  $\mu$ - u. 68 Linien der 1,90  $\mu$ -Bande aufgeführt. — Zur Deutung dieser u. der früheren Befunde wird ein Winkel von 115° im  $\text{H}_2\text{O}$ -Molekül zwischen den beiden H—O-Richtungen angenommen. Die Berechnungen der Intensitäten u. Wellenlängen stimmen am besten unter Annahme folgender Schwingungen des  $\text{H}_2\text{O}$ -Moleküls:

$$\begin{array}{l|l|l} \nu_1 = 3742 \text{ cm}^{-1} & \nu_1 + \nu_2 = 5343 \text{ cm}^{-1} & 2 \nu_1 = 7224 \text{ cm}^{-1} \\ \nu_2 = 1597 \text{ „} & \nu_1 + \nu_3 = 8848 \text{ „} & 2 \nu_2 = 3156 \text{ „} \\ \nu_3 = 5309 \text{ „} & \nu_2 + \nu_3 = 6896 \text{ „} & \nu_1 + \nu_2 + \nu_3 = 10638 \text{ „} \end{array}$$

Die berechneten Werte weichen von diesen Beobachtungen bis auf die  $(\nu_1 + \nu_2)$ -Schwingung (9095  $\text{cm}^{-1}$ ) nicht wesentlich ab. (Physical Rev. [2] 39. 77—82. 1/1. 1932. Univ. of North Carolina.) BEUTLER.

Marja Kaczynska, *Über die selektive Anregung der OH-Bande beim Luftnacheuchten und über das Nacheuchten des Kohlendioxyds*. Deckt sich inhaltlich mit der C. 1931. I. 2722 referierten Arbeit. (Sprawozdania i Prace Polskiego Towarzystwa Ficyznego 5. 261—66. 1931. Warschau, Inst. f. Experimentalphys. d. Univ.) BORIS ROS.

W. C. Holmes und A. R. Peterson, *Durchlässigkeitspektren von Farbstoffen im festen Zustand*. Die Durchlässigkeitspektren einer Reihe von Azo-, Triphenylmethan- u. Xanthonfarbstoffen, die als dünne Filme in den Strahlengang eines Spektrophotometers gebracht werden, werden bestimmt. Die Absorptionsbanden der festen Farbstoffe sind bedeutend breiter als die der gel.; die Maxima sind niedriger, der Abfall der Maxima flacher als in Lsg. Dies zeigt an, daß beim Übergang von der Lsg. zum festen Aggregatzustand die Aggregation wächst (vgl. PIHLBLAD, Ztschr. physikal. Chem. 81 [1912]. 417). Bei Brillantgrün läßt sich im festen Zustand die fortschreitende molekulare Aggregation beobachten; das Absorptionsmaximum wird im Verlauf einiger Stdn. breiter. — Durch das Lösen des Farbstoffes in W. oder A. wird stets an sich ein hypsochromer Effekt bewirkt. Daß prakt. häufig das Umgekehrte der Fall ist, erklärt sich daraus, daß die Farbe mancher Farbstoffe durch die Farbe zweier isomerer Formen des Farbstoffes bedingt ist; durch das Lösen wird das Gleichgewicht zwischen den isomeren Formen verschoben, wodurch eine Farbänderung bewirkt werden kann, die der durch den reinen Effekt des Lösens bedingten entgegenwirkt. — Tautomerie scheint bei den untersuchten Farbstoffklassen sehr häufig zu bestehen. Bei allen Bis-azo-farbstoffen aus Dianisidin besteht ein besonderer Tautomerietyp, der für diese Farbstoffe charakterist. zu sein scheint. Tautomerie zeigt sich weiter bei allen

eosinähnlichen Farbstoffen, die nur Halogensubstituenten enthalten. Es wird angenommen, daß es sich um eine chinoide u. um eine halbchinoide Form handelt. Die Farbstoffe der Triphenylmethan-, Xanthon- u. Chinonimidreihe mit  $\text{NH}_2$ -Gruppen existieren sämtlich mit Ausnahme der Violamine in zwei tautomeren Formen. Vff. nehmen an, daß es sich um eine Tautomerie von Moll. mit drei- u. „fünf“-fach gebundenem Stickstoff handelt; einzig bei den Violaminen ist eine fünffache Bindung des N nicht möglich. (Journ. physical Chem. **36**. 1248—54. April 1932. Washington D. C., U. S. Dept. of Agricult., Color and Farm Waste Division.) LORENZ.

**Ramart-Lucas und J. Hoch**, *Struktur der organischen Moleküle und Absorption im Ultraviolett*. Die C. 1932. I. 1990 u. früher referierten Arbeiten werden zusammengefaßt u. etwas erweitert. Aus den Absorptionsverhältnissen bei cis-trans-Isomeren (C. 1930. I. 363. II. 561) u. bei aliph. Terpenalkoholen, welch letztere im Original ausführlich diskutiert werden, kann man schließen, daß die Absorptionsverhältnisse organ. Verb. nicht nur durch Art u. Anzahl der Chromophore u. deren gegenseitige Stellung, sondern auch durch die Gestalt des Moleküls beeinflusst werden, u. zwar in dem Sinne, daß die aus Ringschlußrkk. erkennbare Einrollung des Moleküls sich in einer größeren Annäherung u. stärkeren Beeinflussung der Chromophore geltend macht. Die bei Verb.  $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot [\text{CH}_2]_n\text{R}$ , worin  $\text{R} = \text{CO}_2\text{H}$ ,  $\text{CO}_2 \cdot \text{C}_2\text{H}_5$ ,  $\text{CN}$ ,  $\text{CO} \cdot \text{NH}_2$ ,  $\text{CH}(\text{CO}_2\text{H})_2$  u.  $\text{C}_6\text{H}_5$ , gemachten Beobachtungen zeigen, daß die Chromophore  $\text{C}_6\text{H}_5$  u. R sich stark beeinflussen, wenn sie am selben C-Atom sitzen ( $n = 1$ ); der Einfluß nimmt ab u. wird unmeßbar, wenn  $n = 3$ ; das Absorptionsspektrum der Verb. mit  $n = 3$  ist prakt. ident. mit dem einer äquimolekularen Mischung aus den Verb.  $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_3$  u.  $\text{CH}_3 \cdot \text{R}$ . Wird  $n = 5$ , so tritt die gegenseitige Beeinflussung wieder auf, um sich bei weiterer Verlängerung der Kette wiederum abzuschwächen. Ist die Kette genügend lang (bei den Säuren  $n = 6$ , bei den KW-stoffen  $n = 4$ ), so nimmt das Absorptionsspektrum in A. denselben Charakter an, wie das der oben genannten Mischung in Hexan. Man kann daraus schließen, daß die sich weiter einrollende Kette das Lösungsm. an der Einw. auf die Chromophore verhindert. — Bei allen spektrograph. Unters. muß der allergrößte Wert auf die Reinheit der Substanzen gelegt werden; in manchen Fällen muß man die Präparate auf verschiedenen Wegen aus verschiedenen Ausgangsmaterialien darstellen, um zu verhindern, daß immer die gleiche Verunreinigung eingeschleppt wird (vgl. C. 1931. I. 1414). — Allgemeine Angaben über die Darst. der Säuren vgl. Original.  $\beta$ -Phenylpropionsäure, F. 48°. Wird nur über das Nitril opt. rein erhalten; die durch Hydrierung oder durch Malonestersynthese dargestellten Präparate enthalten stets Zimtsäure. Äthylester, Kp.<sub>22</sub> 133°. Amid, F. 104°. Nitril, Kp.<sub>13</sub> 127°.  $\gamma$ -Phenylbuttersäure, F. 52°, Kp.<sub>14</sub> 170°. Äthylester, Kp.<sub>15</sub> 139°. Amid, F. 85°. Nitril, Kp.<sub>14</sub> 138°.  $\delta$ -Phenyl-n-valeriansäure, F. 59°, Kp.<sub>14</sub> 182°. Äthylester, Kp.<sub>14</sub> 152°. Amid, F. 110°. Nitril, Kp.<sub>13</sub> 152°.  $\epsilon$ -Phenyl-n-capronsäure, F. 27°, Kp.<sub>17</sub> 195°. Äthylester, Kp.<sub>18</sub> 168°. Amid, F. 94°. Nitril, Kp.<sub>12</sub> 160°.  $\zeta$ -Phenylönanthensäure, Kp.<sub>25</sub> 212°. Amid, F. 88°.  $\theta$ -Phenylnonylsäure, F. 38°, Kp.<sub>1</sub> 172°. Phenylsessigsäureamid, F. 159°. —  $\delta$ -Phenylbutyläthyläther,  $\text{C}_{12}\text{H}_{18}\text{O}$ , aus Phenylpropylbromid u. Chlormethyläthyläther, Kp.<sub>16</sub> 122°. — Benzylmalonsäure, F. 118°. Diäthylester, Kp.<sub>11</sub> 167°.  $\beta$ -Phenäthylmalonsäure, F. 132°. Diäthylester, Kp.<sub>11</sub> 180°.  $\gamma$ -Phenylpropylmalonsäure, F. 89°. Diäthylester, Kp.<sub>10</sub> 191°.  $\delta$ -Phenylbutylmalonsäure, F. 110°. Diäthylester, Kp.<sub>16</sub> 205°.  $\epsilon$ -Phenylamylmalonsäure,  $\text{C}_{14}\text{H}_{18}\text{O}_4$ , Krystalle aus Ä.-PAe., F. 108°. Diäthylester, Kp.<sub>20</sub> 221°.  $\zeta$ -Phenylheptylmalonsäure,  $\text{C}_{16}\text{H}_{22}\text{O}_4$ , Krystalle, F. 104°. Diäthylester, Kp.<sub>18</sub> 239°. Di- $\beta$ -phenäthylmalonsäure, F. 177°. Diäthylester, Kp.<sub>10</sub> 248—250°. Di- $\gamma$ -phenylpropylmalonsäure, F. 165°. Diäthylester, F. 59°. Die Säure gibt beim Erhitzen Di- $\gamma$ -phenylpropylsessigsäure,  $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_2$ , F. 81° (aus Lg.), Kp.<sub>15</sub> 270—273°. — Über Darst. der KW-stoffe  $\text{C}_6\text{H}_5 \cdot [\text{CH}_2]_n \cdot \text{C}_6\text{H}_5$  vgl. Original. — Die Absorptionsspektren (in A. u. Hexan) wurden bei den Carbonsäuren ( $\text{R} = \text{CO}_2\text{H}$ ) von den Gliedern  $n = 1—6$  u. 8, bei den Äthylestern ( $\text{R} = \text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5$ ) u. Nitrilen ( $\text{R} = \text{CN}$ ) von  $n = 1—5$ , bei den Amidn ( $\text{R} = \text{CONH}_2$ ) von  $n = 1—6$ , bei den Malonsäuren [ $\text{R} = \text{CH}(\text{CO}_2\text{H})_2$ ] von  $n = 1—5$  u. 7, bei den KW-stoffen ( $\text{R} = \text{C}_6\text{H}_5$ ) von  $n = 1, 2, 4$  u. 6 gemessen. (Ann. Chim. [10] 17. 207—53. März 1932. Paris, Sorbonne.) OSTERTAG.

**A. Bláha und F. Schacherl**, *Eine vorläufige Mitteilung über den Einfluß des Schwefeldioxyds auf das Leuchten des Phosphors*. Nach den Befunden von I. TAUSZ u. H. GÖRLACHER (C. 1930. II. 705) zeigt der Kurvenverlauf, welcher den Einfluß des  $\text{SO}_2$  auf den oberen Leuchtendruck veranschaulicht, ein Minimum. Demnach müßte  $\text{SO}_2$  bei geringen Konz. als Gift, bei hohen als positiver Katalysator wirken. Vff. stellten fest, daß P in reinem  $\text{SO}_2$  nicht leuchtet, die Kurve zeigt weder ein Maximum

noch ein Minimum. (Collect. Trav. chim. Tchecoslovaquie 4. 69—71. Febr. 1932. Brünn, Masaryk Univ., Inst. f. anorg. Chemie.)

L. WOLF.

**Marcel Boll**, *Chemische Kinetik in Gefäßen, die mit einer starken Schicht Quecksilber umgeben sind*. Eine besondere elektrometr. Methode gestattet es dem Vf., die Leitfähigkeit mit großer Genauigkeit zu messen u. dadurch die photochem. Kinetik  $\frac{1}{10000}$ -mol. Lsgg. von  $\text{PtCl}_4(\text{OH})_2\text{H}_2$  zu bestimmen. Hierdurch gelingt die Best. von Massen in der Größenordnung von  $10^{-10}$  g. Die Halbwertszeit der bimolekularen Rk. beträgt bei vollkommener Dunkelheit bei  $12,5^\circ$  26 Tage, entsprechend einer Geschwindigkeitskonstante  $K = 0,0130$  C. G. S. Bei Einschluß des Rk.-Gefäßes (2 cm Durchmesser) in ein Schutzgefäß von 20 cm innerem Durchmesser, das mit Hg gefüllt wurde, ergab sich unter sonst gleichen Bedingungen  $K' = 0,002$  C. G. S. Pb anstatt Hg ergab keine übereinstimmende Zahlen, wahrscheinlich infolge von Radioaktivität. Die Geschwindigkeit der Zuckerinvasion wurde durch Abschirmung mit Hg nicht beeinflusst. Vf. führt sein Ergebnis auf die kosm. Höhenstrahlung zurück. (Compt. rend. Acad. Sciences 194. 1242—43. 11/4. 1932.)

KRUMMACHER.

**F. H. Constable** und **A. F. H. Ward**, *Katalyse und Photoleiter*. Es wird der Einfluß von Zusätzen verschiedener Fremdmetalle (Ag, Pb, Cu, Hg, Zn, Bi, Tl, Fe) auf die Lichtempfindlichkeit von Se-Filmen untersucht. Angegeben wird der Dunkelwiderstand u. das Lichtverhältnis (light ratio), d. h. das Verhältnis von Lichtstrom zu Dunkelstrom, bei verschiedenen Konz. der Beimischungen u. bei verschiedenen Temperungstemp. Die zugefügten Fremdstoffe lassen sich nach ihrer Wrkg. klassifizieren: 1. Solche, die Dunkelwiderstand u. Lichtverhältnis herabsetzen (Fe). 2. Indifferente Stoffe (Zn, Pb). 3. Stoffe, die Dunkelwiderstand u. Lichtverhältnis erhöhen (Tl, Bi, Cu). Bei 5—20% Tl ist der Effekt so stark, daß sich die Zellen wie Isolatoren verhalten. Ähnliche Ergebnisse wurden mit Hg- u. Ag-Zusätzen erhalten. Einen wesentlichen Einfluß hatten auch die Temperungstemp., u. zwar in dem Sinne, daß niedrigere Temp. Dunkelwiderstand u. Lichtverhältnis erhöhten. Da sich aber auch bei reinem Se je nach der Temperungstemp. erhebliche Differenzen für diese Werte ergaben u. die Zusätze nur eine starke Verzerrung der Kurven (Temperungstemp., aufgetragen gegen Dunkelwiderstand bzw. Lichtverhältnis) hervorrufen, schließen Vf., daß die Fremdstoffe wenig Einfluß auf die Beförderung oder Verminderung der Elektronenemission u. die Rekombination von Elektronen, die durch auffallendes Licht ausgelöst werden, haben, sondern daß sie vielmehr nur die chem. Konst. der kristallinen lichtempfindlichen Masse weitgehend beeinflussen. (Trans. Faraday Soc. 28. 497—508. Mai 1932. Letchworth, Radiovisor Research Lab.)

KRUMMACHER.

**Herbert E. Ives** und **H. B. Briggs**, *Die Tiefe des Ursprungs von Photoelektronen*. Verss. über die lichtelektr. Emission von Ag mit dünnen Alkalisichten ergeben, daß der größte Teil der Photoelektronen in der Alkalisicht entsteht. Nur bei den dünnsten Schichten dürfte auch das Ag emittieren. (Physical Rev. [2] 40. 121. 1/4. 1932. Bell Telephone Lab.)

LORENZ.

**Herbert Fröhlich**, *Lichtabsorption und selektiver Photoeffekt*. Auf Grund der Theorie des selektiven Photoeffektes (C. 1931. I. 227) ist zu erwarten, daß extrem dünne Alkalimetallschichten kein selektives Ausbeutemaximum zeigen, wenn man auf die Zahl der absorbierten (nicht auf die der eintretenden) Lichtquanten bezieht. Die Ausbeute muß allmählich ansteigen u. bei der Frequenz  $\nu = \nu_a$  ( $h\nu_a =$  mittleres Gitterpotential) das Quantenäquivalent erreichen — d. h. die Absorption verläuft ähnlich selektiv wie die Photoemission. Wenn man die molekulare Rauigkeit der Oberfläche vernachlässigt, dürfen solche Schichten nur Licht mit elektr. Vektor senkrecht zur Metalloberfläche absorbieren. — Diese theoret. Ergebnisse werden mit experimentellen Resultaten von FLEISCHMANN u. FLEISCHER verglichen. Im wesentlichen Bestätigung. (Ztschr. Physik 75. 539—43. 20/4. 1932. Freiburg i. Br., Physikal. Inst. d. Univ.)

SKALIKS.

**Carl Kenty**, *Photoelektrische Ausbeuten im äußersten Ultraviolett*. An Ne u. A ausgeführte Messungen zeigen, daß die Ausbeuten im äußersten Ultraviolett beträchtlich größer sind als im näheren. Die mit einem Quarzfilter isolierten Spektralgebiete sind  $744 \text{ \AA} - 575 \text{ \AA}$  für Ne u.  $1050 \text{ \AA} - 790 \text{ \AA}$  für Ar. Die photoelektr. Ströme von Fe, Ni, Konstantan u. Graphit waren alle von derselben Größenordnung. Bei Fe, Ni u. Konstantan gab eine nicht entgaste Oberfläche den doppelten u. dreifachen Strom einer gut entgasten. Die Ausbeuten mit solchen Oberflächen betragen 5 bzw. 2% für Ne bzw. Ar. Mit Hg-Entladungen erhaltene photoelektr. Ströme waren sehr klein u. entsprachen den Ausbeutewerten für den n. photoelektr. Effekt im Wellenlängengebiet

um 2500 Å. Vorläufige Verss. mit He ergaben Ausbeuten, die mit den bei Ne erhaltenen vergleichbar waren. Der Vf. erwähnt, daß hierbei aus experimentellen Gründen nicht so klar wie bei den früheren Verss. war, daß die Wrkg. der metastabilen Atome unbedeutend war. (Physical Rev. [2] 38. 2079—80. 1/12. 1931. Hoboken, N. J., Gen. Electr. Vapor Lamp Co., Res. Lab.)  
SCHNURMANN.

**N. Kalabuchow** und **B. Fischelew**, *Über die spektrale Verteilung des Depolarisationsstromes bei der lichtelektrischen Leitung des röntgenisierten Steinsalzes*. Frühere Verss. von TARTAKOWSKY (C. 1931. I. 1573) u. von KALABUCHOW (nicht veröffentlicht) haben ergeben, daß die Elektronen, welche durch das Licht von den neutralen Na-Atomen abgespalten sind u. den lichtelektr. Strom bedingen, an der Polarisationsbildg. teilhaben. Die Elektronen können sich entweder an die Na<sup>+</sup>-Ionen binden, oder an die Cl-Atome, oder sie bleiben frei irgendwo innerhalb des Gitters. Zur Entscheidung zwischen den drei Möglichkeiten wird die Spektralverteilung des Depolarisationsstromes untersucht. Versuchsanordnung u. Meßverf. s. Original. Auf der Kurve der spektralen Verteilung des Depolarisationsstromes wurden zwei Maxima bei  $\lambda = 455$  u. 470 m $\mu$  gefunden. Das erste Maximum befindet sich an derselben Stelle wie im Falle des direkten lichtelektr. Stromes: Das Licht reißt die Elektronen von den Na-Atomen ab, u. diese werden von dem Gegenfeld, das sich durch die Polarisation bildet, mitgerissen. Das zweite Maximum wird durch das Abreißen der Elektronen verursacht, welche eine negative Raumladung bei der Polarisation bilden. — Es wurden Messungen bei der Temp. der fl. Luft ausgeführt, die eine Verschiebung der Maxima ergaben (nicht ganz sicher). Die hieraus berechnete Abspaltungsenergie der Elektronen entspricht weder dem Ionisierungspotential des Na noch dem des Cl. (Ztschr. Physik 75. 282 bis 286. 31/3. 1932. Tomsk, Sibir. Physikal.-Techn. Inst.)  
SKALIKS.

**Ernst Rexer**, *Lichtelektrische Koagulation von Natrium in Steinsalz*. Läßt man auf „additiv“ (durch Eindiffundieren von Na-Dampf) gelb gefärbtes Steinsalz das blaue Licht der Absorptionsbande einwirken, so findet „Erregung“ statt: Die Absorptionskurve ändert sich. Nach POHL ist dies eine Folge innerer lichtelektr. Effekte. Die „Erregung“ ist bei relativ schwacher Blaubestrahlung reversibel, geeignete Rotbestrahlung stellt die ursprüngliche Spektralverteilung wieder her. Stärkere Blauintensität liefert nach Beseitigung der Erregung durch Rotbestrahlung eine dauernde Erniedrigung der Absorptionsbande. Aus Bestrahlungsverss. mit Einschaltung von Dunkelpausen geht hervor, daß der „erregte“ Zustand nicht stabil, sondern in bekannter Weise in den „unerregten“ überzugehen bestrebt ist. — Die Gesamtheit der Befunde läßt sich am einfachsten so deuten, daß durch die Blaubestrahlung die Anzahl der Na-Atome zugunsten irgendwelcher größerer Na-Komplexe im Kristall abnimmt. (Physikal. Ztschr. 33. 202—04. 1/3. 1932. Halle a. S., Inst. f. theoret. Physik.)  
SKAL.

**James J. Brady**, *Photoelektrische Eigenschaften dünner Filme von Rubidium und Caesium auf Silber*. Mit Hilfe eines Molekularstrahls wurde eine bestimmte Anzahl von Alkalimetallatomen auf einer mit fl. Luft gekühlten Ag-Oberfläche niedergeschlagen. Die Methode wurde früher beschrieben, vgl. C. 1931. I. 3541. Die spektrale Empfindlichkeit wurde für verschiedene Schichtdicken bestimmt. Für Rb wurde ein maximaler Schwellenwert von etwa 6200 Å bei einer Filmdicke von 1,5 Mol.-Lagen ( $7,3 \cdot 10^{14}$  Atome pro qcm) gefunden. Maximale Emission bei 5,0 Mol.-Lagen. Die photoelektr. Eigg. änderten sich nicht, wenn die Filmdicke über 12 Mol.-Lagen hinauswuchs. Schwellenwert für den dicken Film annähernd 5900 Å. — Maximaler Schwellenwert für Cs ~ 6600 Å bei 1,5 Mol.-Lagen. Maximale Emission bei 5,4 Molekülschichten. Für Filmdicken über 10 Mol.-Schichten änderten sich die photoelektr. Eigg. nicht mehr. Schwellenwert für den dicken Film ~ 6300 Å. (Physical Rev. [2] 39. 546. 1/2. 1932. Univ. of California.)  
SKALIKS.

**Arthur L. Hughes** und **Lee A. Dubridge**, *Photoelectric phenomena*. New York: Mc Graw-Hill 1932. (531 S.) 8°. § 5.—

#### A., Elektrochemie. Thermochemie.

**Otto Halpern**, *Die „innere Kraft“ von Lorentz und die statistische Berechnung der Dielektrizitätskonstanten und der magnetischen Permeabilität*. Vf. zeigt, daß die Ableitung der CLAUSIUS-MOSOTTischen Gleichung nicht mit den Prinzipien der Statistik übereinstimmt. Die CLAUSIUS-MOSOTTische Gleichung u. ähnliche Beziehungen werden daher nicht allgemein gültig sein. (Physical Rev. [2] 40. 134. 1/4. 1932. New York, Univ.)  
LORENZ.

C. P. Smyth und W. S. Walls, *Dipolmoment und Molekülstruktur*. 7. Mitt. *Der Valenzwinkel des Kohlenstoffs*. (6. Mitt. vgl. C. 1932. I. 1198.) Wenn man für die Abstände der Halogene in den Methylenhalogeniden die gaskinet. Durchmesser u. für den C-Cl-Abstand den Wert von PAULING (C. 1928. II. 318) einsetzt, muß für CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>, CH<sub>2</sub>Br<sub>2</sub> u. CH<sub>2</sub>J<sub>2</sub> bzw. der Winkel zwischen den C-Halogenvalenzen auf 124, 120 u. 135° gespreizt werden. Mit diesen Winkeln lassen sich die Dipolmomente überraschend richtig berechnen. Doch wird dabei die Induktionswrkg. der Bindungsmomente aufeinander außer acht gelassen, so daß die Winkel zu groß sind, obwohl BEWILOGUA (C. 1931. I. 2970) für CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> den Winkel 124° berechnet. Um die Induktionswrkg. der beiden Substituenten in Methylenverb. zu verhindern, schalten Vff. zwischen das zentrale C u. einen Substituenten einen Bzl.-Kern ein, untersuchen also Verb. des

Typs Y——CH<sub>2</sub>X. Es werden folgende Dipolmomente in der üblichen Weise bei 50° (25°) gemessen: *p*-Brombenzylchlorid in Heptan 1,72 (1,71), *p*-Chlorbenzylbromid in Heptan 1,74 (1,72), Benzylbromid in Bzl. 1,85 (1,85), in Heptan 1,87 (1,87), Benzylcyanid in Bzl. 3,48 (3,47), in Heptan 3,56 (3,55), *p*-Nitrobenzylbromid in Bzl. 3,58 (3,55), *p*-Nitrobenzylchlorid in Bzl. 3,60 (3,58), *p*-Nitrobenzylcyanid 3,95 (3,84) bzw. in einer zweiten Meßreihe 4,03 (3,91). Für die Auswertung wird angenommen, daß die Nitrilgruppe ein regulärer Substituent ist, da für *p*-Brom- u. *m*-Nitrobenzonnitril der so berechnete Wert mit dem gefundenen gut übereinstimmt. — Die Abweichung im Fall des *p*-Nitrobenzonnitrils wird auf die Vernachlässigung der Atompolarisation zurückgeführt —, was zu der linearen Gestalt des HCN nach PAULING (C. 1931. II. 185) gut paßt. Ferner wird vorausgesetzt, daß die Zwischenschaltung des Rings die Wechselwrkg. der polaren Substituenten im wesentlichen unterbindet u. daß das Moment des CH<sub>2</sub>X auf der C—X-Bindung liegt, was auf eine Vernachlässigung der Wrkg. der C—H-Bindungen u. der Verknüpfung der CH<sub>2</sub>Cl-Gruppe mit dem Kern herauskommt. Es berechnen sich folgende Winkel zwischen dem C—X- u. dem Y-Moment: *p*-Brombenzylchlorid 119°, *p*-Chlorbenzylbromid 119,5°, *p*-Nitrobenzylchlorid 113,5°, *p*-Nitrobenzylbromid 114°, *p*-Nitrobenzylcyanid 114°. Vff. halten eine Abweichung vom Tetraederwinkel nicht für reell u. betonen die Übereinstimmung mit den Schätzungen von PAULING (aus Kristallstrukturdaten) u. WIERL (Elektronenbeugung). — Es wird hervorgehoben, daß Benzyleyanid ein etwas höheres Moment in Heptan als in Bzl. zeigt u. daß das Moment des *p*-Nitrobenzyleyanids mit der Temp. steigt. Da dieser Effekt nicht auf strukturelle Ursachen zurückführbar ist, nehmen Vff. an, daß er durch die Wechselwrkg. der großen Dipole in verschiedenen Moll. bedingt ist u. mit der steigenden Temp. weniger merkbar wird. Für diese Auffassung spricht die starke Konz.-Abhängigkeit der Gesamtpolarisation des *p*-Nitrobenzyleyanids auch in den verwendeten sehr verd. Lsgg. (Journ. Amer. chem. Soc. 54. 1854—62. Mai 1932. Princeton, New-Jersey, Frick Chemical Labor. of the Univ.) BERGMANN.

H. Ulich, E. Hertel und W. Nespital, *Dipolmomente und Konstitution von Molekülverbindungen des Titan- und Zinntetrachlorids in Benzollösungen*. V. Mitteilung von Untersuchungen an anorganischen Halogeniden und deren Molekülverbindungen. (IV. vgl. C. 1932. I. 2687.) Die den früher untersuchten Molekülverb. des AlCl<sub>3</sub>, AlBr<sub>3</sub>, BCl<sub>3</sub>, BeBr<sub>2</sub>, BeCl<sub>2</sub> (Koordinationszahl KZ. = 4) entsprechenden Verb. des Zinns besitzen überraschend geringe Stabilität. Über TiCl<sub>4</sub>-Verb. ist nur wenig bekannt, es existieren nach den bisherigen Angaben Verb. des Typs TiCl<sub>4</sub>·X u. TiCl<sub>4</sub>·2 X, während von SnCl<sub>4</sub> nur letzterer Typ kristallisiert erhalten worden ist — bis auf die Verb. mit 1 Mol. Nitroverb., von denen REIHLEN u. HAKE (C. 1927. I. 1808) annehmen, daß die Nitrogruppe 2 Koordinationsstellen besetzt. Wie HIEBER (C. 1924. II. 1791) gefunden hat, daß Verb. wie SnCl<sub>4</sub>·2 C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COOC<sub>2</sub>H<sub>5</sub> in Lsg. eines der angelagerten Moll. abspalten, stellen Vff. fest, daß alle Stoffe SnCl<sub>4</sub>·2 X u. TiCl<sub>4</sub>·2 X in Bzl. partiell in 2 oder gar 3 Moleküle zerfallen, so daß hier die Stoffe mit der KZ. 5 stabiler erscheinen als mit der KZ. 6. Da die untersuchten Verb. auch Dipolassoziaton erleiden, konnten Vff. nur in wenigen Fällen die Momente der Komplexverb. genau bestimmen. — Die mittlere Molekularpolarisation  $\bar{P}$  von Lsgg., die in dem dipolfreien Lösungsm. (1) eine beliebige Zahl Molekülarnten (2, 3, 4) in geringer Konz. enthalten, läßt sich so darstellen:  $\bar{P} = [(\epsilon - 1)/(\epsilon + 2)] \cdot \bar{V} = x_1 P_1 + \sum x_i P_i$ , wo  $\epsilon$  die DE. der Lsg., die  $x_i$  die Molenbrüche, die  $P$  die Molpolarisationen darstellen u.  $\bar{V}$ , das mittlere Molvolumen der Lsg. gegeben ist durch  $\bar{V} = 1/d (x_1 M_1 + \sum x_i M_i)$ , wobei  $d$  die Dichte der Lsg.  $M_i$  die Mol.-Geww. bedeuten. Es wird abgeleitet (bzgl. der mathemat. Ausführungen vgl. das Original), daß man  $\bar{V}$  für den betrachteten Fall, daß  $n_0$  Moll. eines reinen Stoffs

in  $n_1$  Moll. Lösungsm. aufgelöst werden u. nun sekundäre Veränderungen erleiden können, darstellen kann durch  $\bar{V} = v_1 + x_0 \cdot (V_0 - \sum n_i/n_0 \cdot V_i)$ , wo  $V_1$  das konstante Mol.-Vol. des Lösungsm.,  $x_0$  der „theoretische“ Molenbruch des untersuchten Stoffes ist u.  $V_0$  sein theoret. Mol.-Vol. aus der Gleichung:

$$V_0 = 1/x_0 \{ [M_1 + x_0(M_0 - M_1)]/d - V_1 \} + V_1$$

folgt, also mit einer einzigen Dichtemessung bestimmt werden kann. Der Quotient  $\sum n_i/n_0$  (die mittlere Zahl der Moll., die aus einem Mol. des aufgelösten Stoffes entstehen) ist  $M_0/\bar{M}$  ( $M_0$  theoret.,  $\bar{M}$  mittleres Mol.-Gew. des gel. Stoffes). Da in der zweiten Gleichung für  $\bar{V}$  der Klammerausdruck nicht sehr genau bekannt zu sein braucht, wurde für obigen Quotienten stets der Wert gewählt, der für den Konz.-Bereich um  $x_0 = 0,001$  zutrifft. Die  $P$  sind demnach bei größerer Konz. etwas zu klein, maximal um  $0,0025 \times P$ . Für die Polarisation des gel. Stoffes pro Mol Einwaage  $P_0$  ergibt sich  $P_0 = (P - P_1)/x_0 + \sum n_i/n_0 \cdot P_1$ . Dabei hängt  $P_0$  mit den Molarisationen der in der Lsg. entstehenden Molekulararten so zusammen:  $P_0 \equiv \sum x_i P_i/x_0 \cong \sum n_i/n_0 \cdot P_i$ . Untersucht wurde:  $TiCl_4 \cdot$  Propionitril, in Bzl. aus den Komponenten, F. 106°,  $\sum n_i/n_0 = 0,9$ ;  $TiCl_4 \cdot 2$  Propionitril, aus Bzl. F. 112° (HENKE, LIEBIGS Ann. 106 [1858]. 280),  $\sum n_i/n_0 = 1,8$ ;  $TiCl_4 \cdot$  Benzonitril, F. 178°,  $\sum n_i/n_0 = 0,8$ ;  $TiCl_4 \cdot$  Nitrobenzol (REIHLER u. HAKE, l. c.)  $\sum n_i/n_0 = 2,0$ ;  $SnCl_4 \cdot 2$  Propionitril (HENKE, l. c.), F. 92° (Sublimation),  $\sum n_i/n_0 = 2,0$ ;  $SnCl_4 \cdot 2$  Benzonitril (l. c.), F. 114°,  $\sum n_i/n_0 = 2,6$ ;  $SnCl_4 \cdot 2$  Aceton (ARON, Diss. Berlin 1903),  $\sum n_i/n_0 = 1,3$ ;  $SnCl_4 \cdot 2$  Acetophenon (PFEIFFER, LIEBIGS Ann. 376 [1910]. 285), F. 138°,  $\sum n_i/n_0 = 1,7$ ;  $SnCl_4 \cdot 2$  Benzaldehyd (PFEIFFER, l. c.)  $\sum n_i/n_0 = 1$ ;  $SnCl_4 \cdot 2$  Diäthyläther (ARON, l. c.), aus Bzl. F. 98°,  $\sum n_i/n_0 = 1,8$ . — Völliger Zerfall in 2 bzw. 3 Moll. dürfte bei der Nitrobenzolverb. des  $TiCl_4$  u. den Verb. des  $SnCl_4$  mit 2 Moll. Benzonitril bzw. Propionitril vorliegen. Partiiell zerfallen  $SnCl_4 \cdot 2$  Diäthyläther,  $SnCl_4 \cdot 2$  Acetophenon u.  $SnCl_4 \cdot 2$  Aceton, während Assoziation ( $M_0/\bar{M} < 1$ ) nur bei  $TiCl_4 \cdot$  Propionitril,  $TiCl_4 \cdot$  Benzonitril u. (in hohen Konz.) bei  $SnCl_4 \cdot 2$  Aceton gefunden wurde. Ob wirklich Moll.  $A B$  mit der KZ. 5 vorliegen, ist zunächst noch fraglich, da allein durch die Gleichgewichte  $A B_2 \rightleftharpoons A + 2 B$  u.  $2 A B_2 \rightleftharpoons (A B_2)_2$  die gemachten Mol.-Gew.-Bestst. gedeutet werden können u. die KZ. 5 für Verb. mit ungleichen Liganden zwar nicht ausgeschlossen ist, aber doch im allgemeinen wenig vorkommt. Schlüsse bzgl. der Existenz von Fünferkomplexen kann man aus dem Konz.-Verlauf der Mol.-Gew.-Kurven ziehen. In der Tat ergibt die Diskussion der Zahlen im System  $TiCl_4$ -Benzonitril,  $TiCl_4$ -Propionitril,  $SnCl_4$ -Diäthyläther u.  $SnCl_4$ -Benzonitril, daß Fünferkomplexe stabiler sind als die entsprechenden Verb. mit der KZ. 6. Für die Bevorzugung der KZ. 6 im kristallisierten Zustand dürften geometr. Gründe vorliegen. Sechserkomplexe kommen mit Sicherheit überall da vor, wo die gefundenen Mol.-Geww. höher sind als die theoret. ( $SnCl_4 \cdot 2$  Aceton, 2 Acetophenon, 2 Propionitril). — Die  $P_0$ -Kurve der Verb.  $TiCl_4 \cdot 1$  Propionitril verhält sich wie eine solche der  $AlCl_3$ -Verb.; der Grenzwert für unendliche Verd. (840) entspricht dem genannten Mol., die Verb. mit 2 Moll. Propionitril strebt einem Grenzwert zu, der dem völligen Zerfall in  $TiCl_4 \cdot C_2H_5CN + C_2H_5CN$  entspricht (ber.  $840 + 250 = 1090$ ). Der Anstieg bei höheren Konz. spricht für die Bldg. von Sechserkomplexen.  $TiCl_4 \cdot 1$  Benzonitril verhält sich der Verb. mit 1  $C_2H_5CN$  analog (Grenzwert 880); auch hier dürften Sechserkomplexe mit wesentlich größerer Mol.-Polarisation auftreten.  $TiCl_4 \cdot$  Nitrobenzol ist völlig zerfallen;  $P_0$  (437) ist gleich der Summe der Werte von  $TiCl_4$ , für das Vff. 45 fanden, u. Nitrobenzol (382). Auch  $SnCl_4 \cdot 2$  Propionitril zerfällt in großer Verd. völlig (die  $P$ -Kurve verläuft gegen  $560 = 60 + 2 \cdot 250$ ; für  $PSnCl_4$  fanden Vff. 58). Ob bei höheren Konz. Fünferkomplexe im Dissoziations- u. Assoziationsgleichgewicht oder Sechserkomplexe im Dissoziationsgleichgewicht vorliegen, läßt sich nicht entscheiden, der Grenzwert für  $SnCl_4 \cdot 2$  Benzonitril ( $740 = 60 + 2 \cdot 340$ ) entspricht völliger Dissoziation; in verd. Lsgg. liegen (s. o.) Fünferkomplexe vor; es werden die Konz. der einzelnen Molekülsorten berechnet; als unterer bzw. oberer Grenzwert der Polarisation der Fünferkomplexe wird 1000 bzw. 1150 angegeben. Ob  $SnCl_4 \cdot 2$  Aceton in zwei oder drei Moll. zerfällt, läßt sich nicht sicher angeben; letzteres ist wahrscheinlicher (Grenzwert  $410 = 60 + 2 \times 175$ ). Für den Sechserkomplex wird die Polarisation zu 1350 angegeben. Analog ergibt sie sich für  $SnCl_4 \cdot 2$  Acetophenon zu 1750. Da  $SnCl_4 \cdot 2$  Benzaldehyd wohl nicht zerfällt, dürfte der Grenzwert 1350—1500 die Mol.-Polarisation des Sechserkomplexes darstellen. Der konstante  $P$ -Wert der Verb.  $SnCl_4 \cdot 2$  Diäthyläther entspricht dem System  $SnCl_4 \cdot C_2H_5OC_2H_5 + C_2H_5OC_2H_5$ . Mit der Polarisation 57 des Ä. ergibt sich die des Fünferkomplexes zu 347. — Mit Hilfe der Elektronenpolarisationen 60, 75, 80, 70, 80, 130

u. 120 (Mol.-Refraktionen der organ. Komponenten + 10—20% + Elektronenpolarisation von  $\text{SnCl}_4$  [45] u.  $\text{TiCl}_4$  [40]) werden für die Verbb.  $\text{TiCl}_4 \cdot 1$  Propionitril (6,05),  $\text{TiCl}_4 \cdot 1$  Benzonitril (6,16),  $\text{SnCl}_4 \cdot 1$  Benzonitril (7,06 oder 6,55),  $\text{SnCl}_4 \cdot 1$  Diäthyläther (3,60),  $\text{SnCl}_4 \cdot 2$  Aceton (7,7),  $\text{SnCl}_4 \cdot 2$  Acetophenon (8,7),  $\text{SnCl}_4 \cdot 2$  Benzaldehyd (7,5 bis 8,1) die (in Klammern gesetzten) Dipolmomente berechnet. Durch Abzug des Moments  $\mu_x$  der organ. Komponente in den Fünfer-, von  $\sqrt{2} \mu_x$  in den Sechserkomplexen (die Momente der beiden Ligenden stehen aufeinander etwa senkrecht) erhält man folgende Teilbeträge des Moments für das Halogenid (in der Reihenfolge der obigen Verbb.): für  $\text{TiCl}_4$  2,71 oder 2,39; 2,24 — für  $\text{SnCl}_4$  3,16 oder 2,65; 2,46; 3,9; 4,5; 3,6 bis 4,2. Die Komplexe mit der KZ. 6 sind also nicht trans-konfiguriert. Es wird modellmäßig gezeigt, daß stets die Anlagerung eines zweiten Mol. X an  $\text{SnCl}_4 \cdot X$  zu cis-Konfigurationen führen dürfte. Die bekannten Sechserkomplexe mit cis-trans-Isomerie dürften durch Ionenanlagerung entstanden sein. — Die Teilmomente der Halogenide sind bei den Fünferkomplexen 2,5, für  $\text{SnCl}_4$  in den Sechserverbb. ca. 4.  $\text{MeCl}_4 \cdot X$  dürfte eine trigonale Bi-Pyramide ( $\text{MeCl}_4$  würde bei Annahme starrer Ionenkugeln unter dieser Voraussetzung das Moment 12,6 bzw. 12,2 besitzen)  $\text{MeCl}_4 \cdot X_2$  ein asymmetr. Octaeder darstellen (Moment von  $\text{SnCl}_4$  17,8). Der Unterschied in den berechneten u. gefundenen Werten deutet darauf hin, daß weder Ionenradien vorliegen, noch die Atome Ionenladungen besitzen. Das Verhältnis  $Q = \text{ber. Moment/gef. Moment}$  („Polaritätsquotient“) mißt die Abweichung der Bindung von der strengen Heteropolarität. Er ist für  $\text{BeCl}_2$  0,59,  $\text{AlCl}_3$  0,39,  $\text{SnCl}_4$  (KZ. 6) 0,225,  $\text{TiCl}_4$  (KZ. 5) 0,21,  $\text{SnCl}_4$  (KZ. 5) 0,15.  $\text{BeCl}_2$  u.  $\text{AlCl}_3$  sind also erwartungsgemäß polarer als  $\text{SnCl}_4$  u.  $\text{TiCl}_4$ . (Ztschr. physikal. Chem. Abt. B. 17. 21—45. April 1932. Rostock u. Bonn.) BERGMANN.

**S. O. Morgan** und **A. H. White**, Dielektrizitätskonstante und Kraftfaktor von Harzöl und Abietinsäureäthylester. An zwei Proben von Harzöl u. Abietinsäureäthylester wird die von DEBYE (Verhandl. Dtsch. physikal. Ges. 15 [1913]. 777) zuerst für W. u. A. behandelte Veränderung der DE. im Gebiet sehr kurzer elektr. Wellen untersucht, die ohne endgültiges theoret. Ergebnis schon von verschiedenen Seiten studiert worden ist. Das Verh. der Substanzen ist bei beliebigen Frequenzen ziemlich das gleiche. Bei der Temp., bei der für eine gegebene Frequenz die DE. zu fallen beginnt, steigt der Kraftfaktor infolge der eintretenden Phasenverschiebung zwischen Dipol u. äußerem Feld. Seine Maxima liegen bei den Temp., wo die Änderungsgeschwindigkeit der DE. am größten ist, u. sind für 10 Perioden etwas tiefer als für die anderen untersuchten Frequenzen; doch dürfte das auf die Unsicherheit der Leitfähigkeitswerte bei so geringen Frequenzen zurückzuführen sein. Aus den DE.-Frequenzkurven (die nicht — wie eigentlich zu erwarten — durch eine Verschiebung längs der Frequenzachse zur Deckung gebracht werden können, offenbar wegen der bei jeder Temp. etwas verschiedenen Dichte) kann die geometr. DE.  $\epsilon_{\infty}$  berechnet werden. Sie ist für Abietinsäureäthylester 2,60, für die Harzölprobe Nr. 2 2,45. Daraus ergeben sich mit den auf unendlich lange Wellen extrapolierten Brechungsindexquadrate  $n^2_{\infty} = 2,30$  bzw. 2,35 die Atompolarisationen 0,3 u. 0,1. — Eine Diskussion der Verhältnisse zeigt, daß die von WAGNER (Elektrotechn. Ztschr. 36 [1915]. 111. 121. 135. 163) u. die von MURPHY u. LOWRY (C. 1930. I. 3647) vorgeschlagene Theorie weniger gut den Tatsachen entspricht als die DEBYESche. (Journ. Franklin Inst. 213. 313—19. März 1932. Bell Telephone Lab.) BERGMANN.

**Guido Beck**, Über die Bewegungsgleichungen beschleunigter Ladungen. (Ztschr. Physik 75. 476—87. 20/4. 1932. Leipzig. — C. 1932. I. 3264.) G. SCHMIDT.

**Leonard B. Loeb**, Der heutige Stand der Ionenbeweglichkeitstheorien. Veranlaßt durch die unnötige Kritik einer älteren Iontentheorie des Vf. durch DRUYVESTEYN (C. 1932. I. 358) wird auf die neueren Arbeiten des Vf. (vgl. C. 1926. I. 3119. 1928. II. 1179. 1931. II. 2428), durch die seine alte Theorie überholt ist, hingewiesen u. ein Überblick über den heutigen Stand der Ionenbeweglichkeitstheorien gegeben. (Ztschr. Physik 75. 555—61. 20/4. 1932. Berkeley, Physikal. Inst. d. Univ. Kalifornien.) SKAL.

**Leonard B. Loeb**, Entladungspotential und Elektrodenmaterial. Vf. stellt der TOWNSEND-Theorie entsprechend die Unabhängigkeit des Entladungsmechanismus vom Elektrodenmaterial fest. (Physical Rev. [2] 38. 1891—97. 1931. Univ. of California, Dep. of Physics.) WOECKEL.

**H. A. Schwab**, Zur Theorie der Glimmenladung und des Niedervoltbogens. Da das System Elektron-Ion während des Rekombinationsvorganges als Spannungsquelle angesehen werden kann, muß ein Potentialfall eintreten, wenn die nebenher ablaufenden

Vorgänge in der Richtung der Verbindungslinie Elektron-Ion vor sich gehen, also z. B. bei Strömung der Ionen u. Elektronen gegeneinander. Zwischen den Grenzgebieten freier, ungeordneter Rekombination u. fehlender Rekombination (infolge zu großer Geschwindigkeit der Teilchen) muß eine Zone geordneter Rekombination existieren. Solche Gebiete finden sich im negativen Glimmlicht, im FARADAYschen Dunkelraum u. im Niedervoltbogen. In diesen Gebieten scheint der tatsächlich fließende Strom gegen das Potentialgefälle anzulaufen. Für den Niedervoltbogen läßt sich folgendes Bild entwerfen: Es besteht ein Gebiet überwiegender Ionisation u. ein Gebiet überwiegender Ionisation; das erstere liefert die Ionen, die im zweiten rekombinieren, wodurch das zweite dem ersten die Energie zur Ionisation liefert. Weiter werden Hochfrequenzentladungen u. elektrodenloser Ringstrom untersucht. (Ztschr. Physik 75. 823—28. 6/5. 1932. München.)

LORENZ.

**H. A. Schwab**, *Zur Theorie der Bogenentladung*. Die im vorst. Ref. entwickelte Theorie der Beeinflussung der Entladung durch Rekombinationsvorgänge wird auf den Kohlebogen angewandt. Als Ursache für die Ionenbildung kann auch hier die zusätzliche Beschleunigung von Elektronen durch die innere Spannungsquelle der Rekombination angesehen werden. Da die innere Hilfsspannung von der Stärke der Ionisation wie von der Richtwrkg. abhängt, die beide mit wachsender Stromdichte zunehmen, ergibt sich bei Steigerung der Stromdichte eine Erhöhung der inneren Hilfsspannung u. damit eine scheinbare Abnahme des Widerstandes. Weitere bisher ungeklärte Vers.-Ergebnisse werden an Hand dieser Anschauung diskutiert. (Ztschr. Physik 75. 829—34. 6/5. 1932. München.)

LORENZ.

**S. Bloomenthal**, *Der umgekehrte piezoelektrische Effekt von Mischkrystallen, die mit Rochelle-Salz isomorph sind*. Die Temp.-Abhängigkeit der piezoelektr. Konstante  $d_{14}$  von Seignettesalz-Mischkrystallen mit  $C_4H_4O_6NaMe \cdot 4H_2O$  ( $Me = NH_4$  oder  $Tl$ ) wird zwischen 10 u. 35° untersucht. Unter einer krit. Temp. ist  $d_{14}$  von der Größenordnung  $5 \cdot 10^{-4}$ , fällt bei der krit. Temp. auf  $10^{-5}$  ab u. nimmt bei weiterer Temp.-Erhöhung weiter ab. Für Krystalle mit geringen Zusätzen (bis 1%) können die krit. Temp. nach der Dipoltheorie berechnet werden, wenn man annimmt, daß die Feldkonstante des Mischkrystalls gleich der des reinen Seignettesalzes multipliziert mit dem Geh. an reinem Salz ist. (Physical Rev. [2] 40. 121. 1/4. 1932. Camden, N. J., RCA. Viktor Comp. Research Lab.)

LORENZ.

**Wl. Sementchenko und E. Sawada**, *Studien über Elektrolytgemische*. I. *Kryoskopie von Elektrolytgemischen*. Es wird die Erniedrigung des F. von wss. Lsgg. bestimmt, welche  $NaCl + HCl$ ,  $NaCl + MgSO_4$ ,  $NaCl + NH_4Cl$ ,  $NaCl + NH_4Al(SO_4)_2$ ,  $NaCl + HCl$ ,  $NaCl + NH_4Cl + HCl$  in wechselnden Mengen bei konstanter Gesamtionenstärke der Lsg. enthalten. In dem  $NaCl + NH_4Cl$ -Gemisch ist die F.-Erniedrigung bei einer Gesamtionenkonz. von  $\Gamma = 1,5$  u. 2 Mol/l prakt. konstant. Bei der  $NaCl + HCl$ -Lsg. ( $\Gamma = 1,5$ ) steigt die Depression u. der osmot. Koeff. bei Vergrößerung der  $H^+$ -Konz. In den  $NaCl-NH_4Al(SO_4)_2$ -Gemischen ( $\Gamma = 4$ ) steigt die Depression mit wachsender  $NaCl$ -Menge. In  $NaCl + HCl + NH_4Cl$ -Gemischen äußert sich die  $H^+$ -Konz. wie oben. Alle Lsgg., das  $NaCl + NH_4Cl$ -Gemisch ausgenommen, weichen bei  $\Gamma = 3$  von der Additivität ab; die Abweichung ist bei Gemischen, die  $H^+$ -Ionen enthalten, am größten. Der Gang der Kurven für den Aktivitätskoeff. des W. u. für den osmot. Koeff. wird von der HÜCKELschen Theorie der konz. Lsg. qualitativ richtig wiedergegeben. Auf jeder der Kurven gibt es einen Punkt, in dem der osmot. u. der Aktivitätskoeff. gleich 1 ist (VAN'T HOFFscher Punkt). In diesem System ist die F.-Erniedrigung additiv; das  $NH_4Cl + NaCl$ -System befindet sich, wie die Unterss. zeigen, bei  $\Gamma = 3$  gerade in diesem Punkt. (Ztschr. physikal. Chem. Abt. A 159. 441—53. Mai 1932. Moskau, Lab. f. chem. Physik d. Staatl. Inst. f. Baumaterial.)

JUZA.

**N. Thon und J. Pinilla**, *Über den Mechanismus der Kupferabscheidung in Lösungen von komplexen Cuprohalogeniden*. Ergebnisse der Unterss. bereits referiert (C. 1932. I. 30). (Journ. Chim. physique 29. 71—76. 25/2. 1932. Paris, Inst. de Chimie.)

LORENZ.

**Frank W. Godsey jr.**, *Wechselstromkapazitäten von Elektrolytkondensatoren*. (Trans. electrochem. Soc. 61. 15 Seiten. April 1932. New Haven, Conn., Development Engr. Sep.)

LORENZ.

**M. De Kay Thompson und R. B. Morrissey**, *Die Potentiale von Ferromangan und von Ferrochrom als Anoden bei verschiedenen Stromdichten und Alkalikonzentrationen*. Die Potentiale von 73,5%ig. Ferromangan u. von 75,6%ig. Ferrochrom werden in 0,1 bis 2-n. KOH-Lsg. bei Stromdichten zwischen 0,1 u. 10 Amp./qdm bestimmt. Beim Ferromangan bestimmt bis zu 0,5-n. KOH-Lsg. die Verminderung der  $O_2$ -Überspannung

die Stromdichte-Potentialkurve; oberhalb dieser KOH-Konz. laufen die Kurven prakt. parallel zur KOH-Norm. Achse. Das Ansteigen der Kurve für die Permanganatbildung wird also genau durch die Änderung der Kurven für die O<sub>2</sub>-Entw. u. die Bldg. von Oxyden ausgeglichen. Für Ferrochrom bleibt das Elektrodenpotential bei Stromdichten über 1 Amp./qdm zunächst bei wachsender KOH-Konz. konstant, fällt dann zwischen 1,0—1,5-n. KOH ab u. bleibt dann wieder konstant. Der Abfall des Potentials verschiebt sich mit abnehmender Stromdichte zu niedrigeren KOH-Konz. (Trans. electrochem. Soc. 61. 8 Seiten. April 1932. Cambridge, Mass., Inst. of Technology. Rogers Lab. Physics. Electrochem. Lab. Sep.)

LORENZ.

**F. Bitter**, *Über Ungleichmäßigkeiten bei der Magnetisierung ferromagnetischer Materials*. Seit einiger Zeit sind die Methoden zur Erkennung leichter Ungleichheiten in der Magnetisierung ferromagnet. Materials vervollkommen worden. So arbeiteten z. B. u. a. HAMOS u. THIESSEN (C. 1931. I. 1122) mit einer feinen Suspension von pyrophorem Fe in A., die sie auf die Schlifffläche des zu untersuchenden Materials brachten. Dieses Verf. kann durch Anwendung von sehr fein verteilten Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Partikelchen verbessert werden. Vf. hat damit Fe, Fe-Si-Legierungen u. Co-Ni-Legierungen untersucht. (Physical Rev. [2] 38. 1903—05. 1931. East Pittsburgh, Pa., Westinghouse Elec. and Mfg. Co., Res. Lab.)

WOCKEL.

**Roland Schaffert**, *Thermomagnetische elektromotorische Kräfte in transversal und longitudinal magnetisierten Drähten*. Vf. beschreibt einige Experimente an Drähten aus Ni, Fe u. Permalloy, aus denen hervorgeht, daß die Thermokraft zwischen magnet. u. unmagnet. Material (vgl. HEAPS, C. 1932. I. 1993) beträchtlich sein kann. (Physical Rev. [2] 39. 1017—18. 15/3. 1932. Univ. of Cincinnati, Dep. of Physics.) SKAL.

**J. W. Shih**, *Magnetische Eigenschaften von Gold-Eisenlegierungen*. Au-Fe-Legierungen mit 0,07—10 Gew.-% Fe wurden untersucht. Die Legierungen mit 0,1 bis 5% Fe-Geh. sind paramagnet. Die Suszeptibilitäten nehmen mit zunehmender Temp. in charakterist. Weise ab. Die Temp.-Abhängigkeit der Suszeptibilität entspricht aber weder dem CURIESchen noch dem WEISSZschen Gesetz. — Die Quadratwurzel der Suszeptibilität wächst linear mit dem Fe-Geh. (Physical Rev. [2] 38. 2051—55. 1931. Illinois, University, Physics Department.)

HÜNIGER.

**Jack Reginald Irons Hepburn**, *Der Dampfdruck von Wasser über wäßrigen Lösungen der Erdalkalichloride*. I. *Experimentelles mit einer kritischen Diskussion von Dampfdruckangaben*. (Vgl. nachstehende Ref.) Vf. arbeitet nach einer verbesserten Taupunktmethode (vgl. C. 1928. II. 1987) bei 25°. Die ständig geschüttelte u. evakuierte Lsg. befindet sich in einem Thermostaten von 25°, in den Dampfraum ragt ein Glasrohr, das oben mit einem silbernen „Fingerhut“ verschlossen ist, dessen Temp. bis zum Auftreten von Taubeschlag erniedrigt u. gemessen wird. — Ältere Angaben, die REGNAULTS Sättigungsdrucke von W. benutzen, sind korrekturbedürftig. Eine Kontrolle der Methode mit 0,25 m. bis gesätt. KCl-Lsg. gibt eine gute Übereinstimmung mit den besten (korrigierten) Werten nach der tensimetr. u. dynam. Methode (0,02° ~ 0,03 mm). Die molare Dampfdruckerniedrigung geht für eine 1 m-Lsg. nach allen drei Methoden durch ein Minimum. — Bei CaCl<sub>2</sub>, SrCl<sub>2</sub>, BaCl<sub>2</sub> geht Vf. von gesätt. Lsgg. aus, die genau analysiert werden. Konz.-Bereich 0,2 m. bis zur Sättigung. Der Vergleich mit Resultaten bei anderen Temp. ergibt für BaCl<sub>2</sub>, daß die (negative) differentiale Verdünnungswärme für die konzentriertesten Lsgg. abnimmt. Frühere Messungen werden eingehend kritisiert. Für CaCl<sub>2</sub> steigt der relative Dampfdruck für jede Konz. mit steigender Temp., wie es die Thermodynamik fordert. Für SrCl<sub>2</sub> u. BaCl<sub>2</sub> liegen wenig Daten vor, doch ist qualitative Übereinstimmung mit der Thermodynamik vorhanden. (Journ. chem. Soc., London 1932. 550—66. Febr. London, North. Polytechnic.)

W. A. ROTH.

**Jack Reginald Irons Hepburn**, *Der Dampfdruck von Wasser über wäßrigen Lösungen der Erdalkalichloride*. II. *Abweichungen vom Raoult'schen Gesetz nach der molekularen Dampfdruckerniedrigung und den van't Hoff'schen Koeffizienten; mit theoretischer Diskussion*. (Vgl. vorst. u. nachst. Ref.) Die molare Dampfdruckerniedrigung u. der VAN'T HOFF'sche Koeffizient *i* werden tabelliert; *i* ist von der Temp. ziemlich unabhängig. Beide Werte gehen für die drei Salze bei 0,3—0,4 m. durch ein Minimum, wie auch von anderen Forschern beobachtet ist. Für hohe Konz., wo die Messungen genauer sind, lassen sich Daten auch für andere Temp. heranziehen. *i* geht für CaCl<sub>2</sub> für höhere Konz. bei allen Temp. durch ein flaches Maximum, das sich mit höheren Temp. zu höheren Konz. verschiebt. Die Kurve für SrCl<sub>2</sub> bei 25° schneidet diejenige für CaCl<sub>2</sub>, so daß bis 1,5 m SrCl<sub>2</sub> größere *i*-Werte hat, bei höheren

Konz.  $\text{CaCl}_2$ ; die Daten für  $\text{BaCl}_2$  sind die niedrigsten. Theoret. lassen sich konz. Lsgg. noch nicht streng behandeln. Man muß der Rolle des Lösungsm. größere Aufmerksamkeit zuwenden. Zusatz von Salzen führt zu wachsender Dissoziation der komplexen Moleküle. Da der W.-Dampf keine Komplexmoleküle enthält, sollte die Dampfdruckerniedrigung zu klein ausfallen, während die Hydratation der Ionen die Erniedrigung vergrößert. Doch kann das Minimum in der molaren Dampfdruckerniedrigung nicht dadurch erklärt werden, eher das Maximum bei hohen Konz. Da sich die drei vom Vf. untersuchten Salze verschieden verhalten, muß das Kation leichter W.-Molekeln anlagern als das Anion. VAN LAARS Ansichten (C. 1931. I. 2849) stehen mit dem Befund des Vf. (Minimum + Maximum) in gutem Einklang. (Journ. chem. Soc., London 1932. 566—75. Febr. London, North. Polytechnic.) W. A. R.

**Jack Reginald Irons Hepburn**, *Der Dampfdruck von Wasser über wäßrigen Lösungen der Erdalkalichloride. III. Beziehungen zu anderen physikalischen Eigenschaften der Lösungen.* (Vgl. vorst. Ref.) Die Lsgg. zwischen 0,1 u. 1,0 m. werden diskutiert; mit der Dampfdruckerniedrigung werden Gefrierpunkterniedrigung, Viskosität, differentiale Verdünnungswärme u. D. in Beziehung gesetzt. Aus Dampfdruck- u. Gefrierpunkterniedrigung folgen ähnliche Anomalien, aber die Konz., wo diese auftreten, sind nicht ident. Mit sinkender Temp. scheint sich das Minimum zu niedrigeren Konz. zu verschieben, dasselbe gilt für den „molaren Zuwachs der Viskosität“. Auch für die Gefrierpunkterniedrigung ist die Verschiebung des Gleichgewichtes zwischen den einfachen u. den komplexen Molekeln des W. von Wichtigkeit. — Der „molare Zuwachs des Viskosität“ von  $\text{CaCl}_2$ -Lsgg. bei 18° hat ein Maximum zwischen 0,25 u. 0,5 m. u. steigt dann stark, genau wie die Dampfdruckerniedrigungen bei 25°. (Minimum für eine 0,34 m-Lsg.); ähnlich bei  $\text{SrCl}_2$ -Lsgg. Auch diese Minima lassen sich durch die Annahme erklären, daß Salzzusatz das Gleichgewicht in W. nach der Seite der einfachen Moleküle verschiebt. Für  $\text{BaCl}_2$  zeigt auch die differentiale Verdünnungswärme eine Parallelität mit den anderen Eig. dieser Lsgg. Die D. ist eine so komplexe Erscheinung, daß man sie schwer diskutieren kann. (Journ. chem. Soc., London 1932. 575—82. Febr. London, North. Polytechnic.) W. A. ROTH.

**G. Tammann und Ad. Rührenbeck**, *Die spezifischen Volumen des Wassers zwischen 20 und 650°, die des Äthyläthers und des Äthylalkohols zwischen 20 und 400° bei Drucken von 1—2500 kg/cm<sup>2</sup>.* Für W. sind die Daten von AMAGAT besser als die von WATSON. Vf. arbeiten nach der Methode der Kolbenverschiebung u. vergleichen, wie sich eine mit Hg allein u. eine mit Hg + Fl. gefüllte Quarzcapillare verhält, wenn der Druck um 100 Atm. erhöht wird. Gearbeitet wird mit wenigen cem Fl. W. wirkt zwischen 400 u. 650° ziemlich stark auf das Quarzrohr ein. Die Daten für Hg sind genügend genau bekannt. Vf. messen selbst bei 500° auf  $\frac{1}{3000}$  cem genau. Bei W. sind die Abweichungen von AMAGAT (1893) kleiner.  $dv/ds$  wird als Differentialquotient der Isobaren gegeben. Die Abnahme des Ausdehnung mit steigendem Druck wächst stark mit der Temp. Bei Drucken über 1300 Atm. tritt ein immer deutlicheres Maximum (gegen 500°) auf. Die Ausdehnungskoeffizienten  $1/v \cdot dv/ds$  zeigen ein Maximum schon von 1000 Atm. an u. schon bei 450°. Die Druckkoeffizienten  $(dp/dt)_v$  nehmen zwischen 500 u. 600° mit steigender Temp. ab, vorher zu. Der innere Druck zeigt dasselbe Verh. — Ä. ließ sich nur bis 950° untersuchen. Die Ausdehnungsisobaren zeigen ein deutliches Minimum bei 150°. Das Maximum von  $dv/dt$  bei tieferen Tempp. scheint sich mit steigendem Druck zu tieferen Tempp. zu verschieben. — A. ließ sich bis 400° untersuchen. Die Ausdehnungsisobaren für hohe Drücke sind geschwungene Kurven. — Im  $p$ - $v$ - $p$ -Diagramm treten bei den 20°-Isothermen noch schwache Konkavitäten zur  $p$ -Achse auf, bei höheren Tempp. werden die Kurven linear. Das Maximum der Ausdehnung oberhalb der krit. Temp. tritt bei W. bei ähnlicher reduzierter Temp. auf wie bei manchen Gasen, bei A. u. Ä. nicht. — Die Vol.-Isobaren bei niederem Druck können in einem weiten Temp.-Gebiet durch quadrat. Gleichungen wiedergegeben werden, die für höhere Drucke nicht. (Ann. Physik [5] 13. 63—79. 26/3. 1932. Göttingen, Inst. f. phys. Chem.) W. A. ROTH.

**W. Weydanz**, *Die spezifische Wärme  $c_p$  des Stickstoffs.* Es liegen nur Werte für 1 at vor.  $c_p$  wird aus der Zustandsgleichung (nach Verss. von HOLBORN u. OTTO 1922—1924) für höhere Drucke berechnet. Da  $d^2 v/dT^2$  in der Formel eingeht, muß die Zustandsgleichung sehr genau bekannt sein:

$$v = RT/P + A + B/T + C/T^2 + D/T^4 + E/T^5.$$

Die Resultate der schwierigen Berechnung werden für -100 bis +800° u. für 1—200 at graph. wiedergegeben. — In einem Nachtrag werden die von DEMING u.

SHUPE (C. 1931. I. 3543) auf ähnliche Weise errechnete Werte diskutiert; die Übereinstimmung mit den Zahlen des Vfs. ist gut. (Ztschr. techn. Physik 13. 233—37. 1932. Karlsruhe.)

W. A. ROTH.

H. O. Kneser, *Die spezifische Wärme des Kohlendioxyds aus Schwingungen (vibrational specific heat)*. (Vgl. C. 1932. I. 504.) Das Ansteigen der Schallgeschwindigkeit mit der Schwingungszahl deutet auf eine unvollkommene Anpassung des therm. Gleichgewichts bei schnellen Veränderungen hin; also auf eine scheinbare Verringerung der spezif. Wärme. Ähnliches ist von anderen Forschern bei zweiatomigen Gasen beobachtet. Die symm. Longitudinalschwingung hat eine lange Lebensdauer, die nicht-symm. eine kurze, die Transversalschwingungen eine unterschiedliche. So kann die scheinbare spezif. Wärme aus Schwingungen bei verschiedenen Temp. berechnet werden, die Übereinstimmung mit den Verss. ist befriedigend. Die errechnete Kurve liegt bei hohen u. bei tiefen Temp. merklich unterhalb der aus therm. Verss. resultierenden. (Nature 129. 797—98. 28/5. 1932. Marburg, Univ., Physikal. Inst.) W. A. RO.

E. Bright Wilson jr. und William T. Richards, *Die Geschwindigkeit des Schalls in Lösungen von Benzol und n-Butylalkohol in n-Heptan*. Es wird die Schallgeschwindigkeit in Bzl., n-Butylalkohol u. n-Heptan, sowie in Mischungen von Bzl. oder Butylalkohol in Heptan bei 25, 35 u. 50° u. bei 500 u. 390 K Hertz bestimmt. — Nach den Unterss. von SMYTH u. STOOPS (C. 1930. I. 1102) ist die D.-Zus.-Kurve der binären Mischungen regulär, während die Polarisation irregulär von der Zus. abhängig ist. Die Unterss. der Vff. zeigen nun, daß der Kompressibilitätskoeff. der Mischungen n. von der Zus. u. sehr ähnlich auch von der Temp. abhängig ist. Die Faktoren, die die Polarisation bestimmen, sind also nur von geringem Einfluß auf die Kompressibilität. (Journ. physical Chem. 36. 1268—70. April 1932. Princeton, N. J., Univ. Frick Chem. Labor.)

LORENZ.

H. v. Wartenberg und H. Schütza, *Die Bildungswärme des Fluorwasserstoffs*. Direkt war (vgl. C. 1926. I. 2779) +63,0 kcal gefunden, indirekt +65,0; ersterer Wert war auf +64 korrigiert. Um die unsichere Korrektur für die Polymerisation von (HF) zu umgehen, wird die direkte Messung bei 100° wiederholt. Calorimeterfl. Paraffinöl; Außenheizung durch sd. W. Der App. besteht ganz aus (mit Au gelötetem) Pt. Die eintretenden Gase hatten Calorimetertemp. Eichung mit AgBF<sub>4</sub>-Coulometer (C. 1930. I. 2279); Temp.-Erhöhung durch den Funken 0,005° bei ca. 1° Temp.-Erhöhung; Wasserwert ca. 1080 cal pro Grad. Der aus den gut gereinigten Gasen entstandene (HF) wird teils verflüssigt, teils mit NaF u. KOH absorbiert; ca. 0,35 g pro Vers. Resultat in 2 Versuchsreihen mit je 8 Verss. +64,45 ± 0,1 kcal, graph. auf 20° umgerechnet (s. Original) kaum anders. (Ztschr. anorgan. allg. Chem. 206. 65—72. 18/5. 1932. Danzig-Langfuhr, Techn. Hochsch.)

W. A. ROTH.

Karl K. Darrow, *Electrical phenomena in gases*. Baltimore: Williams & Wilkins 1932. (509 S.) 8°. § 8.

### A<sub>3</sub>. Kolloidchemie. Capillarchemie.

S. C. Blacktin, *Eigenschaften von Aerosolen*. Die Theorie von RUDGE (Philos. Magazine 25 [1913]. 481), nach welcher der Ladungssinn von spontan aufgeladenen Aerosolen eine Funktion der Teilchengröße ist, wird durch die Verss. von CAWOOD u. PATTERSON (C. 1932. I. 2693) bestärkt. (Nature 128. 968. 1931. Andover, Hauts.)

GURIAN.

B. Lange, *Über die Löslichkeit und Lichtabsorption des kolloiden Vanadinpentoxyds*. Die Lichtabsorption von verschiedenen Verdünnungen (14,1—0,28 Millimol/Liter) eines gealterten V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Sols wurde für die Wellenlängen 435,8, 546,07 u. 579,0  $\mu\mu$  experimentell bestimmt. Es zeigte sich, daß der molekulare Extinktionskoeff., der eine Konstante sein sollte, stark abhängig ist von der Konz. des Sols u. von der Zeitspanne zwischen Verdünnung u. Messung. Er steigt mit der Konz. von 0 an in einer immer flacher werdenden Kurve u. fällt mit der Zeit zuerst rasch, dann immer langsamer, so daß nach 142 Stdn. der Grenzwert noch nicht erreicht ist u. graph. extra-poliert wird. Die Lichtabsorption des in dem Sol stets vorhandenen molekular gel. Anteils ist sehr klein, so daß sich dessen Bldg. (die Löslichkeit u. die Lösungsgeschwindigkeit des kolloiden Anteils) aus der Lichtabsorption des Sols bestimmen läßt. Dabei ergibt sich, daß es sich um kein einfaches Lösungsgleichgewicht handelt, sondern daß eine chem. Umsetzung zu einer molekular gel. farblosen Verb. (z. B. einer komplexen Vanadinsäure) stattfindet. — Die Löslichkeit des molekular gel. Anteils ist stark von der Konz. der

kolloiden Phase abhängig, bei mittlerer Solkonz. (etwa 3 Millimol/Liter) besteht für das gemessene Sol ein Maximum der Löslichkeit. Durch die Lichtabsorption wurde auch der Einfluß von  $As_2O_5$ , das die Alterungsgeschwindigkeit herabsetzt, auf den Lösungsvorgang untersucht.  $As_2O_5$  ändert die Lösungsgeschwindigkeit nicht, erhöht aber den molekular gel. Anteil. (Kolloid-Ztschr. 59. 162—70. Mai 1932. Berlin-Dahlem, Kaiser Wilhelm-Inst. f. Silicatsforsch.)

ERBE.

A. Galecki und J. Marchlewska, *Zur Kenntnis der Wirkung der Gelatine auf Silberkeimssole*. Auf Silberkeimssole, die nach der Methode von GALECKI u. KEMPF hergestellt sind (C. 1928. II. 430), wirkt Gelatine schützend gegenüber der koagulierenden Wrkg. von Elektrolyten. Die „Schutzzahl“ (Anzahl mg Schutzkoll., die eben nicht ausreicht, um den Farbumschlag von 10 cem Silberkeimsol von olivgelb in rot zu verhindern, der durch 1 cem 10%ig. NaCl hervorgerufen wird) beträgt für eine verwendete Gelatinesorte 0,022. — Ebenso wirkt Gelatine hemmend gegenüber der entfärbenden Einw. ultravioletter Strahlung auf die Silberkeimssole. Zusätze von 0,05% verlangsamen die Entfärbungszeit, die sonst 60—300 Min. beträgt, auf 400 bis 600 Min., Zusätze über 0,1% auf über 700 Min. Als Ursachen für diese Hemmung können wirken: die Erhöhung der Zähigkeit, die Schutzkolloidwrkg. u. die Verschiebung der Absorption des Ultravioletlichtes durch den Gelatinezusatz. (Kolloid-Ztschr. 59. 206—08. Mai 1932. Posen, Physikal.-chem. Univ.-Inst.)

ERBE.

Masuzo Shikata und Hitiro Hukuwatari, *Wirkung von Wechselströmen auf kolloide Systeme*. Vf. untersuchen die Wrkg. eines Wechselfeldes auf die Stabilität von Solen, auf period. Ndd., auf das Adsorptionsvermögen akt. Holzkohle, auf die Viscosität von Gelatinesgg., auf die Hydratation von Gelatine u. ihre Geschwindigkeit u. auf die Verdampfung u. Trocknung von Gelatinegelen. — Die zu untersuchende Lsg. wurde zwischen die Wände von zwei konzent. Glaszylindern gebracht u. das Hochspannungswechselfeld (10 000 Volt, 60 Perioden/sec) an diese angelegt. — Die Stabilität der untersuchten Sole u. die Adsorptionswrkg. der akt. Kohle blieben unverändert. Bei der Bldg. von LIESEGANG-Ringen aus Ammoniak u.  $MgCl_2$  in Gelatine konnte eine Veränderung festgestellt werden. Die Viscosität der dem Strom ausgesetzten Gelatinesgg. (5% u. 10%) war höher als diejenige von nicht vorbehandelter Gelatine. Bei der Hydratation photograph. Nelsongelatine in W. oder wss. A. wurde festgestellt, daß Wechselstrom die Vol.-Kontraktion verzögert. Bei Verdampfung von 40% Gelatinesgg. bei 30° u. konstantem vermindertem Druck wurde aus mit Wechselstrom vorbehandelten Lsgg. mehr W. verdampft als aus Lsgg., die mit Gleichstrom bzw. überhaupt nicht vorbehandelt worden waren. (Journ. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 35. 25 B—27. Jan. 1932.)

GURIAN.

Alfred J. Stamm, *Beeinflussung der Durchlässigkeit von Holz durch chemische Behandlung*. Die vom Vf. entwickelte Methode zur Unters. des Feinbaues von Holz (vgl. C. 1932. I. 3394) wird verwendet, um den Einfluß chem. Mittel auf die Durchlässigkeit zu bestimmen. Vf. vertritt die Ansicht, daß die großen Hohlräume des Holzes durch dünne Membranen voneinander getrennt sind u. daß die Poren dieser Membranen für die Durchlässigkeit des Holzes ausschlaggebend sind. Da nun diese Membranen aus Lignin bestehen dürften, muß man von einer Behandlung mit Lignin lösenden Stoffen eine Erhöhung der Durchlässigkeit erwarten. Nun bildet  $Cl_2$  mit Lignin eine Verb., die in Alkalien oder  $NH_3$  l. ist. Die Verss. werden an Holzproben von „Douglas fir“ u. „Silka spruce“ durchgeführt. Das Holz wird mit  $Cl_2$ ,  $NH_3$  u. W.-Dampf, oder  $Cl_2$  u. W.-Dampf,  $Cl_2$  u. wss.  $NH_3$ -Lsg. usw. behandelt. In allen Fällen tritt eine Erhöhung der Durchlässigkeit ein. Je nach der speziellen Art der Behandlung, insbesondere der Dauer der Einw. des  $Cl_2$  (2 Stdn. bis 2 Tage) wird die Durchlässigkeit in verschiedenem Ausmaße bis auf das 130-fache erhöht. Dabei vergrößert sich der maximale effektive Capillarradius bis auf das Doppelte. Unter geeigneten Bedingungen gelingt es, die Durchlässigkeit stark zu erhöhen, obwohl die Festigkeit nur wenig verschlechtert wird. (Ind. engin. Chem. 24. 51—53. Jan. 1932. Madison, Wisc., Forest Products Labor.)

EISENSCHITZ.

F.-V. v. Hahn, *Studien über Schleimoberflächen*. I. In Anlehnung an die kunstgewerbliche Technik des Buchschnittes wird untersucht, in welcher Flächenausdehnung u. Gestalt sich eine Tropffl., die einen Farbstoff (Eisenrot) u. ein „Treibmittel“ (Türkischrotöl oder Ohsengalle) enthält, als Film auf der Oberfläche eines Pflanzenschleimes ausbreitet. Bei allen untersuchten Schleimarten nimmt die Flächenausbreitung dieses Films in ähnlicher Weise mit dem Alter der Schleimoberfläche nach einer hyperbelartigen Kurve ab. Die Gestalt des Films ist abhängig von der

Natur des Schleimes: Auf Salepschleim u. auf Pepton entstehen annähernd kreisförmige Scheiben, auf Kartoffelstärke, Traganth, Carraghen-Moos, Arrow root u. Flohsamenschleim „Barockformen“, auf Ithyphallusschleim „Zitterformen“ u. auf Quittenkernschleim „Seesternformen“. Auf Leinsamenschleim entstehen Seesternformen, wenn der Leinsamen vor der Schleimbereitung frisch gemahlen ist, u. Zitterformen, wenn er im gemahlten Zustand längere Zeit gelagert hat. (Kolloid-Ztschr. 59. 130—35. Mai 1932. Hamburg-Eppendorf, Inst. f. kolloidbiolog. Forsch.) ERBE.

**H. G. Botset** und **M. Muskat**, *Die Strömung von Gasen durch poröse Materialien*. Der Strömungswiderstand der Gase in porösen Materialien wird untersucht u. zwar an Kolonnen mit Glasperlen, an Sand u. an Sandstein. In allen Fällen besteht eine einfache Beziehung zwischen Druckabfall u. Geschwindigkeit, die meist ein Mittel aus dem reinen Zähigkeits- u. dem reinen Trägheitswiderstand darstellt. (Physical Rev. [2] 37. 1699. 1931. Pittsburgh, Pa., Gulf Research Labor.) EISENSCHITZ.

**J. Newton Friend** und **Reece H. Vallance**, *Periodische Niederschlagsbildung*. Die Verss. von MORSE (C. 1930. II. 2349) bestärken Vff. in der aus eigenen Experimenten hervorgegangenen Ansicht, daß die einzige Rolle, die dem Gel bei Entstehung period. Ndd. zukommt, in einer Verzögerung der „Aufhebung“ der Übersättigung besteht, welche in Abwesenheit von Keimen der festen Phase stattfindet. Aus früheren Verss. schließen Vff., daß der Abstand zwischen zwei Ringen vom Unterschied in der Diffusions- u. Nd.-Geschwindigkeit abhängt, u. daß Schutzkolloide die Geschwindigkeit solcher Rkk. herabsetzen. (Nature 129. 205. 6/2. 1932. Birmingham, Techn. Hochsch.) GURIAN.

**Ernest S. Hedges**, *Periodische Niederschlagsstrukturen*. Period. Strukturen jeder Art lassen sich unter Annahme von zwei Vorbedingungen erklären: eine „krit. Bedingung“ für die Nd.-Bldg. (Übersättigung, Unterkühlung usw.) u. die Bewegung einer oder mehrerer Komponenten (Diffusion, Adsorption usw.). (Nature 129. 400. März 1932. Manchester, Carfax, Urmston.) GURIAN.

**Maurice Copisarow**, *Periodische Niederschlagsstrukturen*. Period. Ndd. sind im allgemeinen nicht an eine bestimmte Phase oder Anzahl Komponenten gebunden. Sie sind der Ausdruck für eine Wellenbewegung in einem beweglichen Medium (Magma). Die Bedingungen der period. Nd.-Bldg. werden erwähnt. Eine kolloidale Phase ist zwar hierbei keine Voraussetzung, sie tritt jedoch in vielen Fällen als Medium oder als Komponente auf, z. B. bei biolog. u. mineralog. period. Strukturen. (Nature 129. 400—01. März 1932. Manchester.) GURIAN.

**S. C. Blacktin**, *Periodische Niederschlagsstrukturen*. Wenn man auf verrußtes Glas einen Öltropfen bringt, so zeigen sich nach einer Stunde period. Strukturen u. zwar befindet sich in der Mitte eine dunkle Zone, die von einer konzent. schmalen hellen Zone umgeben ist, der wiederum eine dunkle folgt usw. Es handelt sich hierbei um einen physikal. u. keinen chem. Vorgang. Die Strukturen entstehen bei Abwesenheit von Kolloiden u. ohne Lsg.-Vorgang. Nach 24 Stdn. läßt sich der ausgebreitete Ölfilm mit  $\text{CCl}_4$  auswaschen, ohne daß die Ringstruktur dadurch zerstört wird. Die Verss. werden fortgesetzt. (Nature 129. 401. März 1932. Andover, Hauts.) GURIAN.

**Robert J. Hartman** und **Robert McCullough Dickey**, *Das Liesegangphänomen, angewandt auf die Eisenformationen des lake superior*. Die Bänderung der Fe-Formationen am Oberen See legt es nahe, Rkk. in einem Kieselsäuregel als Ursache der Entstehung zu vermuten. Vff. lassen Ferroammoniumsulfatlsgg. in ein Gel aus Wasserglas u.  $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$  diffundieren. Es ergeben sich LIESEGANG-Ringe, die der Bänderung der Gesteine ähnlich sind. (Journ. physical Chem. 36. 1129—35. April 1932. Indiana Univ. Labor. of Colloid Chem.) LORENZ.

**B. Težak**, *Vorstellungen über den Mechanismus der Adsorptionsprozesse auf der Oberfläche heteropolarer Krystalle*. Vf. stellt ein Schema des Adsorptionsmechanismus an einem heteropolaren Krystall auf u. leitet daraus folgende Regeln ab: 1. Die Ionen, die einem der das Krystallgitter aufbauenden Ionen in ihrer Elektronenkonfiguration am ähnlichsten sind, werden bevorzugt adsorbiert. 2. Besteht in der Lsg. ein Überschuß von Ionen, die einem der den Krystall aufbauenden Ionen gleichen, so ist die Adsorption eines entgegengesetzt geladenen Ions um so größer, je unlöslicher seine Verb. mit der erstgenannten Ionenart ist. — In einer Reihe von Experimentalarbeiten anderer Forscher finden sich Bestätigungen dieser Vorstellungen, deren Zusammenhang mit der PANETH-FAJANSSchen Regel berührt wird. So besteht z. B. für die Adsorbierbarkeit an  $\text{BaSO}_4$  die folgende Reihe für Kationen:  $\text{Ba}^{++} > \text{Hg}^{++} > \text{Pb}^{++} > \text{Cd}^{++} > \text{Mn}^{++} > \text{Zn}^{++} > \text{Cu}^{++} > \text{Ni}^{++} > \text{Mg}^{++} > \text{Al}^{+++}$  u. bei einem Überschuß von  $\text{Ba}^{++}$ -Ionen die

folgende Reihe für Anionen:  $\text{Fe}(\text{CN})_6''' > \text{Fe}(\text{CN})_6''$ ;  $\text{NO}_3' > \text{Cl}' > \text{Br}' > \text{J}'$ . (Kolloid-Ztschr. 59. 158—62. Mai 1932. London, Univ. Coll., SIR WILLIAM RAMSAY Lab. of Inorganic and Physic. Chem.) ERBE.

**Harold John Phelps**, *Der Einfluß der Wasserstoffionenkonzentration auf die Adsorption schwacher Elektrolyte an reiner Holzkohle*. II. Im Anschluß an frühere Unterss. (I. vgl. C. 1929. II. 2546) wird jetzt versucht, statt der Reinigung der Kohle mit Halogensäuren, so vorzugehen, daß auch geringe Verunreinigungen des Adsorbens ausgeschlossen sind. Dazu wurden aschefreie Rundfilter („Whatman's Nr. 40“) in bestimmter Weise behandelt. An der so erhaltenen Kohle wurden n-Propylamin u. n-Butylamin nur als neutrale Moll. adsorbiert. Dasselbe geschah bei Propionsäure, vorausgesetzt, daß keine Verunreinigung der Kohle die Eistellung des wahren Gleichgewichts zwischen adsorbierten u. gel. Moll. verhinderte. Säurebehandlung der Kohle entfernt die Verunreinigung u. ermöglicht bei der Propionsäure die erwähnte Gleichgewichtseinstellung, während sie auf die Adsorption von n-Propylamin u. von n-Butylamin ohne Einfluß bleibt. (Proceed. Roy. Soc., London. Serie A. 133. 155—61. 1931. Oxford, Biochem. Abt.) SCHNURMANN.

**R. Chaplin**, *Diskontinuität der Adsorptionsisothermen von Phenollösungen*. Die Adsorption von Phenol aus wss. Lsgg. mit 0,1—24 g/l an akt. Kohle wird bei 25° u. bei 60° untersucht. Vf. trägt die adsorbierte Phenolmenge, bezogen auf 1 g Kohle, gegen die Endkonz. der Lsg. auf u. verbindet die Punkte so, daß treppenförmige Kurven entstehen. (Journ. physical Chem. 36. 909—12. März 1932. Gas Light and Coke Comp. Fulham Labor.) LORENZ.

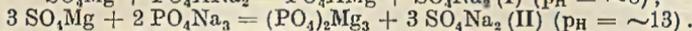
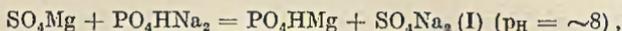
**Jitsusaburo Sameshima**, *Die Sorption von Gasen an Silicagel*. Die Geschwindigkeit der Sorption von  $\text{NH}_3$ ,  $\text{CO}_2$  u.  $\text{C}_2\text{H}_4$  an Silicagel wird bei n. Druck bestimmt. (Bull. chem. Soc. Japan 7. 133—35. April 1932. Tokyo, Imperial Univ., Chem. Inst.) LORENZ.

**Ladislauš von Putnoky und Wilhelm Neráth**, *Über den zeitlichen Verlauf der Alkohol- und Ätherdampfsorption der Kieselsäuregele*. (Vgl. C. 1931. I. 2445.) Die Sorptionsgeschwindigkeit von A.- u. Ä.-Dampf an sechs verschiedenen Kieselsäuregelelen wird bestimmt, einmal durch Messung der Gasdruckabnahme nach TITOFF, zweitens unter Konstanthalten des Druckes durch Messung der Gewichtszunahme des Sorbens in bestimmten Zeitabständen. Vf. unterscheiden bei dem Sorptionsvorgang zwischen der Adsorptionsperiode u. der danach beginnenden Periode der Capillarkondensation. — In der ersten Periode ist die Adsorptionsgeschwindigkeit von der inneren Oberfläche des Gels abhängig. Wird diese unter sonst gleichen Umständen größer, so wird auch die Geschwindigkeit größer. Sind bei zwei Gelen die inneren Oberflächen annähernd gleich, so steigt sie mit zunehmendem Capillarenradius. Der Verlauf der zweiten Periode ist weitgehend abhängig von der Feinheit der Poren: Die Porenweite bestimmt den Sättigungsgrad des Gels, also auch den Gleichgewichtsdruck u. damit die Geschwindigkeit der Capillarkondensation. — Die für die Sorptionsgeschwindigkeit erhaltenen Kurven steigen zunächst in der Adsorptionsperiode mäßig steil an u. biegen dann (Capillarkondensation) kurz vor Erreichung des Gleichgewichtszustandes (nach 30 maximal 60 Min.) ziemlich scharf um. — Mit wachsender Kornoberfläche steigt die Sorptionsgeschwindigkeit, ebenso mit wachsendem Druck; sie fällt mit wachsender Temp. (Mathemat. u. naturwiss. Ber. Ungarn 38. 173—225. 1931. Budapest, Anorg.-techn. Lab. der Techn. Hochsch. Sep.) ROGOWSKI.

## B. Anorganische Chemie.

**A. Baroni**, *Über die Existenz von Polythiochloriden. Bestimmung des Brechungsindex der Lösungen von Schwefel in Schwefelchloriden*. (Vgl. C. 1929. II. 1393.) Die Best. des Brechungsindex von Mischungen von S mit  $\text{SCl}_2$  u.  $\text{S}_2\text{Cl}_2$  bei 100, 150 u. 200° sofort nach der Herst. u. nach 6 Monaten Alterung macht die Existenz eines Polythiochlorids  $\text{S}_3\text{Cl}_2$  wahrscheinlich; dagegen scheinen bei diesen Tempp. S-reichere Chloride nicht zu existieren, da sich aus Mischungen mit höherem S-Geh. der überschüssige S mit der Zeit ausscheidet. (Atti R. Accad. Lincei [Roma], Rend. [6] 15. 305—09. 21/2. 1932. Mailand, Univ., Inst. f. allg. u. physik. Chemie.) R. K. MÜLLER.

**Ch. Zinzadzé**, *Über die Herstellung von Trimagnesiumphosphat*. Vf. untersucht den Einfluß 1. der Verd. der Ausgangslsgg., 2. des  $\text{pH}$ , 3. des Verhältnisses von  $\text{P}_2\text{O}_5$  zu  $\text{MgO}$ , 4. der Temp. auf die Herst. von  $(\text{PO}_3)_2\text{Mg}_3 \cdot 22 \text{H}_2\text{O}$ . Er stellt fest, daß in saurer Lsg. eine Mischung von tert. u. sek. Phosphat erhalten wird. Die Menge des sek. Phosphates nimmt mit steigendem Säuregeh. zu; bei  $\text{pH} = 8,0$  wird reines  $\text{PO}_4\text{HMg}$  erhalten:



Man erhält reines  $(\text{PO}_4)_2\text{Mg}_3 \cdot 22 \text{H}_2\text{O}$ , wenn man  $\text{SO}_4\text{Mg}$  u.  $\text{PO}_4\text{Na}_3$  im durch die Gleichung (II) gegebenen Verhältnis anwendet. — Herst.-Methode. Wss. Lsgg. von  $\text{SO}_4\text{Mg}$  (20:100, D.<sup>16</sup> 1,222) u.  $\text{PO}_4\text{Na}_3$  (9:100, D.<sup>15</sup> 1,1) werden hergestellt; Best. der Konz. durch D.-Messung. Man gibt in ein 1800 ccm großes, hohes Becherglas 500 ccm der  $\text{SO}_4\text{Mg}$ -Lsg., fügt unter Umrühren 1000 ccm der  $\text{PO}_4\text{Na}_3$ -Lsg. zu u. rührt weiter 1—2 Min. Die überstehende klare Fl. gießt man ab, fügt dest. W. bis zum Anfangsvol. hinzu u. läßt nach Umrühren 2—3 Stdn. stehen. Das Dekantieren u. Auffüllen mit W. wird 30—40-mal wiederholt, bis kein  $\text{SO}_4^{''}$  mehr nachzuweisen ist. Dann wird noch 3-mal dekantiert, der Nd. abgesaugt, 1-mal mit W. gewaschen u. zwischen Filtrierpapier an der Luft bei gewöhnlicher Temp. (bis 30°) getrocknet. (Compt. rend. Acad. Sciences 194. 1498—1500. 25/4. 1932.)

SKALIKS.

**Herbert L. Davis** und **Esther C. Farnham**, *Kurven der Titration von Aluminiumsalzen mit Alkalien*. Die Verss. von HILDEBRAND (Journ. Amer. chem. Soc. 35 [1913]. 863) u. von BLUM (Journ. Amer. chem. Soc. 35 [1913]. 1499) über die Titration von  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$  u.  $\text{AlCl}_3$  mit  $\text{H}_2$ -Elektrode wurden bei verschiedenen Verdünnungen wiederholt. Die Knickpunkte der Titrationskurven werden nicht vom Al-Geh., sondern von den Vers.-Bedingungen bestimmt. Der Beginn der Ausfällung von  $\text{Al}(\text{OH})_3$  wird nicht durch eine Unstetigkeit der Titrationskurve angezeigt. Etwas kolloides  $\text{Al}(\text{OH})_3$  ist bereits in den Ausgangslsgg. vorhanden, seine Menge u. Aggregation wächst ständig mit der Alkalizugabe. Sichtbare u. filtrierbare  $\text{Al}(\text{OH})_3$ -Teilchen erscheinen bei ganz verschiedenen Alkalizusätzen, die von Konz., Temp. u. Anion abhängig sind. Al-Salze können nicht dadurch titriert werden, daß  $p_H$  ihrer Lsg. durch Alkalizugabe bei n. Temp. auf 7 gebracht wird. Die Alkalimengen, die dazu nötig sind, u. die Alkalimengen, die zur Erzielung des Knickpunktes bei  $p_H = 10$ —11 nötig sind, stehen nicht im Verhältnis 3 u. 4  $\text{NaOH}/\text{Al-Salz}$ ; solche Werte können nicht als Beweis für die Existenz von Aluminat in alkal. Lsg. angesehen werden, wie es früher geschah. Die Ähnlichkeit der Titrationskurven rührt wahrscheinlich von der Neutralisation von  $\text{HCl}$  bzw.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  her; durch die Adsorption der Säuren an  $\text{Al}(\text{OH})_3$  nähert sich die Titrationskurve der von schwachen Säuren. Wenn sich  $\text{Al}(\text{OH})_3$  auf der Elektrode niederschlägt, können sehr große Ablesungsfehler entstehen; die Elektrode wird vergiftet. — Die Titration von Al-Salzen mit  $\text{NaOH}$  ist in sd. Lsg. möglich (KOLTHOFF, Ztschr. anorgan. allg. Chem. 112 [1920]. 172); Salzzusatz ist dabei nicht nötig, wirkt sogar oft schädlich. (Journ. physical Chem. 36. 1057—74. März 1932. Cornell Univ.)

LORENZ.

**H. H. Gray** und **M. B. Thompson**, *Die Wirkung von molekularem Stickstoff auf reines Eisen*. Die Einw. von  $\text{N}_2$  auf Fe wird in der C. 1931. II. 3535 beschriebenen Weise untersucht; N wird als  $\text{NH}_3$  bestimmt, indem das Metall nach beendeter  $\text{N}_2$ -Behandlung in h. konz.  $\text{HCl}$  gel. wird u. die Lsg. nach Zusatz von Alkali in  $\text{H}_2\text{SO}_4$  dest. wird. Bei etwa 500° oder auch bei niedrigen Temp. bildet sich auf reinem Fe bei Behandlung mit  $\text{N}_2$  ein grauer Film, der bei etwa 700° zu einer durchscheinenden Schicht schmilzt. Diese Schicht verhindert weiteren  $\text{N}_2$ -Angriff, reagiert aber wahrscheinlich mit dem unterliegenden Metall. Bei Erhitzen von Fe im Vakuum bildet sich eine solche Schicht nicht. Die  $\text{N}_2$ -Aufnahme beträgt bei Draht oder dünnem Blech etwa 0,01%. Durch die Ausbildung der N-haltigen Schicht wird die Löslichkeit von Fe stark vermindert; nach  $\text{N}_2$ -Behandlung bei 1100° wird Fe von  $1/2$ -n.  $\text{HCl}$  nicht angegriffen. — Die unl. Schicht ließ sich durch Lösen des Fe in verd.  $\text{HCl}$  isolieren u. mkr. prüfen. (Journ. physical Chem. 36. 889—908. März 1932. Huddersfield, Technical Coll.)

LOR.

**L. Anastasiadis** und **W. Guertler**, *Der Polymorphismus von Zink*. (Metals & Alloys 2. 354. Dez. 1931. — C. 1929. II. 3218.)

COHN.

**Ed. Chauvenet** und **R. Chauvenet**, *Über die Suche nach Verbindungen des Thoriumoxychlorids mit den Alkalichloriden in wäßriger Lösung*. (Vgl. C. 1932. I. 3160.) Vff. mischen die  $1/2$ -n. wss. Lsgg. von  $\text{ThOCl}_2$  u. Alkalichloriden in verschiedenen Verhältnissen u. bestimmen die auftretenden Wärmetönungen. Für das System  $\text{ThOCl}_2$ — $\text{NH}_4\text{Cl}$  ist die Wärmetönung Null. Bei allen übrigen Alkalimetallen existiert eine Verb. vom Typus  $\text{ThOCl}_2$ — $\text{MCl}$ . Der Vers. der Isolation durch vorsichtiges Eindampfen gelang nur bei der  $\text{KCl}$ -u. bei der  $\text{CsCl}$ -Verb. Diese entsprechen der Zus.:  $\text{ThOCl}_2$ ,  $\text{KCl}$ , 4  $\text{H}_2\text{O}$  bzw.  $\text{ThOCl}_2$ ,  $\text{CsCl}$ , 4  $\text{H}_2\text{O}$ . Die Analysenwerte stimmen hiermit leidlich gut überein. (Compt. rend. Acad. Sciences 194. 1246—47. 11/4. 1932.)

KRUMMACHER.

[russ.] E. S. Kronman, Rhenium (Versuch einer Monographie des Elements Nr. 75). Moskau-Leningrad: Zvetmetisdat 1932. (86 S.) Rbl. 1.25.

## C. Mineralogische und geologische Chemie.

Hawksworth Collins, *Der Ausbau der Collinsschen Zahl für Steinsalz*. (Vgl. C. 1932. I. 2004.) Vgl. berechnet mit Hilfe der früher angegebenen Zahlen weitere theoret. Konstanten des Kochsalzes. Die theoret. magnet. Rotation beträgt 4,902, die Bildungswärme 96 617 cal. Die theoret. D. des Na ist 0,9696. (Chem. News 144. 213—14. 1/4. 1932.) ENSZLIN.

Robert L. Parker, *Über die morphologische Bedeutung des accessorischen Stoffansatzes auf Kristallflächen*. Übersicht über die beobachteten Typen von Wachstumsaccessorien, Erörterung ihrer funktionellen Bedeutung, Beziehungen zum Kristallwachstum. (Ztschr. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristalchem. 82. 239—57. Mai 1932. Zürich, Eidgen. Techn. Hochsch.) TRÖMEL.

G. Szivessy und A. Dierkesmann, *Über eine photographische Methode zur Messung des Gangunterschiedes einer schwach doppelbrechenden Kristallplatte im Ultravioletten*. Beschreibung einer für das Ultraviolette bestimmten photograph. Methode, die sich einfacherer Hilfsmittel bedient, als die früher beschriebenen (vgl. C. 1932. I. 1691. 2977). Sie stellt eine Art Modifikation des BRACESchen Kompensators dar, bei dem die Kompensatorplatte durch die zu messende schwach doppelbrechende Platte ersetzt wird. (Ztschr. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristalchem. 82. 258—70. Mai 1932. Bonn, Physikal. Inst. d. Univ.) TRÖMEL.

H. Ehrenberg, *Orientierte Verwachsungen von Magnetkies und Pentlandit*. Orientierte Verwachsungen von Magnetkies u. Pentlandit werden beschrieben einmal als primäre Bldgg. von der Art alpiner Kluffmineralien u. dann als Entmischungsprod. vom Typus SUDBURY. Die dreizählige Achse des Pentlandit verläuft der c-Achse des Magnetkies parallel, die (110)-Fläche des Pentlandits liegt in der (10 $\bar{1}$ 0)-Ebene von Magnetkies. Auf Grund der Strukturen werden die Möglichkeiten gemeinsamer Gitterebenen erörtert u. die Metallebenen als die wahrscheinlichen Verwachsungsflächen festgestellt. (Ztschr. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristalchem. 82. 309—14. Mai 1932. Aachen, Techn. Hochsch., Mineral. Inst.) TRÖMEL.

J. Jakob und I. Parga-Pondal, *Beiträge zur chemischen Konstitution der Glimmer*. X. Mitt. *Über die Rolle des Titans in den Phlogopiten*. (IX. vgl. C. 1931. II. 2442.) Titan kann in eisenarmen Phlogopiten teilweise recht stark vertreten sein. Es tritt drei- u. vierwertig auf u. ersetzt in beiden Fällen wahrscheinlich das Mg, sicher nicht Al oder Si. (Ztschr. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristalchem. 82. 271—84. Mai 1932. Zürich, Eidgen. Techn. Hochsch., Mineral. Inst.) TRÖMEL.

Stanton B. Keith und Geo. W. Bain, *Chrysotilasbest. I. Chrysotiladern*. Bruchflächen u. Spalten bildeten sich an den Rändern des Serpentin aus. Der Asbest findet sich auf solchen Spalten. Die nach der Bldg. auftretende hydrothermale Verwitterung in der Nähe der Asbestadern hatte keinen Einfluß auf die letzteren. Dagegen sind Rekrystallisation u. Verdrängung wesentliche Faktoren bei der Entstehung der Chrysotiladern, wodurch sogar die Haupt-Bruchflächen verändert wurden. (Economic Geology 27. 169—88. März/April 1932.) ENSZLIN.

Geo. W. Bain, *Chrysotilasbest. II. Chrysotillösungen*. (Vgl. vorst. Ref.) Der Chrysotil kommt als jüngstes Verwitterungsprod. in einer Linse vor. Die Entstehung hat man sich derart vorzustellen, daß Serpentin in größeren Mengen aus den am meisten verwitterten Teilen eines Talk-Serpentin-Dunit Massivs weggeführt worden ist u. an anderen Stellen zur Bldg. eines Chrysotil-Absatzes, welcher in demselben Intrusivkörper auftritt, geführt hat. Die Kieselsäurelsgg., welche die Verwitterung herbeiführen, sind wahrscheinlich magmat. Ursprungs im Zusammenhang mit einer Granit-intrusion. (Economic Geology 27. 281—96. Mai 1932. Amherst, Mass., Amherst College.) ENSZLIN.

H. Ehrenberg, *Über die Synthese von Diopsid und Forsterit durch Reaktion zwischen festen Ausgangsstoffen und einen vergeblichen Versuch der Tremolitdarstellung*. Aus einem Gemenge von 1 CaF<sub>2</sub> · 1 CaCO<sub>3</sub> · 5 MgO u. 8 SiO<sub>2</sub> sollte durch Rk. in festem Zustand Tremolit Ca<sub>2</sub>Mg<sub>3</sub>Si<sub>8</sub>O<sub>22</sub>F<sub>2</sub> dargestellt werden, was aber nicht gelang. Dagegen wurde bei der Erhitzung des Gemischs auf röntgenograph. Wege nachgewiesen, daß bei 620° Forsterit auftritt. Bei 750° ist die Bldg. von Forsterit weiter fortgeschritten. Als 2. Rk.-Prod. tritt Diopsid auf, während CaF<sub>2</sub> zwar Sammelkrystallisation zeigt,

ohne sich jedoch an der Rk. zu beteiligen. Dasselbe Bild erhält man bei 800°. Die Sammelkristallisation des  $\text{CaF}_2$  ist weiter fortgeschritten, der Überschub an  $\text{SiO}_2$  ist noch nicht kristallin geworden. (Ztrbl. Mineral., Geol. Paläont., Abt. A 1932. 129—39. Mai.)

ENSZLIN.

**József Györki**, *Die Eisenverbindungen der Bauxite*. Die ungar. Bauxite enthalten das Eisen größtenteils als Hydroxyd nach dem Limonittyp, u. als Oxyd nach dem Hämatittyp, teils auch als unl. Eisenhydroxylat oder Eiscnaluminat. (Bányászati és Kohászati Lapok 65. 196—99. 4/5. 1932.)

SAILER.

**Thomas G. Thompson und Erik G. Moberg**, *Einige Probleme der ozeanographischen Chemie*. Beschreibung der Schwierigkeiten bei der Anfertigung der Analysen zur Verfolgung der biol. u. chem. Veränderungen des Meerwassers. (Scient. Monthly 34. 442—45. Mai 1932.)

ENSZLIN.

**E. Canals**, *Die Radioaktivität der Schwefelquellen von Thuès les Bains*. Die Radioaktivität dieser Schwefelquellen beträgt 9,4 bis  $68 \times 10^{-2}$  Millimicrocurie Ra-Emanation pro Liter. Sie enthalten in mg pro Liter 0 bis 8,5 S, 0 bis 18,4  $\text{S}_2\text{O}_3$ , 79 bis 107  $\text{SiO}_2$ , 9 bis 16 Cl u. 38 bis 50 Cl. Die  $p_H$  beträgt 8,2 bis 8,6. (Journ. Pharm. Chim. [8] 15. 397—400. 16/4. 1932.)

ENSZLIN.

**Robert E. S. Heineman**, *Über den sogenannten Elden Meteorit*. Der von BRADY (C. 1931. I. 1896.) beschriebene Meteorit, welcher aus einer Graphitgrundmasse mit Nickel-Eisenkörnern besteht, ist mit ziemlicher Sicherheit ein Teil des großen Meteoriten von Canyon Diablo. Abweichend von letzterem enthält er bedeutende Mengen Cl u. gebundenen Kohlenstoff. Wahrscheinlich stammt er vom Außenrand des großen Meteoriten, von dessen Einschlagkrater er 55 Meilen in der Fallrichtung entfernt ist. (Amer. Journ. Science [SILLIMAN] [5] 23. 417—20. Mai 1932. Tucson, Arizona, Bureau of Mines.)

ENSZLIN.

## D. Organische Chemie.

**G. F. Schoorel, A. J. Tulleners und H. I. Waterman**, *Die Hydrierung von aromatischen Kohlenwasserstoffen bei hohem Druck mit auf Kieselgur niedergeschlagenem Nickel als Katalysator*. Vff. prüften sowohl die Bedingungen, unter welchen reine Hydrierung bei hohem Druck sich vollzieht, als auch die Bedingungen, bei welchen intramolekulare Umlagerungen oder Molekülabbau stattfindet. Thiophenfreies Bzl. (Kp.<sub>764</sub> 80,3°, D.<sub>20</sub> 0,8793,  $n_D^{20} = 1,5009$ , Bromzahl 0) wurde unter einem Anfangsdruck von 100 kg/qcm mit  $\text{H}_2$  bis 190° erhitzt. Es entstand reines Cyclohexan. Wurde dieses Cyclohexan dann noch höher unter  $\text{H}_2$ -Druck erhitzt (bis 460°), so entstand Methylcyclopentan. Eine starke Gasentw. wurde nicht beobachtet. Wurde Bzl. in Ggw. von auf Kieselgur niedergeschlagenem Ni hydriert, so entsteht wieder reines Cyclohexan. Dieses wurde aber in der 2. Hydrierstufe bei 460° in Anwesenheit des Katalysators in ein Rk.-Prod. übergeführt, das in 2 Fraktionen (Kp. 77,5—78,5 u. Kp. 78,5—79,8) getrennt wurde, deren physikal. Konstanten aber niedriger liegen als die von reinem Cyclohexan. In der II. Versuchsserie benutzten Vff. zu den Hydrierungsverss. ein aus Campher u.  $\text{P}_2\text{O}_5$  dargestelltes, nahezu reines *p*-Cymol, das sie in 3 Fraktionen zerlegten. Hydrierung dieser Fraktionen unter Anwesenheit von auf Kieselgur niedergeschlagenem Ni mit einem Anfangsdruck von 140 kg/qcm bei 100°, steigend bis 200°, ergab das gleiche Prod., *p*-Menthan, Kp. 168—169°. Wurde das so erhaltene Menthan bei 120 kg/qcm Anfangsdruck während 1 Stde. bei 470° hydriert, so trat ein Zerfall ein. Neben Methan u. Propan entstanden niedrig siedende Prodd. (von < 35 bis 160°), unter denen nach den chem. u. physikal. Konstanten zu urteilen, gesätt. Ringsysteme vorherrschen. Tabellar. Zusammenstellung der erhaltenen Rk.-Prodd. im Original. (Journ. Inst. Petroleum Technologists 18. 179—82. März 1932. Delft, chem.-techn. Univ.-Lab.)

K. O. MÜLLER.

**S. Glasstone und H. Hickling**, *Wasserstoffperoxyd und die Kolbesche Reaktion*. Vff. haben — wie MATSUDA (C. 1932. I. 2703) — festgestellt, daß  $\text{H}_2\text{O}_2$  bei vielen anod. Prozessen eine Rolle spielt; ihre andersartigen Ansichten über seine Bldg. u. Wrkg. sollen demnächst veröffentlicht werden. (Nature 129. 616. 23/4. 1932. Sheffield, Univ.)

BERGMANN.

**W. H. Hunter und Gordon D. Byrkit**, *Die Konstitution der anormalen Ammoniumsalze*. KAUFLEDER u. KUNZ (Ber. Dtsch. chem. Ges. 42 [1909] 385. 2482) haben, auf Absorptionsverss. gestützt, die Existenz eines Dichlorhydrats von Dimethylamin u. eines Di- u. Trichlorhydrats von Trimethylamin festgestellt, während Methylammoniumchlorid nicht mehr HCl absorbiert, so daß also die Maximalzahl der absor-

bierten HCl-Moll. gleich der Zahl der Alkylgruppen im Amin ist. Vff. prüfen die Frage durch Best. der Halogenwasserstoffmenge, die von den Aminen bei verschiedenen Temp. absorbiert wird, u. durch Unters. des therm. Verh. der so gebildeten Systeme. Es ergibt sich, daß die Menge des aufgenommenen HCl von der Temp. des Vers. abhängig. Bei 0° nimmt in der Tat Trimethylammoniumchlorid noch 2 Moll. HCl auf, aber bei beliebigen anderen Temp. beliebige andere Menge. Dasselbe gilt vom Dimethylamin, das bei gewöhnlicher Temp. 2, bei -3,6° 2,45 HCl aufnimmt. Es herrschen offenbar starke Kräfte zwischen den n. Salzen u. HCl. Die therm. Unters. zeigte, daß ein Di- u. Trihydrochlorid des Trimethylamins nicht existiert, daß aber Methylanilin ein Dihydrochlorid bildet. — Da  $\text{NH}_4\text{Cl}$  keine Säure mehr bindet, kann die Haftstelle der überschüssigen Säuremoll. nicht, wie üblicherweise angenommen wird, das Anion, sondern nur das Kation sein, u. zwar wird eine durch Ersatz von H-Atomen des  $\text{NH}_4$  durch Alkyl- oder Arylgruppen hervorgerufene Verzerrung der Elektronenanordnung des N-Atoms verantwortlich gemacht, so daß die nicht substituierten Protonen ganz oder teilweise außerhalb der L-Schale liegen. Die von den Vff. untersuchten Systeme sind Zwischendinge zwischen den Koordinationsverb. u. den von einer „Ionenatmosphäre“ (nach DEBYE u. HÜCKEL) umgebenen Substanzen, bei denen die Zahl der elektrost. festgehaltenen Ionen oder Dipolmoll. undefiniert ist. Vff. geben ein allgemeines System der Moll. an; sie unterscheiden zwischen Moll. 1. Ordnung wie  $\text{CCl}_4$ , 2. Ordnung wie dem Hexamminkobaltion, 3. Ordnung wie der oben untersuchten Verb. des Methylanilins, bei denen zwar die Zahl, nicht aber die Lokalisierung der angelagerten Gruppen sicher ist, u. den „DEBYE-HÜCKELschen Verbindungen“. Zwischen Gruppe I u. II stehen Verb. wie die Metallcarbonyle, von denen man nicht sicher weiß, ob die Liganden durch primäre oder sekundäre Valenzen festgehalten werden, zwischen Gruppe II u. III Doppelverb., wie  $\text{NiCl}_2 \cdot 8 \text{NH}_3$  aus Moll., die an sich schon koordinativ gesätt. sind. Zwischen Gruppe III u. der DEBYE-HÜCKELschen endlich liegen die Rk.-Prodd. von Trimethylammoniumchlorid u. HCl. (Journ. Amer. chem. Soc. 54. 1948—57. Mai 1932. Minneapolis, Minnesota Univ.) BERGMANN.

**K. Ziegler** und **H. Ohlinger**, *Über einige neue Reaktionen aliphatischer Nitrile*. Vff. haben ein Verf. ausgearbeitet, Acetonitril u. seine Homologen partiell oder vollständig zu alkylieren. Es wurde zunächst versucht, Alkalimetallverb. primärer oder sekundärer Nitrile darzustellen. Im Gegensatz zu bisherigen Angaben liefert Alkalimetall mit sekundären Nitrilen nur zu 20—30% Alkaliverbb., u. die Angabe von RAMART (C. 1926. II. 193), daß  $\text{NaNH}_2$  Alkalideriv. der Nitrile gibt, entspricht nicht den Tatsachen (s. unten). Vff. fanden vielmehr, daß Nitrile ganz oder teilweise mit Na-Amid Na-Verb. der Amidine ( $\text{R} \cdot \text{C} \equiv \text{N} \rightarrow \text{R} \cdot \text{C}(\text{NH}_2) = \text{NNa}$ ) liefern. Alkaliorgan. Verb. kommen zur Metalleinführung prakt. nicht in Frage, u. von GRIGNARDschen Verb. ist zwar bekannt, daß sie mit Acetonitril oder Benzylcyanid wie mit Verb. mit reaktivem Wasserstoff reagieren können, jedoch setzen sie sich z. B. mit Isobuttersäurenitril n. um. Da das letztere auch mit Li-Butyl n. ein Ketimid lieferte, suchten Vff. eine andere Substanz, die aus Lithiumorgan. Verb. durch doppelte Umsetzung entstehen u. ihrerseits in Nitrile Metall in der gewünschten Weise einzuführen gestatten sollte. Das ist in der Tat möglich mit Li-Diäthylamid  $[(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{NLi}]$ , das mit äth. Li-Phenyl sehr glatt u. unter Erwärmung aus Diäthylamin entsteht u. sich seinerseits mit sekundären Nitrilen auch bei tiefer Temp. lebhaft umsetzt, wobei eine Verb. entsteht, die wie Li-Phenyl (aber im Gegensatz zum Li-Diäthylamid) den GILMAN-Test zeigt u. mit Allylchlorid glatt tertiäre Nitrile liefert. Man kann das beim Zusatz des sekundären Nitrils regenerierte Diäthylamin weiter verwenden, indem man neuerdings Li-Phenyl u. dann wieder sekundäres Nitril zufließen läßt, so daß das Amin nur als Lithiumüberträger wirkt u. man mit  $\frac{1}{10}$  bis  $\frac{1}{20}$  der molaren Menge auskommen kann. Bei den primären Nitrilen verläuft die analoge Rk. komplizierter. Während die der Li-Verb. des Amins analoge Na-Verb. bisher nicht dargestellt werden konnte, läßt sich Li-Phenyl glatt durch Äthyl-MgBr ersetzen. Da aber die beiden Folgerkk. hier sehr langsam verlaufen — z. B. erfolgt die Entbindung von Äthan nicht in der Kälte, sondern erst bei 10—15 Min. langem Kochen —, ist es diesfalls bisher nicht möglich, kleinere als molare Aminmengen zu verwenden. Dadurch tritt als Schwierigkeit auf, daß das sekundäre Amin mit dem schließlich zugesetzten Alkylhalogenid mit einer Geschwindigkeit reagiert, die der des Brommagnesylnitrils kommensurabel ist. Abhilfe bringt hier die Verwendung des Dicyclohexylamins, das sich — offenbar aus ster. Gründen — mit Alkylhalogeniden nur langsam umsetzt (mit Allylbromid ca. 80 mal langsamer als Diäthylamin). — Es ergab sich weiter, daß fein verteiltes Li-Amid gleichfalls

die Alkylierung vermittelt — wobei jedoch gekocht wurde, da weder beim Mischen von Li-Amid mit dem Nitril noch beim Zusatz von Allylhalogenid Wärmeentbindung auftrat —, daß hingegen die Li-Verb. des Cyclohexylamins, die mit dem Nitril der Diäthyllessigsäure unter Erwärming reagierte, auf Allylhalogenidzusatz nicht ansprach, sondern nur Diäthylacetylcyclohexylamidin ( $C_6H_8$ )<sub>2</sub>CH·C(=NH)·NH·C<sub>6</sub>H<sub>11</sub> lieferte. Damit war eine neue Alkylierungsmethode gegeben: gleichzeitige Einw. von Na-Amid u. Halogenalkyl (auch Li-Amid gibt bei genügend langer Einw. ein Amidin). Jetzt konnte mit Na-Amid gearbeitet werden, u. zwar mit sehr feinen Suspensionen, z. B. in Bzl., wodurch das Verf. mit 90% Ausbeuten arbeiten kann. In der Gleichzeitigkeit der Reagenzieneinw. unterscheidet es sich von den gewöhnlichen NaNH<sub>2</sub>-Alkylierungen, u. die Ergebnisse von RAMART-LUCAS (l. c.) sind so zu erklären, daß beim Zusatz von Alkylhalogenid in den Verss. dieser Autorin das NaNH<sub>2</sub> sich noch keineswegs umgesetzt hatte. Daß die Bldg. von Amidin nicht so zu deuten ist, daß zuerst aus dem Nitril mit dem Metallamid die Metallverb. des Nitrils u. NH<sub>3</sub> entsteht, welch letzterer sich an erstere wieder addiert, ergibt sich aus der Feststellung, daß auch tertiäre Nitrile mit Alkali amidinen liefern, was direkte Addition an die C≡N-Bindung sehr wahrscheinlich macht. Ferner wurde gezeigt, daß die Li-Verb. des Diäthylacetonitrils mit Ammoniak kein Amidin, sondern im Gegenteil freies Nitril u. Li-Amid liefert. Der „Gleichzeitigkeitseffekt“ geht also nicht auf primär gebildete Nitrilmetal-verb. zurück, sondern es muß wirklich ein Dreierstoß zwischen Nitril, Na-Amid u. Alkylhalogenid stattfinden, wobei möglicherweise Radikalketten im Sinne von HABER u. WILLSTÄTTER (C. 1932. I. 778) eine Rolle spielen. — Das Verf. ist nicht auf das zunächst untersuchte Allylhalogenid u. nicht auf sekundäre Nitrile beschränkt. Acetonitril ließ sich in Triallylacetoneitril, Butyronitril in Diallylbutyronitril, Capronsäure-nitril in Dioctylcapronsäurenitril, Propionitril in Dibenzylpropionitril überführen usf. Bei Cyclohexyl- u. Isobutylbromid ist die Ausbeute unbefriedigend, besser bei Isopropylbromid. Äthyl als dritter Substituent ist wegen der Flüchtigkeit des Äthylbromids oft schwer einzuführen. Auch die partielle Alkylierung primärer Nitrile gelingt glatt — außer im Fall der Allylierung u. Benzylierung. So gibt Acetonitril mit Butylbromid Capronsäurenitril neben wenig Dibutylacetonitril, mit Octylbromid Caprinsäurenitril. Besonders leicht lassen sich wegen der relativ größeren Schwierigkeit bei der Einführung des dritten Alkyls sekundäre Nitrile so darstellen.

Versuche. *Diäthylacetamidin*, C<sub>8</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>. Aus Diäthylacetonitril u. fein verteiltem Na-Amid (Darst. in der Kugelmühle, vgl. das Original) in Bzl. Kp.<sub>9</sub> 110°. *Chlorhydrat*, aus A.-Aceton, F. 205—206°. — *Diäthylacetylamidin*, C<sub>9</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>. Analog, aber mit nachträglichem Zusatz von Allylbromid. Kp.<sub>13</sub> 116°. *Chloroplatinat*, C<sub>15</sub>H<sub>38</sub>N<sub>2</sub>Cl<sub>4</sub>Pt, F. 193 bis 195°. — *Butylisopropylketon*, C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O. Aus Isobuttersäurenitril u. Li-Butyl. Kp. 159° (vgl. WALLACE, LIEBIGS Ann. 408 [1915]. 198). — *Dimethylallylacetoneitril*, C<sub>7</sub>H<sub>11</sub>N. Aus Isobuttersäurenitril u. Lithium-Diäthylamid (aus Li-Phenyl), dann Allylchlorid. Kp. 150°. — *Diäthylallylacetoneitril*, C<sub>9</sub>H<sub>15</sub>N. Analog aus Diäthylacetonitril. Kp.<sub>12</sub> 71 bis 72°. Identifizierung durch Überführung in das Amid (Novonal), F. 74°. — *Diäthylacetylcyclohexylamidin*, C<sub>12</sub>H<sub>14</sub>N<sub>2</sub>. Aus Li-Cyclohexylamid u. Diäthylacetonitril, dann Allylchlorid (das nicht reagiert). Aus Bzn. F. 119°. *Chlorhydrat*, C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>N<sub>2</sub>Cl, aus W. Nadeln, F. 235°. Unter geeigneten Bedingungen entsteht auch Diäthylallylacetoneitril nebenher. — *Triäthylacetamidin*, C<sub>8</sub>H<sub>18</sub>N<sub>2</sub>. Aus Triäthylacetonitril u. Na-Amid. Kp.<sub>10</sub> 121—124°; F. 62—63°. *Chlorhydrat*, C<sub>8</sub>H<sub>19</sub>N<sub>2</sub>Cl, aus A.-Aceton, F. 186—187°. — *Triallylacetoneitril*, C<sub>11</sub>H<sub>15</sub>N. Aus Acetonitril. Kp.<sub>12</sub> 95°. — *Diallyllylacetoneitril*, C<sub>10</sub>H<sub>15</sub>N. Aus Butyronitril. Kp.<sub>12</sub> 83—84°. — *Dibenzylpropionitril*, C<sub>17</sub>H<sub>17</sub>N. Aus Propionitril. Kp.<sub>17</sub> 205°; aus Methanol F. 101—102°. — *Diäthylbutylacetoneitril*, C<sub>10</sub>H<sub>11</sub>N. Aus Diäthylacetonitril u. Butylbromid. Kp.<sub>11</sub> 86°. — *Diäthylisopropylacetoneitril*, C<sub>9</sub>H<sub>17</sub>N. Kp.<sub>12</sub> 71—73°. — *Diisopropylallylacetoneitril*, C<sub>10</sub>H<sub>19</sub>N. Aus α-Isopropylbutyronitril. Kp.<sub>12</sub> 85°. — *Di-n-octyllylacetoneitril*, C<sub>22</sub>H<sub>43</sub>N. Aus Capronsäurenitril u. Octylbromid. Kp.<sub>0,03</sub> 191—193°. — α,α-Dimethyl-γ-methoxybutyronitril, C<sub>7</sub>H<sub>12</sub>ON. Aus Isobuttersäurenitril u. β-Bromäthylmethyläther. Kp.<sub>14</sub> 67°. — (p-Tolylmercapto-äthyl)-dimethylacetoneitril, C<sub>13</sub>H<sub>17</sub>NS. Aus Isobuttersäurenitril u. β-Chloräthyl-p-tolylsulfid. Kp.<sub>14</sub> 186—188°. — α,α-Diäthyl-γ-(diäthylamino)-butyronitril, C<sub>12</sub>H<sub>24</sub>N<sub>2</sub>. Aus Diäthylacetonitril u. Diäthylaminoäthylchlorid (neben Amidin). Kp.<sub>17</sub> 129—130°. — Acetonitril, mit 1 Mol. Butylbromid alkyliert, gab 60% Capronsäurenitril u. 9% Dibutylacetonitril (Kp.<sub>12</sub> 97—100°). Ebenso wurde dargestellt Diäthylacetonitril aus Butyronitril oder Acetonitril u. Bromäthyl, Kp. 144—145° (neben Triäthylacetonitril, Kp. 165—170°), *Isopropylbutyronitril*, Kp. 156—158°, *Propylpropionitril*, Kp. 146°

(neben *Dipropylpropionitril* Kp.<sub>10</sub> 67—70°)  $\alpha$ -Äthyl- $\gamma$ -phenoxybutyronitril, C<sub>12</sub>H<sub>15</sub>ON, aus Butyronitril u.  $\beta$ -Phenoxyäthylbromid, Kp.<sub>14</sub> 169—171°. — Ferner wird beschrieben die Darst. von Butyläthylacetonitril (Kp.<sub>12</sub> 69—70°) aus Butyronitril u. Butylchlorid u. die von Hydrozimsäurenitril (Kp.<sub>11</sub> 123—125°) u. Dibenzylacetonitril (F. 101°, aus Methanol) aus Acetonitril u. Benzylchlorid. (LIEBIGS Ann. 495. 84—112. 11/5. 1932. Heidelberg, Univ.)

BERGMANN.

Randal George Arthur New und Leslie Ernest Sutton, *Die Struktur der Isonitrile*. II. (I. vgl. C. 1930. II. 3129.) In der 1. Mitt. war für die Isonitrilgruppe die Struktur  $\text{—N}\equiv\text{C}$  angegeben worden; für sie spricht z. B., daß die Momente des p-Chlor- u. des p-Methylphenylisonitrils nahezu gleich der Summe der Momente der einzelnen Substituenten sind. Als weiterer Beweis wird angeführt, daß p-Phenylendiisonitril in Bzl. u. CCl<sub>4</sub> das Moment 0 hat. Der beobachtete Wert liegt zwar zwischen 0,6 u. 0,9, doch dürften geringe Mengen von p-Aminophenylisonitril daran schuld sein, dessen sicherlich großes Moment (ca. 5—6) bedingt, daß schon ein Geh. des verwendeten Präparats von 1% Aminoverb. das gefundene Moment erklären kann. Die klass. Formel der Isonitrilgruppe ließe demgegenüber ein Moment von ca. 2,8 erwarten (Moment von Phenylisonitril: 1,23, so wie sich das Moment von Tetramethyl-p-phenylendiamin bzw. Terephthalaldehyd aus dem des Dimethylanilins bzw. Benzaldehyds ergibt). Die klass. Formel erscheint damit widerlegt, zumal auch RAMAN-Spektren (DADIEU, C. 1931. II. 200; RASSETTI, C. 1929. I. 1788) u. wellenmechan. Überlegungen (PAULING, C. 1931. II. 185; HUND, C. 1932. I. 1046) gegen sie sprechen. — Da das Moment des Äthylisonitrils von den Vff. in Bzl. zu 3,47 bestimmt wurde, also von dem des Phenylisonitrils nicht verschieden ist, besitzt letzteres keinen elektromeren Effekt (SUTTON, C. 1932. I. 2006). — Aus dem um 0,2, das Moment des Äthyls verminderten Moment des Äthylisonitrils errechnet sich der C—N-Abstand zu 1,13, was mit dem von MECKE bestimmten C—N-Abstand in der Nitrilgruppe 1,15 überraschend gut übereinstimmt. — p-Phenylendiisonitril ließ sich nach KAUFLEDER (Sitzungsber. 110 [1901]. II. b. 912) nur in minimalen Mengen herstellen. Es wurde daher zuerst *p-Aminophenylisonitril*, C<sub>7</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>, dargestellt, u. zwar aus p-Phenylendiamin, CHf. u. Alkali in wss. A. aus PAe. oder durch Vakuumsublimation Nadeln (nicht ganz rein), F. 74° (ca.). Die Konst. ergibt sich aus der Hydrolyse zu p-Phenylendiamin, aus der therm. (215°) Umlagerung zu p-Aminobenzonitril, aus der Red. zu *N-Methyl-p-phenylendiamin*, dessen Oxalat, C<sub>9</sub>H<sub>12</sub>O<sub>2</sub>N<sub>2</sub>, F. 153 bis 154° (Zers.) besaß u. die von BERNTHSEN u. GOSKE (Ber. Dtsch. chem. Ges. 20 [1887]. 930) angegebenen Farbrkk. zeigte. Das p-Aminoisonitril gibt ein bei ca. 120° schm. Oxalat, das sich beim Stehen mit W. in eine gelbe, bei 155—160° (Zers.) schm. Verb. umwandelt. — *p-Phenylendiisonitril*, C<sub>8</sub>H<sub>8</sub>N<sub>2</sub>. Aus dem vorigen wie üblich (vgl. 1. Mitt.). Aus PAe., dann Vakuumsublimation. Nadeln, die bei 135°, stärker bei 155° dunkeln u. sich bei 165° zersetzen. Bromierung liefert die von KAUFLEDER (l. c.) beschriebene Verb. C<sub>8</sub>H<sub>4</sub>N<sub>2</sub>Br<sub>4</sub> vom F. 141—142°. — Äthylisonitril zeigte Kp.<sub>782</sub> 78,2 bis 78,7°. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1415—22. Mai. Oxford, Univ., The Dyson Perrins Labor.)

BERGMANN.

G. Raymond Hood und Homer C. Imes, *Reduktionsfähigkeit von Wasserstoff*. Teil II. *Chloressigsäure*. (I. vgl. C. 1931. I. 2730.) Die elektrolyt. Red. von Monochloressigsäure zu Essigsäure u. HCl wird an verschiedenen Kathoden (Pt, Cu, Fe, Ni, Mg, Pb) untersucht. Die Ausbeute der Red. steigt mit zunehmender Überspannung. (Journ. physical Chem. 36. 927—29. März 1932. Oxford, Ohio, Miami Univ. Dept. of Chem.)

LORENZ.

C. Trogus und K. Heß, *Über das Verhalten von Natroncellulose gegen Alkohole*. Vff. zeigen, daß bei dem für analyt. Zwecke üblichen Auswaschen der *Na-Cellulose* mit A. oder CH<sub>3</sub>OH nicht nur mechan. anhaftendes Alkali entfernt wird, sondern daß sich ein komplizierter Zersetzungs Vorgang abspielt. Bekanntlich erhält man aus Cellulosefasern in Abhängigkeit von der Konz. an NaOH u. W. (vgl. HESS u. TROGUS, C. 1931. I. 2040) 3 *Natroncellulosen*, die sich durch ihre Röntgendiagramme charakterist. unterscheiden: *Na-Cell I*, *Na-Cell II*, *Na-Cell III*. Die durch 1 Min. langes Auswaschen von *Na-Cell I* oder *II* mit CH<sub>3</sub>OH erhaltenen Präparate zeigen weder mit den bekannten *Na-Cell*, noch unter sich ident. Röntgenbilder; dabei ergibt die zeitliche Verfolgung des Auswaschvorganges typ. Unterschiede zwischen *Na-Cell I* u. *II*. *Na-Cell I* zers. sich innerhalb 10 Sek. (1. Phase — Entfernung des Imbibitionswassers), gleichzeitig oder unmittelbar darauf wird das Kristallwasser abgegeben, unter Bldg. von *Na-Cell III* (2. Phase), innerhalb von 1 Min. beginnt die Zerlegung von *Na-Cell III* zu Hydratcellulose (3. Phase), wobei vermutlich noch eine gittermäßig geordnete Zwischen-

stufe Na-Cell III' durchlaufen wird. Dagegen bleibt Na-Cell II beim Auswaschen zunächst unverändert, geht aber nach ca. 1 Min. in ein Präparat mit unscharfen Interferenzen über; selbst nach 8-tägiger Einw. sind die Interferenzen der Hydratecellulose noch nicht scharf ausgebildet. — Die gesamten Erscheinungen werden als Wrkgg. von Dissoziationsvorgängen aufgefaßt. Nimmt man an, daß die verschiedenen Na-Cellulosen Komplexverb. mit gittermäßig gebundenem W. sind, so kommt dem W. u. der gebundenen NaOH ein bestimmter Dissoziationsdruck zu. Übereinstimmend damit konnten Vff. zeigen, daß Na-Cell I beim Behandeln mit  $\text{CH}_3\text{OH}$  + mindestens 7—20% NaOH nur in Na-Cell III übergeht, ohne sich weiter zu zers., u. daß bei Zusatz von 60 oder mehr % W. zur Waschl. überhaupt keine Umwandlung der Na-Cell I eintritt. Die Na-Cell-Verb. sind also nur dann gegen A. u.  $\text{CH}_3\text{OH}$  beständig, wenn letztere NaOH u. W. in einer Konz. enthalten, die dem entsprechenden Dissoziationsdruck das Gleichgewicht halten. Die Methode der Behandlung von Na-Cellulose mit  $\text{CH}_3\text{OH}$  bzw. A. erscheint demnach in der bisher benutzten Form für die Gewinnung analysenreiner Na-Cellulosepräparate ungeeignet. Tabellen u. Röntgendiagramme im Original. (Cellulosechemie 13. 81—83. 15/5. 1932. Berlin-Dahlem, Kaiser-Wilhelm-Inst. f. Chemie.)

DZIENGL.

**K. Heß und C. Trogus**, *Zur Frage der Xanthogenatbildung bei Cellulose*. SAKURADA u. HUTINO haben kürzlich (C. 1932. I. 2941) das charakterist. Röntgendiagramm eines *Cellulosexanthogenats* der Formel  $\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{O}_9 \cdot \text{CS}_2 \cdot \text{Na}$  beschrieben. Das Diagramm war mit keinem der 3 Na-Cell-Diagramme ident. Vff. zeigen dagegen, daß sich solche übrigens unscharfen Diagramme auch bei Abwesenheit von  $\text{CS}_2$  lediglich durch geeignete Behandlung von Na-Cell I mit  $\text{CH}_3\text{OH}$  beobachten lassen. 30 Min. bis 4 Stdn. lang xanthogenierte Fasern aus Na-Cell I geben, im abgeschlossenen Keesomröhrchen durchstrahlt, noch mit Na-Cell I völlig ident. Röntgenbilder; länger xanthogenierte Fasern geben nach dem Trocknen Diagramm Na-Cell III. Durch Behandeln der xanthogenierten Fasern mit  $\text{CH}_3\text{OH}$  oder A. entstehen, je nach Auswaschdauer, dieselben Präparate, die durch verschieden langes Behandeln von Na-Cell I mit  $\text{CH}_3\text{OH}$  oder A. entstehen (vgl. vorst. Mitt.). In dem von SAKURADA u. HUTINO beschriebenen Diagramm handelt es sich daher offenbar um eine bei diesen Substanzen oft zu beobachtende Superpositionserscheinung. Vff. folgern aus diesem Verh., daß der Xanthogenierungsvorgang sich nicht in der Micelle, sondern auf ihrer Oberfläche abspielt. Das Hautsystem der Faser wird dadurch so verändert, daß es im darauffolgenden Lösungsprozeß im W. bzw. in der Natronlauge zerstört wird, u. daß die im Innern der Micelle befindliche Na-Cell I in Lsg. gehen kann. *Viscoselsgg.* bestehen demnach im wesentlichen aus Cellulose A, die in Form von Na-Cell I dispergiert ist. Röntgendiagramme im Original. (Cellulosechemie 13. 84—85. 15/5. 1932. Berlin-Dahlem, Kaiser-Wilhelm-Inst. f. Chemie.)

DZIENGL.

**Eduard Dörr**, *Über die Wasserempfindlichkeit der Celluloseäther*. Die W.-Empfindlichkeit (Lösbarkeit, Quellbarkeit) der *Celluloseäther* ist in der Hauptsache von 2 Faktoren abhängig: 1. von der Art des eingeführten Alkoholrestes, 2. vom Verätherungsgrad, u. zwar nimmt sie ab sowohl mit der Größe des Alkoholrestes, wie auch mit dem Verätherungsgrad. Vollkommen l. in k. W. ist *Methylcellulose* mit mittlerem Methoxylgeh. Ein Maß für die W.-Empfindlichkeit ist die Länge, die ein Filmstreifen nach mehrstd. Liegen in W. von 20° erfährt. Eine *Diäthylcellulose* zeigt 2%, eine *Triäthylcellulose* unter 1%, eine *Dibenzylcellulose* nur 0,1—0,2% Wasserlänge. (Cellulosechemie 13. 85—86. 15/5. 1932. Lab. d. I. G. FARBEN AKT.-GES., Werk Elberfeld.)

DZIENGL.

**S. E. Sheppard und S. S. Sweet**, *Lösung und Fällung von Celluloseestern durch homologe Reihen von Kohlenstoffverbindungen*. Vff. diskutieren zunächst die Faktoren, die die Löslichkeit von Celluloseestern beeinflussen. Als Vergleichsmaß wird das Fällungsvermögen gewählt, das angibt, wieviel cem eines Lösungsm. erforderlich sind, um in 10 cem einer 5%ig. Celluloseacetatlg. in Aceton Trübung hervorzurufen. Das Fällungsvermögen  $F$  steht zum Mol.-Gew.  $M$  in einfacher Beziehung:  $F = a + bM$ . Diese Beziehung gilt bei n. Paraffinen von  $\text{C}_5$  bis  $\text{C}_{10}$ ; n. Alkoholen  $\text{C}_1$ — $\text{C}_{16}$ ; n. Fettsäuren  $\text{C}_1$ — $\text{C}_{17}$ ; n. Alkylchloriden  $\text{C}_2$ — $\text{C}_5$ ; Äthylestern von Fettsäuren  $\text{C}_1$ — $\text{C}_{17}$ ; n. Alkyl-estern von Essigsäure  $\text{C}_1$ — $\text{C}_{16}$ ; n. Aldehyden  $\text{C}_1$ — $\text{C}_7$ . — Wenn man die Kurve bis zum Schnittpunkt mit der Mol.-Gew.-Achse verlängert, dann ergeben sich für die  $a$ -Werte bei den Paraffinen u. Fettsäuren negative Werte. Diese würden den Wert des Mol.-Gew. darstellen, bei dem diese Verb. Cellulose in Aceton zu lösen vermögen. In den meisten Fällen divergieren aber die Kurven für die ersten Glieder einer homologen

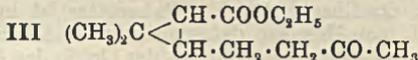
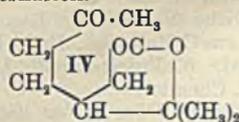
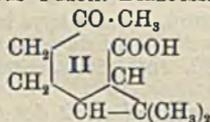
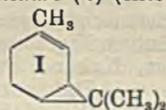
Reihe. Die *b*-Werte, die die Zunahme des Fällungsvermögens mit wachsender Kettenlänge wiedergeben, sind bei den Fettsäuren u. den Alkoholen nahezu gleich (0,58), Paraffine, Alkylchloride u. Äthylester haben höheren *b*-Wert (1,8), noch höher liegen die *b*-Werte bei den Alkylacetaten (2,5) u. den Äthern (3,7). Unters. an den Estern der Fettsäuren zeigen, daß die *a*-Werte wie die *b*-Werte mit steigendem Mol.-Gew. abnehmen. Ester zweibas. Fettsäuren haben ein geringeres Fällungsvermögen als die der einbas. Säuren. Verzweigung der KW-stoffkette bei den Alkoholen vermindert das Fällungsvermögen. Vergleich zwischen Benzol bzw. Phenol u. den entsprechenden gesätt. Verbb. zeigt, daß die ungesätt. Verbb. ein geringeres Fällungsvermögen besitzen. — Schließlich wird noch das Fällungsvermögen eines Teils der vorgenannten Verbb. für Cellulose in wss. Alkohollsg. bestimmt; es besteht ein Minimum des Fällungsvermögens für eine bestimmte W.-Konz. (Journ. physical Chem. 36. 819—29. März 1932. Rochester, N. Y., Kodak Research Lab.)

LORENZ.

**Desmaroux**, Über den Mechanismus der Zersetzung von Nitrocellulosen. Aus den Beobachtungen über die  $N_2$ -Bldg., den Gewichtsverlust, das Verhältnis  $CO_2 : CO$  u. die Viscositätsabnahme beim Erhitzen von Schießbaumwolle u. die Bindung von ammoniakal. Cu, Campher usw. an Nitrocellulose ergibt sich, daß bei der therm. Zers. der Nitrocellulose mindestens zu Beginn teilweise Verbrennung eines der Ringe aus dem Glucoseresst durch den  $O_2$  der  $NO_2$ -Gruppen u. sodann Aufspaltung der Kette erfolgt. Die anderen Ringe dürften zunächst nur geringe Veränderungen erleiden. (Compt. rend. Acad. Sciences 194. 1649—51. 9/5. 1932.)

R. K. MÜLLER.

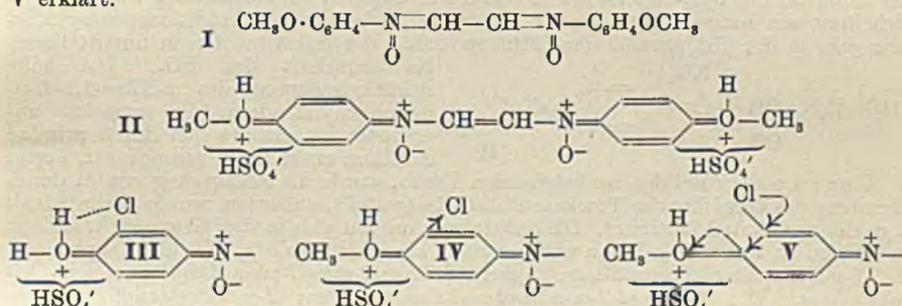
**John Owen** und **John Lionel Simonsen**, Eine Synthese der *cis*- und *trans*-*d,l*-1,1-Dimethyl-2- $\gamma$ -ketobutylcyclopropan-3-carbonsäuren. Es wird die Synthese der beim oxydativen Abbau (C. 1923. III. 375) des  $\Delta^4$ -Carons (I) in der *d*-Form erhaltenen Säure II beschrieben. Auf dem von K. N. MENON angegebenen Wege konnte durch Kondensation von Methylheptonen mit Diazoessigsäureäthylester in Ggw. von Cu-Bronze ein Ester III erhalten werden, dessen Verseifung 2 stereoisomere Säuren II gab, die über die Semicarbazone gereinigt werden konnten. Mit verd.  $H_2SO_4$  lieferten beide Säuren *d,l*-Homoterpenylmethylketon (IV). Der höher schmelzenden Form der Säure (F. 78 bis 79°) wurde die *trans*-Konfiguration zugeschrieben. Mit NaOBr entstehen die *cis*- u. *trans*-*d,l*-3-Carboxy-1,1-dimethylcyclopropan-2-propionsäuren, deren Hydratisierung Homoterpenylsäure lieferte. Wahrscheinlich entsteht beim Abbau von I die *d*-Form der *cis*-Säure II. — Als Nebenprod. bei der Darst. von II wurde Cyclobutan-1,2,3,4-tetracarbonsäure (?) (entstanden aus 4 Moll. Diazoessigester) erhalten.



**Versuche.** *d,l*-*trans*-1,1-Dimethyl-2- $\gamma$ -ketobutylcyclopropan-3-carbonsäuresemicarbazon,  $C_{11}H_{19}O_3N_3$ . Zu 60 g Methylheptonen + 2 g Cu-Bronze wurden bei 45—50° nach u. nach 20 g Diazoessigester hinzugefügt, 6 Stdn. erwärmt, im Vakuum fraktioniert, verseift usw. Zers.-Punkt 223—224°. Daraus die Säure,  $C_{10}H_{16}O_3$  (II), F. 78—79°. Oxim,  $C_{10}H_{17}O_3N$ . F. 114°. *d,l*-*trans*-3-Carboxy-1,1-dimethylcyclopropan-2-propionsäure,  $C_9H_{14}O_4$ . Aus II mit NaOBr unter Abspaltung von  $CHBr_3$ . F. 131—132°. — *cis*-*d,l*-1,1-Dimethyl-2- $\gamma$ -ketobutylcyclopropan-3-carbonsäuresemicarbazon,  $C_{11}H_{19}O_3N_3$ . Zers.-Punkt 193—194°. Die freie Säure ist ölig. Oxim,  $C_{10}H_{17}O_3N$ . F. 102°. *cis*-*d,l*-3-Carboxy-1,1-dimethylcyclopropan-2-propionsäure,  $C_9H_{14}O_4$ . F. 107—108°, nach Sintern bei 105°. Bildet ein in W. unl. Cu-Salz. — *d,l*-Homoterpenylmethylketonsemicarbazon,  $C_{11}H_{19}O_3N_3$ . Durch Einw. verd.  $H_2SO_4$  auf die *cis*- bzw. *trans*-Säure II in der Kälte, Extraktion mit  $CHCl_3$  usw. Zers.-Punkt 206—207°. Keton,  $C_{10}H_{16}O_3$ . F. 63—64° aus W. — Homoterpenylsäure. F. 99—100° aus Ä. — Cyclobutan-1,2,3,4-tetracarbonsäure,  $C_8H_8O_8$ . Zers.-Punkt 287°. Ag-Salz,  $C_8H_4O_8Ag_4$ . Methyl ester,  $C_{12}H_{16}O_8$ . F. 103° aus A. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1424—29. Mai. Bangor, Univ. Coll. of North Wales.) BERSIN.

**Herbert Henry Hodgson**, Reaktionen der Nitrosophenole. 1. Mitt. Diazomethan als Reagens für Nitrosophenolstruktur. (Vgl. C. 1932. I. 2709.) Wie Pikrinsäure (C. 1932. I. 1090) läßt sich auch Diazomethan dazu verwenden, die Nitroso- u. die Chinonmonoximformen von Nitrosophenolen zu unterscheiden. Mit *p*-Nitrosophenol entsteht neben

dem Glyoxim-N,N'-di-(p-oxyphenyl)-äther, den schon PECHMANN u. SEEL (Ber. Dtsch. chem. Ges. 31 [1898]. 296) beschrieben haben, auch der Glyoxim-N,N'-di-p-anisyläther (I) u. p-Chinonmonoximmethyläther. In analoger Weise entsteht aus 2-Chlor-4-nitrosophenol u. Diazomethan in Ä. im wesentlichen Glyoxim-N,N'-di-(3-chlor-4-methoxy-phenyl)-äther u. 2-Chlor-p-chinon-4-oximmethyläther. In Methylalkohol hingegen reagieren die beiden Nitrosophenole als Chinonoxime; vor allem die 2-Chlor-verb., bei der durch die Wechselwrkg. zwischen Cl u. OH offenbar die Rückbildg. der Nitrosoform erschwert ist, gibt im wesentlichen 2-Chlor-p-chinon-4-oximmethyläther neben geringen Mengen Glyoxim-N,N'-di-(3-chlor-4-oxyphenyl)-äther. Daß die Bldg. an Glyoximderivv. auf die Anwesenheit von Nitrosoformen zurückgeht, ergibt sich aus der Tatsache, daß 3-Chlor-p-chinon-4-oxim mit Diazomethan einfach in der Oximgruppe veräthert wird. Im Fall des Nitrosophenols selbst spricht dafür der tiefe F. Mit konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> geben die OH- u. OCH<sub>3</sub>-substituierten Glyoxime tiefe Farbrrk., bedingt durch die Bldg. von II, das mit W. des Ausgangsmaterial regeneriert: 3-Chlor-4-oxyverb. orangerot, 4-Oxyverb. magentafarben, 2-Chlor-4-methoxyverb. rotviolett, 4-Methoxyverb. blauviolett, 3-Chlor-4-methoxyverb. blau. Die relativ große Verschiedenheit bei der ersten u. der letzten Verb. wird durch Formel III für erstere, der hypsochrome (bathochrome) Effekt von Chlor in Nachbarschaft zum N(O) durch die Formeln IV u. V erklärt.

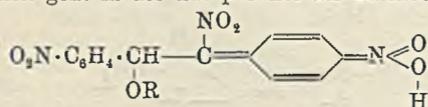


Versuche. *Glyoxim-N,N'-di-(p-anisyl)-äther*, C<sub>16</sub>H<sub>16</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub> (I). Aus p-Nitrosophenol u. Diazomethan in Ä. als in Ä. u. Alkali unl. Prod. oder aus p-Nitrosoanisol u. Diazomethan. Aus Methanol gelbe Tafeln, F. 204° (Zers.). Nebenher entsteht als in Ä. l. Anteil p-Chinonoximmonoximmethyläther u. etwas Glyoxim-N,N'-di-(p-oxyphenyl)-äther, F. 250° (Zers.), als in Ä. unl., aber in Alkali l. Prod. — *Glyoxim-N,N'-di-(3-chlor-4-methoxyphenyl)-äther*, C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>. Aus 2-Chlor-4-nitrosophenol u. Diazomethan in Ä. oder aus 2-Chlor-4-nitrosoanisol. Gelbe Tafeln, F. 223° (Zers.). — *Glyoxim-N,N'-di-(3-chlor-4-oxyphenyl)-äther*, C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>. Analog in Methylalkohol. Aus Methanol rotbraune Nadeln, F. 175° (Zers.). Nebenher entsteht 2-Chlor-p-chinon-4-oximmethyläther. — *Glyoxim-N,N'-di-(2-chlor-4-methoxyphenyl)-äther*, C<sub>16</sub>H<sub>14</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub>. Analog aus 3-Chlor-4-nitrosoanisol. Gelbe Nadeln, F. 182° (Zers.). — Aus 3-Chlor-4-nitrosophenol konnten mit Diazomethan als definiertes Prod. nur kleine Mengen 3-Chlor-p-chinon-4-oximmethyläther erhalten werden. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1395—98. Mai. Huddersfield, Technical College.) BERGMANN.

**Bernhard Flürscheim und Eric Leighton Holmes, Der Mechanismus einiger Additionsreaktionen der Nitroäthylene.** Während 2-Brom-2-nitro-1-p-nitrophenyläthylen A. an der Doppelbindung addiert (ebenso die o-Nitrophenylverb.), ist 2-Nitro-1-phenyl- u. -1-p-nitrophenyläthylen dazu ebensowenig befähigt wie ω-Bromstyrol. Es war früher angenommen, daß die erstgenannten tertiären Nitroverbb. an den Enden des konjugierten Systems addieren, die letztgenannten sek. Deswegen nicht, weil sie die iso-

mere Struktur besitzen. Diese Annahme läßt sich jedoch nicht aufrecht-erhalten. Eine neuerliche Unters. sollte die Verhältnisse aufklären. Von den 14 untersuchten Äthylenen addierten nur 3 leicht A.; unter den anderen 11 befanden sich sowohl sek. wie tert., sowohl cis- wie trans-Verbb. Vff. nehmen an, daß in allen Fällen zunächst an den Enden des die NO<sub>2</sub>-Gruppe enthaltenden konjugierten Systems langsam Addition von A. stattfindet, die entweder wieder rückgängig werden kann oder aber in einer (nicht reversiblen) Rk. zur Umlagerung führt. Als Argumente dafür werden die folgenden angeführt: 2-Nitro-2-phenyl-1-p-anisyläthylen addiert auch beim Kochen

kaum A., aber sein A.-Additionsprod. spaltet unter denselben Bedingungen auch keinen A. ab. Die alkal. Lsg. der Isoform des A.-Adduktes hingegen gibt beim Ansäuern glatt das 2-Nitro-2-phenyl-1-p-anisyläthylen zurück. Letztere Rk. muß eine solche der un-ionisierten Isoform sein, was auch daraus hervorgeht, daß beim Ansäuern mit Kohlen-säure die Abspaltung von A. im wesentlichen unterbleibt, u. daraus, daß das A.-Additions-prod. des 2-Brom-2-nitro-1-p-nitrophenyläthylens beim Ansäuern seiner alkal. Lsg. keinen A. abgibt — es hat eine sehr stark saure Nitrogruppe, ist also sehr weitgehend ionisiert — während Ersatz des Br durch p-Nitrophenyl diesen Effekt nicht hervor-bringt. Es wird gezeigt, daß der Verlauf u. das Ausmaß der Rk. in den einzelnen Fällen mit Hilfe der drei üblichen Faktoren (alternierender, ster. u. polarer Effekt) gedeutet werden kann. Der alternierende Effekt u. der ster. (einer cis- oder o-ständigen Gruppe) beeinflußt die Anlagerungs- u. Abspaltungs-rk. im gleichen Sinne, letzterer deswegen, weil er nicht nur die Addition hindert, sondern auch die Ionisation der Isoform fördert, ersterer deshalb, weil z. B. eine 1-p-Methoxygruppe die Affinität am  $\alpha$ -C-Atom schwächt (also die Abspaltung von Alkoxy erleichtert), aber dafür die am Sauerstoff der  $\beta$ -Nitro-gruppe erhöht (also die Aufnahme des H aus dem Alkohol erleichtert); die NO<sub>2</sub>-Gruppe wirkt umgekehrt. Entscheidend ist hier der elektropolare Faktor; denn ein saurer Substituent in der Nähe der Nitrogruppe erleichtert die Addition durch Vergrößerung der Polarität des NO<sub>2</sub>-Sauerstoffs u. verhindert zugleich die Abspaltung von A. durch Erhöhung des Ionisationsgrades der Isoform. Die beobachtete Additions-geschwindigkeit geht in der Tat parallel der Elektropolarität der Substituenten in unmittelbarer



Nachbarschaft des NO<sub>2</sub>. Die hohe Additionsneigung des 2-Nitro-1,2-di-p-nitrophenyläthylens, die zunächst unerwartet ist, erklärt sich durch primäre Addition unter Bldg. von nebenst. Form.

**Versuche.** Bei den nachstehenden Verbb. wurde die Anlagerung von A. durch Zunahme des Gewichts der Trockensubstanz festgestellt, außerdem wurde der in Alkali l. u. der unl. Anteil bestimmt. Die Substanzen ordnen sich in drei Gruppen: I. addiert in 7 Stdn. zu 40—100%, II. zu weniger als 6, aber mehr als 0%, III. überhaupt nicht. I.: 1-p-Nitrophenyl-2-brom-2-nitroäthylen; 2-Brom-2-nitro-1-phenyläthylen,  $\alpha$ ,p'-Tri-nitrostilben. II.: 1-Phenyl-2-m-nitrophenyl-2-nitroäthylen; 1-p-Nitrophenyl-2-m-nitro-phenyl-2-nitroäthylen; 1-p-Nitrophenyl-2-phenyl-2-nitroäthylen; hoch- u. niedrig-schmelzenden  $\alpha$ -Nitrostilben; hoch- u. niedrigschmelzenden 1-p-Anisyl-2-phenyl-2-nitroäthylen; 1-(3,4-Methylendioxyphenyl)-2-phenyl-2-nitroäthylen. III.: 1-Phenyl-2-methyl-2-nitroäthylen; 1-(3,4-Methylendioxyphenyl)-2-methyl-2-nitroäthylen,  $\omega$ -Nitro-styrol. Neu hergestellt wurden: 2-Nitro-1-phenyl-2-m-nitrophenyläthylen, C<sub>14</sub>H<sub>10</sub>O<sub>4</sub>N<sub>2</sub>. Aus m-Nitrophenylnitromethan u. Benzaldehyd mit alkoh. Methylamin. Aus Bzl-Pae. F. 179—180°. — 2-Nitro-1-p-nitrophenyl-2-m-nitrophenyläthylen, C<sub>14</sub>H<sub>9</sub>O<sub>6</sub>N<sub>3</sub>; analog mit p-Nitrobenzaldehyd. Aus Toluol F. 236—237°. —  $\alpha$ ,p'-Trinitrostilben, C<sub>14</sub>H<sub>9</sub>O<sub>6</sub>N<sub>3</sub>. Aus dem Nitrierungsprod. des 2-Nitro-1-p-nitrophenyl-2-phenyläthylens (BAKER u. WILSON, C. 1927. II. 48) durch Krystallisation aus Essigester. Grüngelbe Krystalle, F. 210,5—211°. Oxydation mit KMnO<sub>4</sub> lieferte nur p-Nitrobenzoesäure. — Niedrigschmelzendes 2-Nitro-2-phenyl-1-p-anisyläthylen, C<sub>15</sub>H<sub>13</sub>O<sub>5</sub>N. Aus dem be-kannten Isomeren (F. 151,5—152°) durch Verdunsten der alkoh. Lsg. im Sonnen-licht. Aus Pae. braunorangefarbene Nadeln, F. 112—113°. Geht u. a. beim Kochen mit A. oder Stehen mit Jod im Dunkeln in das höherschmelzende, stabile Isomere über. — 2-Nitro-1-äthoxy-2-phenyl-1-p-anisyläthylen, C<sub>17</sub>H<sub>19</sub>O<sub>4</sub>N. Aus der hoch-schmelzenden Form des letzteren mit alkoh. KOH. Aus Pae. F. 107,5—108°. — Im Falle des  $\alpha$ -Nitrostilbens entsteht bei der Synthese die schwächer farbige, niederschmelzende Form in größerer Menge. Die wechselseitige Umwandlung gelingt nicht sehr leicht; sie findet beim Belichten der äther. Lsgg. oder bei erhöhter Temp. langsam statt. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1458—68. Mai.) BERGMANN.

Charles D. Hurd, Malcolm F. Dull und K. E. Martin, Die Wechselwirkung zwischen Amidin und Anilin. Durch 40 Min. langes Kochen von Anilin mit Acetamid, Propionamid u. Isobutyramid am Rückfluß konnten nach: R·CONH<sub>2</sub> + C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>NH<sub>2</sub> → R·CO·NH·C<sub>6</sub>H<sub>5</sub> + NH<sub>3</sub> jeweils 13,7, 17 u. 5% der entsprechenden Anilide erhalten werden. — Wurden die Säureamide durch ein geheiztes Pyrexrohr geleitet u. dann die Dämpfe in eiskaltem Anilin aufgefangen, so konnten bei einer Optimaltemp. von 500° 45—49% Propionanilid u. 28% Acetanilid (bezogen auf die nicht wiedergewonnene Säureamidmenge) erhalten werden; Isobutyramid (erhalten durch 50-tägiges Rühren

von Isobuttersäureäthylester mit konz. Ammoniaklsg. in 80%ig. Ausbeute) setzt sich nicht um. Vff. diskutieren die Möglichkeit der Zwischenbildg. von *Keten* nach:  $\text{CH}_3\text{CONH}_2 \rightarrow \text{CH}_2\text{CO} + \text{NH}_3$ , obwohl *Benzamid*, bei dem Ketenbildg. ausgeschlossen ist, unter obigen Bedingungen ebenfalls 33% *Benzanilid* gibt. (Journ. Amer. chem. Soc. 54. 1974—76. Mai 1932. Evanston, Illinois, Northwestern Univ.) BERSIN.

**M. Hasko** und **E. Michalski**, *Über die elektrolytische Leitfähigkeit von Anilinhalogenshydraten in Anilin*. Vff. untersuchten gemeinsam mit **Spunder** die elektrolyt. Leitfähigkeit von  $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2\text{HF}$ ,  $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2\text{HCl}$ ,  $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2\text{HBr}$  u.  $\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2\text{HJ}$  in gereinigtem u. entwässertem Anilin als Lösungsm. In verd. Lsgg. verhalten sich die Anilinhalogenshydrate wie schwache Elektrolyte in wss. Lsg. Das molare Leitvermögen (graph. dargestellt). Dissoziationsgrad u. Verdünnungskonstanten der Verbb. wachsen mit steigendem At.-Gew. der Halogene stark an. (Roczniki Chemii 12. 35—47. 1932. Wilno, Anorgan. Lab. d. Univ.) D. ROSENTHAL.

**P. P. Wiktorow**, *Zur Beständigkeit der Diazolösungen*. I. Es wurde die Beständigkeit von Lsgg. von diazotiertem  $\alpha$ -Naphthylamin bei Zusatz von Reduktionsmitteln ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ ,  $\text{NaHSO}_3$ ,  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$  u.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$ ), teilweise in Nachprüfung der Angaben von **KNECHT** u. **PLATT** (C. 1926. I. 359) untersucht. Zur Diazotierung wurde ein 1,537%  $\text{NaNO}_3$  enthaltendes techn.  $\text{NaNO}_2$  verwendet. Zur Analyse der Zers. der Diazolsg. wurde die Methode von **SCHWALBE** (s. **MÖHLAU**, **BUCHERER**, **Farbenchem. Praktikum**, S. 99) benutzt. Zusatz der Red.-Mittel bei der Diazotierung vermindert die Zers. beim Stehen der Diazolsg. in den ersten 6 Stdn. Nach 24 Stdn. ist der Verlust an Diazo-N in Ggw. u. Abwesenheit der Red.-Mittel ungefähr gleich. Am besten wirkt  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$ , während  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4$  die geringste Wrkg. hatte.  $\text{NaHSO}_3$  in der doppelten theoret. Menge ( $\text{NaHSO}_3 + \text{NaNO}_2 = \text{NaNO} + \text{NaHSO}_4$ ) dürfte sich ebenfalls unter Betriebsbedingungen als zweckmäßig erweisen. Weder eine Erhöhung der  $\text{NaNO}_3$ -Menge im Nitrit, noch die Erhöhung des Zusatzes an Red.-Mitteln hat einen merklichen Einfluß auf den endgültigen Zers.-Grad der Diazolsg.; das Nitrat hat also eher eine katalyt., als eine direkte oxydierende Wrkg. Bei Durchführung der Diazotierung ohne Kühlung ist der Zusatz der Red.-Mittel infolge Bldg. größerer Mengen Zers.-Prodd. zwecklos. (Chem. Journ. Ser. B. Journ. angew. Chem. [russ.: Chimitscheskii Shurnal. Sser. B. Shurnal prikladnoi Chimii] 4. 777—90. 1931.) SCHÖNFELD.

**P. P. Wiktorow** (mitbearbeitet von **E. M. Krutozowski** und **S. F. Filatow**), *Zur Beständigkeit der Diazolösungen*. II. (I. vgl. vorst. Ref.) Zur Unters. des Einflusses von Neutralisationsmitteln auf die Beständigkeit von Diazolsgg. wurde das Verh. von  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ,  $\text{CaCO}_3$ , Na-Acetat, Ca-Acetat, Na-Formiat, Zn- u. Cr-Acetat,  $\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2$ ,  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Zn}(\text{OH})_2$ ,  $\text{Al}(\text{OH})_3$  u.  $\text{Cr}(\text{OH})_3$  in diazotiertem *p*-Nitranilin geprüft. Der Grad u. die Geschwindigkeit der Zers. der Diazoniumlsg. unter der Einw. der Neutralisiermittel sind Funktionen des  $\text{pH}$ : Je mehr  $\text{OH}'$  in bezug auf  $\text{H}'$  das Neutralisationsmittel infolge Hydrolyse oder Dissoziation liefert, um so mehr Diazo wird in der Zeiteinheit zersetzt. Die Salze lassen sich hinsichtlich ihrer Wrkg. auf die Beständigkeit des Diazoniumchlorids in folgende 2 Reihen einteilen: 1.  $(\text{Me})_2\text{CO}_3 > \text{Me}_2\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2 > \text{Me}_2\text{HPO}_4$ ; 2.  $\text{NaX} > \text{CaX}, \text{ZnX}, \text{CrX}$  usw.; d. h. bei gleichem Kation wird die größte zersetzende Wrkg. dasjenige Salz ausüben, dessen Anion die kleinste Dissoziationskonstante hat, u. von den Salzen gleichen Anions u. verschiedener Kationen wird das Salz mit am stärksten bas. Kation am stärksten zersetzend wirken. Eine Ausnahme bildet Na-Formiat (infolge seiner reduzierenden Wrkg.) u.  $\text{CaCO}_3$  (infolge geringer Löslichkeit). Die Hydroxyde liefern hinsichtlich ihrer negativen Wrkg. auf die Beständigkeit der Diazoverb. die Reihe:  $\text{Ca}(\text{OH})_2 > \text{Zn}(\text{OH})_2 > \text{Al}(\text{OH})_3 > \text{Cr}(\text{OH})_3$ .  $\text{Al}(\text{OH})_3$  u.  $\text{Zn}(\text{OH})_2$  gehen nur in einer der der Diazolsg. zugesetzten überschüssigen (1 Äquiv.) Mineralsäure äquivalenten Mengen in Lsg. u. damit läßt sich die Erhöhung der Beständigkeit der mit diesen Hydraten behandelten mineral-sauren Diazoniumlsgg. erklären. Zur Neutralisation gegen Kongo sind 2 Äquivalente  $\text{Al}(\text{OH})_3$  erforderlich. Hydrate mit noch schwächeren bas. Eigg. als  $\text{Al}(\text{OH})_3$  können nicht als Neutralisiermittel verwendet werden. Die Ggw. freier H-Ionen in der Diazolsg. begünstigt den kolloidalen Charakter des Kupplungsprod. mit  $\beta$ -Naphthol u. die gelbe Nuance des auf dem Gewebe entstehenden roten Farblackes. Zur Aufhebung des Einflusses der Säure müssen die Neutralisiermittel in Mengen eingeführt werden, welche die Dissoziation der Säure verhindern. (Chem. Journ. Ser. B. Journ. angew. Chem. [russ.: Chimitscheskii Shurnal. Sser. B. Shurnal prikladnoi Chimii] 4. 792—805. 1931.) SCHÖNFELD.

**Eugen Müller**, *Stereomerie von Azoxybenzolen*. II. Unter Mitarbeit von **Walter Kreuzmann**. In der I. Mitt. (C. 1932. I. 2023) wurde mit Hilfe von Ultraviolett-

spektren gezeigt, daß die von A. REISSERT (C. 1909. I. 1701) erhaltenen isomeren Azoxyverb. Stereomere darstellen. Unter Zugrundelegung der ANGELISCHEN Formel des Azoxybenzols wird versucht, durch Kondensation von *o*-Chlorphenylhydroxylamin u. *o*-Bromnitrosobenzol, die 4 struktur- u. stereoisomeren Formen zu erhalten, wobei jedoch nur die symm. Verb. entstehen. Die Peressigsäureoxydation von *o,o'*-Chlorbromazobenzol lieferte nur eine einheitliche Azoxyverb. Zur Aufklärung der Isomerenbildg. nach REISSERT (l. c.) werden Kondensationen der Arylhydroxylamine u. Nitrosoverb. in A. u. andererseits in alkoholfreiem Dioxan ausgeführt. Nur in Ggw. von Alkali entstehen die Isomeren. Ihre Bldg. nach REISSERT muß also über die Arylhydroxylamine führen. Es gelingt auf dem beschriebenen Wege die Darst. der Isomeren des *m*- u. *p*-Azoxytoluols, so daß die Isomerie nicht nur auf das Azoxybz. u. seine *o*-Substituenten beschränkt ist, sondern eine allgemeine Eig. aller Azoxyverb. sein dürfte. Erwärmen lagert die Isoverb. in die *n*. Verb. um. Die Darst. der Isomeren gelingt nur bei Einw. genau äquimol. Mengen der Ausgangsstoffe, da ein Überschuß von Arylhydroxylaminen umlagernd wirkt. Die von Donle u. Gehrekens (Kiel) gemessenen Dipolmomente betragen: *n*-*o,o'*-Azoxytoluol 1,73, Isoverb. 4,36, *n*-*o,o'*-Azoxyanisol 2,40, Isoverb. 6,16. Da solche erheblichen Unterschiede an stereoisomeren Formen bisher nicht beobachtet wurden, können erst weitere Unterss. die Frage der Stereoisomerie der Azoxyverb. endgültig entscheiden.

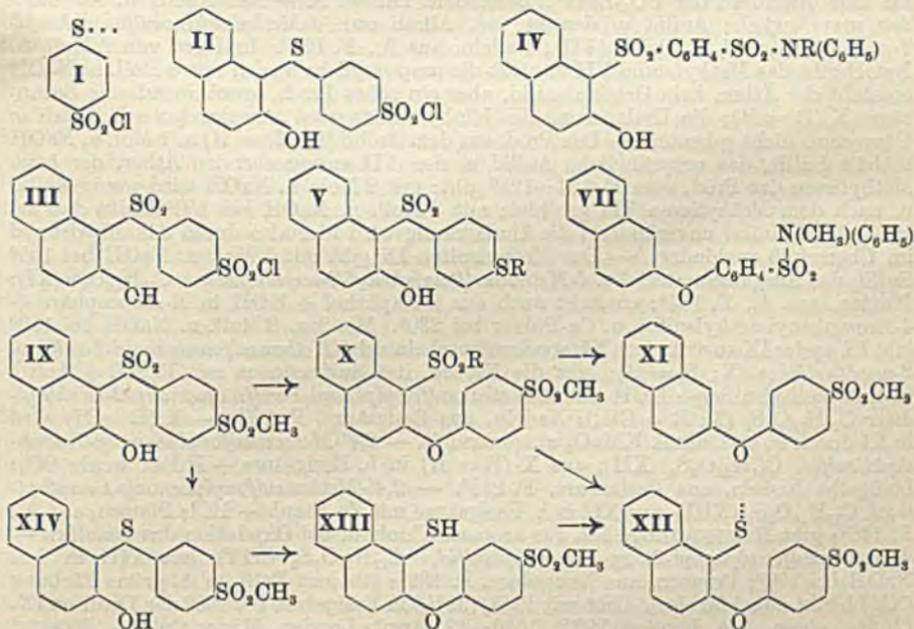
Versuche. *Iso-o,o'*-azoxyanisol, Darst. nach REISSERT (l. c.). Schwach gelbliche Nadelchen, F. 116—117°. Die FF. der *n*. Formen sind 81 u. 91°, der Isoverb. 98 u. 116—117°. — *o,o'* Isodichlorazoxybenzol. Darst. analog obigem F. 93°. — *o,o'*-Chlorbromazobenzol, aus *o*-Chloranilin u. *o*-Bromnitrosobenzol, in Eg. Hellrote Nadeln, F. 130 bis 131°. — *o,o'*-Chlorbromazoxybenzol, aus der Azoverb. + H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> bei 100°. Fast farblos, F. 79°. — Kondensation von *o*-Bromnitrosobenzol u. *o*-Chlorphenylhydroxylamin in A. Die zum Teil freiwillig oder auf W.-Zusatz anfallenden Prodd. (F. 58—105°) werden etwa 100-mal fraktioniert kristallisiert u. umkristallisiert aus CH<sub>3</sub>OH/H<sub>2</sub>O u. ergeben *o,o'*-Dibromazoxybenzol, F. 112° u. *o,o'*-Dichlorazoxybenzol, F. 58—59°. — Kondensation aromat. Hydroxylamine mit Nitrosoverb. (Isomerendarst.). Bei allen Verss. RNO-Lsgg. auf 10° abkühlen, Alkali (Gesamtkonzentration  $\frac{1}{250}$  Mol.) zugeben u. bei 0° Hydroxylaminlsg. zutropfen lassen. Nach 1-std. Stehen < 20° mit W. fällen, 12 Stdn. bei 0° halten, absaugen usf. Ausbeute an Isomeren etwa 20% der Ausgangsverb.: *Iso-o,o'*-azoxytoluol, aus *o*-Nitrosotoluol u. *o*-Tolylhydroxylamin, F. 81°. — *o,o'*-Isoazoxyanisol, aus *o*-Nitrosoanisol u. *o*-Anisylhydroxylamin, F. 116°. In A. u. Alkali werden 70% Ausbeute an Isomeren erhalten. — Entsprechend Darst. von: *Iso-o,o'*-dichlorazoxybenzol, F. 93°. — *m,m'*-Isoazoxytoluol, Krystalle, F. 88—89°. — *p,p'*-Isoazoxytoluol, gelbliche Nadelchen, F. 83°. — *Isoazoxybenzol*, fast farblose Nadeln, F. 86°; wird durch Phenylhydroxylamin in Dioxan (+ Alkali) in Kürze umgelagert. — *o*-Anisylhydroxylamin, Darst. nach WOHL (C. 1894. II. 89). Aufnehmen des W.-Ölgemenges des Hydroxylamins in Bzl. u. nach dem Trocknen in viel PAe. bei —15° unter Umrühren langsam eintragen. Nadeln, F. 82°. — *o*-Nitrosoanisol, Oxydation des bei Darst. von vorst. Verb. erhältlichen alkoh. Filtrats mit FeCl<sub>3</sub>, F. 103°. — Analog: *o*-Chlorphenylhydroxylamin, F. 56° (vgl. BRAND u. MAHR, C. 1931. II. 2145) u. daraus *o*-Chlornitrosobenzol, F. 65—66°. Ebenso *o*-Bromnitrosobenzol, F. 97—98° (BAMBERGER, C. 1898. II. 288). (LIEBIGS Ann. 495. 132—43. 20/5. 1932. Danzig, Techn. Hochsch.)

EUGEN MÜLLER.

William Alfred Baldwin und Robert Robinson, *Der orientierende Einfluß von freien und gebundenen Ionenladungen auf damit verknüpfte einfache oder konjugierte ungesättigte Systeme*. VI. Die Nitrierung von Phenylalkylsulfonen. (V. vgl. C. 1926. I. 2908.) Nach einer Diskussion des Mechanismus der Substitutionsvorgänge wird über die dirigierende Wrkg. der SO<sub>2</sub>Alk-Gruppe berichtet. Die Sulfongruppe nimmt deswegen eine Sonderstellung ein, weil sie — anders als NR<sub>3</sub><sup>+</sup> — elektr. neutral u. — anders als C=O — mit dem Kern nicht konjugiert ist. Es wurde untersucht, ob die elektronenabstoßende Wrkg. (—*F*) der höheren Alkyle das Feld des S-Atoms (+*F*) so beeinflussen kann, daß die *m*-dirigierende Wrkg., die —SO<sub>2</sub>CH<sub>3</sub> nach SMILES u. TWIST (C. 1925. II. 1671) besitzt, abnimmt. In der Tat ergab sich, daß bei der Nitrierung mit rauchender HNO<sub>3</sub> (Zimmertemp.) an *m*-Nitroverb. entstand aus Phenylmethylsulfon 98,5%, aus Phenyläthylsulfon 96,0%, aus Phenylpropylsulfon 93,1%, aus Phenyl-*n*-butylsulfon (85,7%), aus Phenylisopropylsulfon 80,0%. Die Best. der *m*-Verb. erfolgte in Anlehnung an FRANCIS u. HILL (C. 1925. I. 414) durch Red. der Nitrosulfone zu den Aminen u. anschließende Bromierung, wobei die *m*-Verb. drei, die *o*-

u. p-Verb. zwei Atome Brom substitutiv aufnimmt. — Die Phenylalkylsulfone wurden aus Benzolsulfinsäurem Na durch Alkylierung, Benzolsulfinsäure aus Benzolsulfchlorid durch Red. mit Na-Sulfit gewonnen, ebenso die m-Nitrophenylalkylsulfone. *Phenylmethylsulfon*,  $C_7H_7O_2S$ , aus W. F. 87—88°. — *Phenyläthylsulfon*,  $C_9H_{10}O_2S$ , aus A.-W. Tafeln, F. 42°. — *Phenylisopropylsulfon*,  $C_9H_{12}O_2S$ . Öl, Kp.<sub>1</sub> 145—150° (OTTO u. OTTO, Ber. Dtsch. chem. Ges. 21 [1888]. 998). — *Phenylpropylsulfon*,  $C_9H_{12}O_2S$ . Aus 40%<sub>ig</sub>. Essigsäure hexagonale Tafeln, F. 46°. — *Phenyl-n-butylsulfon*,  $C_{10}H_{14}O_2S$ . Gelbes Öl, Kp.<sub>1</sub> 165—170°. — *m-Nitrophenylmethylsulfon*,  $C_7H_7O_2NS$ . Aus 30%<sub>ig</sub>. Essigsäure Nadeln F. 148° (vgl. TWIST u. SMILES, l. c.). — *m-Nitrophenyläthylsulfon*,  $C_8H_9O_2NS$ . Aus Methanol rhomb. Tafeln, F. 101—102° (LIMPRICHT, LIEBIGS Ann. 278 [1893]. 245). — *m-Nitrophenylisopropylsulfon*,  $C_9H_{11}O_2NS$ . Aus Bzl.-Pae. rhomb. Tafeln, F. 113°. — *m-Nitrophenylpropylsulfon*,  $C_9H_{11}O_2NS$ . Aus Methanol Prismen, F. 80°. — *m-Nitrophenyl-n-butylsulfon*,  $C_{10}H_{13}O_2NS$ . Öl, Kp.<sub>3</sub> 215°. — Die p-Nitroverb. wurden nach der Methode von WALDRON u. REID (C. 1924. I. 1528), aber mit  $H_2O_2$  statt  $CrO_3$  aus den Sulfiden gewonnen, analog die o-Nitroverb. (CLAASS, Ber. Dtsch. chem. Ges. 45 [1912]. 1023), wobei die Methylierung von o-Nitrothiophenol nach BRAND (Ber. Dtsch. chem. Ges. 42 [1909]. 3465), die weitere Alkylierung nach FOSTER u. REID (C. 1924. II. 1685) erfolgte. *o-Nitrophenylmethylsulfon*,  $C_7H_7O_2NS$ . F. 106° (Sinterung 100°). — *o-Nitrophenyläthylsulfon*,  $C_8H_9O_2NS$ . Aus A. Tafeln, F. 45,5°. — *o-Nitrophenylpropylsulfon*,  $C_9H_{11}O_2NS$ . Aus A. hexagonale Tafeln, F. 60,5°. — *o-Nitrophenylisopropylsulfon*,  $C_9H_{11}O_2NS$ . Aus A. Nadeln, F. 59,5°. — *o-Nitrophenylbutylsulfon*,  $C_{10}H_{13}O_2NS$ . Öl, Kp.<sub>3</sub> 216—218°. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1445—51. Mai. Manchester, Univ.) BERGMANN.

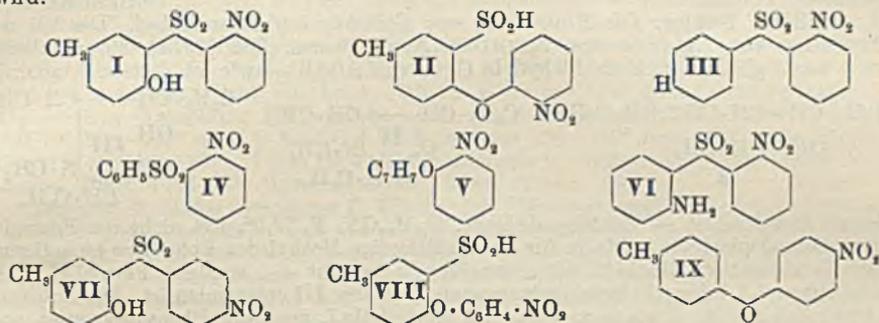
Leonard Arthur Warren und Samuel Smiles, *Die Umlagerung von Oxysulfonen*. Teil II. (I. vgl. C. 1932. I. 1522.) In den Sulfonen IV u. IX sind die intramolekularen Bedingungen für die Umlagerung zu X (R = H) aus IX u. den entsprechenden Sulfonamiden aus IV günstig, erfolgen aber erst bei 150°. Bei dieser Temp. u. in Ggw. von 1 Mol. n. NaOH ist X (R = H) nicht beständig; unter  $SO_2$ -Verlust wird XI aus IX u. VII aus IV gebildet. — Verb. V (R =  $CH_3$ ) bleibt unter den Umlagerungsbedingungen von IX unverändert. Dieser Gegensatz stimmt überein mit der Theorie der relativen Elektronenverschiebung, veranlaßt durch diese Substituenten am p-C-Atom des Kerns, in dem sie sich befinden. Über den Einfluß eines Alkaliüberschusses auf die Umlagerungen vgl. den Versuchsteil. — Es ist nunmehr die Umlagerung von drei ver-



schiedenen Typen von o-Oxysulfon beschrieben worden, u. in jedem Fall konnte die Rückbildg. des Thioloxyds zum Oxysulfid durchgeführt werden; das vorliegende Beispiel ist aber das erste, in dem beide, Sulfinsäure u. Thioloxyd (X, R = H) u. XIII in dem Cyclus IX—X—XIII—XIV—IX (vgl. das untenstehende Schema) angetroffen werden.

Versuche. 4-Chlorsulfonylphenyl-2-oxy-1-naphthylsulfid,  $C_{16}H_{11}O_3ClS_2$  (II), aus dem aus Diphenyldisulfid erhaltenen Sulfonylchlorid I in  $CCl_4 + Cl$  u. Behandlung des Chlorthiols mit 2-Naphthol; Krystalle, aus Bzl.-Leichtpetrol, F. 160°. gibt mit  $FeCl_3$  in A. grüne Färbung. — Anilid,  $C_{22}H_{17}O_3NS_2$ , Platten, aus Essigsäure, F. 156°. — Methylanilid,  $C_{22}H_{19}O_3NS_2$ , Nadeln, aus A., F. 115°. — 2-Oxy-1-naphthylphenylsulfon-4'-sulfonanilid,  $C_{22}H_{17}O_5NS_2$  (IV; R = H), aus II in Essigsäure +  $H_2O_2$  bei 100°; Platten, F. 204°; gibt mit  $FeCl_3$  in A. grüne Färbung. — 2-Oxy-1-naphthylphenylsulfon-4'-sulfonmethylanilid,  $C_{23}H_{19}O_5NS_2$  (IV; R =  $CH_3$ ); Platten, F. 181°. — 2-Oxy-1-naphthylphenylsulfon-4'-sulfonylchlorid,  $C_{16}H_{11}O_5ClS_2$  (III), aus II in Essigsäure +  $H_2O_2$  bei 100°; Platten, aus Essigsäure, F. 184°; farblose Lsg. in  $H_2SO_4$ . Gibt mit Anilin IV (R = H). — 2-Oxy-1-naphthyl-4'-thiolphenylsulfon,  $C_{14}H_{12}O_3S_2$  (V; R = H), aus III in h. Essigsäure mit Zn-Staub u. konz. HCl; Platten, aus A., F. 129°; gibt mit  $FeCl_3$  in A. intensive Grünfärbung; die rasch schwindet unter Abscheidung des Disulfids. — 2-Oxy-1-naphthyl-4'-methylthiolphenylsulfon,  $C_{17}H_{14}O_3S_2$  (V; R =  $CH_3$ ), Bildg. mit  $CH_3J$  in sd.  $CH_3OH$ ; Platten, aus Essigsäure, F. 151°. — 4-Thiolphenyl-2-oxy-1-naphthylsulfid,  $C_{16}H_{12}OS_2$  (VI = V mit S anstatt  $SO_2$ , u. R = H); aus II in h. Essigsäure mit Zn-Staub u. konz. HCl; Nadeln, aus A., F. 101°; gibt unbeständige grüne Färbung mit alkoh.  $FeCl_3$ . — 2-Oxy-1-naphthyl-4'-methansulfonylphenylsulfon,  $C_{17}H_{14}O_5S_2$  (IX), aus dem Zn-Salz von VI + Zn-Acetat in A. in sd.  $CH_3OH + CH_3J$  u. Behandlung des S-Methyläthers von VI in Essigsäure +  $H_2O_2$  (30%) bei 100° oder aus V direkt; Nadeln, aus Essigsäure, F. 190°; das gelbe Na-Deriv. ist wl. in wss. Alkalihydroxyd. — 2-Methoxy-1-naphthyl-4'-methansulfonylphenylsulfon,  $C_{18}H_{16}O_5S_2$ , aus IX mit Methylsulfat u. Alkali; Platten, aus Essigsäure, F. 176°. — Die Disulfone IV (R = H oder  $CH_3$ ) u. IX werden durch n. NaOH bei 100° nicht verändert; mit 1 Mol. n. NaOH bei 150° geben die drei Disulfone  $Na_2SO_3$  u. zu ca. 50% die Äther VII u. XI; mit Alkali im Überschuß verhält sich das Anilid IV (R = H) ungewöhnlich, das Methylanilid (IV; R =  $CH_3$ ) u. das Methylsulfon IX geben wenig Sulfit u. gute Ausbeuten der Sulfinsäuren. — Das Methylanilid gibt mit n. NaOH (1 Mol.) bei 150° + w. verd.  $H_2SO_4$  bis zum Aufhören der  $SO_2$ -Entw., Behandeln mit w. A. + 2-n. NaOH u. Ansäuern das ursprüngliche Anilid u. den in wss. Alkali unl. 4-Methylanilinosulfonylphenyl-2-naphthyläther,  $C_{22}H_{19}O_3NS$  (VII); Nadeln, aus A., F. 125°. In Ggw. von 2 Moll. n. NaOH gibt das Methylanilid VII u. nicht die ursprüngliche Verb.; mit 8 Moll. n. NaOH entsteht der Äther, kein Originalanilid, aber ein zähes Prod., anscheinend eine Sulfinsäure X (R = H); die Umlagerung des Methylanilids wird also durch verd. Alkali in Überschuß nicht gehemmt. — Das Prod. aus dem Anilid (IV; R = H) u. 1 Mol. n. NaOH enthält Sulfit, das ursprüngliche Anilid u. den VII entsprechenden Äther, der beim Methylieren das Prod. vom F. 124—125° gibt; mit 2 Moll. n. NaOH wird wenig Anilid u. nach dem Methylieren VII gebildet; mit 8 Moll. n. NaOH bei 150° bleibt das ursprüngliche Anilid unverändert; die Umlagerung wird hier also durch Alkalihydroxyd im Überschuß verhindert. — Das Methylsulfon IX gibt mit 1 Mol. n. NaOH bei 150° Sulfit, das Ausgangsmaterial u. 4-Methansulfonylphenyl-2-naphthyläther,  $C_{17}H_{14}O_3S$  (XI); Platten, aus A., F. 104°; entsteht auch aus 2-Naphthol + KOH in N-Atmosphäre + 4-Bromphenylmethylsulfon u. Cu-Pulver bei 230°. Mit 2 u. 8 Moll. n. NaOH bei 150° gibt IX weder IX zurück noch XI, sondern anscheinend 4-Methansulfonylphenyl-1-sulfino-2-naphthyläther (X; R = H); gibt die Farbrk. der Sulfinsäuren mit  $H_2SO_4 +$  Anisol u. mit Methylsulfat + KOH den 4-Methansulfonylphenyl-1-sulfinomethoxy-2-naphthyläther  $C_{18}H_{16}O_5S_2$  (X; R =  $CH_3$ ); Nadeln, aus Essigsäure, F. 189°. — X (R = H) wird in XI durch w. wss. alkal.  $KMnO_4$  umgewandelt. — 2,4'-Methansulfonylphenoxy-1-naphthylsulfid,  $C_{24}H_{26}O_6S_4$  (XII), aus X (R = H) in h. Essigsäure + HJ u. wenig  $SO_2$ ; blaßgelbe Nadeln, aus Essigsäure, F. 218°. — 2,4'-Methansulfonylphenoxy-1-naphthylthiol,  $C_{17}H_{14}O_3S_2$  (XIII), aus XII in h. Essigsäure mit Zn-Staub + HCl; Platten, aus A., F. 146°; gibt RHEINBOLDTS Rk. für aromat. Thiole u. bei Oxydation das Disulfid. — 4-Methansulfonylphenyl-2-oxy-1-naphthylsulfid,  $C_{17}H_{14}O_3S_2$  (XIV), aus XIII in 2-n. NaOH bei 100°; Prismen, aus Essigsäure, F. 189°; gibt mit  $FeCl_3$  in A. grüne Färbung (XIII bleibt dabei farblos). Gibt mit  $H_2O_2$  (30%) in Essigsäure bei 100° das Disulfon IX. (Journ. chem. Soc. London 1932. 1040—47. April. London, Kings Coll.) BUSCH.

Alfred A. Levi und Samuel Smiles, *Die Umlagerung von Oxysulfonen*. Teil III. (II. vgl. vorst. Ref.) Während das o-Oxysulfon I durch Alkali glatt in die Sulfinsäure II umgelagert wird, wird III dabei unter Bldg. von o-Nitrophenol hydrolysiert. Die Benzolsulfonylgruppe von IV wird bei der Rk. mit p-Tolyloxyd ersetzt unter Bldg. von V. — Der Ersatz der Benzolsulfonylgruppe in IV durch die Phenylaminogruppe unter Bldg. von 2-Nitrodiphenylamin zeigt die Möglichkeit der intramolekularen Verschiebung in o-Aminosulfonen vom Typus VI. — Verb. VII wird wie üblich in VIII umgelagert. — Die Umlagerung von VII in VIII verläuft langsamer u. weniger glatt als die von I in II, augenscheinlich wegen des schwächer positiven Charakters des C-Atoms, von dem das Sulfonyl in dem p-Nitro-, verglichen mit dem o-Nitrosulfon versetzt wird. Was die wandernde Gruppe angeht, scheint der Vorgang primär von dem positiven Charakter des C-Atoms abzuhängen, von dem das Sulfonyl versetzt wird.



Versuche. 2-Nitro-4'-oxydiphenylsulfid, aus 2-Nitrophenylchlorothiol + Phenol bei 100°; aus Bzl., F. 132°. — 2-Nitro-4'-oxydiphenylsulfon, C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>O<sub>5</sub>NS (III), aus dem Sulfid + 6 Moll. Hyperol bei 90–100° in Essigsäure; Prismen, aus Xylol, F. 255 bis 256°; wird am Sonnenlicht leicht zers.; wird durch 2-n. wss. oder alkoh. NaOH nicht verändert, aber in sd. wss. 2-n. NaOH zers. unter Bldg. von o-Nitrophenol. — 2-Nitrodiphenylsulfon, C<sub>12</sub>H<sub>9</sub>O<sub>4</sub>NS (IV), aus dem aus Natriumphenylmercaptid + 2-Bromnitrobenzol bei 100° erhaltenen Sulfid (gelbe Nadeln, aus A., F. 80°) in Essigsäure + Hyperol (4 Moll.) bei 100°; Prismen, aus A., F. 145°. Gibt mit sd. alkohol. NaOH o-Nitrophenol. Das Sulfon gibt in sd. wss. A. + Natrium-p-Tolyloxyd o-Nitrophenyl-p-tolylläther (V). — Mit sd. Anilin gibt IV 2-Nitrodiphenylamin; rote Platten, aus CH<sub>3</sub>OH, F. 76°. — 4-Nitrophenyl-4'-oxy-m-tolylsulfid, C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>O<sub>2</sub>NS (entsprechend VII), aus p-Nitrophenylchlorothiol u. p-Kresol in Chlf.; gelbe Nadeln, aus verd. Essigsäure, F. 100°. — Gibt mit 4 Moll. Hyperol in Essigsäure bei 90° 4-Nitrophenyl-4'-oxy-m-tolylsulfon, C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>O<sub>5</sub>NS (VII); Prismen, aus verd. Essigsäure, F. 158°; farblose Lsg. in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>. — 4-p-Nitrophenoxytoluol-3-sulfinsäure, C<sub>13</sub>H<sub>11</sub>O<sub>5</sub>NS (VIII), aus VII mit 6 Moll. 2-n. wss. NaOH bei 90°; Nadeln, aus wss. Aceton, F. 113–114°; gibt in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> blaue Lsg. — Gibt mit HJ u. wenig SO<sub>2</sub> in Essigsäure Di-4-p-Nitrophenoxydi-m-tolylsulfid, C<sub>26</sub>H<sub>20</sub>O<sub>6</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub> (entsprechend VIII); Nadeln, aus Essigsäure, F. 182°. — p-Nitrophenyl-p-tolyläther (IX), aus dem Na-Salz der Sulfinsäure VIII in W. + KMnO<sub>4</sub>, Behandlung mit CO<sub>2</sub> u. w. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; Prismen, aus CH<sub>3</sub>OH, F. 66°. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1488–92. Mai. London, Kings Coll.)

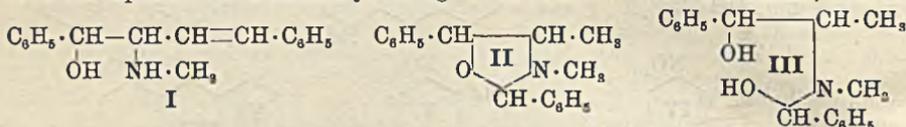
BUSCH.

Armand Henri Joseph Houssa und Henry Phillips, *Die Umwandlung von l-Phenylmethylcarbinol in rechts- und linksdrehendes α-Chloräthylbenzol*. Phosgen reagiert mit Phenylmethylcarbinol bei Ggw. von K-Carbonat oder 1,25 Mol. Chinolin unter Bldg. von linksdrehendem ( $\alpha^{19}_{5461} = -16,20$ ), bei Ggw. von 3 Moll. Chinolin unter Bldg. von rechtsdrehendem ( $\alpha^{19}_{5461} = +15,28$ ) α-Chloräthylbenzol (vgl. KENYON, LIPSCOMB u. PHILLIPS, C. 1932. I. 57, HOUSSA u. PHILLIPS, C. 1932. I. 2008). Bei Ggw. von 3 Moll. Chinolin entsteht das Chlorid wahrscheinlich durch Zers. einer Chinolin-additionsverb. des primär gebildeten Chlorkohlensäurephenäthylesters, das das eintretende Chloratom als Anion enthält u. daher unter Inversion zerfällt. Bei Ggw. von nur 1 Mol. Chinolin, das durch die frei werdende HCl ins Salz verwandelt wird, erfolgt der Zerfall des Chlorkohlensäureesters wie üblich so, daß das opt. akt. Radikal als Anion auftritt. Da diese Überlegungen sich auf das Verh. von p-Toluolsulfinsäure-d-β-oxyl-ester stützen (HOUSSA, KENYON u. PHILLIPS, C. 1929. II. 2173) u. möglicherweise

bei phenylierten Verb. Abweichungen auftraten, studieren Vf. das Verh. von p-Toluolsulfonsäure-(—)- $\alpha$ -phenäthylester gegen wss. Lsgg. von Chlor, Brom u. unterchloriger Säure. Infolge der langsamen Rk. trat z. T. Hydrolyse u. Oxydation (zum Sulfonsäureester) ein — u. nur in untergeordnetem Maße Bldg. eines Halogenids (unter Konfigurationswechsel). Das reine Chlorid u. Bromid sind nur schwach rechtsdrehend; während mit unterchloriger Säure ziemlich reichlich p-Toluolsulfochlorid entsteht, erhält man nur wenig Phenylmethylcarbinol — offenbar bildet sich Styrol — u. etwas (schwach rechtsdrehendes)  $\alpha$ -Chloräthylbenzol, wahrscheinlich gebildet aus dem (—)-Sulfinsäureester u. dem in der HOCl-Lsg. vorhandenen Chlorid. Rac. Sulfinat reagiert mit Chlorjod glatter u. gibt Toluolsulfojodid u.  $\alpha$ -Chloräthylbenzol. Der starke Drehungsverlust bei der Bldg. des  $\alpha$ -Chlor- u. Bromäthylbenzols dürfte durch die Anwesenheit der Phenylgruppe bedingt sein. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1232—35. April. London, Batterssea Polytechnic.)

BERGMANN.

William Davies, Die Einwirkung von Ephedrin auf Benzaldehyd. Die bei der Oxydation von Ephedrin von SCHMIDT (Arch. Pharm. 252 [1914]. 89) erhaltene, auch aus Ephedrin u. Benzaldehyd in Ggw. von Alkali — wie Vf. feststellt, auch in



dessen Abwesenheit — entstehende Verb.  $\text{C}_{17}\text{H}_{19}\text{ON}$ , F. 73,5°, hat nicht die Formel I eines Benzalephedrin — da ja für das endständige Methyl des Ephedrin kein Grund zur Kondensationsfähigkeit mit Benzaldehyd besteht —, sondern Formel II eines 2,5-Diphenyl-3,4-dimethyltetrahydrooxazols, das über III entstanden ist. Die Substanz ist nämlich gesätt. u. reagiert weder mit Methyl-MgJ, noch mit Phenylisocyanat, was Formel I verlangen würde. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1580—81. Mai. Melbourne, Univ.)

BERGMANN.

Jean Mitchell Stratton und Forsyth James Wilson, Einige Derivate von d-Norpseudoephedrin. Die n. Rk. zwischen einem Semicarbazon u. d-Norpseudoephedrin sollte nach Gleichung 1. verlaufen. — Hydrolyse der dabei gebildeten I würde dann Norpseudoephedrinoformylhydrazidhydrochlorid (II) geben. — Acetonsemicarbazon u. Acetophenonsemicarbazon reagieren wahrscheinlich nach 1., wobei ölige Prodd. (I) entstehen, aus denen durch Hydrolyse II bzw. III gebildet wird. — Verb. II kann nicht ohne Zers. dehydratisiert werden; beim Erhitzen unter vermindertem Druck gibt es nach 2. eine Verb. III, die als 5-Phenyl-4-methyl-2-oxazolidon erkannt u. nach Gleichung 3. u. 4. synthet. erhalten wird. — Benzaldehydsemicarbazon reagiert mit d-Norpseudoephedrin nach Gleichung 1. unter Bldg. von I ( $\text{R} = \text{C}_6\text{H}_5$ ,  $\text{R}' = \text{H}$ ), das mit verd. HCl beim Erhitzen II, mit mehr konz. Säure (1%) Hydrazinhydrochlorid u. III gibt. Hydrolyse von III führt nach Gleichung 5. zum d-Norpseudoephedrin u.  $\text{CO}_2$ . — Alle Substanzen sind in A. rechtsdrehend außer III, das linksdrehend ist. — Das Hydrochlorid II bildet, wenn es aus Benzaldehyd-d-norpseudoephedrinoformylhydrazon durch Hydrolyse mit H. Säure gebildet würde, beim Abkühlen rasch das Benzaldehyd-

1.  $\text{CRR}' \cdot \text{N} \cdot \text{NH} \cdot \text{CO} \cdot \text{NH}_2 + \text{HO} \cdot \text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5) \cdot \text{CH}(\text{CH}_3) \cdot \text{NH}_2 =$   
 $\text{CRR}' \cdot \text{N} \cdot \text{NH} \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{CH}(\text{CH}_3) \cdot \text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5) \cdot \text{OH} \text{ (I)} + \text{NH}_3$
2.  $3 \text{HO} \cdot \text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5) \cdot \text{CH}(\text{CH}_3) \cdot \text{NH} \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{NH}_2, 4 \text{HCl}, \text{H}_2\text{O} \text{ (II)} =$   
 $2(\text{N}_2\text{H}_4, \text{HCl}) + \text{N}_2\text{H}_4, 2 \text{HCl} + 3 \text{(III)}$
3.  $\text{HO} \cdot \text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5) \cdot \text{CH}(\text{CH}_3) \cdot \text{NH}_2 + \text{HN} \cdot \text{CO} =$   
 $\text{HO} \cdot \text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5) \cdot \text{CH}(\text{CH}_3) \cdot \text{NH} \cdot \text{CO} \cdot \text{NH}_2 \xrightarrow{-\text{NH}_3} \text{III}$
4.  $\text{HO} \cdot \text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5) \cdot \text{CH}(\text{CH}_3) \cdot \text{NH}_2 + \text{CO}(\text{NH}_2)_2 \xrightarrow{-\text{NH}_3}$   
 $\text{HO} \cdot \text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5) \cdot \text{CH}(\text{CH}_3) \cdot \text{NH} \cdot \text{CO} \cdot \text{NH}_2 \xrightarrow{-\text{NH}_3} \text{III}$
5.  $\begin{array}{l} \text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5) - \text{O} \\ | \\ \text{CH}(\text{CH}_3) - \text{NH} \end{array} > \text{CO} \text{ (III)} + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{HO} \cdot \text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5) \cdot \text{CH}(\text{CH}_3) \cdot \text{NH}_2 + \text{CO}_2$
6.  $\text{HO} \cdot \text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5) \cdot \text{CH}(\text{CH}_3) \cdot \text{NH} \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{NH}_2 \rightleftharpoons$   
 $\text{HO} \cdot \text{CH}(\text{C}_6\text{H}_5) \cdot \text{CH}(\text{CH}_3) \cdot \text{NH} \cdot \text{C}(\text{OH}) \begin{array}{l} \text{NH} \\ | \\ \text{NH} \end{array}$

deriv. zurück, während das isolierte u. gereinigte Hydrochlorid mit Benzaldehyd viel langsamer reagiert. Vielleicht liegt ein Gleichgewicht 6. vor, wobei die erste Substanz bei der Hydrolyse dominiert.

**Versuche.** *d-Norpseudoephedrin*;  $[\alpha]_{D}^{21,5} = +25,2^{\circ}$  (in W.,  $c = 1,6368$ ). — *N-Benzolsulfonyl-d-norpseudoephedrin*,  $C_{15}H_{17}O_3NS$ ; Prismen, aus A. oder Bzl. + W. oder Leichtpetrol, F. 103—104°;  $[\alpha]_{D}^{17} = +8,9^{\circ}$  (in A.;  $c = 4,4788$ ). — *Acetonsemicarbazon* gibt mit *d-Norpseudoephedrin* in Toluol bei 110—120° + konz. HCl II. — *Acetophenonsemicarbazon* gibt ebenso III. — *Benzaldehydsemicarbazon* gibt mit dem Amin in Toluol bei 110—120° *Benzaldehyd-d-norpseudoephedrinoformylhydrazon*,  $C_{17}H_{19}O_2N_3$  (I; R =  $C_6H_5$ ; R' = H); Prismen aus Bzl. + Leichtpetrol, F. 118°;  $[\alpha]_{D}^{19} = +290,5^{\circ}$  (in A.;  $c = 1,9926$ ). — *d-Norpseudoephedrinoformylhydrazidhydrochlorid*,  $3 C_{10}H_{15}O_2N_3 \cdot 4 HCl \cdot H_2O$  (II), aus dem Benzaldehydderiv. + sd. 0,7% ig. HCl; Nadeln, aus A. + Ä., F. 156°. Gibt mit Benzaldehyd in wss.-alkoh. Lsg. langsam das Benzaldehydderiv. zurück;  $[\alpha]_{D}^{17} = +37,8^{\circ}$  (in A.;  $c = 2,842$ ). — Verb. II gibt mit sd. konz. HCl Hydrazinhydrochlorid u. *d-Norpseudoephedrin*. — *5-Phenyl-4-methyl-2-oxazolidon*,  $C_{10}H_{11}O_2N$  (III); l. in k. NaOH; F. 123°;  $[\alpha]_{D}^{19} = -18,0^{\circ}$  (in A.;  $c = 4,9764$ ). Gibt mit konz. HCl im Rohr bei 135° *d-Norpseudoephedrin* u.  $CO_2$ . — Das Oxazolidon III entsteht auch aus *d-Norpseudoephedrinsulfat* + Harnstoff bei 170—180° oder + KCNO u. Erhitzen auf 120—130° bzw. 250°. Das Hydrochlorid II gibt bei 140° u. 7 mm III u. Hydrazinmono- u. -dichlorid. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1133—38. April. Glasgow, Royal Techn. Coll.)

BUSCH.

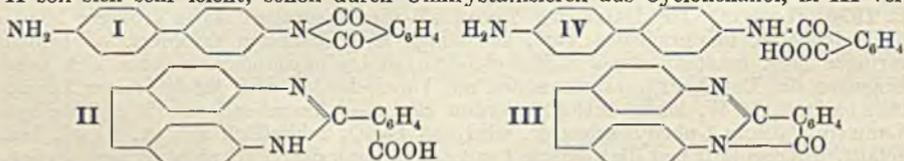
**Dorothy A. Hahn und Anne L. White**, *Die Chlorwasserstoff-Additionsprodukte der Tyrosin-N-phenylelessigsäure und der entsprechenden Methyl- und Äthylester*. (Vgl. C. 1930. II. 1989.) Die Darst. der *Tyrosin-N-phenylelessigsäure* (I) in größerer Menge nach dem l. c. beschriebenen Verf. hat einige Modifikationen erfordert. — Infolge geringer Zers. entsteht etwas *3-Methyl-5-[p-oxybenzyl]-hydantoin*, welches sich beim Einengen des  $BaSO_4$ -Filtrats zusammen mit I ausscheidet, aber infolge seiner Leichtlöslichkeit in h. W. leicht entfernt werden kann. — Ausgehend von 50 g *3-Methyl-5-anisylhydantoin-1-phenylelessigester*, wird das  $BaSO_4$  schließlich aus ca. 1 l sd. Lsg. gefällt. Hierbei fällt fast die gesamte I mit aus u. kann durch W. nicht isoliert werden, da 1 g ca. 500 cm sd. W. zur Lsg. erfordert. Man extrahiert daher mit kleinen Mengen sd. 18% ig. HCl, welche I als Hydrochlorid leicht löst. Dieses ist in k. HCl wl. u. wird durch sd. W. glatt zu I hydrolysiert. Kocht man den  $BaSO_4$ -Nd. erst mit A. aus (Entfernung farbiger Prodd.) u. dann mit HCl, so erhält man sofort ca. 65% reine I. I bildet je nach den Bedingungen (HCl-Konz.) 2 verschiedene Hydrochloride, nämlich mit 1 u. 2 Moll. HCl. — *Hydrochlorid I*,  $C_{17}H_{17}O_2N$ , HCl,  $H_2O$ . Durch Lösen von 7 g I in 15 cm sd. 18% ig. HCl. Aus 18% ig. HCl Krystallbüschel, F. 136—137°. Spaltet beim Erhitzen HCl ab u. wird durch Lösen in W. oder A. quantitativ zu I dissoziiert. Versetzt man die Lsg. in h. 18% ig. HCl mit konz. HCl, so fällt beim Erkalten das nachstehende Salz aus. — *Hydrochlorid II*,  $C_{17}H_{17}O_2N$ , 2 HCl, 3  $H_2O$ . Durch Lösen von 2 g I in 9 cm h. 18% ig. HCl u. Zugeben von 4,5 cm HCl von D. 1,18. Aus 18% ig. + konz. HCl (1 : 2 Voll.) lange, weiche Nadeln, F. 88—92° (Gasentw.), äußerst l. in A., ll. in W. unter Hydrolyse zu I, ferner ll. in h. 18% ig. HCl unter Übergang in Hydrochlorid I, welches beim Erkalten ausfällt. Die gleiche Umwandlung erfolgt beim Erwärmen auf 80°, sehr langsam bei Raumtemp. — *Diäthylesterhydrochlorid*,  $C_{21}H_{25}O_2N$ , HCl. I in HCl-gesätt. absol. A. gel., 5 Stdn. gekocht, eingengt u. mit absol. A. gefällt. Aus A.-Ä. (1 : 3), F. 161—162° (Gasentw.), äußerst l. in A., unl. in Ä., durch W. hydrolysiert. — *Dimethylesterhydrochlorid*,  $C_{19}H_{21}O_2N$ , HCl. I wiederholt mit gesätt. methylalkoh. HCl erwärmt, jedesmal im Vakuum verdampft, schließlich mit Ä. gefällt. Aus A.-Ä. (1 : 1) Nadeln, F. 180—180,5° (Gasentw.), äußerst l. in  $CH_3OH$ , durch W. hydrolysiert. (Journ. Amer. chem. Soc. 54. 2052—56. Mai 1932. South Hadley [Mass.], Mount Holyoke Coll.)

LINDENBAUM.

**David Matthew Williams**, *Die Addition von Halogenen an ungesättigte Säuren und Ester*. IV. *Die Geschwindigkeit der Addition von Brom an Zimtsäure in Eisessig*. (III. vgl. HANSON u. WILLIAMS, C. 1930. II. 908.) Die Addition von Br an Zimtsäure verläuft in OH-haltigen Lösungsm., wie W. u. A., sehr viel rascher als in Chlf. Daß W. u. A. sich an der Rk. beteiligen, ergibt sich aus der gleichzeitigen Bldg. von Bromoxy- u. Bromäthoxyhydrozimtsäure. Trotzdem ist der große Unterschied in der Rk.-Geschwindigkeit gegenüber dem Chlf. nicht zu verstehen; durch Unters. der Rk. in Eg. sollte darüber Aufklärung geschaffen werden. Nach ORTON u. BRADFIELD (C. 1927. II. 611) gereinigter Eg. wird durch Br bei gewöhnlicher Temp. nicht verändert. Es

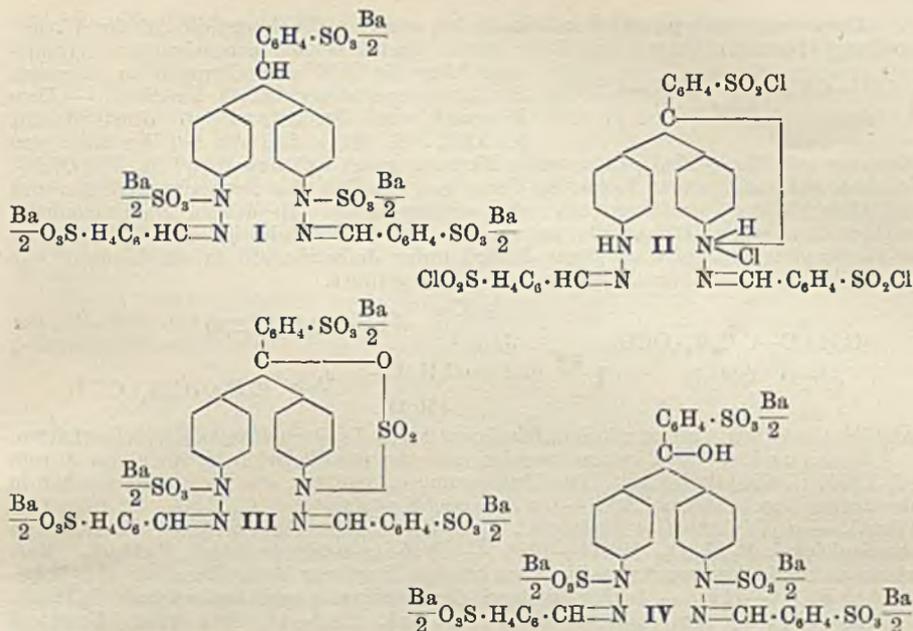
wurde Eg. vom F. 16,2°, entsprechend 0,2% W., verwendet. Die Rk. verläuft bei 15° völlig anders als in Chlf.; sie verläuft ohne Induktionsperiode bis zur Halbsättigung annähernd bimolekular, von da ab erzeugt eine zweite Rk. einen Katalysator, der die Rk. beschleunigt. Diese Abweichungen vom bimolekularen Typ treten bei 18, 20 u. 25° noch deutlicher auf. Die wahrscheinlichste Nebenrkk. ist Bromsubstitution in der Zimtsäure oder im Eg.; in beiden Fällen wäre HBr als Katalysator anzusehen. Bei Anwendung von überschüssigem Br geht die Rk. langsam über die reine Addition hinaus. Zusatz von HBr beschleunigt die Rk., doch ist die katalyt. Wrkg. geringer als in CCl<sub>4</sub>-Lsg. Die HBr-Bldg. infolge der Nebenrkk. genügt also nicht, um das Fehlen einer Induktionsperiode zu erklären, auch der Unterschied in der Polarität von Chlf. u. Eg. reicht nicht dafür aus. Erhöht man den W.-Geh. des Lösungsm., so wird der Rk.-Charakter völlig verändert; bei 0,7% W. vermindern sich die für die bimolekulare Rk. berechneten Konstanten mit fortschreitender Rk., bei höherem W.-Geh. wird die Geschwindigkeit stark erhöht, aber auch die Abnahme im Lauf der Rk. sehr ausgeprägt. Dies ist wahrscheinlich dadurch zu erklären, daß HBr das Gleichgewicht  $\text{Br}_2 + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{HBr} + \text{HOBr}$  stört, u. daß HOBr der tatsächlich wirksame Katalysator ist; bei Ggw. von 0,2% W. ist die katalyt. Wrkg. des HBr wieder größer als der Einfluß auf das Gleichgewicht. — Einzelheiten der Verss. s. Original. (Journ. chem. Soc., London 1932. 979—84. März. Aberystwyth, Univ. College of Wales.) OSTERTAG.

**Eustace Ebenezer Turner**, *Die Konfiguration von Phthalylbenzidin*. Im Gegensatz zu LE FÈVRE u. TURNER (C. 1927. I. 81) haben GUGLIAMELLI, CHANUSSOT u. RUIZ (C. 1931. II. 2153) dem Phthalylbenzidin Formel II statt I zugeschrieben; II soll sich sehr leicht, schon durch Umkrystallisieren aus Cyclohexanol, in III ver-



wandeln, was durch die Löslichkeit des unumkryst. Prod. in w. 1%ig. NaOH u. durch seine Undiazotierbarkeit in verd. Salzsäure gestützt wurde. Vf. weist nach, daß das fragliche Prod. — wenn es fein gepulvert ist — sich auch nach dem Umkrystallisieren glatt in Säure löst u. beim Ansäuern einen gelatinösen Nd. gibt, der sich glatt — unter geeigneten Bedingungen — diazotieren u. mit  $\beta$ -Naphthol kuppeln läßt. Der fragliche Nd. hat Formel IV u. entsteht aus I durch Spaltung. — Es wird die Bldg. von Phthalylbenzidin aus phthalsäurem Benzidin beschrieben. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1294—95. April. Univ. of London, Bedford College.) BERGMANN.

**Antonino Giacalone**, *Beitrag zur Kenntnis der Farbstoffderivate des Triphenylmethans*. Über die Konstitution des grünen Farbstoffs, der aus Dibenzaldihydrazino-triphenylmethan erhalten wird. Wenn 4,4'-Bis-[benzylidenhydrazino]-triphenylmethan (vgl. C. 1932. I. 1231 u. früher) in der Kälte (unter 40°) in rauchender H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gel. wird, so werden 5 Sulfonsäuregruppen in das Mol. eingeführt, von denen 3 in die Benzolkerne, 2 an den Iminstickstoff treten, doch findet hierbei keine Farbldg. statt. Bei W.-Badtemp. dagegen bildet sich ein Farbstoff, der sich in W. mit intensiv grüner Farbe löst. Aus der Lsg. des Farbstoffes werden 2 Reihen Salze erhalten: beim Neutralisieren mit BaCO<sub>3</sub> oder Ba(OH)<sub>2</sub> ein Salz mit 5 Sulfogruppen, beim Behandeln mit KCl ein Salz mit 3 Sulfogruppen, wobei eine der verloren gegangenen Sulfogruppen durch HCl ersetzt ist. Die rauchende H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> hat in der Wärme gleichzeitig mit der Sulfurierung eine Oxydation bewirkt. — 4,4'-[Bisbenzylidenhydrazino]-triphenylmethan wird außer auf die früher angegebene Methode auch aus Benzaldehyd u. Phenylhydrazin unter Zusatz von 80%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> hergestellt; F. 196°. Liefert beim Auflösen in rauchender H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (20% SO<sub>3</sub>) bei unter 40° u. nachfolgendem Eingießen in k. W. eine gelbe Lsg. Beim Neutralisieren mit BaCO<sub>3</sub> entsteht ein gelbbraunes Ba-Salz, (Ba/2)<sub>5</sub>C<sub>33</sub>H<sub>23</sub>O<sub>16</sub>N<sub>4</sub>S<sub>5</sub> (I); gibt eine bernsteingelbe Lsg. Zusatz von Säure bewirkt schwach grüne Färbung. — Wenn während der Einw. von H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ca. 1/2 Stde. auf dem W.-Bade erhitzt wird, so gibt das Rk.-Prod. in W. eine klare, intensiv grüne Lsg., die beim Alkalisieren weinrot wird. Beim Behandeln der Lsg. mit KCl entsteht eine dunkelgrüne M.; wenn dieses K-Salz mit PCl<sub>5</sub> behandelt wird, so entsteht das *Trisulfonsäurechlorid*, C<sub>33</sub>H<sub>24</sub>O<sub>9</sub>N<sub>4</sub>Cl<sub>3</sub>S<sub>3</sub> (II); grüne Blättchen, die gegen 100° erweichen. Beim Lösen in Methanol entsteht der *Trisulfonsäuretrimethylester*, C<sub>36</sub>H<sub>33</sub>O<sub>9</sub>N<sub>4</sub>Cl<sub>3</sub>S<sub>3</sub>, grün, schwach hygroskop. — Ba-



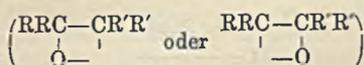
Salz,  $\text{Ba}_2\text{C}_{33}\text{H}_{22}\text{O}_{16}\text{N}_4\text{S}_5$  (III), durch Neutralisieren der schwefelsauren Lsg. des Farbstoffs mit  $\text{BaCO}_3$ . Harte grüne Blättchen; in konz. Lsgg. grün mit roten Reflexen, in verd. Lsg. schwach gelb. Liefert mit  $\text{K}_2\text{SO}_4$  das entsprechende *K-Salz*, das in Farbe u. Verh. dem Ba-Salz gleicht. — *Ba-Salz*,  $(\text{Ba}/2)_5\text{C}_{33}\text{H}_{22}\text{O}_{16}\text{N}_4\text{S}_5$  (IV), durch Alkalisieren der verd. schwefelsauren Lsg. des Farbstoffs mit  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  u. Neutralisieren mit  $\text{CO}_2$ ; rötlichgelb. Wenn  $\text{CO}_2$  zu lange einwirkt, so wandelt sich das rötlichgelbe Salz in das grüne um. Mit  $\text{PCl}_5$  entsteht das entsprechende *Chlorid*,  $\text{C}_{33}\text{H}_{22}\text{O}_{16}\text{N}_4\text{Cl}_5\text{S}_5$ ; schwach grün. III wird durch Phenylhydrazin nicht red.; ebensowenig das daraus erhaltene *K-Salz*. Das *K-Salz* aus II dagegen wird bei ca.  $100^\circ$  durch Phenylhydrazin zu einer hellgelben Substanz red. Das Red.-Prod. läßt sich mit  $\text{NaNO}_2$  diazotieren u. mit  $\beta$ -Naphthol zu einem Prod. kuppeln, das wahrscheinlich die Konst.  $\text{HO}_3\text{S} \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{CH}(\text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{N} : \text{N} \cdot \text{C}_{10}\text{H}_6 \cdot \text{OH})_2$  besitzt. Rotbraun, hygroskop. Das *K-Salz* aus II liefert bei der Kalischmelze *Salicylsäure*, woraus hervorgeht, daß sehr wahrscheinlich die Sulfonsäuregruppen an den Benzolkernen in o-Stellung zum CH: haften. Bei einem Vers. wurde auch *p-Oxybenzoesäure* gefunden, die aber bei der hohen Temp. wahrscheinlich aus *Salicylsäure* entstanden ist. (Gazz. chim. Ital. 62. 189—201. März 1932. Palermo, Univ.)

FIEDLER.

W. E. Bachmann, *Die Pinakon-Pinakolinumlagerung*. Die Umlagerung von *unsymmetrischen aromatischen Pinakonen*. Es sollte geprüft werden, ob die *asymm.* Pinakonen gefundene Reihe der *relativen Wanderungsfähigkeit* (= RW) der Radikale (vgl. C. 1932. I. 2321) auch bei der Umlagerung *unsymm.* arom. Pinakone wiederkehrt. Wie die Tabelle zeigt, ist das nicht der Fall:

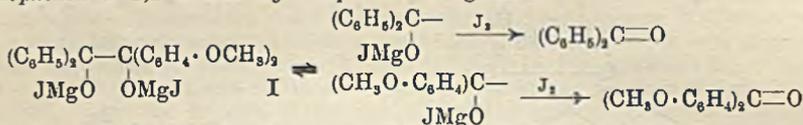
Gruppen R R <sub>1</sub>	RR'(HO)C·C(OH)RR'	RR(HO)C·C(OH)R'R'
	Wanderung in %	
p-CH <sub>3</sub> O·C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> . . . . .	98,6	28
C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> . . . . .	1,4	72
p-CH <sub>3</sub> ·C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> . . . . .	94	49
C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> . . . . .	6	51
m-CH <sub>3</sub> ·C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> . . . . .	66	50
C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> . . . . .	34	50

Das scheint auch plausibel zu sein, da bei *unsymm.* Pinakonen die Art der W.-Abspaltung (Formel nebenst.) eine Rolle spielt. Trotzdem läßt sich schon eine Voraussage über die RW von Gruppen in *unsymm.*



Pinakonen aus obiger Tabelle herleiten. — Dem Einwand von BERGMANN u. SCHUCHARDT (C. 1931. II. 1424), daß die bei der Red. von

Ketonen mit Mg + MgJ<sub>2</sub> auftretende Färbung nicht auf das Ketyl R<sub>2</sub>(JMgO)C—, sondern auf eine gesätt. Keton-Mg-Verb. von der Art des Benzophenondinatriums R<sub>2</sub>C(O<sub>2</sub>Na)Na zurückzuführen ist, wird widersprochen. In diesem Zusammenhang wurden 2 *unsymm.* Pinakone untersucht. Das durch Addition von C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>MgJ an *as*-Diphenyldianisylglykol erhaltene I wird unter Jodverbrauch in ein Gemisch von Benzophenon u. 4,4'-Dimethoxybenzophenon übergeführt.



Ähnliche Resultate wurden mit dem Pinakonat des *as*-Diphenyldi-*m*-tolylglykols erhalten.

Versuche. Die Pinakone wurden nach der modifizierten Methode von ACREE (C. 1904. II. 706) dargestellt. Die Umlagerung u. Spaltung des Pinakolins geschah in der früher beschriebenen Art. — *as*-Diphenyldi-*p*-tolylglykol, C<sub>23</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>. F. 167—168° (Zers.). — *as*-Diphenyldi-*m*-tolylglykol, C<sub>23</sub>H<sub>20</sub>O<sub>2</sub>, F. 156—158° (Zers.). — *as*-Diphenyldianisylglykol, C<sub>28</sub>H<sub>26</sub>O<sub>4</sub>, F. 166—168°. — *Diphenyl-o*-tolylcarbinol, C<sub>21</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>. Entstand an Stelle des erwarteten Pinakons bei der Einw. von Methylbenzilat auf *o*-Tolyl-MgBr. F. 116—117°. — Analog entstand das *Diphenyl-α-naphthoylecarbinol*, C<sub>24</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>. F. 156—157°. (Journ. Amer. chem. Soc. 54. 2112—18. Mai 1932. Univ. of Michigan.)

BERSIN.

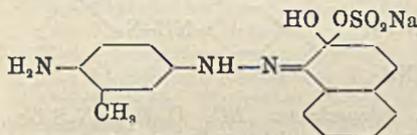
Marjan Puchalik, *Dipolmomente der Naphthole*. Vf. bestimmt nach der Methode der verd. Lsgg. das Dipolmoment von *α*- u. *β*-Naphthol (in Bzl.). Ersteres hat das Moment 1 (Fehler von 6<sup>o</sup>/<sub>10</sub>), letzteres 1,3 (Fehler von 10<sup>o</sup>/<sub>10</sub>). Naphthalin hat das Moment 0. Daß *β*-Substitutionsprodd. ein höheres Moment als die *α*-Isomeren haben, ist bereits von PARTS (C. 1931. I. 901) u. NAKATA (C. 1931. II. 2701) festgestellt worden. Während aber sonst die *α*-Verbb. dasselbe Moment haben wie die korrespondierenden Bzl.-Derivv., hat hier noch die *β*-Verb. ein kleineres Moment als Phenol. Als DE. des Bzl. gibt Vf. in Übereinstimmung mit OLIVER u. HARTSHORN (C. 1930. I. 176) 2,283 ± 0,002 an. (Apparatur vgl. im Original.) (Physikal. Ztschr. 33. 341—45. 15/4. 1932. Lwów, Univ. Inst. für Experimentalphysik.)

BERGMANN.

Albert Theodore King, *Azosulfite von Bis-azo-naphtholen und ihre Spaltung zu den entsprechenden Aminoazonaphtholen*. Die Stabilität der Azosulfite gegen angesäuerte Jodlsg. (C. 1928. I. 58) scheint eine allgemeine Eig. zu sein. Ebenso sind sie beständig gegen Titanchlorür, so daß unveränderter Farbstoff neben ihnen bestimmt werden kann, u. gegen Na-Hydrosulfit. Diese Blockierung einer Azogruppe erlaubt also in Disazofarbstoffen eine partielle Azospaltung zu dem Azosulfit eines aminierten Monoazokörpers u. einem Amin, was sowohl für die Konstitutionsaufklärung, wie für die Synthese der genannten Monoazokörper von Bedeutung ist. Die Rk. ist prakt. beschränkt auf Diazofarbstoffe mit *β*-Naphthol als Komponente. Während Benzolazobenzolazo-*β*-naphthol u. *p*-Sulfobenzolazobenzolazo-*β*-naphthol das von MELDOLA (Journ. chem. Soc., London 87 [1905]. 3) beschriebene *p*-Aminobenzolazo-*β*-naphthol nicht geben, liefert Janusrot B (2-Oxy-1-naphthalinazo-*m*-toluolazobenzol-*m*-trimethylammoniumchlorid) glatt *p*-Amino-*m*-toluolazo-1-naphthol (weitere Beispiele s. unten), wenn vorher die erste N=N-Bindung durch Behandeln mit Nabisulfit blockiert war u. dann mit Hydrosulfit behandelt wurde. Wenn — was beim Janusrot B nicht der Fall ist — das Azosulfit II. ist, wird die ungeschützte Bindung schon durch überschüssiges Sulfit reaktiv gespalten, besonders bei erhöhter Temp. Z. B. gibt Kongorubin (Biphenylbisazo-8-sulfo-*β*-naphthol-*α*-naphthylamin-4-sulfosaures Na) bei gewöhnlicher Temp. das n. Sulfit, aber bei 60° quantitativ das 4'-Aminobiphenylazo-8-sulfo-*β*-naphthol in Form seines Azosulfits; ebenso verhält sich Heliotrop 2 B (Biphenyldisazo-8-sulfo-*β*-naphthol-*α*-naphthol-4,8-sulfosaures Na). Die Sekundärk. wird um so langsamer, je komplizierter die Gruppen sind; Verbb. mit einem Biphenylkern in der Mitte sind am stabilsten. Ferner hängt sie von der Löslich-

keit ab. So liefert Croceinscharlach 3 B (p-Sulfobenzolazobenzolazo- $\beta$ -naphthol-8-sulfonsaures Na) in W. ein sehr unreines, aber bei Ggw. von Py. ein sehr reines, n. Azosulfid. Monosulfo-4-amino- $\alpha$ -naphtholazo- $\alpha$ -naphthalinazo- $\beta$ -naphthol-6-sulfosaures Na (Diazaminblau BR) gibt in der Kälte glatt das n. Azosulfid, wird in der Hitze aber reduziert, ebenso Paraminechtbordeaux B (biphenyldiazosalicylsäure- $\beta$ -naphthol-3,6-disulfosaures Na). Chloraminrot B (biphenyldisazophenetol- $\beta$ -naphthol-6,8-disulfosaures Natrium) ist bereits beständiger gegen sek. Reduktion seines Azosulfids, noch mehr Trisulfonviolett B (Biphenyldisazo-3,6,8-trisulfo- $\alpha$ -naphthol- $\beta$ -naphthol) u. am meisten Trisulfonblau R, die entsprechende Ditolylverb., letzterenfalls wohl infolge der ster. Hinderung durch die zur Azogruppe o-ständigen Methylene. Das n. Azosulfid des Trisulfonviolett B ist purpurrot, wenn es aus Py., stahlblau, wenn es aus W. isoliert wird.

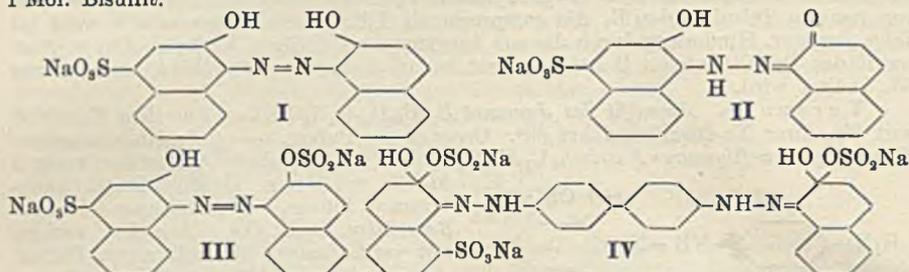
Versuche. *Azosulfid des Janusrot B*,  $C_{26}H_{27}O_4N_5ClSNa$ . Aus dem Farbstoff mit 5% ihrer Na-Bisulfitslg. bei 60°. Orangerotes Pulver. — *p-Amino-m-toluolazo- $\beta$ -naphthylschwefligsaures Natrium*,  $C_{17}H_{16}O_4N_3SNa$  (Formel nebenst.). Aus dem vorigen in W. mit konz. Hydrosulfitslg. Gelbbraunes Pulver. — *p-Amino-m-toluolazo- $\beta$ -naphthol*,  $C_{11}H_{15}ON_3$ . Aus dem vorigen mit verd. Lauge. Dunkelbraunes Pulver. *Acetylderiv.*, F. 251°, rote Krystalle. — *Azosulfid des Kongorubins*,  $C_{32}H_{22}O_{10}N_5S_3Na$ . Aus dem Farbstoff mit Bisulfitslg. u. Py.



in der Kälte. Dunkelrotes Pulver. — *4'-Aminobiphenylazo-8-sulfo- $\beta$ -naphthylschwefligsaures Natrium*,  $C_{22}H_{17}O_7N_3S_2Na_2$ . Aus dem vorigen oder aus Kongorubin mit Bisulfid bei 60°. Braunes Pulver. *4'-Aminobiphenylazo- $\beta$ -naphthol-8-sulfosäure* ist dunkelviolett. — *Azosulfid des Heliotrops 2 B*,  $C_{32}H_{30}O_{14}N_4S_4Na_4$ . Dunkelrotes Pulver. Spaltung lieferte vorst. beschriebene Verb. — *Azosulfid des Paramins Tiefbordeaux B*,  $C_{28}H_{18}O_{13}N_4S_3Na_4$ . Isolierung mit Py., purpurbraunes Pulver. — *4'-Aminobiphenylazo-3,6-disulfo- $\beta$ -naphthylschwefligsaures Natrium*,  $C_{22}H_{16}O_{10}N_3S_3Na_3$ . Statt des vorigen bei 60° wie üblich. Rotbraunes Pulver. — *Azosulfid des Croceinscharlachs 3 B*,  $C_{22}H_{15}O_{16}N_4S_5Na_3$ . Orangefarbenes Pulver. — *p-Aminobenzolazo-8-sulfo- $\beta$ -naphthylschwefligsaures Natrium*,  $C_{16}H_{13}O_7N_3S_2Na_2$ . Statt des vorigen bei 60°. Orangebraunes Pulver. — *Azosulfid des Chloraminrots B*,  $C_{36}H_{23}O_{11}N_4S_3Na_3$ . Aus dem Farbstoff in Py., aber auch bei 60° in W.; tief orangefarbenes Pulver. — *4'-Aminobiphenylazo-6,8-disulfo- $\beta$ -naphthylschwefligsaures Natrium*,  $C_{22}H_{16}O_{10}N_3S_3Na_3$ . Neben p-Phenetidin aus dem vorigen durch langes Erhitzen mit Bisulfid auf 60°. Braunes Pulver. — *Azosulfid des Trisulfonvioletts B*,  $C_{32}H_{20}O_{14}N_4S_4Na_4$ . Aus dem Farbstoff mit warmem Bisulfid. Bzgl. der Farbe s. oben. — *4'-Aminobiphenylazo- $\beta$ -naphthylschwefligsaures Natrium*,  $C_{22}H_{18}O_4N_3SNa$ . Aus dem vorigen durch langes Erhitzen. Braunes Pulver. *4'-Aminobiphenylazo- $\beta$ -naphthol* bildet fast schwarze, purpurfarbene Krystalle (aus A.), sein Acetylderiv. (F. 275°) tiefrote. — *Azosulfid des Trisulfonblaus R*,  $C_{34}H_{24}O_{14}N_4S_4Na_4$ . Blaues Pulver, mit ähnlichem Farbwechsel wie beim vorigen. — *p-Aminoditolylo- $\beta$ -naphthylschwefligsaures Natrium*,  $C_{24}H_{22}O_4N_3SNa$ . Aus dem vorigen am besten mit k. Hydrosulfid. Braunes Pulver. Das Acetylderiv. des p-Aminoditolylo- $\beta$ -naphthols bildet braunrote Krystalle, F. 233°. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1265—71. April. Headingley, Leeds. Wool Industries Research Assoc.) BERGM.

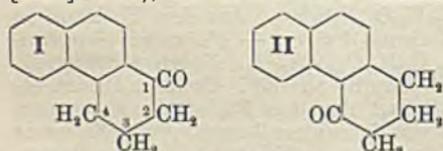
Albert Theodore King, *Sulfite von Azoverbindungen mit zwei Hydroxylgruppen*. Während nach der SPIEGELschen Formulierung (Ber. Dtsch. chem. Ges. 18 [1885]. 1479) der Azosulfite ein Bisazokörper mit einem OH 2 Mol. Sulfid addieren kann, kann er nach der Formel von VOROSCHTSOV (Journ. Russ. Phys. Chem. Soc. 47 [1915]. 1669) nur 1 Mol. aufnehmen, was für den Fall des 1-Naphthol-2,4-disazoanilins auch bewiesen worden ist. Hingegen ist die Voraussage von VOROSCHTSOV, daß ein Azokörper mit 2 OH-Gruppen 2 Sulfitmoll. addieren könne, unrichtig. Denn Eriochrom Blauschwarz RC (GEIGY) (I) kann z. B. nur II liefern; aber Aufnahme eines zweiten Mol. Bisulfid könnte erst erfolgen, wenn II zu III W. abspaltet. In der Tat entsteht nur eine Verb. (II) mit 1 Mol. Bisulfid. Sie verhält sich insofern abnorm, als sie beim Erhitzen mit Bisulfitslg. auf 70° I regeneriert; bei längerem Erwärmen tritt Reduktion ein (vgl. Ponceau 2 RE). Analog verhält sich Eriochrom Schwarz A (GEIGY) (4-Sulfo-5-nitro-2-oxy- $\alpha$ -naphthalinazo- $\beta$ -naphthol). 5-Sulfo-2-oxybenzol- $\beta$ -naphthol (Solochrom Violet R) addiert auch nur 1 Mol. Bisulfid, die Verb. ist aber beständig, ebenso wie analoge, die nur eine  $\beta$ -Naphtholgruppe enthalten. Die

Unmöglichkeit, eine Verb. mit 2 Moll. Bisulfit in diesen Fällen zu erhalten, beweist die Hydrazoneformel der Azosulfite (entsprechend II). Bei geeigneten Disazokörpern läßt sich natürlich eine Verb. mit 2 Moll. Bisulfit erhalten, so aus Bordeaux Extra (Biphenyldisazobis- $\beta$ -naphthol-8-sulfosaures Natrium) Verb. IV, ebenso aus Brillantcarmin L (2,5,2',5'-Tetramethyltriphenylmethan-4,4'-diazobis- $\beta$ -naphthol-3,6-disulfosaurem Natrium); beide sind sehr beständig. Natrium-2,2'-disulfobiphenyldisazobis- $\beta$ -naphthol hingegen gibt überraschenderweise (ortho-Wrkng.?) nur eine Verb. mit 1 Mol. Bisulfit.



**Versuche.** Azosulfit des Eriochrom Blauschwarz RC, C<sub>20</sub>H<sub>14</sub>O<sub>8</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>. Darst. mit Bisulfit u. Py. Orangerotes Pulver. — Azosulfit des Eriochromschwarz A, C<sub>20</sub>H<sub>13</sub>O<sub>10</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>, Braunes Pulver. — Azosulfit des Solochromviolett R, C<sub>16</sub>H<sub>12</sub>O<sub>8</sub>N<sub>2</sub>S<sub>2</sub>Na<sub>2</sub> Lederfarbenes Pulver. — Azosulfit des Bordeaux Extra, C<sub>33</sub>H<sub>22</sub>O<sub>4</sub>N<sub>4</sub>S<sub>4</sub>Na<sub>4</sub>. Orangerotes Pulver. — Azosulfit des Brillantcarmin L, C<sub>43</sub>H<sub>34</sub>O<sub>20</sub>N<sub>4</sub>S<sub>6</sub>Na<sub>6</sub>. Orangerotes Pulver. — Azosulfit des Na-2,2'-disulfobiphenyldisazo- $\beta$ -naphthols, C<sub>22</sub>H<sub>21</sub>O<sub>11</sub>N<sub>4</sub>S<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>. Orangefarbenes Pulver. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1271—75. April. Headingley, Leeds. Wool Industries Research Assoc.) BERGMANN.

**Robert Downs Haworth, Synthese von Alkylphenanthrenen.** I. 1-, 2-, 3- und 4-Methylphenanthren. Naphthalin gibt mit Bernsteinäureanhydrid + AlCl<sub>3</sub>  $\beta$ -Naphthoyl-(1)- u.  $\beta$ -Naphthoyl-(2)-propionsäure (vgl. GIUA, Ber. Dtsch. chem. Ges. 47 [1914]. 2115); die hieraus nach CLEMMENSEN erhältlichen  $\gamma$ -Naphthylbuttersäuren geben mit 85%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1- u. 4-Keto-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren (I u. II);



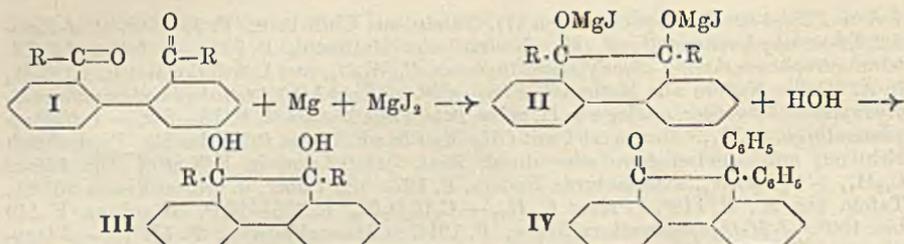
aus beiden Ketonen erhält man nach CLEMMENSEN Tetrahydrophenanthren, das sich mit Se zu Phenanthren dehydrieren läßt. 1-Methylphenanthren erhält man aus I durch Umsetzung mit CH<sub>3</sub>MgJ, Abspaltung von H<sub>2</sub>O u. Dehydrierung mit Se; analog entsteht 4-Methylphenanthren aus II. Das so erhaltene 4-Methylphenanthren schm. bei 49—50°, während RADCLIFFE u. Mitarbeiter (C. 1932. I. 63) 117° angeben; Vf. fand aber bei einem nach RADCLIFFE dargestellten KW-stoff ebenfalls 49—50°. — Bei Verss., I durch Kondensation mit Äthylaloxalat, Methylierung u. Hydrolyse in Deriv. des 2-Methylphenanthrens überzuführen, wurde nur sehr wenig 1-Keto-2-methyl-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren erhalten. 2- u. 3-Methylphenanthren wurden dann analog der obigen Darst. von Phenanthren aus Naphthalin u. Methylbernsteinsäureanhydrid dargestellt. Daß bei dieser Kondensation  $\beta$ -Naphthoylisobuttersäuren, C<sub>10</sub>H<sub>7</sub>·CO·CH<sub>2</sub>·CH(CH<sub>3</sub>)·CO<sub>2</sub>H, u. nicht die isomeren  $\beta$ -Naphthoylbuttersäuren entstehen, wurde durch Synthese der Säuren aus  $\alpha$ - u.  $\beta$ -Chloracetylnaphthalin u. Methylmalonester bewiesen; die größere Rk.-Fähigkeit des dem CH<sub>2</sub> benachbarten CO ist beim Methylbernsteinsäureanhydrid schon wiederholt festgestellt worden.

**Versuche.** Red. von Ketoverbb. nach CLEMMENSEN; Überführung von Naphthylbuttersäuren in Ketotetrahydrophenanthrene durch Erwärmen mit 3 Teilen H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 1 Teil W. auf dem Wasserbad; Dehydrierung durch Erhitzen mit Se auf 300—340° (24 Stdn.); Oxydation der Phenanthrene zu Chinonen mit CrO<sub>3</sub> in 4 Teilen Eg. + 2 Teilen W. erst bei 60—70°, dann auf dem Wasserbad. — Aus Naphthalin, Bernsteinäureanhydrid u. AlCl<sub>3</sub> in Nitrobenzol etwa gleiche Teile  $\beta$ -Naphthoyl-(2)-propionsäure (F. 171—173° aus Methanol; in Eg. schwerer l. als das Isomere) u.  $\beta$ -Naphthoyl-(1)-propionsäure (F. 129—131° aus Methanol). Daraus  $\gamma$ -Naphthyl-(2)-buttersäure, F. 94—95°, u.  $\gamma$ -Naphthyl-(1)-buttersäure, F. 106—107°; aus diesen durch Ringschluß

*1-Keto-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren (I)*, Tafeln aus Chlf.-Pae., F. 95—96°, u. *4-Keto-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren (II)*, Nadeln aus Methanol, F. 69°. — *1-Keto-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren-2-glyoxylsäureäthylester*,  $C_{18}H_{16}O_4$ , aus I, Äthylloxalat u.  $KOC_2H_5$  in Ä. Gelbe Nadeln aus Methanol, F. 84—85°. *4-Keto-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren-3-glyoxylsäureäthylester*, analog aus II, gelbe Tafeln aus Methanol, F. 73—74°. — *1-Methylphenanthren*,  $C_{15}H_{12}$ . Man setzt I mit  $CH_3 \cdot MgJ$  in sd. Ä. um, führt das Rk.-Prod. durch Erhitzen mit Ameisensäure oder durch Dest. bei 0,3 mm in KW-stoff (Öl; *Pikrat*  $C_{15}H_{14} + C_6H_3O_7N_3$ , scharlachrote Nadeln, F. 127—128°) über, u. erhitzt diesen mit Se. Tafeln aus A., F. 118°. *Pikrat*  $C_{16}H_{12} + C_6H_3O_7N_3$ , F. 135—136°. *Styphnat*, F. 149 bis 150°. *1-Methylphenanthrenchinon*, F. 191°. *Chinoxalinderiv.*, F. 177°. — *4-Oxy-4-methyl-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren*,  $C_{15}H_{16}O$ , aus II u.  $CH_3 \cdot MgJ$ . Tafeln aus Pae., F. 111—112°. Gibt mit Pikrinsäure in k. Methanol das zugehörige *Pikrat*  $C_{15}H_{16}O + C_6H_3O_7N_3$  (gelbe Nadeln, F. 96—98°), in h. Methanol ein *Pikrat*  $C_{15}H_{14} + C_6H_3O_7N_3$ , scharlachrote Tafeln, F. 110°. Der zu diesem gehörige ölige KW-stoff entsteht aus dem Carbinol beim Erwärmen mit Ameisensäure u. Destillieren unter 0,3 mm, u. liefert mit Se *4-Methylphenanthren*,  $C_{15}H_{12}$ , Tafeln aus A., F. 49—50°. *Pikrat*  $C_{15}H_{12} + C_6H_3O_7N_3$ , orange Nadeln aus Methanol, F. 140—141°. *Styphnat*, orange Nadeln aus A., F. 135°. *4-Methylphenanthrenchinon*,  $C_{15}H_{10}O_2$ , orange Tafeln aus A., F. 187°. *Chinoxalinderiv.*,  $C_{21}H_{14}N_2$ , gelbliche Nadeln aus A., F. 178°. —  $\beta$ -Naphthoyl-(2)-isobuttersäure,  $C_{15}H_{14}O_3$ , aus Naphthalin, Methylbernsteinsäureanhydrid u.  $AlCl_3$  in Nitrobenzol, oder durch Umsetzung von  $\beta$ -Naphthylchlormethylketon mit Na-Methylmalonester, Hydrolyse des Prod. mit methylalkoh. KOH u. Erhitzen auf 180°. Tafeln aus Eg. oder Methanol, F. 165—166°. —  $\beta$ -Naphthoyl-(1)-isobuttersäure, neben dem Isomeren aus Naphthalin u. Methylbernsteinsäureanhydrid. Nadeln aus Methanol, F. 123—124°. —  $\alpha$ -Methyl- $\gamma$ -naphthyl-(2)-buttersäure,  $C_{15}H_{16}O_2$ , aus  $\beta$ -Naphthoyl-(2)-isobuttersäure, Nadeln aus Pae., F. 85—86°.  $\alpha$ -Methyl- $\gamma$ -naphthyl-(1)-buttersäure, aus  $\beta$ -Naphthoyl-(1)-isobuttersäure, Prismen aus Ä.-Pae., F. 90°. — *1-Keto-2-methyl-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren*,  $C_{15}H_{14}O$ , aus  $\alpha$ -Methyl- $\gamma$ -naphthyl-(1)-buttersäure u.  $H_2SO_4$ , oder durch Erhitzen von *1-Keto-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren-2-glyoxylsäureester* mit  $CH_3J$  u.  $KOCH_3$ -Lsg. u. Dest. des Rk.-Prod. bei 0,3 mm. Tafeln aus Ä.-Pae., F. 75—76°. *Pikrat*, gelbe Knötchen aus Methanol, F. 104°. *Semicarbazon*, Nadeln aus A., F. 250—252°. Das Keton gibt bei der Red. u. Dehydrierung des Red.-Prod. mit Se *2-Methylphenanthren*,  $C_{15}H_{12}$ , Nadeln aus A., F. 55—56°. *Pikrat*  $C_{15}H_{12} + C_6H_3O_7N_3$ , gelbe Nadeln aus Methanol, F. 118—119°. *2-Methylphenanthrenchinon*,  $C_{15}H_{10}O_2$ , orange Tafeln aus A., F. 147—148°. *Chinoxalinderiv.*,  $C_{21}H_{14}N_2$ , gelbliche Nadeln aus A., F. 186—188°. — *4-Keto-3-methyl-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren*, aus  $\alpha$ -Methyl- $\gamma$ -naphthyl-(2)-buttersäure u.  $H_2SO_4$ , Tafeln aus Ä.-Pae., F. 64—65°. Gibt bei Red. u. nachfolgender Dehydrierung mit Se *3-Methylphenanthren*,  $C_{15}H_{12}$ , Nadeln oder Prismen aus A., F. 62—63°. *Pikrat*  $C_{15}H_{12} + C_6H_3O_7N_3$ , gelbe Nadeln aus A., F. 137—138°. *3-Methylphenanthrenchinon*,  $C_{15}H_{10}O_2$ , orange Tafeln aus A., F. 205—206°. *Chinoxalinderiv.*,  $C_{21}H_{14}N_2$ , gelbliche Nadeln aus Eg., F. 207—208°. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1125—33. April. Newcastle upon Tyne, Univ. of Durham.) OSTERTAG.

W. E. Bachmann, *Die Umlagerung von 9,10-Diaryldihydrophenanthrendiolen*. In Fortsetzung einer früheren Arbeit (C. 1932. I. 2321) wurde die Darst. u. Umlagerung einiger 9,10-Diaryldihydrophenanthrendiole untersucht. Die Red. von *2,2'-Dibenzoylbiphenyl* (I,  $R = C_6H_5$ ) mit  $Mg + MgJ_2$  lieferte neben einem Pinakon, F. 179—180°, geringe Mengen eines Stereoisomeren, F. 202°, die beide von WERNER u. GROB (C. 1904. II. 1309) sowie ACREE (C. 1905. I. 878) auf anderem Wege erhalten worden waren. Die Red. von I ( $R = C_6H_5$ ) mit  $Zn + KOH$  lieferte ebenfalls beide Isomere. Diese geben sowohl in Ggw. von Acetylchlorid, als auch von Eg. + J (vgl. GOMBERG u. BACHMANN, C. 1927. I. 1451) dasselbe Pinakolin IV. — Wie vorauszusehen war, wanderten bei der Umlagerung des *Di-p-tolyldihydrophenanthrendiols* u. *Dianisyl-dihydrophenanthrendiols* lediglich die p-Tolyl- bzw. Anisylgruppe: Das erstere gab *10,10-Di-p-tolylphenanthron-(9)*, das zweite *10,10-Dianisylphenanthron-(9)*. — Die Red. von I ( $R = C_6H_4 \cdot CH_3$ ) u. I ( $R = C_6H_4 \cdot OCH_3$ ) mit  $Mg + MgJ_2$  oder  $Zn + KOH$  gab die entsprechenden hochschmelzenden Diole III, während die niedrig schmelzenden Isomeren durch Grignardierung von Phenanthrenchinon erhalten wurden. Die zusammengehörenden Isomerenpaare gaben bei der Umlagerung je ein u. dasselbe Pinakolin. — Alle Pinakone konnten durch  $CrO_3$  zu den entsprechenden 2,2'-Diacylbiphenylen oxidiert werden.

Versuche. *2,2'-Di-p-tolylbiphenyl*,  $C_{28}H_{22}O_2$  (I,  $R = C_6H_4 \cdot CH_3$ ). Über

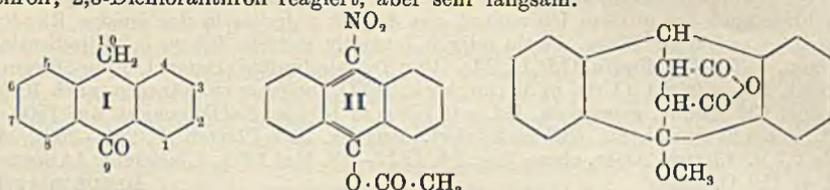


2-Brom-4'-methylbenzophenon (aus  $p\text{-CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{MgBr}$  u. o-Bromcyanbenzol) nach ULLMANN oder durch Oxydation des folgenden. F.  $137^\circ$  aus Eg. oder in einer anderen Modifikation, F.  $125,5\text{--}126,0^\circ$ . — 9,10-Di-p-tolyldihydrophenanthrenol,  $\text{C}_{28}\text{H}_{24}\text{O}_2$  (III, R =  $\text{C}_6\text{H}_4\text{CH}_3$ ). Hochschmelzende Form: Prismen, F.  $213^\circ$ . Niedrigschmelzende Form: Entweder F.  $103^\circ$  aus Bzl. + A. (aus Eg. F.  $84^\circ$  mit Lösungsm.) oder in einer zweiten Modifikation, F.  $136^\circ$  aus A. Alle 3 Verb. vom F.  $213^\circ$ ,  $136^\circ$  u.  $103^\circ$  geben bei der Umlagerung 10,10-Di-p-tolyphenanthron-(9), F.  $159^\circ$ . — 2,2'-Dianisylbiphenyl,  $\text{C}_{28}\text{H}_{22}\text{O}_4$  (I, R =  $\text{C}_6\text{H}_4\cdot\text{OCH}_3$ ). Nadelförmige Prismen, die bei  $147^\circ$  schmelzen, dann erstarren u. nochmals bei  $152\text{--}153^\circ$  schmelzen. — 9,10-Dianisylidihydrophenanthrenol,  $\text{C}_{28}\text{H}_{24}\text{O}_4$  (II, R =  $\text{C}_6\text{H}_4\cdot\text{OCH}_3$ ). Hochschmelzende Form: Prismen aus n-Propylalkohol, F.  $188\text{--}190^\circ$ . Niedrigschmelzende Form: F.  $154\text{--}155^\circ$ . Beide geben mit  $\text{CrO}_3$  in Eg. das hochschmelzende 2,2'-Dianisylbiphenyl. Die Umlagerung liefert 10,10-Dianisylphenanthron-(9), F.  $151\text{--}152^\circ$ . (Journ. Amer. chem. Soc. 54. 1969—74. Mai 1932. Univ. of Michigan.)

BERSIN.

Edward de Barry Barnett und Colin Leslie Hewett, *Der Einfluß von Kernsubstituenten auf einige Reaktionen der Anthrone*. I. Vff. untersuchen den Einfluß von Substituenten in den seitlichen Kernen des Anthrons (I) auf die Reaktivität der  $\text{CH}_2$ - u. der CO-Gruppe; Einflüsse dieser Art auf die meso-Kohlenstoffatome sind früher schon beobachtet worden. Während 1-, 2- u. 3-Chloranthron ebenso mit Benzylchlorid u. Ätzkali ein 10,10-Dibenzylderiv. geben, wie nach HALLGARTEN (Ber. Dtsch. chem. Ges. 21 [1888]. 2508) Anthron selbst (BARNETT u. COOK, C. 1928. I. 2503; BARNETT u. GOODWAY, C. 1930. II. 1223), geben 1,4-, 1,5-, 1,8- u. 4,5-Dichloranthron nur ein 10-Monobenzylderiv. (l. c.; ferner BARNETT u. WILTSHIRE, C. 1930. I. 524), u. 2,3-Dichloranthron liefert 10-Benzyl-9-oxybenzylanthracen (BARNETT, GOODWAY, SAVAGE, C. 1931. II. 2733). Vff. stellen fest, daß 1,3- u. 2,3-Dimethylanthron ebenfalls Dibenzylverb. liefern, während 1,4-Dimethylanthron unangegriffen bleibt. 2,4-Dimethylanthron gibt nichts Krystallisiertes. — Wie 10-Nitroanthron geben nach BARNETT u. COOK (C. 1923. III. 1613) 1-, 2- u. 3-Chlor-10-nitroanthron mit Acetanhydrid in k. Py. die Acetylderiv. der Anthranolform (II). 4-Chlor-, 1,5- u. 1,8-Dichlor-10-nitroanthron werden zers., u. 4,5-Dichloranthron bleibt unangegriffen (BARNETT, GOODWAY u. WILTSHIRE, C. 1930. II. 1075). Die daraus sich ergebende Regel, daß Chlor in 4 oder 5 die Acetylierung verhindert, wird von Vff. durch die Feststellung bestätigt, daß 1,4-Dichlor-10-nitroanthron zers. wird, während die 2,3-Dichlorverb. ein Acetylderiv. gibt. Ein Methyl in 1 wirkt ähnlich wie ein Chloratom in 4, denn von den drei untersuchten Dimethyl-10-nitroanthronen gibt nur die 2,3-Verb. ein Acetylderiv., während die 1,3- u. die 1,4-Verb. sich zers. — Anthranyl-9-methyläther können bei der Bromierung entweder 10-Bromanthrone (unter Abspaltung von  $\text{CH}_2\text{Br}$ ) oder 10-Brom-9-anthranyläther (unter Abspaltung von HBr) liefern. (K. H. MEYER u. SCHLÖSSER, LIEBIGS Ann. 420 [1919]. 129; BARNETT, COOK u. MATTHEWS, C. 1925. I. 181 [1,5-Dichlorverb.]). Vff. untersuchen auch hier den Einfluß von Kernsubstituenten. Es wurde festgestellt, daß die Anthranyl-9-methyläther, die in peri-Stellung zur Methoxygruppe ein Chloratom oder ein Methyl tragen, nicht fluorescieren, während die Acetylderiv. ebenso wie die peri-unsubstituierten Verb. das tun. Das wurde festgestellt an den 9-Methoxyverb. des 1- u. 4-Chlor-, des 1,4-, 1,5-, 1,8-, 4,5- u. 2,3-Dichloranthracens, ebenso des 1,3-, 2,3-, 1,4- u. 2,4-Dimethylanthracens. Die 1-Chlorverb. u. die 1,4-Dimethylverb. konnten nur in Form ihrer Maleinsäureanhydrid-Additionsprodd. krystallisiert erhalten werden (entsprechend III). Bei der Bromierung entsteht ein 10-Bromanthron-(9) aus der 1,4- u. 4,5-Dichlor-, sowie der 1,4- u. 2,4-Dimethylverb., während 1,8-, 2,3-Dichlor- u. 1,3- u. 2,3-Dimethyl-9-methoxyanthracen die 10-Brom-9-methoxyverb. geben. Ein Substituent in peri-Stellung zum mesoständigen H, nicht aber zum Methoxyl ist also von Einfluß auf den Rk.-Verlauf. — Auch die Konden-

sation von Anthon mit aromat. Aldehyden wird von Substituenten beeinflusst. Wie Anthon läßt sich 1,8-Dichloranthon, nicht aber die 1,5- u. die 4,5-Verb. mit Benzaldehyd kondensieren (BARNETT, GOODWAY u. WILTSHIRE, C. 1930. II. 1075). Auch 1,4-Dichlor-, 1,4- u. 2,4-Dimethylanthon reagieren nicht, hingegen 1,3- u. 2,3-Dimethylanthon; 2,3-Dichloranthon reagiert, aber sehr langsam.



Versuche. Es wird die Red. von 1,8-Dichloranthrachinon zu 1,8- u. 4,5-Dichloranthon beschrieben. — 10,10-Dibenzyl-1,3-dimethylanthon,  $C_{30}H_{26}O$ . Aus 1,3-Dimethylanthon u. Benzylchlorid mit KOH. Aus Cyclohexan, F. 206°. — 10,10-Dibenzyl-2,3-dimethylanthon,  $C_{30}H_{26}O$ . Darst. analog. F. 199°. — 1,3-Dimethyl-10-nitroanthron-(9),  $C_{16}H_{13}O_3N$ . Aus 1,3-Dimethyl-9-acetoxyanthracen mit konz. Salpetersäure in Eg. Aus Bzl. F. 150° (Zers.). — 1,4-Dimethyl-10-nitroanthron-(9),  $C_{16}H_{13}O_3N$ . Darst. analog F. 159° (Zers.). — 2,3-Dimethyl-10-nitroanthron-(9),  $C_{16}H_{13}O_3N$ . Darst. analog. F. 150° (Zers.). — 2,3-Dimethyl-10-nitro-9-acetoxyanthracen,  $C_{18}H_{15}O_4N$ . Aus dem vorigen mit Acetanhydrid in k. Py. Aus Bzl. oder Toluol, Nadeln, F. 242° (Zers.). — 1,4-Dichlor-10-nitroanthron-(9),  $C_{14}H_7O_3NCl_2$ . Darst. analog. F. 162° (Zers.). — 2,3-Dichlor-10-nitroanthron-(9),  $C_{14}H_7O_3NCl_2$ . Darst. analog. F. undefiniert. — 2,3-Dichlor-10-nitro-9-acetoxyanthracen,  $C_{16}H_9O_4NCl_2$ . Aus dem vorigen, F. 225—230° (Zers.). — 1,3-Dimethyl-9-methoxyanthracen,  $C_{17}H_{16}O$ . Aus 1,3-Dimethylanthon-(9) mit p-Toluolsulfonäuremethylester u. Kalilauge in A. Aus Methanol, dann PAe. F. 58°. — 2,3-Dimethyl-9-methoxyanthracen,  $C_{17}H_{16}O$ . Darst. analog. Aus Methanol, dann Cyclohexan; F. 117°. — 2,4-Dimethyl-9-methoxyanthracen,  $C_{17}H_{16}O$ . Analog. Aus Methanol, dann PAe. F. 87°. — 4-Chlor-9-methoxyanthracen,  $C_{15}H_{11}OCl$ . Darst. analog. Aus Methanol, dann Cyclohexan; F. 120°. — 1,4-Dichlor-9-methoxyanthracen,  $C_{15}H_{10}OCl_2$ . Aus Eg., dann Bzl., F. 130°. — 1,8-Dichlor-9-methoxyanthracen,  $C_{15}H_{10}OCl_2$ . Aus Eg., dann Bzl., F. 173°. — 2,3-Dichlor-9-methoxyanthracen,  $C_{15}H_{10}OCl_2$ . Aus Eg., dann Bzl. F. 147°. — 4,5-Dichlor-9-methoxyanthracen,  $C_{15}H_{10}OCl_2$ . Aus Eg., dann Bzl. F. 145°. — 1-Chlor-9-methoxy-9,10-dihydroanthranyl-9,10-endo- $\alpha,\beta$ -bernsteinsäureanhydrid,  $C_{19}H_{13}O_4Cl$  (entsprechend III). Aus dem öligen Methylierungsprod. von 1-Chloranthon mit Maleinsäureanhydrid in Xylol. Aus Xylol F. 266°. — 9-Methoxy-1,4-dimethyl-9,10-dihydroanthranyl-endo- $\alpha,\beta$ -bernsteinsäureanhydrid,  $C_{21}H_{18}O_4$ . Analog aus 1,4-Dimethylanthon. Aus Toluol F. 259°. — 1,4-Dichlor-10-bromanthron-(9),  $C_{14}H_7OCl_2Br$ . Aus 1,4-Dichlor-9-methoxyanthracen u. Brom in  $CS_2$  (war von BARNETT, GOODWAY u. WILTSHIRE, l. c., noch nicht rein dargestellt worden). Aus Bzl., F. 196°. — 10-Brom-9-methoxy-2,3-dimethylanthon,  $C_{17}H_{15}OBr$ . Aus 2,3-Dimethyl-9-methoxyanthracen. Aus Bzl., gelbe Krystalle, F. 151°; fluoresciert in Lsg. — 10-Brom-9-methoxy-1,8-dichloranthracen,  $C_{16}H_9OCl_2Br$ . Aus 1,8-Dichlor-9-methoxyanthracen. Aus Bzl.-PAe. grünelbe Krystalle, F. 155°; fluoresciert nicht. — 10-Brom-9-methoxy-2,3-dichloranthracen,  $C_{15}H_9OCl_2Br$ . Aus 2,3-Dichlor-9-methoxyanthracen. Goldgelbe Nadeln aus Bzl., F. 164°. — Die analoge 1,3-Dimethylverb. krystallisiert nicht. — 10-Benzal-1,3-dimethylanthon,  $C_{23}H_{18}O$ . Aus 1,3-Dimethylanthon u. Benzaldehyd mit Piperidin in sd. Py. Aus Cyclohexan F. 145°;  $H_2SO_4$  färbt carmesinrot. — 10-Benzal-2,3-dimethylanthon,  $C_{23}H_{18}O$ . Darst. u. Eigg. analog. F. 166°. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1452—58. Mai. London, Sir John Cass Technical Institute.) BERGMANN.

Roland Scholl und H. Kurt Meyer, Zur Konstitution des Rubicens. Die von SCHLENK u. KARPLUS (C. 1928. II. 2017) für das Rubicen angegebene nebenstehende Formel wird von Vff. dadurch endgültig bewiesen, daß sie bei der Zinkstaubdestillation (im  $CO_2$ -Strom) von 9,10-Diphenyl-9,10-dioxy-9,10-dihydroanthracen-1,5-dicarbon säuredilacton (C. 1932. I. 3439) 9,10-Diphenylanthon u. Rubicen erhielten. Es tritt dabei Abspaltung von  $CO_2$  u. Disproportionierung ein. (Ber. Dtsch. chem. Ges. 65. 926—27. Juni 1932. Dresden, Techn. Hochsch.)

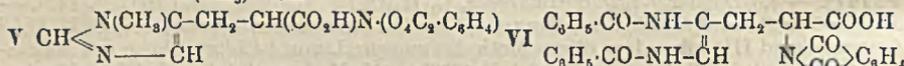
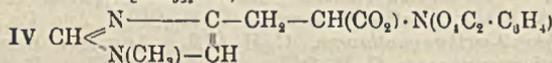
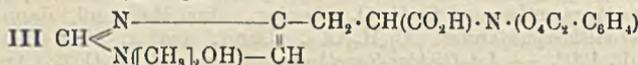
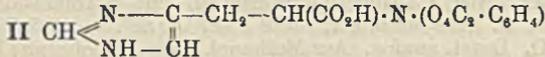
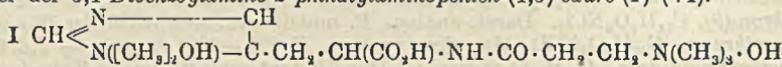


BERGMANN.

Ward C. Sumpter und Lawrence Amundsen, *Darstellung von 5,7-Dijodisatin*. Verss., *5,7-Dijodisatin* nach dem Verf. von KALB u. BERRER (C. 1925. I. 513) darzustellen, ergaben sehr geringe Ausbeuten. Bessere Resultate wurden durch Oxydation von 5,7,5',7'-Tetraiodindigo erhalten. Die Angaben des D. R. P. 429101 (C. 1926. II. 1102), wonach 5,7-Dijodisatin aus Isatin u. JCl in konz. HCl entstehen soll, sind unrichtig; auch bei großem Überschuß von JCl ist 5-Jodisatin das einzige Rk.-Prod. Es gelingt auf keine Weise, Isatin oder 5-Jodisatin mittels JCl zu 5,7-Dijodisatin zu jodieren. — *5,7-Dijodisatin*,  $C_8H_5O_2NJ_2$ . 10 g Tetraiodindigo (Darst. l. c.) in 20 ccm W. gekocht, Lsg. von 8,4 g  $CrO_3$  in 35 ccm konz.  $HNO_3$  langsam eingetragen, noch 10 Min. gekocht, 100 ccm W. zugegeben, Nd. mit 150 ccm 10% $_0$  NaOH erhitzt, auf 1500 ccm verd., gekocht u. in verd. HCl infiltriert. Aus Eg. rote Platten, F. 261—263°. Ausbeute 6,3 g. (Journ. Amer. chem. Soc. 54. 1917—18. Mai 1932. Clarksville [Arkansas], Coll. of the Ozarks.)

LINDENBAUM.

Werner Keil, *Über einige Derivate des Anserins, Carnosins und Histidins*. Die Methylierung von Histidin mit  $(CH_3)_2SO_4$  führt nicht zu dem gesuchten Anserin = d- $\beta$ -Alanyl- $\beta$ -1,5-methylimidazolyl- $\alpha$ -aminopropionsäure, sondern zu  $\beta$ -Dimethylalanyl- $\beta$ -methylimidazolylalaninbishydroxymethylat (I). Dieselbe Verb. entsteht auch bei der erschöpfenden Methylierung von Anserin. Bei der Methylierung von  $\alpha$ -Phthalylhistidin (II) entsteht ein Gemisch, aus dem sich  $\beta$ -Methylimidazol- $\alpha$ -phthalylalaninhydroxymethylat (III) u. 2 isomere, tertiäre Basen,  $\beta$ -1,4-Methylimidazolyl- $\alpha$ -phthalylalanin (IV) bzw.  $\beta$ -1,5-Methylimidazolyl- $\alpha$ -phthalylalanin (V) abtrennen ließen. Bei der Einw. von  $C_6H_5COCl$  auf die Ester von II erfolgt Aufspaltung des Imidazolrings unter Bldg. der Ester der 5,4-Dibenzoylamino-2-phthalylaminopenten-(4,5)-säure-(I) (VI).



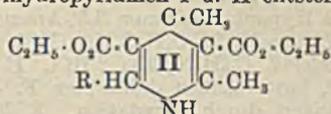
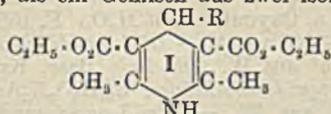
Versuche.  $\beta$ -Dimethylalanyl- $\beta$ -methylimidazolylalaninbishydroxymethylat (I). Chloraurat,  $C_{14}H_{20}O_8N_4Au_2Cl_8$ , aus verd. HCl, F. 92—96°.  $\alpha_D$  des Chlorids in 3% $_0$  Lsg. < 0,2°. —  $\alpha$ -Phthalylhistidin,  $C_{14}H_{11}N_3O_4$  (II), Bldg. durch Erhitzen von Histidin u.  $C_6H_4 : C_2O_3$  auf 180—200°. Krystalle aus h. W., F. 188°. Fällungsverhältnisse wie beim Histidin. Bei der Dest. aus Natronkalk erfolgt Abspaltung von Imidazol. Pikrat, F. 251°. Methyl esterchlorhydrat,  $C_{15}H_{14}N_3O_4Cl$ , derbe Krystalle, aus  $CH_3OH$ , F. 238—240° (Zers.). Aus der wss. Lsg. scheidet sich mit  $Na_2CO_3$  der freie Methyl ester ab. Krystalle aus Chlf., F. 187°. Äthylester,  $C_{16}H_{15}N_3O_4$ , F. 195°. — 5,4-Dibenzoylamino-2-phthalylaminopenten-(4,5)-säure-(I),  $C_{27}H_{22}N_2O_6$  (VI), F. 194°. Chloraurat von III,  $C_{16}H_{17}N_3O_4AuCl_4$ . Die Chloraurate von IV u. V  $C_{15}H_{15}N_3O_4AuCl_4$  finden sich in der Mutterlauge von III. (Ztschr. physiol. Chem. 208. 67—71. 24/5. 1932. Greifswald, Physiol. Inst. d. Univ.) GUG.

C. Finzi, *Untersuchungen über das Thioxanthidrol: Einwirkung von Säuren*. Wenn in eine eiskalte Lsg. von Thioxanthidrol in wasserfreiem Ä. gasförmige HCl geleitet wird, so scheidet sich eine rote krystalline Verb. ab, das Thioxanthoniumchlorid. Aus der äther. Lsg. wird nach dem Verjagen des Ä. ein farbloses Prod. erhalten, das ein Gemisch von Thioxanthon, F. 213°, u. Thioxanthen, F. 128°, ist. Mit verd. HCl, mit Eg. u. durch Einw. von Hitze entsteht aus Thioxanthidrol ebenfalls Thioxanthon u. Thioxanthen; mit konz.  $H_2SO_4$  jedoch wird nur Thioxanthon erhalten. Das rote Thioxanthoniumchlorid liefert bei der

Einw. von Ammoniak in wasserfreiem Ä. Dithioxanthenylamin,  $C_{26}H_{19}NS_2$ ; (s. nebenstehend), F. 168°; Ausbeute gering. (Gazz. chim. Ital. 62. 211—18. März 1932. Perugia, Univ.)

FIEDLER.

**Leonard Eric Hinkel, Ernest Edward Ayling und William Henry Morgan, Substituierte aromatische Aldehyde bei Hantzschs Pyridinkondensation. III. Nitromethoxy- und Nitrooxybenzaldehyde.** (II. vgl. C. 1931. II. 2465.) Bei den Nitromethoxybenzaldehyden addieren sich die Wrkgg. der Substituenten  $\text{NO}_2$  u.  $\text{OCH}_3$  auf die Ausbeute an Dihydropyridinen I ungefähr; die 75% betragende Ausbeute aus 3-Methoxybenzaldehyd wird durch  $\text{NO}_2$  in 4 oder 6 vermindert, die 57- u. 64%ig. Ausbeute aus 2- u. 4-Methoxybenzaldehyd wird durch m-ständiges  $\text{NO}_2$  erhöht. Die Wrkgg. werden zum Teil durch die gegenseitige Stellung der Substituenten beeinflusst. So zeigt ein Vergleich von 2-Nitro- mit 6-Nitro-3-methoxybenzaldehyd u. von 5-Nitro-2-methoxy- mit 3-Nitro-4-methoxybenzaldehyd, daß beim ersteren Paar die Ausbeute bei der vic.-Verb. viel geringer ist, als bei der asymm. Verb., wahrscheinlich infolge einer Verstärkung des o-Effekts der  $\text{NO}_2$ -Gruppe durch das benachbarte  $\text{OCH}_3$ ; dagegen sind beim zweiten Aldehydpaar die Ausbeuten ziemlich gleich, obwohl 2- u. 4-Methoxybenzaldehyd selbst sich beträchtlich unterscheiden; hier scheint der o-Effekt der  $\text{OCH}_3$ -Gruppe durch die p-ständige  $\text{NO}_2$ -Gruppe aufgehoben zu sein. Beim 2,6-Dinitro-3-methoxybenzaldehyd verhindern die beiden o-ständigen  $\text{NO}_2$ -Gruppen die Kondensation vollständig. — Von den untersuchten Nitrooxybenzaldehyden zeigen 5-Nitro-2-ox- u. 4-Nitro-3-oxbenzaldehyd das erwartete Verh. 3-Nitro-4-oxbenzaldehyd verhält sich anomal; die Einführung des m- $\text{NO}_2$  setzt die Ausbeute von 68% beim 4-Oxyaldehyd auf 61% herab. Dies ist wohl auf die Erhöhung der Ionisationstendenz des OH durch das benachbarte  $\text{NO}_2$  zurückzuführen. 6-Nitro-3-oxbenzaldehyd verhält sich insofern anomal, als ein Gemisch aus zwei isomeren Dihydropyridinen I u. II entsteht.



**Versuche.** Bei der Darst. von 5-Nitro-2-oxbenzaldehyd (v. MILLER, Ber. Dtsch. chem. Ges. 20 [1887]. 1923) muß man das Na-Salz 5-mal umkrystallisieren, um die 3-Nitroverb. völlig zu entfernen. 2-Nitro-3-methoxybenzaldehyd, aus 3-Methoxybenzaldehyd mit  $\text{HNO}_3$  (D. 1,42) u. konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bei gewöhnlicher Temp. 2,6-Dinitro-3-methoxybenzaldehyd, aus 3-Methoxybenzaldehyd u.  $\text{HNO}_3$  (D. 1,5) in Eg. Krystalle aus Bzl., F. 156°. 3-Nitro-4-methoxybenzaldehyd, aus Anisaldehyd u.  $\text{HNO}_3$  (D. 1,5) in Eg. F. 84°. 6-Nitro-3-methoxybenzaldehyd, aus 6-Nitro-3-oxbenzaldehyd,  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$  u. NaOH. F. 84°. 4-Nitro-3-methoxybenzaldehyd, aus dem Oxyaldehyd mit  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$  u.  $\text{NaHCO}_3$ -Lsg. — Kondensation der Aldehyde mit Acetessigester u.  $\text{NH}_3$  zu Dihydropyridinen I nach dem C. 1931. II. 2465 beschriebenen Verf. 4-Aryl-2,6-dimethyl-1,4-dihydropyridin-3,5-dicarbonsäurediäthylester I aus den Aldehyden R·CHO: R = 5-Nitro-2-methoxyphenyl,  $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_7\text{N}_2$  (Ausbeute 77,5%), hellgelbe Tafeln aus A., F. 221°. R = 2-Nitro-3-methoxyphenyl (51%). Tafeln aus Bzl.-PAe., F. 137°. R = 4-Nitro-3-methoxyphenyl (69%), hellgelbe Krystalle aus A., F. 134°. R = 6-Nitro-3-methoxyphenyl (63%), hellgelbe Tafeln aus Methanol, F. 170°. R = 3-Nitro-4-methoxyphenyl (77%), Krystalle aus A., F. 113°. R = 5-Nitro-2-oxphenyl,  $\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{O}_7\text{N}_2$  (14,5%), hellgelbes Krystallpulver aus A., F. 184°. R = 4-Nitro-3-oxphenyl (57%), hellgelbe Prismen aus A., F. 145°. R = 3-Nitro-4-oxphenyl (61%), orange Tafeln aus A., F. 161°. R = 6-Nitro-3-oxphenyl, neben dem Isomeren II aus 6-Nitro-3-oxbenzaldehyd, gelbe Nadeln aus verd. A., F. 214°. Gibt mit  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$  u. NaOH die Verb. I, R = 6-Nitro-3-methoxyphenyl, s. o. Aus dieser durch Kochen mit verd.  $\text{HNO}_3$  4-[6-Nitro-3-methoxyphenyl]-2,6-dimethylpyridin-3,5-dicarbonsäurediäthylester,  $\text{C}_{20}\text{H}_{22}\text{O}_7\text{N}_2$ , Blättchen aus verd. A., F. 99°. — 2-[6-Nitro-3-oxphenyl]-4,6-dimethyldihydropyridin-3,5-dicarbonsäurediäthylester (II), neben dem entsprechenden I aus 6-Nitro-3-oxbenzaldehyd. Dunkelorange Prismen aus A., F. 205°. Gibt mit  $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$  u. NaOH den Methyläther  $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_7\text{N}_2$ , rötliche Nadeln aus verd. A., F. 118°, der durch sd. verd.  $\text{HNO}_3$  zum Pyridinderiv.,  $\text{C}_{20}\text{H}_{22}\text{O}_7\text{N}_2$ , oxydiert wird; Nadeln aus verd. Methanol, F. 91,5°. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1112—18. April. Swansea, Univ. College.)

OSTERTAG.

**Nial Patrick Mc Cleland und Robert Hugh Wilson, Die Mercurierung von Pyridin.** Die von SACHS u. EBERHARTINGER (C. 1924. I. 193) durch Mercurierung von Py. u. anschließende Umsetzung mit Kochsalz bzw. KJ erhaltenen Verbb. A u. B sind nicht 3,5-Di-(chlormercuri)-pyridin bzw. 3-(Jodmercuri)-pyridin, sondern Gemische. B besteht im wesentlichen aus Pyridintrijodmercuriat,  $\text{C}_5\text{H}_5\text{N} \cdot \text{HHgJ}_3$ , aus

Eg. gelbe Nadeln, F. 152—154°, Kp., 230—236°, das auch aus Py., Mercurijodid u. HJ dargestellt werden konnte, Verb. A enthält zu 70% 3-Chlormercuripyridin,  $C_5H_4NClHg$ , aus Py. mit W. oder aus A. Nadeln, F. 278—280° (Zers.), wie durch Überführung in 3-Brompyridin (mit Brom) nachgewiesen werden konnte (vgl. RÄTH, C. 1931. II. 240), sowie durch Verwandlung in dieselbe Arsonsäure, die auch aus 3-Aminopyridin gewonnen werden kann. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1263—65. April. Cambridge, The University Chemical Laboratory.) BERGMANN.

Nial Patrick Mc Cleland und Robert Hugh Wilson, *Arsenderivate des Pyridins*. Durch Einw. von  $AsCl_3$  auf 3-Chlormercuripyridin (vgl. Mc Cleland u. Wilson vorst. Ref.) wurde das Hydrochlorid des 3-Pyridindichlorarsins (I) erhalten, das in die Pyridin-3-arsinsäure (II) übergeführt wurde. Letztere besaß Eigg., die erheblich von denen abwichen, die Binz, RÄTH u. Gante (C. 1929. I. 394) beschrieben haben. Auch ließ sich die Red. mit  $SO_2$  in salzsaurer wss. Lsg. zum Dichlorarsin nicht durchführen, da letzteres wohl hydrolysiert wird. — Aus I u. Pyridin-3-arsenoxyd (III) konnte durch Erhitzen das Dihydrochlorid des Di-3-pyridinchlorarsins erhalten werden. — Tri-3-pyridinarsinoxyd wurde durch Vakuumdest. von III u. anschließende Oxydation mit  $H_2O_2$  erhalten. — Im Gegensatz zu RÄTH (C. 1931. II. 240) konnte aus 3-Aminopyridin nach der Bartschen Rk. II in 6%ig. Ausbeute erhalten werden.

Versuche. 3-Pyridindichlorarsinhydrochlorid,  $C_6H_4NCl_2As$  (I). Krystallisiert mit 1 Mol.  $H_2O$ . F. 216—233° (Zers.). Nach Binz, RÄTH u. Gante (l. c.) wurde ein gummiartiges Prod. erhalten, dessen Hydrolyse 3,3'-Dipyridinchlorarsindihydrochlorid (F. 283—285°) gab. — Pyridin-3-arsinsäure,  $C_5H_4O_3NAs$  (II). Aus dem vorigen durch Red. mit Hypophosphit zum 3,3'-Arsenopyridin u. Oxydation mit  $H_2O_2$ . F. 158—159° aus A. Hydrochlorid,  $C_5H_4O_3NAs \cdot HCl$ . F. 196—198° aus A. — Di-3-pyridinchlorarsindihydrochlorid,  $C_{10}H_8N_2Cl_2As \cdot 2HCl$ . F. 283—285° aus W. Die freie Base, Kp., 207 bis 210°, hatte keinen definierten F. — Di-3-pyridinarsinsäure,  $C_{10}H_8O_3N_2As$ . Aus dem vorigen durch Oxydation. F. 203—204° aus W. — Tri-3-pyridinarsinoxyd,  $C_5H_4O_3ON_3As$ . F. 226° aus abs. A. Trihydrochlorid,  $C_5H_4O_3ON_3As \cdot 3HCl$ . F. 221° unter Verlust von HCl. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1497—1500. Mai. Cambridge, Univ., Chem. Lab.) BERSIN.

C. H. Browning, J. B. Cohen, J. N. Ashley und R. Gulbransen, *Die antiseptische und trypanocide Wirkung einiger Styryl- und Anilichinolin-carboxylamide*. Es wurde der Einfluß der Substitution der Acylaminogruppe in Verb. vom Typus des 2-(p-Dimethylaminostyryl)-6-acetylaminochinolinmethoehlorid durch Carboxylamid auf die trypanocide u. antisept. Wrkg. dieser Verb. untersucht (vgl. C. 1932. I. 3064). Nur die Styryl-Verb. mit der Carboxylamidgruppe in 6-Stellung zeigten trypanocide Wrkg.; die entsprechenden Anile waren etwas weniger akt. als die Styrylverb. Die Carboxyäthylamide sind toxischer u. weniger trypanocid als die Amide u. Methylamide. Die antisept. Wrkg. (untersucht an *Staphylococcus aureus* u. *B. coli*) ist viel schwächer, als die der Acylaminoderivv.

Versuche. Die Amide wurden dargestellt nach den Rkk.:  $R \cdot COOOH \rightarrow R \cdot CO \cdot OC_2H_5 \rightarrow R \cdot CO \cdot NH_2$ . — Chinaldin-6-carbonsäure, F. 259° (Zers.). Äthylester; Prismen (aus PAc.), F. 57°. — Chinaldin-6-carbonsäureamid, durch Erhitzen des Esters u. konz.  $NH_3$  im Einschmelzrohr; Nadeln aus W., F. 225—227°. Zur Darst. der Methylsulfate wird das fein gepulverte Säureamid in Nitrobenzol gel. u. die ber. Menge  $(CH_3)_2SO_4$  zugesetzt. — Chinaldin-6-carbonsäureamidmethosulfat. Nadeln. Methyljodid, aus dem Methylsulfat in W. u. KJ, orange Nadeln; F. 230° (Zers.). Methylchlorid, aus dem Methyljodid in wss.  $CH_3OH$  u.  $AgCl$  in der Wärme; Krystalle. — Chinaldin-6-carbonsäuremethylamid, Bldg. analog aus dem Ester u.  $CH_3NH_2$ ; Krystalle; F. 202—204°. Methylsulfat, Prismen. Methyljodid, gelbe Krystalle. — Chinaldin-6-carbonsäureäthylamid, Prismen, F. 153°. Methyljodid, gelbe Nadeln aus A.; F. 241 bis 242° (Zers.). — Chinaldin-5-carbonsäureäthylester,  $C_{13}H_{15}O_2N$ ; Nadeln aus A., F. 72°. — Chinaldin-5-carbonsäureamid,  $C_{11}H_{10}ON_2$ ; Prismen aus W.; F. 249°. Methyljodid,  $C_{12}H_{13}ON_2J$ , gelbe Platten aus  $CH_3OH$ . — Chinaldin-5-carbonsäuremethylamid,  $C_{12}H_{12}ON_2$ ; F. 176°. Methyljodid, gelbe Prismen, F. 238—239° (Zers.). — Chinaldin-4-carbonsäure, F. 250°. Äthylester, F. 77°. — Chinaldin-4-carbonsäureamid, F. 244°. Methyljodid, orange Nadeln, F. 226—227° (Zers.). — Chinaldin-4-carbonsäuremethylamid, Prismen aus verd. A., F. 152—153°. Methyljodid, F. 227—228° (Zers.). — Chinaldin-4-carbonsäureäthylamid, F. 125°. Methyljodid, gelbe Nadeln, F. 112—113°. — Chinaldin-3-carbonsäureäthylestermethyljodid,  $C_{14}H_{16}O_2NJ$ , F. 210—211° (Zers.). — Chinaldin-3-carbonsäureamid kann nicht aus dem Ester u.  $NH_3$  dargestellt werden. Das Säure-

amid wurde erhalten durch Stehenlassen von 5,4 g o-Aminobenzaldehyd, 4,5 g Acetessigsäureamid in 6 ccm A. u. 5 g W. u. 7 Tropfen 10%ig. NaOH. Nadeln, F. 199 bis 201°. *Methyljodid*, gelbe Prismen, Zers. bei 246—247°. Letzteres ist unbeständig gegen  $\text{NH}_3$  u. kondensiert sich nicht mit Nitrosodimethylanilin oder Dimethylaminobenzaldehyd. — *Chinaldin-8-carbonsäureamid*, Nadeln aus W., F. 170—171°. *Methyljodid*, Zers. bei 245—255°. — *2-(p-Dimethylaminoanil)-chinolin-6-carbonsäureamidmethyljodid*, aus Chinaldin-6-carboxylamid u. p-Nitrosodimethylanilin in A. + 2 Tropfen Piperidin. Blaue Nadeln. *Methylchlorid*,  $\text{C}_{20}\text{H}_{21}\text{ON}_4\text{Cl}$ , grüne Nadeln, tiefrot l. in A. u. W. — *2-(p-Dimethylaminostyryl)-chinolin-6-carbonsäureamidmethyljodid*, aus Chinaldin-6-carbonsäureamidmethyljodid u. p-Dimethylaminobenzaldehyd + Piperidin in wss. A.; swl. *Methylchlorid*,  $\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{ON}_3\text{Cl}$ , grünes Pulver. *Methylsulfat*, dunkle Nadeln. — *2-(p-Dimethylaminoanil)-chinolin-6-carbonsäuremethylamidmethyljodid*,  $\text{C}_{21}\text{H}_{23}\text{ON}_4\text{J}$ , Nadeln; blaupurpurn l. in A. *Methylchlorid*, Krystalle, tiefblau l. in A. u. W. — *2-(p-Dimethylaminostyryl)-chinolin-6-carboxymethylamidmethylsulfat*,  $\text{C}_{23}\text{H}_{27}\text{O}_6\text{N}_3\text{S}$ , bronzefarbene Krystalle. — *2-(p-Dimethylaminoanil)-chinolin-6-carbonsäureäthylamidmethyljodid*,  $\text{C}_{22}\text{H}_{25}\text{ON}_4\text{J}$ , tiefpurpurne Nadeln aus A., die alkoh. Lsg. ist blau. *Methylchlorid*, blau l. in A. u. W. — *2-(p-Dimethylaminostyryl)-chinolin-6-carboxyäthylamidmethyljodid*,  $\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{ON}_4\text{J}$ , dunkle Nadeln. *Methylchlorid*. — *2-(p-Dimethylaminoanil)-chinolin-5-carbonsäureamidmethyljodid*, tiefblaue Prismen, purpurn l. in W. — *2-(p-Dimethylaminostyryl)-chinolin-5-carbonsäureamidmethyljodid*, grünglänzende Nadeln. — *2-(p-Dimethylaminoanil)-chinolin-5-carboxymethylamidmethyljodid*, purpurne Nadeln. *Methylchlorid*, purpurblau l. in W. — *2-(p-Dimethylaminostyryl)-chinolin-5-carboxymethylamidmethyljodid*, purpurbraune Nadeln aus A. *Methylchlorid*, Nadeln aus  $\text{CH}_3\text{OH}$ . — *2-(p-Dimethylaminoanil)-chinolin-4-carbonsäureamidmethyljodid*, grünreflektierende Nadeln, Lsg. in W. u. A. tiefpurpurn. *Methylchlorid*, leichter l. — *2-(p-Dimethylaminostyryl)-chinolin-4-carbonsäureamidmethyljodid*,  $\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{ON}_3\text{J}$ , stahlblaue Nadeln aus  $\text{CH}_3\text{OH}$ . — *2-(p-Dimethylaminoanil)-chinolin-4-carboxymethylamidmethyljodid*, Nadeln, tiefpurpurn l. in A. u. W. *Methylchlorid*, grünschimmernde Nadeln, blau l. in W. — *2-(p-Dimethylaminostyryl)-chinolin-4-carboxymethylamidmethyljodid*,  $\text{C}_{22}\text{H}_{24}\text{ON}_3\text{J}$ , stahlblaue Krystalle. *Methylchlorid*, l. in A. u. W. — *2-(p-Dimethylaminoanil)-chinolin-4-carboxyäthylamidmethyljodid*, tiefblaue Nadeln aus verd. A. — *2-(p-Dimethylaminostyryl)-chinolin-4-carboxyäthylamidmethyljodid*,  $\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{ON}_3\text{J}$ , purpurbraune Nadeln aus verd. A.; die Lsgg. sind blauer, als die der anderen Glieder der Reihe. — *2-(p-Dimethylaminoanil)-chinolin-3-carbonsäureestermethyljodid*, purpurne Krystalle aus A. (ebenso das *Methylchlorid*); die Lsg. ist rotblau. — *2-(p-Dimethylaminostyryl)-chinolin-3-carbonsäureestermethyljodid*,  $\text{C}_{23}\text{H}_{25}\text{O}_2\text{N}_2\text{J}$ , purpurne Nadeln aus wss. A. — *2-(p-Dimethylaminostyryl)-chinolin-8-carbonsäureamidmethylchlorid*,  $\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{ON}_3\text{Cl}$ , purpurne Nadeln. (Proceed. Roy. Soc., London. Serie B. 110. 249—60. 1/4. 1932. Glasgow. Univ.)

SCHÖNFELD.

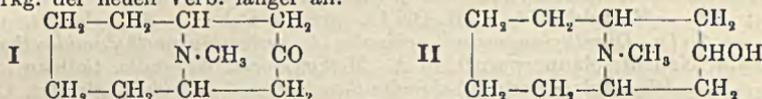
**R. Fischer und A. Kofler**, *Über den Polymorphismus des Veronals*. (Vgl. C. 1932. I. 2720.) An Sublimaten des Veronals wurde durch kristallopt. Unters. u. Mikro-F.-Best. festgestellt, daß Veronal in 3 verschiedenen Modifikationen kristallisiert: 1. Trigonale Modifikation, stengelige Krystalle oder Nadeln, opt. positiv, F. 191°. Stellt die stabile Form des Veronals dar. — 2. Monokline, metastabile Modifikation, derbe Prismen mit bipyramidalen Enden, opt. negativ, teils F. 184°, teils vorher in die vorige Form übergehend. — 3. Triklone, metastabile Modifikation, quadrat. Blättchen mit großer Neigung zur Zwillingsbildg., opt. negativ. Krystalle verschwinden im Mikro-F.-App. meist infolge leichter Sublimierbarkeit; Rest wandelt sich in eine der beiden vorigen Formen um. — Mikrophotographien im Original. (Arch. Pharmaz. u. Ber. Dtsch. pharmaz. Ges. 270. 207—14. April 1932. Innsbruck, Univ.)

LINDENBAUM.

**Moriaki Yokoyama**, *Das Verhalten der Pyridingruppe bei der elektrochemischen Oxydation*. III. Nicotin. (II. vgl. C. 1932. I. 3445.) Bei der elektrochem. Oxydation von Nicotin in schwefelsaurer Lsg. an einer  $\text{PbO}_2$ -Anode bei 0,04 Amp./qcm färbt sich der Anolyt violett, dann tiefrot u. wird schließlich farblos. Die Anodengase bestehen aus  $\text{CO}_2$  u.  $\text{CO}$ ; die Stromausbeute ist anfangs theoret., sinkt aber im Verlauf der Elektrolyse ziemlich schnell. Daraus läßt sich schließen, daß zunächst der Pyrrolidining aufgepalten wird. Im Anolyten lassen sich Ameisensäure, Malonsäure, Nicotinsäure, Oxynicotin,  $\text{CH}_3\text{NH}_2$  u. vielleicht Oxalsäure nachweisen. — Bei der elektrochem. Oxydation der Nicotinsäure entstehen Ameisensäure,  $\text{NH}_3$ ,  $\text{CO}_2$ ,  $\text{CO}$  u. geringe Mengen von methylierten Aminen. (Bull. chem. Soc. Japan 7. 103—08. April 1932. Yokohama, Techn. Hochsch.)

LÖRENZ.

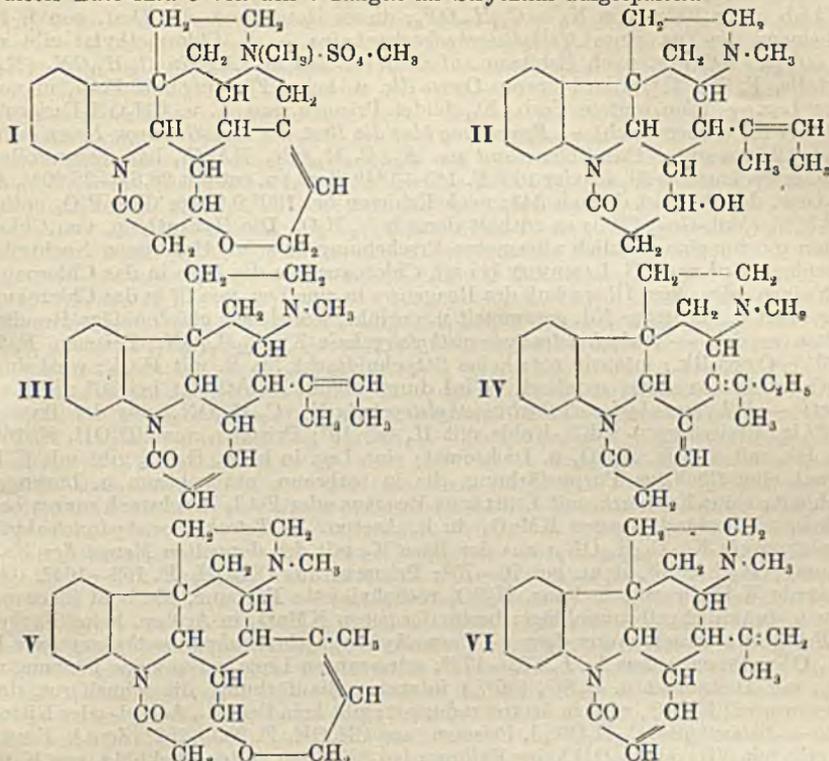
**Bertie Kennedy Blount** und **Robert Robinson**, *Ein Ringhomologes des Tropacocains*. So wie Tropinon u. Pseudopelletierin aus Bernsteinsäure- bzw. Glutardialdehyd aufgebaut werden können (Journ. chem. Soc., London **111** [1917]. 762; C. **1925**. I. 229), entsteht aus dem nach CRIGEE (C. **1931**. I. 2188) leicht zugänglichen Adipin-säuredialdehyd mit acetondicarbon-saurem Calcium u. Methylamin Duplohomotropinon (N-Methylhomogranatonin) (I), dessen Pikrat, Jodmethylat u. Dipiperonylidenderiv. gut krystallisieren. Na u. Butylalkohol reduziert zu N-Methylhomogranatolin (II), das als Pikrat identifiziert wurde. Sein Benzoylderiv. bzw. dessen Chlorid, das dem Tropococain entspricht, besitzt dieselbe lokalnästhet. Wrkg. wie letzteres, doch dauert die Wrkg. der neuen Verb. länger an.



**Versuche.** Es wird die Darst. von cis-Cyclohexan-1,2-diol beschrieben. — *N-Methylhomogranatonin*,  $\text{C}_{10}\text{H}_{17}\text{ON}$  (I). Aus den oben genannten Komponenten in W. Öl. *Pikrat*,  $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_8\text{N}_4$ , aus W. gelbe Nadeln, F.  $206^\circ$  (Zers.). *Jodmethylat*,  $\text{C}_{11}\text{H}_{20}\text{ONJ}$ , in Methanol dargestellt, aus W. Prismen, F.  $277^\circ$  (Zers.). *Dipiperonylidenderiv.*,  $\text{C}_{26}\text{H}_{25}\text{O}_8\text{N}$ , aus den Komponenten in A. mit Lauge, gelbe Tafeln aus Essigester, F.  $209$  bis  $210^\circ$ ; Schwefelsäure färbt leuchtend blau. — *N-Methylhomogranatolin*,  $\text{C}_{10}\text{H}_{19}\text{ON}$  (II). Aus der über das Pikrat gereinigten Base I mit Na in n-Butylalkohol. Farbloses Öl. *Pikrat*,  $\text{C}_{16}\text{H}_{22}\text{O}_8\text{N}_4$ , orangegelbe Nadelbüschel, F.  $236-237^\circ$  (Zers.). — *O-Benzoyl-N-methylhomogranatolin*,  $\text{C}_{17}\text{H}_{23}\text{O}_2\text{N}$ . Aus dem vorigen mit Benzoesäureanhydrid u. etwas W. *Pikrat*,  $\text{C}_{23}\text{H}_{26}\text{O}_9\text{N}_4$ , gelbe Nadeln, F.  $175-177^\circ$ . *Chlorhydrat*,  $\text{C}_{11}\text{H}_{24}\text{O}_2\text{NCl}$ , in Ä. mit gasförmigem HCl dargestellt, aus A. mit Ä. farblose Nadeln, die an der Luft stabil sind, aber im Vakuum reversibel in eine gummiartige M. übergehen, offenbar also Krystallfl. enthalten. Der F. ist unscharf von  $50^\circ$  ab. (Journ. chem. Soc., London **1932**. 1429—33. Mai. Oxford, Univ. The Dyson Perrins Labor.) BERGMANN.

**William Henry Perkin jr., Robert Robinson** und **John Charles Smith**, *Strychnin und Bruvin*. Teil XIX. *Reduktion von Strychninmethosulfat mit Natrium-amalgam in Gegenwart von  $\text{CO}_2$* . (XVIII. vgl. C. **1932**. I. 2956.) Während *Dihydrostrychninmethosulfat* (nach G. DAVIES) bei dieser Rk. unverändert bleibt, wichtig für die Annahme einer Gruppe C:C·N (b) im Strychnin, in der bei der Bldg. von Dihydrostrychnin die Doppelbindung gesätt. ist, gibt das Strychninmethosulfat dabei eine amorphe Base  $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{O}_2\text{N}_2$ , die im wesentlichen ein *Methyltetrahydrostrychnin*, vielleicht ein Gemisch von Stereoisomeren, ist u. verschiedene krystalline Nebenprodd. enthält. Das Hauptprod. enthält die Gruppe  $\text{NCH}_3$  u. verliert bei der Dest. W. unter Bldg. der amorphen *Verb.*  $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{ON}_2$  u. krystalliner Nebenprodd. Alle diese Prodd. u. Nebenprodd. zeigen Farbkrk. des Strychnins u. enthalten deshalb die unveränderte Gruppe N(a)·CO. Das aus I entstehende Hauptprod.  $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{O}_2\text{N}_2$  entspricht wahrscheinlich der Formel II. — In Übereinstimmung damit absorbiert das Prod.  $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{O}_2\text{N}_2$  in Ggw. von Pd  $\text{H}_2$ , spaltet bei der Dest.  $\text{H}_2\text{O}$  ab u. absorbiert dann weiter  $\text{H}_2$ . — Elektrolyt. Red. von  $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{O}_2\text{N}_2$  gibt eine *Verb.*  $\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{ON}_2$ , die sich bei der Dest. nicht zers., Strychninidrinkk. zeigt u. die Gruppe N(a)· $\text{CH}_2$  enthalten muß. — Das aus  $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{O}_2\text{N}_2$  durch Dest. erhaltene Rohprod. hat die annähernde Zus.  $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{ON}_2$ ; die daraus isolierten Prodd. sind alle tertiäre Basen, die  $\text{NCH}_3$  u. N(a)·CO enthalten. Eins von diesen ( $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{ON}_2$ , F.  $200-201^\circ$ ) kann katalyt. zu einer Base  $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{ON}_2$  u. schwerer zu  $\text{C}_{22}\text{H}_{30}\text{ON}_2$  red. werden. Die ursprüngliche Doppelbindung im Strychnin kann ihre Stellung behalten oder sich verschieben (wie im Neostrychnin); während die durch  $\text{H}_2\text{O}$ -Abspaltung aus dem Alkohol  $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{O}_2\text{N}_2$  neu entstandene Doppelbindung Stellung nach III oder IV einnehmen kann; danach sind für  $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{ON}_2$  außer III u. IV noch die entsprechenden beiden anderen Formeln möglich. Unter der Annahme, daß das rohe  $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{O}_2\text{N}_2$  etwas  $\text{C}_{22}\text{H}_{26}\text{O}_2\text{N}_2$  (V) enthält, wird für eine zweite, aus dem Rohdestillat von  $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{O}_2\text{N}_2$  erhaltene reine Base  $\text{C}_{21}\text{H}_{21}\text{ON}_2$  (F.  $172^\circ$ ) die unter Abspaltung von  $\text{CH}_2\text{O}$  entstandene Formel VI angenommen, neben der auch noch andere isomere, je nach Lage der Doppelbindungen möglich sind. *Verb.* VI läßt sich katalyt. zu einem Dihydroprod. reduzieren u. absorbiert dann weiter  $\text{H}_2$ , ohne daß aber eine Tetrahydroverb. analyt. nachgewiesen werden kann. — Die Gruppe N(a)·CO kann durch elektrolyt. Red. zu  $\text{C}_{21}\text{H}_{25}\text{N}_2$  festgestellt werden. Weiter wurde aus dem Dest.-Prod. von  $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{ON}_2$  eine Base  $\text{C}_{22}\text{H}_{28}\text{ON}_2$  oder  $\text{C}_{23}\text{H}_{28}\text{ON}_2$ , die  $\text{NCH}_3$  u. N(a)·CO enthält u. kein Benzal-, Acetyl- oder Nitrosoderiv. gibt, isoliert u. als Rückstand eine harzige

Base  $C_{22}H_{26}ON_2$ , die ein Jod- u. Chlormethylat u. daraus ein *Methin*  $C_{23}H_{28}ON_2$  gibt; in dieser Base sind 3 von den 7 Ringen im Strychnin aufgespalten.



**Versuche.** *Strychninmethosulfat*, aus Strychnin + Methylsulfat in sd. Bzl.; aus CH<sub>3</sub>OH, F. 280°. — Gibt in W. bei 90° in CO<sub>2</sub> + 4<sup>o</sup>/<sub>10</sub>ig. Na-Amalgam ein oder mehrere *Verbb.*  $C_{22}H_{26}O_2N_2$  u. vielleicht *Verb.*  $C_{22}H_{26}O_2N_2$  oder andere in geringerer Menge. — *Verb.*  $C_{22}H_{26}O_2N_2$  wird als *Tetrahydromethylstrychnin-K* bezeichnet. K gibt mit Dichromat in 50<sup>o</sup>/<sub>10</sub>ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> intensive Rotfärbung u. keine Strychnidinrk.; wird durch KMnO<sub>4</sub> in Aceton langsam oxydiert. Die verschiedenen kristallinen Nebenprodd. von K waren: K<sub>1</sub>, F. 200°; eine andere Krystallfraktion war mit Strychnin ident.; K<sub>2</sub>, F. 277° (Zus.  $C_{21}H_{22}O_2N_2$ ); K<sub>3</sub>, F. 267°; K<sub>2</sub> u. K<sub>3</sub> sind weder untereinander, noch mit Strychnin ident.; weiter wurden noch erhalten ein Jodmethylat, Nadeln, aus A., F. 295—297° (Zers.) u. ein Jodmethylat K<sub>4</sub>·CH<sub>3</sub>J, Prismen, aus CH<sub>3</sub>OH, wird bei 210° blaßrot, Aufschäumen bei 235—237°. Hauptprod. ist das amorphe  $C_{22}H_{26}O_2N_2$  — Dieses gibt bei elektrolyt. Red. in 20<sup>o</sup>/<sub>10</sub>ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> *Tetrahydromethylstrychnidin-K*,  $C_{22}H_{30}ON_2$ ; Kp., 240—243°; gibt Strychnidinrkk., karmoisinrote Färbung mit Dichromat in 50<sup>o</sup>/<sub>10</sub>ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>; ist eine starke Base; gibt mit C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>COCl ein tiefgrünes Öl, das mit wss. KOH Benzoesäure gibt. — Bei der Dest. von K entstehen verschiedene Prodd., von denen zwei, die Base K<sub>5</sub> =  $C_{22}H_{26}ON_2$  u. K<sub>6</sub> =  $C_{21}H_{24}ON_2$  charakterisiert werden konnten (s. u.); über ihre Trennung vgl. Original. Außerdem wird erwähnt eine Base  $C_{22}H_{26}O_2N_2$  (K<sub>7</sub>), blaßgelbe Prismen, aus A., F. 184°; K<sub>7</sub> scheint ein Hydrat zu sein u. gibt mit CH<sub>3</sub>J bei 100° im Rohr unter Dehydration ein *Jodmethylat*  $C_{23}H_{29}ON_2J$ ; Prismen, aus CH<sub>3</sub>OH, F. 250° (Zers.); die OTTO-Rk. von K<sub>7</sub> in 60<sup>o</sup>/<sub>10</sub>ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ist rot, schwindet schnell, während K<sub>5</sub> u. K<sub>6</sub> eine normalere Strychnimrk. geben. — Eine *Verb.*  $C_{23}H_{28}ON_2$  (?) = K<sub>8</sub> bildet Nadeln, aus A., F. 155—158°; gibt eine OTTO-Rk. vom Strychnintypus u. keine Färbung mit FeCl<sub>3</sub> in sehr verd. HCl. — Das aus dem Destillat erhaltene, nicht kristallisierte Prod. gibt mit CH<sub>3</sub>J ein *Jodmethylat*  $C_{23}H_{29}ON_2J$  (K<sub>9</sub>, CH<sub>3</sub>J); Nadeln, aus CH<sub>3</sub>OH oder W., F. 265—270° (Zers.). Das entsprechende *Chlormethylat*  $C_{23}H_{29}ON_2Cl$  gibt Tafeln, aus W., F. 255° (Zers.); die glän-

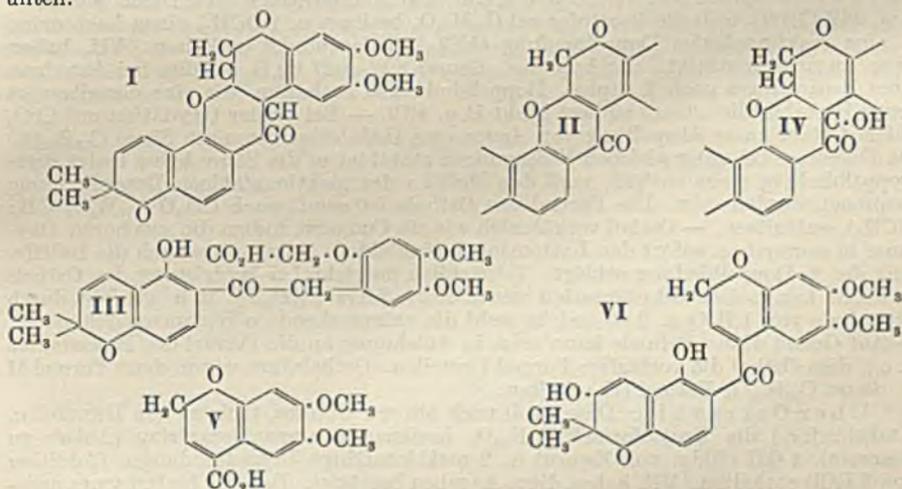
zenden Krystalle werden bei 100° oder mit sd. CH<sub>3</sub>OH trüb; die Lsg. in H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (60%) gibt tiefblaurote Färbung mit Dichromat. Das Chlormethylat gibt beim Erhitzen CH<sub>3</sub>Cl ab unter Bldg. von K<sub>9</sub> = C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>ON<sub>2</sub>; dieses Hauptprod. der Dest. von K hat anscheinend die Zus. eines *Methyltetrahydrostrychnins*. — K<sub>9</sub> Chlormethylat gibt mit wss. 50%/ig. KOH u. nach Erhitzen auf dem W.-Bad ein *Methin* C<sub>23</sub>H<sub>28</sub>ON<sub>2</sub> (K<sub>10</sub>); Krystalle, F. 70—75°; gibt blaurote OTTO-Rk. u. keine Färbung mit FeCl<sub>3</sub> in verd. saurer Lsg. — Eine weitere Verb. K<sub>11</sub> bildet Prismen, aus A. u. CH<sub>3</sub>OH-Essigester, F. 218° (wird vorher weich). — *Bemerkung über die Best. des Mol.-Gew. von Basen mittels der wl. Chloraurate*. Das Chloraurat von K<sub>6</sub>, C<sub>12</sub>H<sub>26</sub>ON<sub>2</sub>, HAuCl<sub>4</sub> hat, hergestellt in HCl u. getrocknet bei 20, 40 oder 100° F. 183—184° (Zers.) u. enthält 28,87—28,90% Au; Mol.-Gew. der Base ist danach 343; nach Erhitzen bei 130°/0,2 mm über P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> enthält es 29,36% (Mol.-Gew. 332); es enthält danach 1/2 H<sub>2</sub>O. Die Hydratbdg. von Chlorauraten scheint eine ziemlich allgemeine Erscheinung zu sein. Um diesen Nachteil zu vermeiden, wird nach B. LAMBERT bei wl. Chlorauraten die Base in das Chloraurat durch einen schwachen Überschuß des Reagens in eine Lsg. von 0° in das Chloraurat übergeführt u. der ganze Nd. gesammelt u. gegläht, wobei sehr gleichmäßige Resultate erhalten werden. — *Anhydrotetrahydromethylstrychnin*-K<sub>6</sub>, C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>ON<sub>2</sub>; Prismen, F. 200 bis 201°; OTTO-Rk.: intensiv rot; keine Strychnidinrkk., z. B. mit FeCl<sub>3</sub>; wird durch KMnO<sub>4</sub> in Aceton sofort oxydiert. Wird durch alkoh. Na-Äthylat bei 70° nicht verändert. — *Dihydroanhydrotetrahydromethylstrychnin*-K<sub>5</sub>, C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>ON<sub>2</sub>, aus der Base K<sub>6</sub> in 20%/ig. Essigsäure + PdCl<sub>2</sub>-Kohle mit H<sub>2</sub> bei 19°; Prismen, aus CH<sub>3</sub>OH, F. 160°; keine Rk. mit 60%/ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. Dichromat; eine Lsg. in konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gibt mit K-Dichromat eine flüchtige Purpurfärbung, die in rotbraun, orangebraun u. braungrün umschlägt; keine Farbenrk. mit EHRLICH'S Reagens oder FeCl<sub>3</sub> in schwach saurer Lsg.; anscheinend beständig gegen KMnO<sub>4</sub> in k. Aceton. — *Tetrahydroanhydrotetrahydromethylstrychnin*-K<sub>5</sub>, C<sub>22</sub>H<sub>30</sub>ON<sub>2</sub>; aus der Base K<sub>6</sub> mit der doppelten Menge des Katalysators + H<sub>2</sub> bei 18°, dann bei 70—75°; Prismen, aus CH<sub>3</sub>OH, F. 163—164°. Gibt mit wenig K-Dichromat in konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> rötlichviolette Färbung, die bald in orangebraun u. bräunlichgelb umschlägt; beständig gegen KMnO<sub>4</sub> in Aceton, keine Färbung mit FeCl<sub>3</sub> in schwach saurer Lsg. — *Desmethylenanhydrotetrahydromethylstrychnin*-K<sub>6</sub>, C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>ON<sub>2</sub>; Prismen, aus A., F. 172—173°; seine sauren Lsgg. geben keine Färbung mit FeCl<sub>3</sub>, mit Dichromat u. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (60%) intensive Blaufärbung, die schnell rot, dann blaßgrün wird; KMnO<sub>4</sub> wird in Aceton reduziert; gibt kein Benzal-, Acetyl- oder Nitrosoderiv. — *Jodmethylat*, C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>ON<sub>2</sub>J, Prismen, aus CH<sub>3</sub>OH, F. 250—252° (Zers.). Eine w. Lsg. gibt mit NH<sub>3</sub> oder KOH keine Fällung; bei 280° Zers. unter Rückbdg. von K<sub>6</sub>; K<sub>6</sub> wird durch Na-Äthylat bei 70° nicht verändert. — *Dihydrodesmethylenanhydrotetrahydromethylstrychnin*-K<sub>6</sub>, C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>ON<sub>2</sub>, aus K<sub>6</sub> in Essigsäure mit H<sub>2</sub> u. PdCl<sub>2</sub>-Kohle bei 14°; Prismen, aus CH<sub>3</sub>OH-Leichtpetrol, F. 160—162°; keine Strychnidinrkk.; OTTO-Rk. sehr schwer zu beobachten; Lsg. in 60% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gibt mit Dichromat (aber nur mit sehr geringen Mengen) glänzend rote Färbung, die schnell gelb wird. — Die weitere katalyt. Red. wurde versucht, aber ohne so klare Resultate wie bei K<sub>6</sub>; das Prod., Krystalle, aus Bzl.-Leichtpetrol, F. 157—160°, enthält anscheinend viel Dihydroderiv. — Aus der Mutterlauge wurden Krystalle vom F. 112—115° erhalten, Prismen, aus Leichtpetrol, bei 100°/2 mm über P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> getrocknet, F. 114°. — *Dihydrodesmethylenanhydrotetrahydromethylstrychnidin*-K<sub>6</sub>, C<sub>21</sub>H<sub>28</sub>N<sub>2</sub>, aus K<sub>6</sub> durch elektrolyt. Red. in 20%/ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, bei 15°, 0,05 amp./qcm an einer Pb-Kathode; Prismen, aus CH<sub>3</sub>OH-Leichtpetrol, F. 98 bis 100°. Gibt Strychnidinfarbrkk. — *Jodmethylat*, C<sub>22</sub>H<sub>31</sub>N<sub>2</sub>J, aus W., F. ca. 170°, Zers. bei 190—200°. — Die unter den Dest.-Prodd. von K erhaltene Base K<sub>11</sub> hat wahrscheinlich die Formel C<sub>22</sub>H<sub>26</sub>ON<sub>2</sub>; das Chloraurat enthält wahrscheinlich 1/2 H<sub>2</sub>O. Gibt mit Dichromat in 60%/ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> blaurote Färbung, die rasch mattgelb wird, aber keine Strychnidinrkk. Wird nicht leicht zu einer Aminosäure mit alkoh. Na-Äthylat hydrolysiert. — *Jodmethylat*, C<sub>22</sub>H<sub>31</sub>ON<sub>2</sub>J, Bldg. im Rohr bei 100°; blaßbraune Warzen, aus CH<sub>3</sub>OH, F. 250° (Zers.). Das entsprechende Chlormethylat gibt die gleiche OTTO-Rk. wie die Ausgangsbasis. (Journ. chem. Soc., London 1932. 1239—54. April. Oxford, Un iv.)

BUSCH.

**Marston Taylor Bogert**, *Neue Ergebnisse der Isoprenchemie. Phytol, Carotinoide, Lipochrome und Vitamin A*. Übersicht über die Synthese des Phytols u. seines Abbauketons, über Abbau u. Synthese des Squalens, über die Chemie des Lycopins, Carotins, Vitamins A, Xanthophylls, Luteins, Zeaxanthins, Physalicens, Capsanthins, Taraxanthins, Violaxanthins, Fucoxanthins, Crocetins, Bixins u. Azafrins. (Chem. Reviews 10. 265—94. April 1932. Columbia Univ. New York.)

BERGMANN.

A. Butenandt und G. Hilgetag, *Untersuchungen über pflanzliche Fisch- und Insektengifte*. IV. *Über die Inhaltsstoffe der Derris- und Tephrosiaarten*. (III. vgl. C. 1932. I. 3068.) In den Pflanzen der genannten Arten (trop. Papilionaceae) sind bisher die Giftstoffe *Rotenon*, *Deguelin*, *Tephrosin* u. *Toxicarol* aufgefunden worden (Zusammenstellung im Original). Über *Rotenon* vgl. die früheren Mitt. — Über das mit *Rotenon* isomere *Deguelin*,  $C_{23}H_{22}O_6$ , u. das um 1 O reichere *Tephrosin*,  $C_{23}H_{22}O_7$ , über ihre Beziehungen zueinander u. zum *Rotenon* geben die Unterss. von CLARK (C. 1931. II. 2745 u. früher, ferner C. 1931. I. 2486) Auskunft. Entsprechend der in der III. Mitt. für *Rotenon* aufgestellten Formel, ist die Konst. des *Deguelins* mit Formel I wiederzugeben. I zeigt alle Rkk. des *Rotenons*, welche mit der Verschmelzung der beiden Heteroringe zusammenhängen: Es wird zu *Dehydrodeguelin* (II) dehydriert, u. dieses erleidet durch Alkalien die „Derrissäurespaltung“ (vgl. III. Mitt.) u. geht in *Deguelinsäure*,  $C_{23}H_{24}O_8$  (III), über. Diese liefert durch Oxydation *Derrissäure* u. durch Hydrierung der im dimethylierten Pyranring gelegenen Doppelbindung *Dihydrodeguelinsäure*, welche auch vom  $\beta$ -Dihydrorotenon (III. Mitt.) aus zugänglich ist. Durch Hydrierung von II entsteht in gleicher Weise das zu erwartende *Dehydro- $\beta$ -dihydrorotenon*. *Tephrosin* ist ein *Oxydeguelin*, welches durch W.-Abspaltung in II übergeht, steht demnach zu I in demselben Verhältnis wie *Rotenolon* zum *Rotenon* (III. Mitt.) u. besitzt folglich Formel IV. I u. IV unterscheiden sich also vom *Rotenon* darin, daß der substituierte Dihydrofuranring des letzteren zum  $\alpha$ -Pyranring umgelagert ist. Diese Umlagerung ist von HALLER (C. 1931. I. 2486) durchgeführt worden. — Über *Toxicarol*,  $C_{23}H_{22}O_7$ , vgl. CLARK (C. 1931. II. 1147 u. früher). Vff. sind teilweise zu denselben Ergebnissen gelangt. *Toxicarol* unterscheidet sich von den bisherigen Fischgiften durch die Ggw. von zwei acetylierbaren OH-Gruppen; die eine ist zweifellos von phenol., die andere wahrscheinlich von enol. Charakter (grüne  $FeCl_3$ -Rk.). Ferner scheint eine schwer nachweisbare CO-Gruppe vorhanden zu sein. Obwohl *Dihydrotoxicarol* gegen weitere Hydrierung stabil ist, enthält *Toxicarol* wohl noch eine weitere, u. zwar die enol. Doppelbindung; dies ist aus der Bldg. des *Monoacetyldihydrodesoxytoxicarols* (CLARK) u. aus dem gleichzeitigen Verschwinden der  $FeCl_3$ -Rk. zu schließen. — Durch Oxydation des *Toxicarols* mit  $H_2O_2$  wurde eine Säure  $C_{12}H_{14}O_5$ , *Toxicarsäure* genannt, u. durch deren Hydrierung die durch gleichartigen Abbau des *Rotenons* entstehende *Nelorsäure*,  $C_{12}H_{14}O_5$  (Formel vgl. III. Mitt.), erhalten. Folglich ist der eine Molekülteil des *Toxicarols* ebenso gebaut wie im *Rotenon*. Berücksichtigt man ferner, daß *Toxicarol* opt.-inakt. ist u. eine reaktionsfähige  $CH_2$ -Gruppe enthalten muß, da es mit  $HNO_2$  ein *Toxicarolon* liefert, so ist Formel V für *Toxicarsäure* sehr wahrscheinlich. — Das phenol. OH des *Toxicarols* ist ebenso schwach sauer u. reaktionsträge wie im *Rotenol* u. dürfte sich daher in gleicher Stellung befinden. Nimmt man ferner an, daß der  $OCH_3$ -freie Molekülteil dem *Deguelin* nahe steht, so kann man dem *Toxicarol* mit Vorbehalt Formel VI zuschreiben, welche die wichtigsten Umwandlungen zu deuten gestattet. Über weitere Rkk. vgl. unten.



Versuche. Vff. haben aus den Blättern von *Tephrosia Vogelia* außer I u. IV gelbe Nadeln von F. 231° u. aus „Rotenonharz“ (nicht kristalline Anteile aus der Derriswurzel nach Abtrennung des Rotenons) außer VI u. I gelbe, opt.-inakt. Nadeln von F. 228,5° isoliert. — *Toxicarol*,  $C_{23}H_{22}O_7$  (VI?), F. 213°. Mit  $FeCl_3$  tief grün. — *Diacetat*,  $C_{27}H_{26}O_8$ . Mit Acetanhydrid in Pyridin (2 Tage). Aus Chlf.- $CH_3OH$  Nadeln, F. 226,5°. — *Toxicarsäure*,  $C_{12}H_{12}O_5$  (V). In 5%<sub>ig</sub> alkoh. KOH auf W.-Bad mit 30%<sub>ig</sub> Perhydrol versetzt, verkocht, mit W. verd., angesäuert u. ausgeäthert, in saure, phenol. u. neutrale Teile getrennt. Sodalische Fraktion lieferte aus Aceton-PAc. (Kohle) gelbe Nadeln, F. 210° (Zers.). — *Netorsäure*,  $C_{12}H_{14}O_5$ . Durch Hydrieren von V in A. mit  $PtO_2$ . Aus W. derbe Nadeln, F. 87° (vgl. III. Mitt.). — Verb.  $C_{11}H_{10}O_4$  (?). V in A. unter Kühlung mit Äthylnitrit u. konz. HCl versetzt, später A. abgessaugt, im Hochvakuum auf 90–100° erhitzt, wobei gelbe Nadeln sublimierten. Aus verd. A., F. 141°, vielleicht ident. mit Äsculetindimethyläther. — *Toxicarolhydrat*,  $C_{23}H_{24}O_8$  (?). VI mit  $CH_3OH$  u. etwas 20%<sub>ig</sub> alkoh. KOH 24 Stdn. stehen gelassen, tiefrote Lsg. angesäuert, mit W. verd. u. ausgeäthert, in saure, phenol. u. neutrale Teile getrennt. In NaOH l. Fraktion lieferte aus Chlf.-A. gelbe Prismen, F. 223,5°, titrierbar, beständig gegen sd. 20%<sub>ig</sub> alkoh. KOH. Mit  $FeCl_3$  grün. *Acetylderiv.*,  $C_{25}H_{26}O_9$  (?), aus verd. A. Prismen, F. 178°. — *Dehydrotoxicarol*,  $C_{23}H_{20}O_7$ . Aus vorigem in A. mit etwas konz. HCl (W.-Bad). Gelbe Nadeln, F. 233–234°. *Acetylderiv.*,  $C_{25}H_{22}O_8$ , aus Chlf.- $CH_3OH$  Nadeln, F. 235–236°. — *Joddehydrotoxicarol*,  $C_{23}H_{19}O_7$ . VI in Chlf. mit alkoh. Na-Acetatlg. gekocht, alkoh. J-Lsg. bis zur bleibenden Färbung zugegeben, mit W. verd., Chlf.-Schicht mit Thiosulfat gewaschen, eingeengt u. A. zugegeben. Tief gelbe Nadeln, F. um 190°. Wird durch Zn u. Eg. zu vorigem reduziert. — Verb.  $C_{21}H_{24}O_7$  (?). 1. VI über verd. alkoh. KOH 24 Stdn. stehen gelassen, dann mit Pd-Kohle hydriert. 2. Durch Hydrieren des Toxicarolhydrats in Eg. mit  $PtO_2$ . 3. Durch 24-std. Stehen von Dihydrotoxicarol über 20%<sub>ig</sub> alkoh. KOH. In saure, phenol. u. neutrale Anteile getrennt. In NaOH l. Fraktion lieferte aus Chlf.-A. schwach grünelgelbe Prismen, F. 217,5°, titrierbar. Mit  $FeCl_3$  rotbraun. *Acetylderiv.*,  $C_{23}H_{26}O_8$  (?), Prismen, F. 192°. — *Toxicarolon*. Aus VI in Eg. mit Äthylnitrit u. konz. HCl unter Kühlung; schließlich kurz erwärmt. Aus Eg. goldgelbe Nadeln, F. 283–284°. (LIEBIGS Ann. 495. 172–86. 20/5. 1932.) Lb.

A. Butenandt und A. Marten, *Untersuchungen über pflanzliche Fisch- und Insektengifte*. V. Über die Inhaltsstoffe der Meisterwurzel (*Imperatoria Ostruthium*). (IV. vgl. vorst. Ref.) Vor kurzem haben SPÄTH u. Mitarbeiter (C. 1931. II. 2884) festgestellt, daß das in der Umbellifere *Peucedanum officinale* vorkommende Fischgift Peucedanin den in gewissen Rutaceen enthaltenen Fischgiften Bergapten u. Xanthotoxin konstitutionell sehr nahe steht. Vff. untersuchen daraufhin, ob auch die Fischgifte der Wurzel von *Imperatoria Ostruthium*, ebenfalls einer Umbellifere, zu obiger Gruppe oder vielleicht zur Rotenongruppe gehören. Frühere Forscher haben aus genannter Wurzel 4 Inhaltsstoffe isoliert: *Oxypeucedanin*, *Ostruthin*, *Osthol* u. *Ostruthol*. — Über *Osthol*. Dieses soll nach HERZOG u. KROHN (Arch. Pharmaz. u. Ber. Dtsch. pharmaz. Ges. 247 [1909]. 553) die Bruttoformel  $C_{15}H_{16}O_3$  besitzen u. 1  $OCH_3$ , einen Lactonring u. eine reaktionsfähige Doppelbindung (HCl-Additionsprod.) enthalten. Vff. haben diese Angaben bestätigt. Der hypothet. Grund-KW-stoff  $C_{14}H_{18}$  müßte bei Annahme eines Benzolringes noch 2 aliphat. Doppelbindungen enthalten; die eine derselben ist gegen H stabil, die andere addiert leicht H u. HCl. — Bei milder Oxydation mit  $CrO_3$  liefert Osthol unter Abspaltung von Aceton eine *Ostholsäure* genannte Säure  $C_{12}H_{10}O_6$ . Da *Dihydroosthol* unter gleichen Bedingungen stabil ist u. die Säure keine hydrierbare Doppelbindung mehr enthält, muß das Mol. an der reaktionsfähigen Doppelbindung gesprengt worden sein. Die Formel des Osthols ist somit nach  $CH_3O \cdot C_{10}H_6O_2 \cdot CH : C(CH_3)_2$  aufzulösen. — Osthol verhält sich wie ein Cumarin, indem die zugehörige Oxyssäure in saurer Lsg. sofort den Lactonring zurückbildet. Damit wäre auch die Indifferenz der 2. Doppelbindung erklärt. Tatsächlich entsteht bei Hydrierung des Osthols in alk. Lsg. neben Dihydroosthol wenig einer Säure  $C_{16}H_{20}O_4$ , d. h. gebildet durch Aufnahme von 1  $H_2O$  u. 2 H, welche wohl die entsprechende o-Hydrocumarsäure ist. — Auf Grund dieser Befunde kann man, in Anlehnung an die Formel des Peucedanins (l. c.), dem Osthol die vorläufige Formel I erteilen. Ostholsäure würde dann Formel II u. Säure  $C_{15}H_{20}O_4$  Formel III erhalten.

Über *Ostruthin*. Dieses soll nach älteren Unters. (zuletzt von HERZOG u. KROHN, l. c.) die Bruttoformel  $C_{18}H_{20}O_3$  besitzen u. einen Benzolring (Abbau zu Resorcin), 1 OH (Bldg. von Estern) u. 2 reaktionsfähige Doppelbindungen (Addition von 2 HCl) enthalten. Vff. haben diese Angaben bestätigt. Das OH besitzt trotz nega-



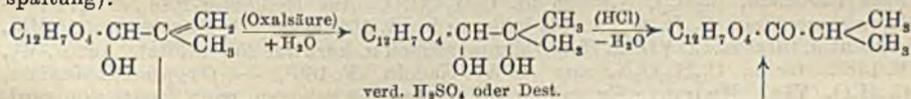
Versuche. Vff. haben aus den Blättern von *Tephrosia Vogelii* außer I u. IV gelbe Nadeln von F. 231° u. aus „Rotenonharz“ (nicht krystalline Anteile aus der Derriswurzel nach Abtrennung des Rotenons) außer VI u. I gelbe, opt.-inakt. Nadeln von F. 228,5° isoliert. — *Toxicarol*,  $C_{23}H_{22}O_7$  (VI?), F. 213°. Mit  $FeCl_3$  tief grün. — *Diacetat*,  $C_{27}H_{26}O_8$ . Mit Acetanhydrid in Pyridin (2 Tage). Aus Chlf.- $CH_3OH$  Nadeln, F. 226,5°. — *Toxicarsäure*,  $C_{12}H_{12}O_5$  (V). VI in 5%<sub>ig</sub> alkoh. KOH auf W.-Bad mit 30%<sub>ig</sub> Perhyrdol versetzt, verköcht, mit W. verd., angesäuert u. ausgeäthert, in saure, phenol. u. neutrale Teile getrennt. Sodalösliche Fraktion lieferte aus Aceton-Pae. (Kohle) gelbe Nadeln, F. 210° (Zers.). — *Netorsäure*,  $C_{12}H_{14}O_5$ . Durch Hydrieren von V in A. mit  $PtO_2$ . Aus W. derbe Nadeln, F. 87° (vgl. III. Mitt.). — Verb.  $C_{11}H_{10}O_4$  (?). V in A. unter Kühlung mit Äthylnitrit u. konz. HCl versetzt, später A. abgesaugt, im Hochvakuum auf 90–100° erhitzt, wobei gelbe Nadeln sublimierten. Aus verd. A., F. 141°, vielleicht ident. mit Äsculetindimethyläther. — *Toxicarolhydrat*,  $C_{23}H_{24}O_8$  (?). VI mit  $CH_3OH$  u. etwas 20%<sub>ig</sub> alkoh. KOH 24 Stdn. stehen gelassen, tiefrote Lsg. angesäuert, mit W. verd. u. ausgeäthert, in saure, phenol. u. neutrale Teile getrennt. In NaOH l. Fraktion lieferte aus Chlf.-A. gelbe Prismen, F. 223,5°, titrierbar, beständig gegen sd. 20%<sub>ig</sub> alkoh. KOH. Mit  $FeCl_3$  grün. *Acetylderiv.*,  $C_{25}H_{26}O_8$  (?), aus verd. A. Prismen, F. 178°. — *Dehydrotoxicarol*,  $C_{23}H_{20}O_7$ . Aus vorigem in A. mit etwas konz. HCl (W.-Bad). Gelbe Nadeln, F. 233–234°. *Acetylderiv.*,  $C_{25}H_{22}O_8$ , aus Chlf.- $CH_3OH$  Nadeln, F. 235–236°. — *Joddehydrotoxicarol*,  $C_{23}H_{10}O_7$ , J. VI in Chlf. mit alkoh. Na-Acetatlg. gekocht, alkoh. J-Lsg. bis zur bleibenden Färbung zugegeben, mit W. verd., Chlf.-Schicht mit Thiosulfat gewaschen, eingeengt u. A. zugegeben. Tief gelbe Nadeln, F. um 190°. Wird durch Zn u. Eg. zu vorigem reduziert. — Verb.  $C_{21}H_{21}O_7$  (?). 1. VI über verd. alkoh. KOH 24 Stdn. stehen gelassen, dann mit Pd-Kohle hydriert. 2. Durch Hydrieren des Toxicarolhydrats in Eg. mit  $PtO_2$ . 3. Durch 24-std. Stehen von Dihydrotoxicarol über 20%<sub>ig</sub> alkoh. KOH. In saure, phenol. u. neutrale Anteile getrennt. In NaOH l. Fraktion lieferte aus Chlf.-A. schwach grüngelbe Prismen, F. 217,5°, titrierbar. Mit  $FeCl_3$  rotbraun. *Acetylderiv.*,  $C_{25}H_{26}O_8$  (?), Prismen, F. 192°. — *Toxicarolon*. Aus VI in Eg. mit Äthylnitrit u. konz. HCl unter Kühlung; schließlich kurz erwärmt. Aus Eg. goldgelbe Nadeln, F. 283–284°. (LIEBIGS Ann. 495. 172–86. 20/5. 1932.) LB.

A. Butenandt und A. Marten, *Untersuchungen über pflanzliche Fisch- und Insektengifte*. V. Über die Inhaltsstoffe der Meisterwurz (*Imperatoria Ostruthium*). (IV. vgl. vorst. Ref.) Vor kurzem haben SPÄTH u. Mitarbeiter (C. 1931. II. 2884) festgestellt, daß das in der Umbellifere Peucedanum officinale vorkommende Fischgift Peucedanin den in gewissen Rutaceen enthaltenen Fischgiften Bergapten u. Xanthotoxin konstitutionell sehr nahe steht. Vff. untersuchen daraufhin, ob auch die Fischgifte der Wurzel von *Imperatoria Ostruthium*, ebenfalls einer Umbellifere, zu obiger Gruppe oder vielleicht zur Rotenongruppe gehören. Frühere Forscher haben aus genannter Wurzel 4 Inhaltsstoffe isoliert: *Oxypeucedanin*, *Ostruthin*, *Osthol* u. *Ostruhol*. — Über Osthol. Dieses soll nach HERZOG u. KROHN (Arch. Pharmaz. u. Ber. Dtsch. pharmaz. Ges. 247 [1909]. 553) die Bruttoformel  $C_{15}H_{16}O_3$  besitzen u. 1  $OCH_3$ , einen Lactonring u. eine reaktionsfähige Doppelbindung (HCl-Additionsprod.) enthalten. Vff. haben diese Angaben bestätigt. Der hypothet. Grund-KW-stoff  $C_{11}H_{18}$  müßte bei Annahme eines Benzolringes noch 2 aliph. Doppelbindungen enthalten; die eine derselben ist gegen H stabil, die andere addiert leicht H u. HCl. — Bei milder Oxydation mit  $CrO_3$  liefert Osthol unter Abspaltung von Aceton eine *Ostholsäure* genannte Säure  $C_{12}H_{10}O_5$ . Da *Dihydroosthol* unter gleichen Bedingungen stabil ist u. die Säure keine hydrierbare Doppelbindung mehr enthält, muß das Mol. an der reaktionsfähigen Doppelbindung gesprengt worden sein. Die Formel des Osthols ist somit nach  $CH_3O \cdot C_{10}H_8O_2 \cdot CH : C(CH_3)_2$  aufzulösen. — Osthol verhält sich wie ein Cumarin, indem die zugehörige Oxy-säure in saurer Lsg. sofort den Lactonring zurückbildet. Damit wäre auch die Indifferenz der 2. Doppelbindung erklärt. Tatsächlich entsteht bei Hydrierung des Osthols in alkal. Lsg. neben Dihydroosthol wenig einer Säure  $C_{15}H_{20}O_4$ , d. h. gebildet durch Aufnahme von 1  $H_2O$  u. 2 H, welche wohl die entsprechende o-Hydrocumarsäure ist. — Auf Grund dieser Befunde kann man, in Anlehnung an die Formel des Peucedanins (l. c.), dem Osthol die vorläufige Formel I erteilen. Ostholsäure würde dann Formel II u. Säure  $C_{15}H_{20}O_4$  Formel III erhalten.

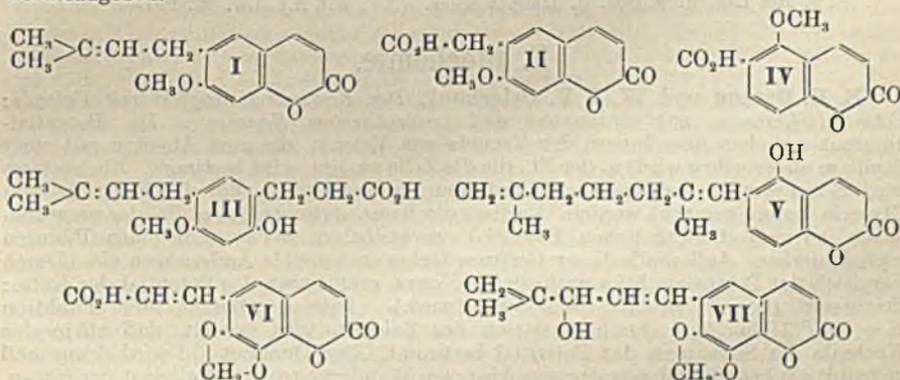
Über Ostruthin. Dieses soll nach älteren Unterss. (zuletzt von HERZOG u. KROHN, l. c.) die Bruttoformel  $C_{18}H_{20}O_3$  besitzen u. einen Benzolring (Abbau zu Resorcin), 1 OH (Bldg. von Estern) u. 2 reaktionsfähige Doppelbindungen (Addition von 2 HCl) enthalten. Vff. haben diese Angaben bestätigt. Das OH besitzt trotz nega-

tiver  $\text{FeCl}_3$ -Rk. phenol. Charakter, wie das Verh. gegen verd. Alkalien u. die leichte Methylierbarkeit durch Diazomethan zeigt. Aus dem Verh. des *Ostruthinmethyläthers* gegen Alkali ergibt sich, daß die beiden restlichen O-Atome einer sehr beständigen Lactongruppe angehören. Der Grund-KW-stoff wäre  $\text{C}_{18}\text{H}_{24}$ , u. da ein Benzolring erwiesen ist, sollte das Mol. noch 3 Doppelbindungen enthalten. — Der Methyläther konnte durch Oxydation mit  $\text{CrO}_3$  zu einem Aldehyd  $\text{C}_{11}\text{H}_8\text{O}_4$  abgebaut u. dieser zur *Methylätherostruthinsäure*,  $\text{C}_{11}\text{H}_8\text{O}_5$ , oxydiert werden. Man darf hiernach annehmen, daß Ostruthin eine Seitenkette von der Struktur  $-\text{CH}:\text{C}(\text{CH}_3)\cdot\text{CH}_2\cdot\text{CH}_2\cdot\text{C}(\text{CH}_3):\text{CH}_2$  enthält, welche an der linken Doppelbindung abgesprengt wird. Es ist bisher nicht gelungen, dieses Spaltstück zu fassen. Genannte Säure besitzt den Charakter einer *Methoxycumarincarbonsäure* u. wird leicht zu einem *Methoxycumarin* decarboxyliert, welches mit 7-Methoxycumarin nicht ident. u. daher sehr wahrscheinlich *5-Methoxycumarin* ist, da das  $\text{OCH}_3$  wegen des Abbaus zum Resorcin (vgl. oben) die m-Stellung zum Lacton-O einnehmen muß. Damit ist auch die Lage der 3. Doppelbindung gegeben. Die Säure dürfte Formel IV besitzen, welche bzgl. der Stellung des  $\text{CO}_2\text{H}$  noch unsicher ist. Für Ostruthin würde sich Formel V ergeben.

Über *Oxypeucedanin*. Dieses (Hauptinhaltsstoff der Wurzel) ist schon häufig untersucht worden (Literatur vgl. Original), zuletzt von HERZOG u. KROHN (l. c.), welche zu der Bruttoformel  $\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{O}_4$  gelangt sind. Sie haben ferner eine reaktionsfähige Doppelbindung festgestellt (Addition von  $\text{HCl}$  u.  $\text{H}_2\text{O}$ ) u. auf Grund der Titrierung eine Lactongruppe angenommen. Vff. haben nach gründlicher Reinigung der Verb. gefunden, daß sie die Zus.  $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_5$  besitzt. Mittels  $\text{CH}_2\text{MgJ}$  ist 1 OH nachweisbar, welches sich auch acetylieren läßt; hierbei wird gleichzeitig  $\text{CH}_3\cdot\text{CO}_2\text{H}$  an die Doppelbindung addiert. Gegen Alkalien verhält sich Oxypeucedanin wie Osthol u. Ostruthin, enthält also auch eine Lactongruppe. Ferner läßt sich mit Phloroglucin- $\text{H}_2\text{SO}_4$  eine  $\text{CH}_2\text{O}_2$ -Gruppe nachweisen. — Durch Wiederabspaltung von  $\text{H}_2\text{O}$  bzw.  $\text{HCl}$  aus den betreffenden Additionsprodd. gelangt man zu einem *Isooxypeucedanin*, welches die reaktionsfähige Doppelbindung nicht mehr u. statt des OH eine CO-Gruppe enthält. Es ist auch aus Oxypeucedanin durch Erhitzen oder Behandeln mit verd.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  erhältlich. Diese Isomerisierung wird wie folgt erklärt (Fall der W.-Anlagerung u. -Abspaltung):



Gestützt wird diese Deutung dadurch, daß das *Hydrat* durch vorsichtige Oxydation in *Aceton* u. *Oxypeucedaninsäure*,  $\text{C}_{12}\text{H}_7\text{O}_4\cdot\text{CO}_2\text{H}$ , gespalten wird, u. daß sich in letzterer die O-Atome nachweisbar auf  $\text{CO}_2\text{H}$ , Lacton- u.  $\text{CH}_2\text{O}_2$ -Gruppe verteilen. Von Interesse ist noch, daß sich in dem Hydrat die neu eingetretene Gruppe leichter verestert als die ursprüngliche; daß es sich wirklich um jene handelt, folgt daraus, daß das Monoacetat des Hydrats auch durch Addition von  $\text{CH}_3\cdot\text{CO}_2\text{H}$  an Oxypeucedanin erhalten wird. — Da auch hier Cumarinstruktur angenommen werden darf, könnte obige Säure etwa Formel VI besitzen. Oxypeucedanin wäre dann durch Formel VII wiederzugeben.



Versuche. Droge mit Bzl. ausgekocht, Extrakt eingengt u. mit PAe. versetzt, nach Klärung Lsg. abgegossen, Öl mit Ä. versetzt, wonach *Oxypeucedanin* ausf. PAe.-Bzl.-Lsg. lieferte nach Einengen *Osthol*. Aus den Mutterlaugen des *Oxypeucedanins* fiel nach Stehen *Ostruthin* aus. — *Osthol*,  $C_{15}H_{16}O_3$  (I?), aus A.-W. Nadeln, F. 85°. — *Ostholsäure*,  $C_{12}H_{10}O_5$  (II?). I in Eg. mit  $CrO_3$  3 Tage stehen gelassen, unter Kühlung neutralisiert, etwas abdest. (im Destillat Aceton), mit  $H_2SO_4$  angesäuert, verd. u. ausgeäthert, Extrakt mit Soda ausgeschüttelt usw. Aus Chlf.-PAe., F. 256°. Mit  $CH_2N_2$  der *Methyl ester*,  $C_{13}H_{12}O_5$ , aus  $CH_3OH$ -W. Nadeln, F. 155°. — *Dihydroosthol*,  $C_{15}H_{18}O_3$ . In Essigester mit Pd hydriert, Filtrat verdampft. Aus A.-W. Kryställchen, F. 83°. — *Säure*  $C_{15}H_{20}O_4$  (III?). I in  $10^0/0$ ig. KOH gel., mit Pd-Kohle hydriert usw. wie oben. Aus PAe. Krystalle, F. 88°. — *Ostruthin*,  $C_{15}H_{20}O_3$  (V?), aus A.-W. Nadeln, F. 117°, bei 0,05 mm u. 225° unzers. dest. — *Acetylderiv.*,  $C_{20}H_{22}O_4$ . In k. Pyridin mit Acetanhydrid. Aus Lg., F. 80°. — *Methyläther*,  $C_{19}H_{22}O_3$ . In  $CH_3OH$  mit äth.  $CH_2N_2$ ; Prod. bei 200° u. 0,04 mm dest. Aus  $CH_3OH$ -W., F. 55°. — *Aldehyd*  $C_{11}H_{12}O_4$ . Vorigen in Eg. mit  $CrO_3$  15 Min. erwärmt, nach Zusatz von W. u. verd.  $H_2SO_4$  ausgeäthert, mit Soda gewaschen. Aus Chlf.-PAe., F. 255—256°. *Oxim*,  $C_{11}H_9O_4N$ , aus A.-W., F. 228° (Zers.). — *Methylätherostruthinsäure*,  $C_{11}H_8O_5$  (IV?). Aus vorigem mit  $CrO_3$  wie vorst.; Ä.-Extrakt mit Soda ausgeschüttelt. Aus Eg.-W. Nadeln, F. 268°. — *5-Methoxycumarin* (?),  $C_{10}H_8O_3$ . IV unter  $CO_2$  5 Min. auf 270° erhitzt, mit W. ausgekocht (starker Cumaringeruch). Aus A.-W. Krystalle, F. 172°. — *Oxypeucedanin*,  $C_6H_4O_5$  (VII?). Reinigung aus A. u. durch Dest. bei 1,1 mm u. 160°. Aus A. Krystalle, F. 142°, opt.-inakt. — Hydrochlorid,  $C_{10}H_{15}O_5Cl$ . In absol. A. mit HCl-Gas unter Eiskühlung; mit W. gefällt. Aus A.-W., dann Aceton-PAe., F. 162°. — *Oxypeucedaninhydrat*. VII mit  $1^0/0$ ig. Oxalsäure bis fast zur Lsg. gekocht u. filtriert. Aus Essigester Krystalle, F. 136°. — *Monoacetat*,  $C_{18}H_{18}O_7$ . 1. VII in Eg. 1 Stde. gekocht u. mit W. gefällt. 2. Voriges in Pyridin mit Acetanhydrid 7 Tage im Eisschrank stehen gelassen, dann mit verd.  $H_2SO_4$  gefällt. Aus Aceton-PAe., F. 139°. — *Diacetat*,  $C_{20}H_{20}O_8$ . Aus VII oder dem Hydrat mit sd. Acetanhydrid + Na-Acetat (3 Stdn.). Aus Chlf.-PAe., F. 136°. Beide Acetate werden durch sd. methylalkoh. KOH zum Hydrat verseift. — *Benzoat*,  $C_{23}H_{20}O_7$ . Durch kurzes Kochen des Hydrats mit  $C_6H_5COCl$  u. NaOH. Aus A.-W., F. 172—172,5°. — *Phenylcarbamate*,  $C_{23}H_{21}O_7N$ . Mit sd.  $C_6H_5NCO$ . Aus Essigester-PAe., F. 174°. — *Isooxypeucedanin*,  $C_{16}H_{14}O_5$ . 1. VII langsam in sd.  $10^0/0$ ig.  $H_2SO_4$  eintragen, 15 Min. gekocht u. filtriert. 2. VII im Hochvakuum schnell u. kurz auf 250° erhitzt. Aus A.-W., F. 148°. *Oxim*,  $C_{18}H_{15}O_5N$ , aus A.-W. Nadeln, F. 186°. — *Oxypeucedaninsäure*,  $C_{13}H_8O_6$  (VI?). Hydrat in Eg. mit  $CrO_3$  1 Tag stehen gelassen, nach Zusatz von verd.  $H_2SO_4$  u. W. ausgeäthert, Extrakt mit Soda ausgeschüttelt. Aus Eg.-W., F. 265°. In  $CH_3OH$  mit äth.  $CH_2N_2$  der *Methyl ester*,  $C_{14}H_{10}O_6$ , aus  $CH_3OH$ -W., F. 185°. Die Säure wird durch Na u. A., Zn u. Alkali oder Eg. nicht reduziert, nimmt aber, in Eg. mit Pt hydriert, H auf unter Bldg. eines öligen Prod. (LIEBIGS Ann. 495. 187—210. 20/5. 1932. Göttingen, Univ.)

LINDENBAUM.

Beilsteins Handbuch der organischen Chemie. 4. Aufl. Erstes Erg.-Werk, d. Literatur von 1910—1919 umfassend. Hrg. von d. Deutschen Chem. Gesellschaft. Bearb. von Friedrich Richter. Bd. 9. Berlin: J. Springer 1932. gr. 8°.

9. Als Erg. d. 9. Bds. d. Hauptwerkes. (XV, 476 S.) Lw. M. 100.—.

## E. Biochemie.

E. B. Damon und W. J. V. Osterhout, *Der Konzentrationseffekt mit Valonia: Potentialdifferenzen mit verdünntem und konzentriertem Seewasser*. Die Potentialdifferenz zwischen dem Innern der Vacuole von *Valonia* (die zum Ableiten mit einer Capillare angestochen wird) u. der Fl., die die Zelle umgibt, wird bestimmt. Als letzteres wird Seewasser in verschiedenen Verdünnungen genommen, die durch Zusatz von Glycerin isoton gemacht werden. Variiert die Konz. zwischen 1,5 u. 0,2 der ursprünglichen, so sind die erhaltenen Potentiale reversibel u. bei verschiedenen Pflanzen reproduzierbar. Außerhalb dieser Grenzen treten irreversible Änderungen ein. Durch Vergleich der Potentiale bei verschiedenen Konz. erhält man das Potential der Kette: Seewasser (konz.) | *Valonia* | Seewasser (verd.). Dieses gehorcht der Funktion  $E = 2RT/3F \ln c_1/c_2$ . Durch Variation des Salzgeh. wird gezeigt, daß allein das Kochsalz des Seewassers das Potential bestimmt. Der Quotient 2/3 wird demgemäß gedeutet als herrührend von der verschiedenen Wanderungsgeschwindigkeit der  $Na^+$ -u.

Cl<sup>-</sup>-Ionen im Protoplasma. Diese verhalten sich dann wegen  $\frac{2}{3} = u - v/u + v$  wie 5/1. (Journ. gen. Physiol. 13. 445—57. 1930. Rockefeller Inst. f. med. Res.) G. V. SCHULZ.

W. J. V. Osterhout und S. E. Hill, *Durch Chloroform und Kaliumchlorid hervorgerufene negative Variationen in Nitella*. Die Lokalstromtheorie der Reizung wird an einer Zelle von *Nitella flexilis* demonstriert. Appliziert man Chlf. bzw. 0,05-n. KCl an einen Punkt der Zelle, so breitet sich von diesem über die ganze Zelle eine Negativitätswelle aus. Diese Ausbreitung wird durch eine mit Chlf. behandelte Stelle blockiert. Es wird beschrieben, wie das Zustandekommen der Effekte durch Diffusionspotentiale erklärt werden kann. Diese lassen sich in bestimmter Weise durch angelegte Potentiale modifizieren. (Journ. gen. Physiol. 13. 459—67. 1930. Rockefeller Inst. f. med. Res.) G. V. SCHULZ.

James Murray Luck, Annual review of biochemistry; v. I. California: Stanford Univ. Press 1932. (731 S.) 8<sup>o</sup>. § 5.

### E<sub>1</sub>. Enzymchemie.

Vincent du Vigneaud und Curtis E. Meyer, *Isolierung von Methionin durch enzymatische Hydrolyse*. Es wurde gezeigt, daß Methionin durch trypt. Verdauung aus Casein abgespalten wird. Die Drehung des erhaltenen Prod. stimmte mit der durch Säurehydrolyse gewonnenen Substanz überein. Aus 3 kg Casein ließen sich 2 g analyt. reinen Methionins darstellen. Das Methionin bleibt im Filtrat, nach der Ausfällung des Tryptophans mit HgSO<sub>4</sub> in saurer Lsg. (Journ. biol. Chemistry 94. 641—45. Jan. 1932. Univ. Illinois, Urbana, Lab. f. physiolog. Chem.) WEIDENHAGEN.

J. E. Nyrop, *Enzymwirkung*. Bei Anwendung seiner früher mitgeteilten Überlegungen (C. 1931. II. 2830) über das Zustandekommen von Metallkatalysen auf Enzym-Rkk. versucht Vf. eine Verb. mit den Unters.-Deutungen von QUASTEL (C. 1932. I. 1910) herzustellen. Die Enzymwrkg. wird demnach auch durch rasch schwingende Elektronen hervorgerufen. „Freie“ Elektronen können z. B. entstehen bei Metallen, gewissen Oxyden, Carbiden usw. Ebenso dürfte dies bei koordinierten Bzl.-Ringen, Doppelbindungen, COOH-Gruppen usw. der Fall sein. Auf der Oberfläche von Stoffen mit solchen koordinierten Gruppen werden sich Elektronen mit großer kinet. Energie ebenso bewegen wie auf Metalloberflächen, wodurch sich ihre „katalyt.“ Fähigkeit erklärt. An Hand der Unters. von NORD (C. 1931. I. 2028. 1932. I. 1793) betreffend Gasverzehrung an Enzymoberflächen, bestätigt Vf., daß die Unterschiede der Ionisationsenergie der Gase mit dem Unterschied in ihrer Haftfestigkeit gut übereinstimmt. Als weitere Beispiele für die Vergleichbarkeit des Mechanismus enzymat. Rkk. mit anderen Katalysen werden u. a. die TWITCHELL-Spaltung u. Lipaswrkg. angeführt. Bei ersterer stoßen die von den Bzl.-Ringen abgespaltenen Elektronen mit den Fettmolekülen zusammen, wodurch die Fettspaltung entsteht. Abgesehen vom Beispiel der enzymat. Glykosespaltung werden die Überlegungen auch durch Deutung z. B. des p<sub>H</sub>-Einflusses, der Temp. usw. erläutert. (Protoplasma 14. 622—28. 1932.) NORD.

Yutaka Jono, *Studien über die Nucleinsäure*. I. Mitt. *Über die nucleinsäure-spaltenden Fermente*. Die Nucleasen (deren Vork. in Pflanzen früher, C. 1932. I. 1103, festgestellt wurde), spalten die Nucleinsäuren auf bis zu Phosphorsäure, Kohlenhydrat, Purin- u. Pyrimidinbasen u. enthalten mindestens 3 Fermente, nämlich *Esterase* (spaltet Bindung zwischen Phosphorsäure u. Kohlenhydrat), *Glykosidase* (spaltet Bindung zwischen Kohlenhydrat u. Basen) sowie eine *Nucleinase* (von OPPENHEIMER als *Poly-nucleotidase* bezeichnet), welche die Nucleinsäure in Nucleoside zerlegt. Es wird untersucht, ob die durch Nucleasen abgespaltenen Mengen an Phosphorsäure u. Basen immer äquimolekular sind. — Pflanzliche Nucleasen (Preßsäfte aus höheren Pflanzen, Blättern u. Wurzeln von Gemüse, Früchten u. Samen) zeigten bei Einw. auf hefenucleinsaures Na, daß die Blätter u. Wurzeln der grünen Gemüse u. die Samen im allgemeinen reicher an Nuclease sind als die Früchte; aus dem Quotienten P: N erkennt man, daß die Spaltbarkeit der Basen-Zuckerbindung weit geringer ist als die der Phosphorsäure-Zuckerbindung. Die Spaltbarkeit der Hefenucleinsäure durch pflanzliche Nuclease ist 3—5 mal größer als die Spaltbarkeit der Thyminucleinsäure. Die Freilegung der Phosphorsäure u. die Freilegung der Purinbasen geht bei verschiedener [H<sup>+</sup>] fast parallel vor sich; das Optimum liegt etwa bei p<sub>H</sub> = 6,2. — Die pflanzlichen Nucleasen sind im sauren u. im alkal. Medium ziemlich beständig. Sie werden durch Tonerde u. Kaolin bei verschiedenem p<sub>H</sub> mehr oder weniger ad-

sorbiert, wobei das  $p_H$  ohne merklichen Einfluß auf die Adsorption ist. — In fast allen Organen des Kaninchens kommt tier. Nuclease (wirksam auf Hefenucleinsäure u. auf Thymusnucleinsäure) vor, u. zwar besonders reichlich in Leber, Pankreas, Milz, Niere u. Dünndarm, nur in Spuren in Blut, Muskel, Gehirn. (Acta Scholae med. Univ. imp. Kioto 13. 162—75. 1930.) HESSE.

**Yutaka Jono, Studien über die Nucleinsäure.** II. Mitt. *Über den Abbau von Nucleinsäuren durch Proteusbacillen.* (I. Mitt. vgl. vorst. Ref.) Untersucht wurde die Spaltung der Nucleinsäuren durch *Bacillus proteus vulgaris*, gezüchtet auf einer Nährlsg., die 5,0 g NaCl, 1,0 g  $KH_2PO_4$ , 1,0 g  $(NH_4)_2CO_3$ , 0,1 g  $MgSO_4$  in 1000 ccm W. enthielt, u. von der pro Kolben 800 ccm mit 200 ccm 2,5%ig. Lsg. von hefenucleinsäurem Na vermischt wurden. Nach 7 Tagen bei 37° wurde der Inhalt von 10 dertartigen Kolben unter Zusatz von A. im Vakuum auf 800 ccm eingengt, mit so viel  $H_2SO_4$  angesäuert, daß der Geh. an  $H_2SO_4$  5% betrug u. 4 Tage lang mit A. erschöpfend extrahiert. Beim Eindampfen schieden sich geringe Mengen *Bernsteinsäure* ab. Bei Fällung des schwefelsauren Rückstandes des Ätherextraktes mit Phosphorwolframsäure u. Aufarbeitung der Basenfraktion wurde kein Guanin, kein Adenin, wohl aber *Xanthin*,  $C_5H_4N_4O_2$  u. *Hypoxanthin*,  $C_5H_4N_4O$ , erhalten. Im Filtrat fand sich *Uracil*,  $C_4H_4N_2O_2$ . — Beim entsprechenden Vers. mit thymusnucleinsäurem Na wurde *Bernsteinsäure* erhalten u. nachgewiesen, daß ebenso wie bei der pflanzlichen Nucleinsäure durch *Proteusbacillen* das Guanin u. Adenin verschwanden, dagegen beträchtliche Mengen von *Xanthin* u. besonders *Hypoxanthin* auftraten. Im Filtrat waren *Thymin* u. *Uracil*. (Acta Scholae med. Univ. imp. Kioto 13. 176—81. 1930.) HESSE.

**Yutaka Jono, Studien über die Nucleinsäure.** III. Mitt. *Über die partielle Hydrolyse von Nucleinsäure durch pflanzliche Nuclease.* (II. Mitt. vgl. vorst. Ref.) Bei Spaltung von Hefenucleinsäure durch Spinat u. durch Sojabohnen wurden *Guanosin*, *Adenosin* u. *Cytidin* erhalten u. in reinem Zustande isoliert. — Bei Spaltung der Thymusnucleinsäure mit Preßsaft aus Spinat wurde unter den Spaltungsprodd. ein noch nicht identifiziertes *Nucleosid* gefunden, das  $[\alpha]_D = -30,97^\circ$  zeigte. (Acta Scholae med. Univ. imp. Kioto 13. 182—86. 1930. Kyoto, Univ.) HESSE.

**Yoshio Imanishi, Neue Versuche über die Wirkung der Phosphatase gegenüber verschiedenen Substraten.** *Fructosemonophosphorsaures Natrium* wird von *Takaphosphatase* in 3 Tagen zu 80% (in 1 Tag zu 64%) gespalten; *Hefemazerationsaft* (gewonnen durch 3-std. Digestion von 1 Teil Hefe mit 3 Teilen W. bei 37°) spaltet bis zu 98%. Bei fortgesetzter Einw. u. bei Anwendung größerer Mengen von Ferment ist wieder eine organ. Bindung von Phosphorsäure zu beobachten. Es erscheint unwahrscheinlich, daß es sich hierbei um eine einfache reversible Rk. handelt, da sonst die Einstellung eines Gleichgewichtes vor Erreichung des höchsten Spaltungsgrades zu erwarten gewesen wäre. Vielleicht handelt es sich um Veresterung des frei gewordenen Phosphates mit anderen Bestandteilen, die im Reaktionsgemisch vorhanden sind oder auftreten; möglicherweise auch um einen geringfügigen Übergang von *Fructosemonophosphat* in *Zymodiphosphat*. — Frische Hefe spaltet das *Fructosemonophosphat* bis zu 91%. — *Diphenylorthophosphorsaures Kalium* wird von *Takaphosphatase* japan. Herkunft (Sankyo) zu 62%, von *Luizym* (Luitpoldwerk München; vgl. GRASSMANN, C. 1931. II. 3498) bis zu 44% gespalten. Mit *Phosphatase* aus Kaninchenniere werden 34,8%, mit dem Enzym aus Kaninchenleber 63,4% Spaltung erzielt. Beim Vers. mit *Takaphosphatase* war nach 5 Stdn. eine Spaltung von etwa 5%, nach 1 Tag von 21% zu beobachten; mit *Luizym* wurde nach 20 Stdn. mindestens 6% Spaltung, mit Nierensaft nach 1 Tag etwa 5%, mit Lebersaft nach 1 Tag 26,5% Spaltung beobachtet. Die Best. des abgespaltenen Phenols u. des abgespaltenen Phosphats führt zu befriedigender Übereinstimmung. (Biochem. Ztschr. 247. 406 bis 417. 27/4. 1932. Berlin-Dahlem, Kaiser-Wilhelm-Inst.) HESSE.

**Caecilia Elisabeth Mary Pugh, Eisen in Beziehung zu Tyrosinase.** Es wurde der Fe-Geh. von Tyrosinasepräparaten aus Mehlwürmern u. aus Pilzen (*Lactarius rufus* u. *Lactarius turpis*) bestimmt. In dem Präparat aus Mehlwürmern, dem Dialyserückstand dieser Präparate u. der Außenflüssigkeit bei der Dialyse wurden 0,045, 0,03 bzw. 0,01 mg Fe pro ccm gefunden. In den Preßsäften aus *Lactarius rufus* bzw. *L. turpis* wurden 0,010 bzw. 0,012 mg Fe pro ccm gefunden. Bei Fraktionierung dieser Präparate durch Fällungen wurden Präparate von verschiedenem Fe-Geh. erhalten. Eine Beziehung zwischen Aktivität u. Fe-Geh. besteht nicht. — Die Farbldg. aus Tyrosin u. aus p-Kresol in Ggw. von Tyrosinase wird durch kleinste Fe-Mengen verstärkt. Größere Mengen von Fe hemmen. — Der Verlust an Tyrosinase, der bei Dialyse

beobachtet wird, kann vermieden werden durch Ausführung der Dialyse in alkal. Puffer. (Biochemical Journ. 26. 106—17. 1932. Manchester, Univ.) HESSE.

**Mario Ghiron**, *Enzyme im Kampfe des Organismus gegen Krankheiten*. Bericht über die lipolyt. Kraft von Extrakten aus der Leber von Schweinen gemessen an der Spaltung von Methylbutyrat. Die Wirksamkeit der Extrakte schwankt sehr nach Alter, Rasse u. Ernährungszustand des Tieres. (Giorn. Chim. ind. appl. 14. 176—77. April 1932.) GRIMME.

**Kokichi Oshima**, *Enzyme in den Eingeweiden vom Haliotus giganteus Gm.* In den Eingeweiden von Seeohr (Haliotus giganteus Gm), einer im japan. Meer lebenden Muschel, wurden Cellulase, Amylase, Gelase (Agar-agar-spaltendes Enzym), Saccharase sowie Maltase, Lab, Protease (Casein als Substrat) u. Älginase (vgl. nachst. Ref.) gefunden. (Bull. agricult. chem. Soc. Japan 7. 17. 1931. Hokkaido, Kais. Univ. Chem. Lab. d. Fischerei-Inst.) WEIDENHAGEN.

**Kokichi Oshima**, *Über die Entdeckung eines Alginsäure spaltenden Enzyms und seine Eigenschaften*. I. Aus braunen Algen (Laminaria angustata Kjellm) wurde eine Kohlenhydratsäure (Alginsäure) isoliert, deren Spaltung mit Hilfe der Enzyme aus den Eingeweiden des Seeohrs (vgl. vorst. Ref.) u. des Seeigels gelang. (Bull. agricult. chem. Soc. Japan 7. 17—18. 1931.) WEIDENHAGEN.

#### E<sub>5</sub>. Tierphysiologie.

**S. Kubo**, *Über den Einfluß der Cyankalivergiftung auf den Fett- und Lipoidgehalt des Blutes, insbesondere über den Einfluß verschiedener Hormone auf die Cyankalwirkung*. IV. Mitt. *Über den Einfluß der Kastration auf die Cyankalwirkung*. (III. vgl. C. 1932. I. 3309.) Die Exstirpation der Geschlechtsdrüsen steigert die nach Cyankalivergiftung eintretende Vermehrung des Fett- u. Lipoidgeh. des Serums. (Folia endocrinologica Japonica 7. 191—92. 20/3. 1932. Kyoto, Univ., I. med. Klin.) WADEHN.

**H. R. Guilbert** und **H. Goss**, *Einige Wirkungen der eingeschränkten Eiweißaufnahme auf den Östruszyklus und die Schwangerschaft der Ratte*. Bei einer Kost, die nur 3,5—5% Eiweiß enthielt, setzte der Östrus mehr oder weniger aus. Die Tiere wurden dabei überhaupt nicht schwanger oder es kam zum Abort. Bei Eiweißzulage trat rasch der n. Zustand wieder ein. Die histolog. Prüfung der Ovarien von Tieren, bei denen der Östrus 70 Tage ausgesetzt hatte, ergab eine große Anzahl von Corpus luteum-Körpern, die  $\frac{1}{2}$ — $\frac{2}{3}$  so groß waren wie n. Gelbkörper, zahlreiche große, teilweise atret. Follikel u. wenig Primordialfollikel. Es war nicht zu unterscheiden, ob die Gelbkörper während der letzten Östrusperioden oder später gebildet worden waren. (Journ. Nutrit. 5. 251—65. Mai 1932. Davis, Univ. of Calif., Coll. of Agricul., Div. of Animal Husbandry.) WADEHN.

**K. I. Melville**, *Die Therapie mit Ephedrin zusammen mit Hypophysenhinterlappenextrakt beim Histaminschock*. Die Injektion von Ephedrin + Hinterlappenextrakt ist beim Kollaps des histaminvergifteten Hundes erheblich wirksamer als die Injektion von einer der beiden Substanzen. Diese Kombination dürfte sich auch bei der Behandlung von Menschen im operativen Schock empfehlen. (Journ. Pharmacol. exp. Therapeutics 44. 279—93. März 1932. Montreal, MC GILL Univ., Dep. of Pharmacol.) WADEHN.

**U. Friedemann** und **A. Elkeles**, *Über auxoneurotrophe Wirkung des Adrenalins und Hypophysins*. Die intravenöse Injektion von Adrenalin (2—3 cem 1:10) oder von Hypophysin (3 VÖGTLIN-Einheiten) steigerte beim Kaninchen die Empfindlichkeit gegenüber Narkotika (Äthylurethan, Paraldehyd, Alkohol) u. gegenüber der Giftwrkg. von Strychnin um etwa das 5-fache. Es ist möglich, daß sich diese Erscheinung, die eine wesentliche Herabsetzung der zur Narkose zu gebrauchenden Dosis ermöglichen würde, therapeut. anwenden läßt. Diese Wrkg. des Adrenalins u. Hypophysins beruht — wie mit der Färbungsmethode mit Alizarinblau nachgewiesen wurde — darauf, daß durch den erhöhten Blutdruck in Gefäßbezirke, die von der Gefäßverengung nicht oder nur schwach betroffen sind, in erhöhtem Maße Fl. aus dem Blut eingepreßt wird. Stoffe, die nicht neurotrop sind (Salvarsan, Antitoxin) dringen auch unter dem Einfluß des Adrenalins oder Hypophysins nicht ins Gehirn ein. (Dtsch. med. Wchschr. 58. 923—26. 10/6. 1932. Berlin, Städt. RUDOLF VIRCHOW-Krankenh., Infektionsabt.) WADEHN.

**Wilhelm Winkler**, *Über Hypothyreoidismus bei metastatischem Carcinom der Schilddrüse*. Beschreibung eines Falles, in dem eine Carcinommetastase die Schilddrüse

völlig zerstört hatte. (Ztschr. klin. Med. 120. 400—07. 4/5. 1932. Wien, III. Med. Univ.-Klin., Stoffwechsellab.)

WADEHN.

**Joseph L. Johnson**, *Experimenteller chronischer Hyperparathyreoidismus*. IV. Über die Wirkung der Verabfolgung von bestrahltem Ergosterin. Wurde Ratten oder Hunden, die unter der Einw. von Parathormon an Ostitis fibrosa litten, bestrahltes Ergosterin verabreicht, so verstärkten sich die Symptome. Es trat weiter Verkalkung der Niere auf, die unter Parathormon allein nicht zu beobachten war. Dieses Verh. des Vitamin D der Ostitis fibrosa gegenüber erweist, daß diese Knochenkrankung einen anderen Ursprung hat als Rachitis u. Osteomalacie, die beide durch Vitamin D günstig beeinflußt werden. (Amer. Journ. med. Sciences 183. 776—83. Juni 1932. Univ. of Chicago, Dep. of Med.)

WADEHN.

**David H. Shelling**, unter Mitarbeit von **Dorothy E. Asher**, *Versuche mit Calcium und Phosphor*. I. Die Wirkung des Calciums und des Phosphors der Nahrung auf die Tetanie, das Serumcalcium und die Nahrungsaufnahme bei parathyreoidectomierten Ratten. Ausbruch u. Verlauf der Tetanie werden bei parathyreoidectomierten Ratten verfolgt, die bei einer Nahrung von verschiedenem Ca- u. P-Geh. leben. Es ist besonders das Verhältnis Ca: P von Wichtigkeit. Das Kennzeichnende bei der Tetanie ist die minimale Ausscheidung von P, der P-Geh. des Blutes steigt an. Es scheint, daß die Fähigkeit des Organismus, P zu entfernen, vermindert ist. Wird nun Ca zugefügt, so setzt eine P-Ausschwemmung ein u. die Tetanie schwindet. Es genügt zu dieser Mobilisation des P wenig Ca, wenn die Nahrung P-arm ist, erfordert aber viel Ca, wenn die P-Aufnahme hoch ist. Auffälligerweise verweigern die Ratten, P-reiche, also tetanieerzeugende Kost zu fressen. (Journ. biol. Chemistry 96. 195—214. April 1932. Baltimore, Johns Hopkins Hosp., Harriet Lane Home u. Johns Hopkins Univ., Dep. of Pediatrics.)

WADEHN.

**David H. Shelling**, unter Mitarbeit von **Dorothy E. Asher**, *Versuche mit Calcium und Phosphor*. II. Die Wirkung der Zusammensetzung der Nahrung und von Viosterol auf die Tetanie und auf das Serumcalcium bei parathyreoidectomierten Ratten. (I. vgl. vorst. Ref.) Viosterol in ausreichenden Dosen milderte oder beseitigte die tetan. Erscheinungen bei den parathyreoidectomierten Ratten selbst dann, wenn die verabreichte Kost Ca-arm oder selbst Ca-frei war. Es kam auch in diesen Fällen zu einer Erhöhung des Ca-Spiegels im Blut bis zur Norm u. über die Norm. Die Wrkg. des Viosterols ist also unabhängig von den Nebenschilddrüsen. (Journ. biol. Chemistry 96. 215—28. April 1932.)

WADEHN.

**David H. Shelling**, unter Mitarbeit von **Dorothy E. Asher**, *Versuche mit Calcium und Phosphor*. III. Der Ursprung des Ca-Überschusses im Serum bei Viosterol-Hypercalcämie. (II. vgl. vorst. Ref.) Der Anstieg des Ca-Spiegels im Serum ist höher bei einer Kost, die sowohl Ca- u. P-arm ist, als bei einer Kost, die nur Ca-arm ist. Das vom Viosterol bei Ca-armer Kost mobilisierte Ca stammt aus den Knochen, wie histolog. Unterss. zeigten. Es schwindet nicht nur das Ca aus den Knochen, sondern es wird auch die organ. Gerüstsubstanz abgebaut. Bei Ca- u. P-freier Kost werden die durch das Viosterol mobilisierten Mineralsubstanzen im Harn ausgeschieden, wird aber ein Überschuß an P in der Kost zugefügt, so erfolgt nun die Ausscheidung im Kot. Die Verkalkungen in der Niere sind ein Zeichen dafür, daß die Niere die Ca- u. P-Ausscheidung nicht zu bewältigen vermag. (Journ. biol. Chemistry 96. 229—43. April 1932.)

WAD.

**G. F. Bume** und **E. Werber**, *Über die gerinnungsfördernde Wirkung von Parathyreideinjektionen*. Die nach Injektion von Parathormon eintretende Verkürzung der Gerinnungsdauer des Blutes hat mit der Erhöhung des Ca-Spiegels im Blut, die ebenfalls einsetzt, nichts zu tun. Die beschleunigte Blutgerinnung ist der durch die Parathormoninjektion hervorgerufenen Vermehrung der Thrombokinasen zuzuschreiben. (Klin. Wehchr. 11. 988—89. 4/6. 1932. Wien, Pathol.-chem. Inst. der Rudolfstiftung.)

WADEHN.

**W. Falta** und **R. Boller**, *Über Insulintoleranz*. Bei n. Individuen zeigte die Insulintoleranz verschiedene Grade, hielt sich aber in gewissen Grenzen, die weit unter jenen lagen, die bei einzelnen Fällen von insulinresistentem Diabetes erreicht wurden. (Klin. Wehchr. 11. 668—71. 16/4. 1932. Wien, Kaiserin Elisabeth-Spital.)

FRANK.

**Edgard Zunz**, *Untersuchungen über den Glutathiongehalt des Bluts unter dem Einfluß des Insulins*. (Arch. Int. Physiol. 35. 65—84. Jan. 1932.)

OPPENHEIMER.

**Søren L. Ørskov**, *Untersuchungen über die Natur der ätherlöslichen Säuren des Blutes*. (Vgl. C. 1932. I. 3310.) Die Menge der X-Säuren, in Millinormalität angegeben, schwankt zwischen 0 u. 3,3, im Mittel 1,22. Sie lassen sich mit der gleichen Geschwin-

digkeit wie Milchsäure mittels Ä. extrahieren. Ein großer Teil ist in Toluol l. Die Menge einer Reihe flüchtiger Säuren sowie ihre Gesamtmenge wird bestimmt durch Abänderung der früher (C. 1930. I. 3336) angegebenen Extraktionsmethode sowie mittels einer Mikrodest. (Ansäuerung des Extrakts mit  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$ ). Die Mengen der im Blut enthaltenen flüchtigen Säuren sind äußerst geringfügig. Der Geh. an Ameisensäure beträgt  $< \frac{1}{4}$  mg-%, an Essigsäure  $< \frac{1}{2}$  mg-%, Gesamtmenge der flüchtigen Säuren ca. 0,1 millinormal. Ätherlösliche gepaarte Glucuronsäuren u. Gallensäuren sind ebenfalls nur in geringfügiger Menge im Blute vorhanden. Ein nicht unbeträchtlicher Teil der X-Säuren besteht wahrscheinlich aus früher nicht im Blute nachgewiesenen Säuren. (Skand. Arch. Physiol. 63. 255—76. Febr. 1932. Kopenhagen, Univ., Med.-physiol. Inst.) SIMON.

**Søren L. Ørskov**, *Untersuchungen über die Milchsäuremenge sowie über die Gesamtmenge der ätherlöslichen Säuren im Blut von Hunden bei verschiedener Nahrung*. Die Milchsäuremenge des Blutes von Hunden wird im Anschluß an Mahlzeiten verschiedener Art untersucht. Glucose u. Galaktose u. Rohrzucker bewirken eine Steigerung, Fructose Steigerung auf das dreifache. Fettmahlzeit ruft bei vorhergegangener Fleischnahrung Steigerung hervor, dagegen nicht bei vorheriger kohlehydrathaltiger Kost. Fettfreies Fleisch bewirkt Abnahme der Milchsäuremenge bei vorhergehender kohlehydrathaltiger Kost, bei vorausgegangener Fleischkost tritt keine Schwankung ein. Die Menge der X-Säuren scheint durch Eingabe verschiedener Nahrung keiner Änderung zu unterliegen. (Skand. Arch. Physiol. 63. 213—39. Febr. 1932. Kopenhagen, Univ., Med.-physiol. Inst.) SIMON.

**Börje Ohlson und Olle Rundqvist**, *Über die Bedeutung der Plasmalipide für die Suspensionsstabilität des Blutes*. (Vgl. THEORELL, C. 1931. I. 3696.) Die Senkungsgeschwindigkeit der roten Blutkörperchen im Plasma, das ohne Denaturierung der Proteine von Lipoiden befreit worden ist, weicht weder in normalenkenden noch in Blut mit erhöhter Senkung wesentlich von der Senkungsgeschwindigkeit in lipidhaltigem nativem Plasma ab. Die Plasmalipide scheinen demnach keinen oder höchstens einen unbedeutenden Einfluß auf die Suspensionsstabilität des Blutes zu besitzen. Die Zunahme der Suspensionsstabilität, die nach Wärmebehandlung von nativem Plasma auftritt, bleibt im lipidfreien Plasma aus. (Biochem. Ztschr. 247. 249—56. 27/4. 1932. Upsala, Medizin.-Chem. Inst. d. Univ.) KOBEL.

**A. Leulier und A. Roche**, *Über den antiglucosurischen Wirkungsmechanismus des Santonins*. (Bull. Soc. Chim. biol. 13. 1268—77. 1931. — C. 1931. II. 1874.) OPP.

**A. Macheboeuf und G. Sandor**, *Untersuchung über die Extraktion von Fetten aus Bluteserum durch Äther in Gegenwart von Alkohol*. (Compt. rend. Acad. Sciences 194. 1102—04. 21/3. 1932.) OPPENHEIMER.

**Margherita Cotonio Bourne und Dorothy Adams Campbell**, *Veränderungen des Serumcalcium beim Kaninchen*. Studium über den Einfluß der Ernährungsart u. des Hungers auf die Schwankungen des Ca-Geh. im Kaninchenserum. (Biochem. Journ. 26. 183—95. 1932. London, Univ. Coll. Dep. of physiol.) OPPENHEIMER.

**S. Schmidt und A. Hansen**, *Über die Adsorption des Tetanustoxins und -anatoxins mit Hilfe von Aluminiumhydrat*. (Vgl. auch C. 1930. II. 578.) Tetanustoxin läßt sich — wie das von anderen Toxinen schon beschrieben — durch Adsorption u. Elution konz. u. reinigen. Die so gewonnenen Toxin- (oder Anatoxin-) partien sind mindest ebenso haltbar, wie genuines Toxinserum, u. die gereinigten Anatoxine entwickeln die gleichen Immuneig. wie die ursprünglichen Anatoxine. (Compt. rend. Soc. Biol. 106. 314—16. Kopenhagen, Serolog. Staatsinst.) OPPENHEIMER.

**A. Hansen**, *Adsorption des Dysenterietoxins mit Hilfe von Aluminiumhydrat*. (Vgl. vorst. Ref.) (Compt. rend. Soc. Biol. 106. 316—19. 1932.) OPPENHEIMER.

**S. Schmidt, A. Hansen und K.-A. Poulsen**, *Adsorption des Scharlaxtoxins mit Hilfe von Aluminiumhydrat*. (Vgl. vorst. Ref.) (Compt. rend. Soc. Biol. 106. 319—22. 1932.) OPPENHEIMER.

**A. Hansen**, *Versuch zur Reinigung verschiedener Schlangengifte*. (Vgl. vorst. Ref.) Wie mit den bakteriellen Toxinen, wird durch Al-Adsorption eine Reinigung der tier. Gifte versucht. Die Ergebnisse erwecken die Hoffnung, durch dieses Verf. der Natur der Gifte näherzukommen. Bei den Giften, deren Wrkg. an proteolyt. Vorgänge geknüpft ist, kann gezeigt werden, daß die proteolyt. Fermente durch das Verf. nicht verändert werden. (Compt. rend. Soc. Biol. 106. 322—24. 1932.) OPPENHEIMER.

**F. Plaut und H. Rudy**, *Immunisierungsversuche mit Lecithin aus Menschenhirn*. Darst. des Lecithins: Entfernung von Cholesterin mit Aceton u. PAe. Aus PAe. Fällung

des Kephalins mit A., Einengen des Filtrats u. wiederholte Fällung des Kephalins, dann Verarbeitung der Mutterlauge auf Lecithin nach LEVENE u. ROLF. Es wird ein Lecithin erhalten mit 65,79% C, 10,55% H, 3,80% P, 1,73% N; Geh. an Amino-stickstoff 0,8%. MOLISCH-Rk. auf *Cerebroside* negativ. Die Gewinnung von Lecithin-antiserum beim Kaninchen durch Kombination dieses Lecithins mit Schweineserum, auch bei Zusatz reinen Cholesterins gelang nicht. Die antigene Wrkg. von Handels-lecithin beruht wohl auf Beimengung von Eigelb. (Ztschr. Immunitätsforsch. exp. Therapie 73. 385—91. 7/3. 1932. München, Forschungsanst. f. Psychiatrie.) SCHNITZER.

M. Nothmann, *Beobachtungen bei der Salyrgandiurese*. Unters. über Veränderungen des Mineralstoffwechsels während der Salyrgandiurese. (Ztschr. klin. Med. 120. 158—70. 5/4. 1932. Breslau, Univ., Med. Klin.) OPPENHEIMER.

A. Trautmann und H. Kirchhof, *Läßt sich der Phosphatidgehalt der Milch durch Verabreichung phosphatidreicher Nahrung beeinflussen?* In entsprechenden Fütterungsverss. erhielten laktierende Ziegen große Zulagen an Lecithin. Die Milch wurde eingehend untersucht. Eine dauernde Veränderung derselben trat bei den Vers.-Tieren nicht ein, der Phosphatidgeh. der Milch von Milchtieren läßt sich demnach durch die Fütterung (Phosphatidzufuhr) nicht beeinflussen. (Biochem. Ztschr. 247. 275—96. 27/4. 1932. Hannover, Tierärztl. Hochsch., Physiol. Inst.) SCHWAIBOLD.

R. Gross und J. Wadel, *Untersuchungen über ein neues „Vitaminpräparat“*. Geprüft wurden die *Vitaminpräparate* der Fa. HORMOCHEM, Wien. (Wien. med. Wchschr. 82. 595—96. 7/5. 1932.) FRANK.

E. J. Sheehy und K. Sheil, *Über die Wirkung einer ungenügenden Zufuhr von Vitamin D auf das Wachstum des Skelettes und der inneren Organe des jungen Huhnes*. Die Ergebnisse der durchgeführten Fütterungsverss. zeigten, daß der antirachit. Faktor neben der Verhinderung der Beinschwäche von großer Bedeutung für die Entw. des übrigen Körpers ist. Bei seinem Mangel tritt vor allem Verkümmern der Brust u. der Organe der Brusthöhle auf. Eine solche „Rachitisbrust“ bleibt auch bei späterer günstiger Fütterung unterentwickelt. Es werden instruktive Abbildungen von Skelettpräparaten von Vers.-Tieren wiedergegeben. (Scient. Proceed. Roy. Dublin Soc. 20. 173—79. Mai 1932. Dublin, Univ. Coll.) SCHWAIBOLD.

Theo Holsen, *Tierexperimentelle Untersuchungen über den Einfluß der Verabreichung von Vitaminpräparaten auf die baktericide Kraft des Blutes*. Der Verlauf bzw. Durchführung des Baktericidievers. wird eingehend beschrieben. Zunächst wurde festgestellt, daß die baktericide Kraft von Kaninchenblut durch häufigere kleine Blutentnahme geschädigt wird. Weiter bewirkten tägliche Gaben von 60 cmm 1%ig. Vigantols zunächst Steigerung der Blutresistenz gegen Staphylokokken, die mit Eintritt der Hypervitaminose mit der Verminderung des Körpergewichts rasch bis zum fast vollständigen Verlöschen absank. Durch tägliche Zufuhr von 15 g Trockenhefe wird die Blutbaktericide bei starker Gewichtszunahme nicht verändert. Gleichzeitige Verabreichung von Vigantol u. Hefe in gleichen Dosen wie oben führte zu stärkster Verbesserung der Blutresistenz gegen Staphylokokken, wobei das Vitamin B der Hefe der Giftwrkg. des Vitamin D entgegenzuwirken scheint. Das Hefepreparat Vitam-R wirkte in dieser Hinsicht nicht anders als Hefe. Das Vitamin D- u. B-haltige Calciumpräparat „Pro-Ossa“ steigerte die Blutresistenz gegen Staphylokokken. Möglicherweise bietet der baktericide Index eine Kontrolle der Verträglichkeit einer gesteigerten Vitamin-D-Medikation. (Ztschr. Vitaminforsch. 1. 3—25. Jan. 1932. Münster u. Marburg, Univ., Hygien. Instst.) SCHWAIBOLD.

Karl Ove Gedda, *Die indirekte Bestimmung des Vitamin-C-Standards von Studierenden in Upsala im Herbst und Frühjahr durch Messung der Kraft der Hautcapillaren*. Bei 24 gesunden männlichen u. weiblichen Studierenden waren die Blutungen der Hautcapillaren, die durch entsprechenden Druck (50 mm Hg, 15 Min.) eintraten, im Frühjahr etwa 92% höher als im Herbst, aber in ersterem Falle auch noch innerhalb n. Grenzen. Es wird daraus geschlossen, daß während des Winters eine gewisse Unterernährung an Vitamin C eingetreten war. Die frühere Widerstandskraft der Capillaren kehrte bei reichlicher C-Zufuhr nur sehr langsam wieder. (Skand. Arch. Physiol. 63. 306—11. Febr. 1932. Upsala, Univ., Physiolog. Inst.) SCHWAIBOLD.

Sk. V. Gudjonsson, *Über die Körpertemperatur von Ratten bei normaler und mangelhafter Fütterung*. (Vorl. Mitt.) Die n. Temp. lagen zwischen 37 u. 38°. Bei A-Mangel tritt Temp.-Abfall ein, zuletzt bis zu 1,5° unter n. Bei Zulage von Vitamin steigt die Temp. nur sehr langsam, indem der n. Zustand auch nach 8 Wochen noch

nicht erreicht ist. (Journ. Physiol. 74. 73—80. 14/1. 1932. Kopenhagen, Univ., Inst. Hygiene.) SCHWAIBOLD.

**K. Scharer und W. Schropp**, *Fütterungsversuch mit Jod an Hühnern*. Bei einer Jodgabe von 2 mg (als KJ) täglich traten Brutlust u. Mauser früh auf, die Eierzahl war um 3,50% erhöht. Die Schlüpfergebnisse bei Brutverss. waren bei der Jodguppe 88—92, bei der Kontrolle 76—84%. Der Jodgeh. der n. Eier ohne Schale betrug 3—10, meist 4—7 γ, bei den Jodeiern innerhalb weiter Grenzen schwankend, nach 3 Wochen mit Höchstwert zwischen 300—400 γ; ein gewisser bald nach Beginn der Jodzufuhr erreichter Jodgeh. wurde nicht überschritten. Nach Beendigung der Jodzufuhr sank der Jodgeh. der Eier zuerst langsam, dann rasch bis n. Bei den Normaleiern fand sich der Hauptanteil des Jods im Dotter vor, nur wenig im Eiklar, sehr schwankend in den Schalen. Bei den Jodeiern war die Hauptmenge J im Dotter, Anreicherung auch im Eiklar, in den Schalen sehr wenig. (BIED. Ztrbl. Agrik.-Chem. Abt. B. Tierernährung 4. 249—64. Mai 1932. München, Techn. Hochsch.) GROSZFELD.

**Domenico Ganassini**, *Die biologische Funktion des Zinks*. Die bas. anorgan. u. organ. Salze des Zn u. das Hydroxyd können in alkal. Milieu als Oxydasen u. Peroxydasen wirken. Die bas. Zn-Salze binden den Luft-O<sub>2</sub> in Peroxydform u. wirken, indem sie ihn in akt. Form wiederabgeben, oxydierend. Aus den Verss., dem Vork. des Zn in Geweben u. Körperfl. u. der notwendigen Mitwrkg. eines Schwermetalls bei den Oxydationsprozessen schließt Vf. auf eine biolog. Funktion des Zn im pflanzlichen u. tier. Stoffwechsel, bestehend in hydrolyt. Wrkg., oxydativer Spaltung der Nucleinsäuren u. Lysocitinbildung aus Lecithin bei Einw. des Kobragiftes. (Arch. Istituto biochim. italiano 3. 131—38. 1931. Ital. Biochem. Inst.) GEHRKE.

**Carlo Brentano**, *Über die Beziehungen der Kreatinurie zum Muskelglykogen beim Menschen*. Wenn bei Kaninchen nach Adrenalininjektion eine Zunahme der Blutmilchsäure fehlt, so zeigt dies Glykogenschwund in der Muskulatur an, u. ist als Symptom der Kreatinurie gleichzusetzen. — Auch beim gesunden Menschen nimmt die Blutmilchsäure nach Adrenalininjektion um 10—36,5 mg-% zu. Kranke mit Kreatinurie zeigten dagegen gewöhnlich nur Milchsäurezunahme weit unter 10 mg-%, oder gar nicht nach Adrenalininjektion. Das Verh. der Blutmilchsäure nach Adrenalin steht sehr wahrscheinlich in Beziehung zum Muskelglykogen. Aus einer Kreatinurie darf man daher auf einen Glykogenschwund der Skelettmuskulatur schließen. Dieser scheint viel öfter, als man bisher annahm, beim Menschen vorzukommen. (Ztschr. klin. Med. 120. 249 bis 271. 4/5. 1932. Berlin, II. Med. Klinik.) F. MÜLLER.

**Søren L. Ørskov**, *Untersuchungen über das Milchsäure-Umwandlungsvermögen der Muskeln und der Leber*. In Verss., bei denen Leber bzw. Hinterleib eines Kaninchens mit defibriniertem, oxydiertem Blut nach NIELSEN (C. 1931. I. 2493) perfundiert wurden, wurde die Geschwindigkeit der Milchsäureumwandlung im Blut untersucht. Leber u. Muskeln vermögen große Milchsäuremengen umzuwandeln, pro Gewichtseinheit ungefähr die gleiche Menge. Nach Arbeit können die Zellen eines lebendigen Kaninchens zweimal so viel Milchsäure umwandeln als die Zellen eines perfundierten Muskels oder einer perfundierten Leber. Die Menge der X-Säuren scheint von der Perfusion unbeeinflusst. (Skand. Arch. Physiol. 63. 240—54. Febr. 1932. Kopenhagen, Univ., Med.-physiol. Inst.) SIMON.

**Franz Lippay**, *Die Chloroformkontraktur des quergestreiften Muskels bei aufgehobener Milchsäurebildung*. (PFLÜGERS Arch. Physiol. 229. 538—56. 1932. — C. 1932. I. 2862.) FRANK.

**F. Stern**, *Über den Bildungsort des Cantharidins in der Spanischen Fliege*. Es wird die Frage geprüft, ob die bei Cantharidin bekannte östrogene Wrkg. dem Cantharidin selbst eigen ist oder ob sie auf eine östrogene Begleitsubstanz zurückzuführen ist. Es wird angenommen, daß der wirksame Stoff sich beim männlichen Tiere besonders in gewissen accessor. Geschlechtsdrüsen u. beim weiblichen Tiere in den Eierstöcken vorfindet. Da das Follikelhormon schon in einer Dosis von 0,025 γ östrogen wirksam ist, von Cantharidin dagegen etwa 4—5 γ hierzu erforderlich sind, bleibt die Frage offen, ob es sich bei dieser Cantharidinwrkg. nicht um den Effekt gleichzeitig aus dem Käfer extrahierter östrogen wirksamer Hormone handelt. Jedenfalls ist das Cantharidin, welches durch Extraktion aus der ganzen Span. Fliege gewonnen wird, als ein spezif. Sekret des Geschlechtsapp. der Span. Fliege aufzufassen. (Dtsch. med. Wehschr. 58. 889. 3/6. 1932. Berlin, Krankenh. a. Urban.) FRANK.

**C. G. Santesson**, *Versuche über die Löslichkeit einiger Metallsulfide in Organbrei*. Injektion suspendierter, unl. Metallsulfide führt an Kaninchen zu Vergiftungen. Es

muß also im Gewebe Lsg. oder Umwandlung in l. Verb. erfolgen.  $HgS$ ,  $Bi_2S_3$  u.  $CuS$  werden mit Organ-(Leber-)brei oder Serum bei  $37^{\circ}$  u.  $5\%$   $CO_2$ -Zufuhr  $1\frac{1}{2}$  Wochen der Dialyse in Kollodiummembranen unterworfen. Zuletzt Analyse nach Zusatz von  $HCl$ . Die nichtsauren Dialysate — nach Zerstörung der organ. Substanz u. Fällung mit  $H_2S$  — gaben positive Metallrk., am stärksten die  $Cu$ -, schwächer die  $Hg$ -, am schwächsten die  $Bi$ -Proben. Die sauren Dialysate der  $Cu$ -Proben gaben eine starke Rk., die beiden andern keine Rk. Die  $Cu$ -Menge war bei Zusammenrechnung der sauren u. nichtsauren Dialysate vollkommen dialysiert. (Skand. Arch. Physiol. **63**. 119—23. 1931. Stockholm, Karolin. Inst. chem. Abt.)

OPPENHEIMER.

Oscar Loew, Über Strontium und die physiologische Funktion des Calciums. Lange Zeit fortgesetzte Tiervers. zeigten, daß  $Sr$ -Salze auf Milch u. Blut ebenso leicht koagulierend wirkten wie  $Ca$ -Salze, es sind dies jedoch lediglich chem. Wrkgg. In physiolog. Beziehung aber ist ein Ersatz von  $Ca$  durch  $Sr$  völlig ausgeschlossen, selbst in den Knochen ist ein  $Sr$ -Ansatz an Stelle von  $Ca$  nicht möglich. (Münch. med. Wehschr. **79**. 718. 29/4. 1932. Berlin.)

FRANK.

O.-V. Hykes, Einfluß der Schwermetalle auf die Ctenophoren. An Hand der genannten Seewassertiere wird die Protoplasmaschädlichkeit von Schwermetallsalzen in größten Verdd. festgestellt. Die Metalle ordnen sich:  $Hg > Cu > Ag > Pb$ ,  $Pt > Zn > U > Mn$ . Die Bewegungserscheinungen von *Beroe ovata* hört z. B. bei  $HgBr_2$  in einer Konz.  $1:10^7$  bis  $1:10^6$  auf. (Compt. rend. Soc. Biol. **106**. 328—29. Villefranche s. m. Stat. zool.)

OPPENHEIMER.

Reid Hunt und R. R. Renshaw, Thio- und Thiomethyl-Ammoniumverbindungen. An anästhesierten u. Rückenmarkskatzen wurden folgende Thio- u. Thiomethylammoniumverb., nachdem die Toxizität an Mäusen nach subcutaner Injektion ermittelt war, auf ihr pharmakolog. Verb. untersucht:  $\beta$ -Sulphydroäthyltrimethylammoniumbromid, Methylthiomethyltrimethylammoniumjodid, Methoxymethyltrimethylammoniumchlorid, Äthylthiomethyltrimethylammoniumjodid, n-Propylthiomethyltrimethylammoniumjodid, Isopropylthiomethyltrimethylammoniumjodid, n-Propoxymethyltrimethylammoniumjodid, n-Butylthiomethyltrimethylammoniumjodid, Isobutylthiomethyltrimethylammoniumjodid, n-Butoxymethyltrimethylammoniumjodid, Isobutoxymethyltrimethylammoniumjodid, Äthylsulfonylethyltrimethylammoniumsulfat, n-Propylsulfonylethyltrimethylammoniumsulfat, n-Butylsulfonylethyltrimethylammoniumsulfat u. Isobutylsulfonylethyltrimethylammoniumsulfat. Die Substitution des O in der Äthoxygruppe des Cholins durch S hat nur eine geringe Einw. auf die Muscarinwrkg. dieser Verb., verstärkt aber die Curarowrkg. u. die verwandte paralyisierende Nicotinwrkg. Ersatz des S durch O in den Formocholinäthern verändert nur unwesentlich deren physiolog. Verb. Die Verb. besitzen eine starke Muscarinwrkg. Die Äthyl- u. n-Propylverb. zeigen die stärkste Muscarinwrkg. Die Thioverb. besitzen eine stimulierende Nicotinwrkg., die vom Methyl- zum n-Butylthioäther ansteigt. Werden die Thiomethyläther durch Oxydation des S in Sulfonylverb. übergeführt, so wird Toxizität u. physiolog. Wrkg. recht beträchtlich vermindert. (Journ. Pharmacol. exp. Therapeutics **44**. 151—69. Febr. 1932. New York, Univ., Pharmakolog. Lab. Harvard Med. School and Lab., Organic Chem.)

MAHN.

H. Magne, André Mayer und L. Plantefol, Pharmakodynamische Wirkung der Nitrophenole. Ein Mittel, das die Zelloxydationen steigert. 1,2,4-Dinitrophenol (Thermol). 1,2,4-Dinitrophenol wirkt außer auf den Menschen auch auf alle zur Unters. herangezogenen Tiere: wie Pferd, Hund, Kaninchen, Taube, Schildkröte, Frosch tox. Obwohl 1,2,4-Dinitrophenol zunächst alle wärmeabgebenden Rkk. beträchtlich steigert, führt es eine außerordentliche Zunahme der Körpertemp. (bis  $45^{\circ}$  im Moment des Todes) herbei. Die Erhöhung der Körpertemp. wird durch eine Beschleunigung der n. Verbrennungsprozesse, was z. B. beim Hund mehr als das 10-fache beträgt, verursacht. Da die Wrkg. am anästhesierten, am curaresierten, am Rückenmarkstiere, an isolierten Organen u. selbst an bestimmten vegetativen Geweben stattfindet, wird sie auf Steigerung der Zelloxydationen zurückgeführt. Bei den Säugetieren wirkt die Phenolverb. auch auf die allgemeine Ernährung ein. In der individuellen Empfindlichkeit gegen die Verb. bestehen größere Unterschiede. Die Gewöhnung an die Verb. beginnt sehr rasch. Tox. Akkumulation wird nicht beobachtet. Nach der Dinitrophenolvergiftung weisen Blut u. Organe Dinitrophenol, Aminonitrophenol u. teilweise auch Mononitrophenol auf. Nach starker Vergiftung läßt sich im Harn 2-Amino-4-nitrophenol nachweisen. Toxizität u. Vergiftungserscheinungen des 1,2,4-Dinitrophenols werden mit denen des o-, m- u. p-Mononitrophenols u. des 1,2,5-, 1,2,6-, 1,3,5-, 1,3,4- u. 1,3,2-Dinitrophenols

verglichen. Sowohl Toxizität, wie Vergiftungserscheinungen sind für die verschiedenen Nitrophenole unterschiedlich. Nach dem Vergleich der Wrkgg. der verschiedenen Nitrophenole scheint die Steigerung der Zelloxydationen speziell nur durch eine Nitrogruppe in p-Stellung ausgelöst zu werden. (Ann. Physiol. Physicochimie biol. 7. 269 bis 273. 1931.) MAHN.

**C. Heymans** und **P. van Uytvanck**, *Hyperthermische Wirkung des Dinitro- $\alpha$ -naphthols bei der Taube. Dinitro- $\alpha$ -naphthol bewirkt außer bei Hunden auch bei Tauben eine sehr starke Wärmersteigerung, so können 47—49° erreicht werden. Die Wärmersteigerung ist von Beschleunigung der Atmung, merklicher Steigerung der Wärmeabgabe, Hyperglykämie, Verminderung des Muskel- u. Leberglykogens u. Erhöhung des Milchsäure- u. Phosphatgeh. des Blutes u. der Gewebe begleitet. Bei Eintritt des Todes setzt unmittelbar Todesstarre ein. Die Stoffwechsel- u. Temperatursteigerung nach Vergiftung mit Dinitro- $\alpha$ -naphthol wird auf Stimulation des Zellstoffwechsels zurückgeführt. (Ann. Physiol. Physicochimie biol. 7. 279. 1931. Inst. Pharmacodynamic et Thérapie de l'Univ. d. Gand.) MAHN.*

**Edgård Zunz** und **Miguel-Angel Camacho**, *Untersuchungen über die antikoagulierende Wirkung der Arsenobenzole. Verss. von v. DYKE über die antikoagulierende Wrkg. von Neoarsphenamin wurden von den Vff. zum Teile wiederholt, ergänzt u. durch Heranziehung von Sulfarsphenamin erweitert. Sulfarsphenamin, Kaninchen intravenös injiziert, wirkt in vivo merklich weniger koagulationshemmend als Neoarsphenamin. Eine merkliche Koagulationshemmung des Plasmas war bei einem Sulfarsphenamingeh. von 1:2000 bis 1:5000 zu beobachten. Die hemmende Wrkg. ist um so stärker, je größer die Dose u. je rascher das Blut nach der Injektion entnommen wird. Weiter wird der Einfluß eines Zusatzes von physiolog. Salzlsg., physiolog. Ca-Lsg., eines Überschusses von Ca, von n. Plasma, Cytozym, verd. HCl, Na-Carbonat u. die Einw. von CO<sub>2</sub> + Kälte auf Kaninchenblut studiert, das den Tieren kurz nach der Injektion der Arsenobenzolverbb. entnommen war. Alkalireserve u. pH des Plasmas werden durch die Injektion der Arsenobenzolverbb. nicht merklich verändert. Der Fibrinogengeh. des Blutes ist nach der Injektion gar nicht oder nur mäßig erniedrigt. Die Blutplättchenmenge ist 5—10 Min. nach der Injektion etwas kleiner. Die Aktivität des Serozyms ist 5—10 Min. nach der Injektion merklich geschwächt. Nach den Vff. verhindern, in vivo, die größeren Dosen der Arsenobenzolverbb. die 2. Phase der Blutgerinnung: die Rkk. zwischen Serozym u. Cytozym. Der Antithrombingeh. des Blutes ist durch die Injektion nicht erhöht. Durch die Injektion einer größeren Dose wird das Plasma getrübt. Es treten oft Flocken auf, die agglutinieren. Diese Wrkg. übt auch ein Zusatz der Arsenobenzolverbb. beim Oxalatblut des n. Kaninchens, oder bei einer Fibrinogenslg. aus. Albumin u. Globulin, aus Oxalatblut n. Kaninchen gewonnen, werden durch Neo- oder Sulfarsphenamin gefällt. Der koagulationshemmenden Wrkg. der Arsenobenzolverbb. kann auch durch einen Überschuß von Thrombin entgegengewirkt werden. Diese koagulationshemmende Wrkg. der Arsenobenzolverbb. wird auf die Bldg. von relativ stabilen Verb. oder Komplexen zwischen Fibrinogen u. den Arsenobenzolverbb. zurückgeführt. (Ann. Physiol. Physicochimie biol. 7. 225—28. 1931.) MAHN.*

**B. G. Mallya**, **H. N. Bagchi** und **B. B. Maity**, *Der Heilwert einer im eigenen Lande hergestellten Probe von Sulfarsenobenzol. Sulfarsenobenzol (aus dem Unters.-Institut von BRAHMACHARI), intramuskulär oder subcutan verabreicht, besitzt nach Beobachtung an 50 Fällen eine sehr gute Wrkg. bei der Behandlung von Syphilis in den verschiedensten Stadien. So wurden die lokalen Schäden bereits nach wenigen Injektionen geheilt, verschwanden die konstitutionellen Symptome u. wurde die WASSERMANNsche Rk. negativ. Außerdem vertrugen die Kranken fast ausnahmslos das Sulfarsenobenzol recht gut. (Indian med. Gazette 66. 630—32. 1931. Calcutta, Surgeon, Police Hosp.) MAHN.*

**Curt P. Richter** und **Arthur S. Paterson**, *Bulbocapninkatalepsie und Greifreflex. (Journ. Pharmacol. exp. Therapeutics 43. 677—91. 1931. Baltimore, Maryland, Johns Hopkins Hosp.) OPPENHEIMER.*

**Gustav A. Fischer**, *2½ Jahre klinische Erfahrungen mit Acetylcholin. Bericht über eine Anzahl von Krankheitszuständen, bei denen Acetylcholin (HOFFMANN-LA ROCHE) mehr oder weniger günstig wirkte. (Therapie d. Gegenwart 73. 252—55. Juni 1932. Gießen, Med. Poliklin.) WADEHN.*

**Janet Travell**, *Ein Beitrag zur Pharmakologie des Pseudomorphins. An Kaninchen, Katzen u. Hunden ist die orale u. subcutane Zufuhr von saurem Pseudomorphintartrat unwirksam, auch in großen Dosen. Bei der intramuskulären u. intravenösen Injektion*

kommt es zu charakterist. Wrkgg., die z. T. den Wrkgg. von intravenös beigebrachtem *Morphin* gleichen, z. T. sich eindeutig von diesen unterscheiden. Ein curareartiger Effekt liegt nicht vor. Anhaltspunkte, daß die Erscheinungen der chron. Morphinvergiftung durch Pseudomorphin (*Oxydimorphin*) bedingt seien, ließen sich nicht finden. (Journ. Pharmacol. exp. Therapeutics 44. 123—50. Febr. 1932. New York, Cornell Univ. Med. Coll. Dep. of Pharmacol.)  
OPPENHEIMER.

**August Bier**, *Tierblut als Heilmittel, besonders bei der Basedowschen Krankheit*. Gegen BASEDOWsche Krankheit verwendete Vf. kleine Gaben intravenös zugeführten frischen *Tierblutes*. Als Ersatz für dieses bewährte sich lackfarben gemachtes Blut, welches unter dem Namen *Solvitren* (Herst. PROMONTA, G. m. b. H., Hamburg) in den Handel kommt u. dem frischen defibrinierten Blute fast ebenbürtig ist. Um Anaphyaxie zu vermeiden, genügen 2 Blutarten, im Wechsel Hammel- u. Rinderblut. (Med. Welt 6. 697—99. 14/5. 1932. Berlin, Univ.)  
FRANK.

**A. D. Mac Donald** und **M. C. G. Israëls**, *Die Schätzung der relativen Toxizitäten und Wirkungsgrade von Lokalanästhetica*. Von folgenden Lokalanästhetica: *Novocain*, *Percain*, *Stovain*,  $\beta$ -*Eucain* u. *Cocain* wurden an Katzen mittels langsamer intravenöser Infusion der Lsgg. der Anästhetica — die Methodik wird eingehend beschrieben — Toxizität, relative Toxizität u. ihr Abbau im Organismus ermittelt. Anschließend wird die Anwendung dieser Befunde für den klin. Gebrauch diskutiert. Zum Schluß wird die Ableitung der relativen Wirksamkeit der Lokalanästhetica aus dem Verhältnis der niedrigsten äquivalenten Konz. u. der relativen Toxizität gegeben. (Journ. Pharmacol. exp. Therapeutics 44. 359—68. März 1932. Manchester, Dep. Pharmakol., Univ.)  
MAHN.

**Balduin Lucké**, *Die Wirkung einiger Narkotica (Urethane) auf die Wasser-Permeabilität lebender Zellen*. (Vgl. C. 1932. I. 2190). Narkotica (*Athyl-*, *n-* u. *Isopropyl-* u. *Phenylurethan*, *n-Butyl-* u. *Isoamyl-Carbaminat*) vermindern die W.-Permeabilität unbefruchteter Seegeleiser in Secwasser nicht. Aber eine Tendenz, die Permeabilität zu vermindern, ist den Narkotica eigen — allerdings weniger als den 2-wertigen Kationen — u. sie tritt in Erscheinung, wenn die Objekte in hypoton. Dextroselsgg. untersucht werden. (Biol. Bull. 60. 72—79. Febr. 1932. Woods Hole, Mass., Marine Biolog. Labor.)  
OPPENHEIMER.

**S. Kalter** und **Cl. Katzenstein**, *Über die Bedeutung des intermediären Alkohols für Schlaf und Narkose*. Vff. glauben in dem beim Kohlenhydratabbau u. bei der Lipolyse entstehenden A. eine der Möglichkeiten der Schlaflösung durch körpereigene Stoffwechselprodd. gefunden zu haben. Angabe der Resultate von A.-Best. im Nüchternblut u. im Blute Schlafender. (Münch. med. Wchschr. 79. 793—94. 13/5. 1932. Oberölkofen [Obb.], Genesungsheim.)  
FRANK.

**J. Ross Veal**, **J. R. Phillips** und **Clyde Brooks**, *Avertinnarkose bei experimenteller Nephritis*. (Journ. Pharmacol. exp. Therapeutics 43. 637—44. 1931. New Orleans, Louisiana, State Univ. Med. Center.)  
OPPENHEIMER.

**J. Herbrand**, *Avertinbehandlung bei Tetanus*. (Münch. med. Wchschr. 79. 957—58. 10/6. 1932. Trier, Herz Jesu Krankenh.)  
FRANK.

**L. Petschacher** und **W. Ludwig**, *Über die Verwendung des Coramin in Kombination mit einem Opiat*. Klin. Bericht. (Med. Klinik 28. 691—92. 13/5. 1932. Innsbruck, Univ.)  
FRANK.

**G. Luntz**, *Unsere Erfahrungen beim Gebrauch des Pantocains*. *Pantocain* erwies sich in der Augenpraxis als vollwertiges Anästhetikum, am besten in 10/1000 Lsg. (Münch. med. Wchschr. 79. 748. 6/5. 1932.)  
FRANK.

**H. Frohmann**, *Über die Behandlung der Eklampsie mit Pernocton*. Es wird empfohlen, Pernocton zur Unterstützung der diätet. Behandlung der Präeklampsie, der Behandlung der Eklampsie im Wochenbett u. besonders der Eklampsie unter der Geburt zu verwenden. (Dtsch. med. Wchschr. 58. 816—17. 20/5. 1932. Zwickau i. Sa., Frauenklin. des staatl. Krankenstiftes.)  
WADEHN.

**E. Vogt**, *Die Therapie der Eklampsie mit Pernocton*. (Münch. med. Wchschr. 79. 825—27. 20/5. 1932. Zwickau i. S., Städt. Krankenstift.)  
FRANK.

**A. Luttenberger**, *Zur sedativen Wirkung eines neuen Hopfenpräparates, des Humulans*. *Humulan* (hergestellt nach Angaben von WIECHOWSKI, Prag) enthält die wirksamen Bestandteile des frischen Hopfens in haltbarer Form. Es bewährte sich als Sedativum. (Wien. med. Wchschr. 82. 596—97. 7/5. 1932. Wien, Rudolfspital.)  
FK.

**Kurt Ochsenius**, *Aegrosan in der Kinderheilkunde*. *Aegrosan* (Herst. Fa. OPFERMANN, Köln) ist eine Kombination von Ferrosaccharat u. Calciumsaccharat in schwach

alkoh. Lsg. Es bewährte sich als Tonicum u. Kräftigungsmittel. (Med. Welt 6. 885. 18/6. 1932. Chemnitz.)  
FRANK.

**Waldemar Nathan**, *Zur Behandlung der Grippe und ähnlicher Erkrankungen mit Cardiazol-Chinin*. Bei Grippe u. grippähnlichen Zuständen bewährte sich *Cardiazol-Chinin*, oral bzw. intramuskulär appliziert. (Dtsch. med. Wchschr. 58. 892—93. 3/6. 1932. Frankfurt a. M., Städt. Krankenh.)  
FRANK.

**C. Stanca und Jon Vintila**, *Die Therapie weiblicher Genitallerkrankungen mit Spuman*. (Wien. med. Wchschr. 82. 595. 7/5. 1932. Klausenburg, Frauenspital.)  
FRANK.

**L. Metzger**, *Gallicet, ein Mittel zur Behandlung der Krankheiten der Leber und Gallenwege*. *Gallicet* (Herst. PHARMAZEUT. FABRIK S. NEUMEIER, Frankfurt a. M.) besteht aus getrocknetem u. pulverisiertem Rettig, dem glykocholsaures Na u. Menthol zugesetzt worden ist. Das Präparat kommt in Drageeform in den Handel u. bewährte sich bei Behandlung von Erkrankungen der Gallenwege. (Med. Klinik 28. 728. 20/5. 1932. Frankfurt a. M.)  
FRANK.

**Leo Kauftheil und Friedrich Rappaport**, *Jodierte Salicylsäure als Cholericum*. Verss. an Hunden. Nach Injektionen einer wss. Lsg. des Na-Salzes einer jodierten *Salicylsäure* zeigte die Gallenmenge einen deutlichen u. lange anhaltenden Anstieg. Die Gallenmenge stieg von 3,8 auf über 10 cem u. blieb viele Stdn. auf dieser Höhe. Auch rektal, per os u. subcutan appliziert, konnten prompte gallesekretionsfördernde Wrkgs. beobachtet werden. Verss. an Kaninchen verliefen negativ. (Klin. Wchschr. 11. 810—11. 7/5. 1932. Wien, Univ.)  
FRANK.

**A. Sitka**, *Hämorrhagische Diathese nach Salvarsan*. Schädigungen durch *Salvarsan*, die sich in einer hämorrhag. Diathese äußerten. (Dtsch. med. Wchschr. 58. 893. 3/6. 1932. Groß-Wartenberg.)  
FRANK.

**Aug. Rodin**, *Zur Kasuistik des rheumatoiden Gelenkschmerzes, hervorgerufen durch Neosalvarsan respektive rezente Lues*. Klin. Bericht. (Wien. klin. Wchschr. 45. 752—54. 10/6. 1932. Riga.)  
FRANK.

**Arthur L. Tatum und Garrett A. Cooper**, *m-Amino-p-oxyphenylarsinoxyd als antisiphilitisches Mittel*. *m-Amino-p-oxyphenylarsinoxyd* („*Mapharsen*“), das bisher wegen seiner hohen Toxizität nur zu reinen Versuchszwecken untersucht wurde, zeigte bei experimenteller Trypanosomiasis im Vergleich zu den meisten anderen wirksamen Mitteln einen verhältnismäßig sehr hohen therapeut. Index. Bei der klin. Behandlung von Syphilis waren die Ergebnisse in therapeut. Hinsicht sehr vielversprechend. (Science 75. 541—42. 20/5. 1932. Madison [Wis.], Univ.)  
POETSCH.

**S. E. F. Gooding**, *Die Wirkung von Radiumemanationsstrahlen auf isolierte Organe*. Beim isolierten Froschherzen u. Meerschweinchenuterus erhöhte eine Bestrahlung mit *Radiumemanation* im Gegensatz zum Schildkröten-, Kaninchen- u. Katzenherz u. zum Kaninchendarm eindeutig Aktivität u. Reizbarkeit, wenn in der Durchströmungsfl. der isolierten Organe das K ganz oder teilweise fehlte. Die Bestrahlungswrkg. war größer, wenn der Durchströmungsfl. nicht die gesamte nötige K-Menge, sondern nur ein Teil entzogen war. Isolierter Meerschweinchenuterus reagierte in K-armer Lsg. nach Bestrahlung mit *Radiumemanation* viel empfindlicher auf *Pituitrin* als ein Uterus in n. K-haltiger Lsg. ohne Vorbestrahlung. (Journ. Pharmacol. exp. Therapeutics 44. 269—77. März 1932. Cambridge, Pharm. Lab. London Hospital Med. Coll., Univ. Cambridge.)  
MAHN.

**Werner Jadassohn, Fritz Schaaf und Marion B. Sulzberger**, *Der Schultz-Dalesche Versuch mit Trichophytin*. Die SCHULTZ-DALESsche Versuchsanordnung besteht in der Prüfung des isolierten Uterus überempfindlicher Meerschweinchen auf Kontraktion bei Antigenkontakt. Diese Prüfung fällt mit *Trichophytin* 2 Monate nach Infektion des Tieres mit *Achorion Quinckeanum* positiv aus. Dieses Resultat wird sowohl mit eiweißhaltigem Sporenextrakt als auch mit eiweißfreiem *Trocken-trichophytin* erhalten. Die intrakardiale Injektion von *Trocken-trichophytin* wird vom Meerschweinchen im ersten Monat nach Infektion mit *Achorion Quinckeanum* anstandslos ertragen, im zweiten Monat tritt anaphylakt. Shock auf. (Klin. Wchschr. 11. 857 bis 860. 14/5. 1932. Zürich, Dermatolog. Univ.-Klin.)  
WADEHN.

**A. N. Drury**, *Nucleinsäurederivate und Herzschlag*. (Vgl. BENNET u. DRURY C. 1932. I. 97.) Die Zugabe von Guanylsäure oder Adenylsäure zur Durchströmungsfl. beim isolierten Kaninchenherzen führt zu einer kurzen Verminderung der Amplitude, die von einer anhaltenden Vergrößerung der Amplitude gefolgt ist. Adenosin u. Guanodin haben diesen Effekt nicht. Hingegen gibt  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  u. besonders *Pyrophosphat* eine Wrkg., die von der der Nucleinsäure nicht unterscheidbar ist. Die Phosphorsäuregruppe

in Adenyl- u. Guanylsäure sind also zum Zustandekommen des Effekts von entscheidender Bedeutung. (Journ. Physiol. 74. 147—55. 8/2. 1932. Cambridge, Univ., Dep. of Physiol.) WADEHN.

**Werner Lipschitz und Wenjung Hsing**, *Die Abhängigkeit der Wirkung uterus-erregender Mittel (Oxytocin und Barium) von Konzentration und Reaktionstemperatur.* Die Veränderungen der Latenzzeit des ruhenden Uterus unter *Orasthin*, das Verh. des Temp.-Koeff. der Geschwindigkeit des Wirkungsbeginns, die Verschiebung der Kontraktionskurve bei gleichbleibender Orasthinkonz. mit steigender Temp. (Koordinatensystem: Zeit/Höhe), die S-Form der Konz.-Wrkg.-Kurve sprechen für eine lockere physikal.-chem. Verb. zwischen Hormon u. Zellsubstanz als Ursache der Hormonwrkg. am Organ. Die Ba-Konz.-Wrkg.-Kurve ist zweiphasig. Die Ba-Wrkg. setzt früher ein, die Kontraktionsgeschwindigkeit aber ist geringer als bei Orasthin. Die Rk. des Ba mit dem Uterus ist kompliziert, da offenbar sich verstärkende u. entgegengesetzt gerichtete Vorgänge abspielen. (PFLÜGERS Arch. Physiol. 229. 672—93. 20/4. 1932. Frankfurt a. M., Univ., pharmak. Inst.) OPPENHEIMER.

**A. A. Friedländer**, *Lebensrettende Maßnahmen bei Vergifteten und Operierten.* Klin. Bericht. (Münch. med. Wchschr. 79. 788—90. 13/5. 1932. Freiburg i. B.) FRANK.

**E. Brezina**, *Gewerbliche Arsenvergiftung und gesetzliche Maßnahmen zu ihrer Verhütung.* Vortrag. (Wien. klin. Wchschr. 45. 660—61. 20/5. 1932. Wien.) FRANK.

**P. Mühlens**, *Über eine Massen-Arsenvergiftung nach Weingenuß an Bord.* (Dtsch. med. Wchschr. 58. 854—55. 27/5. 1932. Hamburg, Inst. für Schiffs- u. Tropenkrankheiten.) WADEHN.

**W. Berger, O. Studeny und F. Rosegger**, *Bleivergiftungen in der Landwirtschaft.* Die Pb-Beimengung zum Mehl kam zustande durch eine lange Jahre verdeckte, im Mühlstein angelegte Pb-Plombe. (Wien. klin. Wchschr. 45. 586—89. 6/5. 1932. Graz, Univ., Steiermark, Landesregierung.) FRANK.

**Benno Liebermann**, *Seltener Wege der Bleivergiftung.* An Hand von Erkrankungen wird die Aufnahme von kleinsten Pb-Mengen im Leitungswasser (längere Zeit täglich mindestens 1 mg Pb, in einzelnen Fällen auch nur wenige Wochen lang) als ausreichend zur Erzeugung einer Pb-Schädigung erachtet. Diese führte bereits zur patholog. Vermehrung der basophilen Erythrocyten im Blutbild. (Münch. med. Wchschr. 79. 746. 6/5. 1932. Leipzig, Orthopäd. Univ.-Klinik.) FRANK.

**F. Weyrauch**, *Zur Frage der Bleivergiftung durch Steckschüsse.* Nur in einem von 6 Fällen konnte eine Pb-Vergiftung infolge einer unter der Brustmuskulatur sitzenden Schrapnellkugel bei einem Kriegsverletzten nachgewiesen werden. (Dtsch. med. Wchschr. 58. 887. 3/6. 1932.) FRANK.

**Charles F. Mc Khann**, *Bleivergiftung bei Kindern.* (Arch. Neurol. Psychiatry 27. 294—304. Febr. 1932. Boston, Harvard Med. School, Dep. of Pediat.) OPPENH.

**R. Hopmann**, *Restzustände nach Blausäurevergiftung.* Bei einem an einer HCN-Vergiftung erkrankten Schlosser, der eine Reparatur an einem Kessel vorzunehmen hatte, in welchem vorher NaCN hergestellt worden war, konnten noch 2 $\frac{1}{4}$  Jahre nach dem Unfall Restsymptome der überstandenen Vergiftung nachgewiesen werden. Sie äußerten sich als Tachykardie, allgemeine psych. u. phys. Adynamie u. Reizbarkeit. (Ztrbl. Gewerbehygiene Unfallverhüt. 19. 89—91. April 1932. Köln-Mülheim, Städt. Krankenhaus.) FRANK.

**Hans Fischer**, *Vorsicht — Benzol.* Infolge unsachgemäßer Ventilation u. fahrlässiger Betriebsführung erkrankten in einer Wiener Gummwarenfabrik eine große Anzahl Arbeiterinnen an Bzl.-Vergiftung, von denen mehrere starben. Schilderung der Entstehung des Unfalls u. Angabe von Verhütungsmaßregeln. (Ztrbl. Gewerbehygiene Unfallverhüt. 19. 87—89. April 1932. Graz.) FRANK.

**Erich Eisner**, *Hauterkrankungen durch aromatische Nitrokörper, insbesondere Dinitrophenol.* Vf. berichtet über 2 schwere Dermatosen bei Arbeitern, welche mit dem Holzimprägnierungsmittel *Triolith* längere Zeit in Berührung gekommen waren. Das Mittel besteht aus 80% NaF, 15% Dinitrophenol u. 5% Natriumbichromat. Es konnte festgestellt werden, daß das schädliche Agens das Dinitrophenol war; größeren Schaden richtete das *Triolith*, welches außer dem Dinitrophenol noch 2 andere giftige Körper enthält, nur bei nitro-überempfindlichen Menschen an. Therapeut. erwies sich die Krankheit als wenig zugänglich. Prophylakt. sollte *Triolith* durch ungefährlichere Mittel ersetzt werden, wo dies nicht möglich, ist vor allem die Verstaubung zu vermeiden u. Rauchen u. Nahrungsaufnahme in den Arbeitsräumen zu

verhindern. (Ztrbl. Gewerbehygiene Unfallverhüt. 19. 81—86. April 1932. Hindenburg, Knappschaftskrankenh.) FRANK.

**Ludwig Guttman**, *Über ein im Abortivum „Apiol“ vorkommendes alektives Nervengift (Triorthokresolphosphat)*. Bericht über 2 Vergiftungsfälle nach *Apiol*. (Med. Klinik 28. 716—19. 20/5. 1932. Breslau, WENZEL HANCKE-Krankenh.) FRANK.

**L. Mann**, *Drei Fälle von Apiolvergiftung*. Lähmungserscheinungen der Unterschenkel- u. Fußmuskulatur, die in 1—3 Tagen nach Zufuhr von *Apiol* eintraten. Die Prognose der Lähmung scheint recht ungünstig zu sein, das schädliche Agens ist das in *Apiol* enthaltene Triorthokresylphosphat. (Dtsch. med. Wehschr. 58. 734—35. 10/5. 1932. Breslau.) FRANK.

**Hans Schleimer**, *Zur Kenntnis der Atophanyltoxikation*. Leber- u. Nierenschädigungen nach Zufuhr von *Atophan*. (Wien. med. Wehschr. 82. 610—11. 14/5. 1932. Wien, Mautner Markhoffsches Kinderspital.) FRANK.

**W. A. Broom, J. H. Burn, J. H. Gaddum, J. W. Trevan und S. W. F. Underhill**, *Die Schwankungen in der Empfindlichkeit verschiedener Mäusestämme gegenüber der toxischen Aconitwirkung*. (Quarterly Journ. Pharmac. Pharmacol. 5. 33—36. Jan.-März 1932.) OPPENHEIMER.

**G. Wilm**, *Akute Chininvergiftung*. Eine 28-jährige Frau hatte als Abortivum 10 g *Chinin* auf einmal zu sich genommen. Bis zum 3. Tage konnte reichlich *Chinin* im Urin nachgewiesen werden, Ausgang der schweren Nierenschädigung in Heilung. (Med. Klin. 28. 646—47. 6/5. 1932. Hamburg-Barmbeck, Allgem. Krankenh.) FRANK.

**Glen Wakeham und George P. Tracy**, *Die Wirkung von ultravioletter Bestrahlung auf die Toxizität reinen Nicotins*. (Vgl. C. 1930. II. 3438.) Ultraviolette Bestrahlung von *Nicotin* vermindert nach Verss. an weißen Ratten die Toxizität des *Nicotins* bei einer Bestrahlungsdauer von 1 Stde. 15 Min. um 70—75%. Bei längerer Bestrahlungsdauer (bis zu 4 Stdn.) steigt die Toxizität des *Nicotins* wieder auf ihren ursprünglichen Wert an. (Journ. Pharmacol. exp. Therapeutics 44. 295—98. März 1932. Colorado, Univ.) MAHN.

**P. Schrumpf-Pierron**, *Die Seltenheit des Krebses in Ägypten und ihre wahrscheinlichen Gründe. (Ein Beitrag zur Ätiologie des Carcinoms)*. Die Tatsache, daß Krebs in Ägypten etwa 10-mal seltener ist als in Europa u. Amerika, erklärt der Vf. durch den ungewöhnlichen Mg-Reichtum Ägyptens, indem er annimmt, daß bei der Entstehung des Carcinoms Mg-Mangel eine Rolle spielt. (Ztschr. Krebsforsch. 36. 145—63. 13/5. 1932. Kairo.) KREBS.

**Bruno Kisch**, *Weitere Versuche über die Beeinflussung der Tumorentstehung. I. Mitt. Aminosäuren*. Alanin, Phenylalanin, Phenylaminoessigsäure u. Sarkosin beeinflussen den O<sub>2</sub>-Verbrauch des JENSENSCHEN Rattensarkoms nicht wesentlich. Serin u.  $\alpha$ -Aminobuttersäure steigerten in manchen Verss. die Atmung um 10—40%. (Biochem. Ztschr. 247. 354—64. 27/4. 1932. Köln, Univ. Chem. Abt. d. Physiol. Inst.) KREBS.

**Karl Weber**, *Über die Provoreaktinreaktion*. Vf. konnte in klin. Verss. feststellen, daß der negative Ausfall der *Provoreaktin*-Rk. (*Provoreaktin* wird geliefert von der Fa. WEISMANN u. Dr. SCHEIBEL, Köln) sehr gegen das Vorliegen eines Carcinoms spricht, daß die Resultate aber bei beginnenden u. wenig fortgeschrittenen Carcinomen fast ausnahmslos richtig ausfallen. (Münch. med. Wehschr. 79. 672—73. 22/4. 1932. Köln, Allgem. Ortskrankenk.) FRANK.

**A. und L. Gurwitsch**, *Die mitogenetische Strahlung und die Autokatalyse der Krebszelle*. Zusammenfassende Besprechung früherer Verss. u. allgemeine theoret. Deutungsverss. (Ztschr. Krebsforsch. 36. 319—41. 13/5. 1932. Leningrad, Inst. f. exper. Med.) KREBS.

**Sigismund Peller**, *Ernährung und Krebs*. Sichere Zusammenhänge zwischen Ernährung u. Krebs sind bisher nicht bekannt. (Ztschr. Krebsforsch. 36. 217—22. 13/5. 1932. Wien.) KREBS.

**F. Altmann**, *Erfahrungen mit Cardiazol bei Lungentuberkulose*. Mit langdauernder Zufuhr von *Cardiazol* wesentliche Erfolge. (Med. Klinik 28. 656—58. 6/5. 1932. Boka b. Aussig, Weinmannstiftung.) FRANK.

**Heinrich Mayrhofer**, *Coramin in der Therapie der Lungentuberkulose*. Klin. Bericht. (Wien. med. Wehschr. 82. 652. 21/5. 1932. Wien, Wilhelminenspital.) FRANK.

**Slauck**, *Isapogenbehandlung bei Lungenaffektion*. Einreibungen mit *Isapogen*, einer Jodcampherlsg., u. mit *Salicyl-Isapogen* wurden mit günstigem Erfolge bei Grippe-Lungenentzündungen verwendet. (Med. Klinik 28. 692. 13/5. 1932. Bonn, Univ.) FRANK.

- Abraham Buschke, Alfred Joseph und Werner Birkenfeld, Leitfaden der Kosmetik für die ärztliche Praxis. Berlin, Leipzig: de Gruyter 1932. (224 S.) gr. 8°. M. 7.85; Lw. M. 9.—
- Valérie Cochard, Le pH urinaire chez l'enfant normal. Paris: Impr. scientifique 1932. (67 S.) 8°.
- Adolf Jolles, Die Vitamine, nebst e. Einl. über chemische Dynamik biol. Vorgänge. Leipzig u. Wien: Deuticke 1932. (VIII, 157 S.) 4° = Jolles: Die wissenschaftl. Grundlagen d. Ernährung. Bd. 2. M. 10.—; Lw. M. 12.40.
- J. A. Sicard, The use of lipiodol in diagnosis and treatment. London: Oxford U. P. 1932. 8°. 16s. net.

## F. Pharmazie. Desinfektion.

T. Munesada, Über die pharmakognostische Untersuchung der Rinde von *Albizia Julibrissin Duraz.* und einigen Holzrinden anderer Leguminosae. (Vgl. C. 1932. I. 3463 u. früher.) Beschreibung genannter Rinde, sowie der Rinden von *Gleditschia japonica* Miq. u. *Maackia amurensis* Rupr. et Maxim. Erstere ist von letzteren leicht zu unterscheiden. (Journ. pharmac. Soc. Japan 52. 45—46. April 1932.) LINDENBAUM.

T. Munesada, Über die pharmakognostische Untersuchung der Wurzelrinden von *Lyciumarten*. (Vgl. vorst. Ref.) Genauere Beschreibung der Wurzelrinde von *Lycium chinense* Mill. (Journ. pharmac. Soc. Japan 52. 46. April 1932.) LINDENBAUM.

—, *Spezialitäten und Geheimmittel. Abdominol* (PARAFLUID G. m. b. H., Hamburg 8): Paraffinabfuhrmittel für Tiere. — *Albertistine* (CHEM. WERKE, VORM. H. U. E. ALBERT, Wiesbaden-Biebrich): Hochdisperse Silicate u. Spezialkieselsäure, D. R. P. 486 951, Glycerin, B(OH)<sub>3</sub>, Salicylsäure, J, äth. Öle in Pastenform. Zur Herst. von Umschlägen für Entzündungen. — *Aurum-Wurmböhen* (W. NEUDORFF U. CO., Wuppertal-Elberfeld): Bronzierte Dragees mit o-Oxychinolin u. „Extr. tab. titr. Kamala“ in 2 Dosierungen. Wurmmittel für Geflügel. — *Becocorval* (Vin. biosal. comp.) (Dr. BEHRE U. CO., Bremen): Weiniger Auszug aus Rad. Valerianae u. ton. wirkenden Präparaten. — *Biatoma-Extra* (Vin. biosal. comp.) (Herst. ders.): Malaga, Glycerin, PO<sub>4</sub> u. Nux vomica in homöopath. Dosis. — *Brovalotombäder* (PHARMACOSMA G. m. b. H., Berlin): Neuer Name für Brovalopinbäder (C. 1931. I. 483). — *Calphoferrat* (F. P. WINKLER U. CO., Hamburg 23): Calc. glyc. phosph., Calc. lact., Calc. phosph. 30,0 ana, Ferrum lact. 0,5. Pulver u. Tabletten. Gegen Rachitis usw. — *Cikasan* (HERMANN F. H. WICKE, Reinbeck i. Holst.): Santonin, Kamala, Kosoblüten u. Abfuhrmittel in Form von Schokoladenpulver u. Tabletten. Gegen Spul- u. Madenwürmer. — *Combustin-Hämorrhoidal-Zäpfchen* (COMBUSTINWERK EULITZ U. CO., Fahrbrücke i. Sa.): Wismut-Verbb., ZnO, Hamamelis, Anaesthesin, Perubalsam, Kakaobutter. — *Darmonita* (F. P. WINKLER U. CO., Hamburg 23): „Sen., Thei, Frang., Jalap., Casc. sagr. 50,0 ana.“ Quadrat. Tabletten. Mildes Abfuhrmittel. — *Denguesan* (Dr. RICHARD WEISS, VIRILINE-G. m. b. H., Berlin NW 6): Kurpackung zur Behandlung des Dengue-Fiebers: Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sicc. zur Beseitigung evtl. Verstopfung; weiße Tabletten aus Phenyl-dimethylpyrazolon. salicyl. 0,40; Dimethylaminophenyl-dimethylpyrazolon 0,10; Coffein. pur. 0,05; Codein. phosph. 0,01 zur Bekämpfung des Fiebers u. gefärbte Tabletten aus Extr. Strychni 0,01; Extr. Chinae aquos. 0,30; Calc. glycerophosphor. 0,20 zur Anwendung in der Rekonvaleszenz. — *Dietral-Nerven-Tee* (Dr. GEORG HÜBNER, Dresden-Neustadt): Rad. Valerian., Flor. Veronic., Fol. Trifol. fibrini, Rad. Meu, Fol. Meliss., Herb. Asperul., Fruct. Cynosbati conc. Beruhigungsmittel. — *Dulit-Öl* u. *Dulit-Spiritus* (E. SCHEIBNER, Oetzsch-Markkleeberg): Neue Namen für Dolit-Öl bzw. -Spiritus (C. 1932. I. 972). — *Emsa-Radium-Pflaster* (RADIUM-LABOR. D. EMSA-WERKE A.-G., Rostock): Kautschuk-Pflaster mit aktivierter Auflage. Je Pflaster 0,2—1 Mikrogramm reines Ra-Element. Bei Gicht, Blutkrankheiten usw. — *Emskloretöl* (APOTHEKE VON HANS DADDER, Bad Ems): Aceton, Chlf., Campher, Menthol, äth. Öle, Paraffin. liquid. puriss. Zerstäubt gegen Erkrankungen der Atmungswege. — *Eucapsil* (ADLER-APOTHEKE E. RISSMANN, Wriezzen a. d. Oder): 1. *E. in Gläsern* (*Capsicin-Opodeldok mit Eucalyptus*): Sapo medic., Spir. Sinapis, Extr. Capsici fluid., Tinct. Capsici c. Spirit., Camphora, Ol. Rosmarini, Ol. Eucalypti, Liq. Ammon. caust. tripl.; 2. *E. in Tuben*: Extr. Capsici fl., Sapo kalin., Adeps Lanae anhydr., Camphora, Ol. Rosmarini, Ol. Eucalypti, Liq. Ammon. caust. tripl., Methylum salicyl., Eucerin. anhydr. Bei Gicht, Ischias usw. — *Eupharynx-Tabletten* (E. WEIGERT, CHEM.-PHARM. FABRIK, Breslau): Psicain 0,002; p-Aminobenzoesäureäthylester 0,01; Menthol, Borax, Farbstoff, Aromatica in 1 g schweren Tabletten. Desinfizierendes u. schmerzstillendes Mittel bei entzündlichen Prozessen im Munde, Rachen oder Kehl-

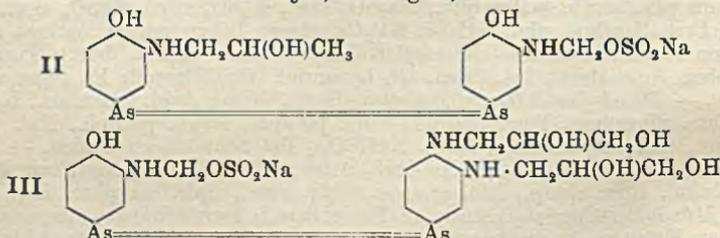
kopf. — *Expectoran* (KURT FIETZ, Schurgast i. O.-S.): „Extr. Thymi-Saponin. cps. mit Kal. sulfoguaiajol.“. *Expectorans*. — *Apotheker Fuhrmanns Grippe-Tee* (AP. G. FUHRMANN, Köln a. Rh.): „Herb. Centaur. min., Herb. Urtic. dioic., Spec. vesic. F.“. — *Gelingin* (MOHREN-APOTHEKE, H. LUDWIG, Brieg): Zahnpaste. — *Goutosan* (Dr. RICHARD WEISS, VIRILINE G. m. b. H., Berlin NW 6): Phenacetin 0,14; Acid. acetylosalicyl. 0,25; Lith. salicyl. 0,04; Chinin. tannic. 0,06; Codein. phosph. 0,01. Tabletten. — *Hamofer* (APOTH. ADOLF HANNER, Eisenach): Calciumglycerophosphat, Phosphate, Ferrisaccharat u. Aromatica. Nähr- u. Kräftigungsmittel. — *Lindners Jodgurgelsalz* (APOTH. MAX LINDNER, Dresden-A.): Salzgemisch nach Art des Emser u. Salzbrunner Salzes mit Zusatz l. J-Salzes. Riccht nach Menthol. Gurgel-, Trink- u. Inhalationssalz. Zu Nasenspülungen. — *Jopyron* (AKTIENGES. F. MEDIZIN. PRODD., Berlin N 65): Ephedrin. hydrochlor., Jodopyrin, Antipyrin, Anilipyrin, Coffein. pur., Digitalin, Strophanthin, Lobelin, Pulver in Wachspapierkapseln. Bei Asthma bronchiale u. cardiale, Atemnot. — *Katamint* (HÜFNER U. Co. G. m. b. H., Barmen): Suprarenin 0,0001; Anaesthesin 0,01; Menthol 0,005; Natr. bitoracic. 0,1; Mass. Tabl. 1,2. Gegen Rachenkatarrh usw. — *Kaveamenth* (KAISER-WILHELM-APOTHEKE, Schmeidemühl): Menthol, Anaesthesin-Borax. Tabletten gegen Halsaffektionen. — *Echte Klostertropfen zum Heiligen Berg* (CHEM.-PHARM. PRODD. „ROSKOSAN“, A. ROSKOWITZ, Wittenberg, Bez. Halle): Auszug aus Flor. Millefol., Cort. Chin., Res. Olib., Myrrha, Aloe, Camphor., Rhiz. Zedoar., Rhiz. Zingib., Rhiz. Calam., Rad. Gentian., Bolet., Laric., Lign. Sassafras, Fol. Menth., Herb. Card. bened., Herb. Centaur., Herb. Millefol., Herb. Equiseti, Herb. Hyper., Herb. Plantag., Herb. Serpylli, Bacc. Juniperi. — *Lithinuralsalbe* (TOGALWERK GERHARD F. SCHMIDT G. m. b. H., München 27): Ol. terebinth, Amyl. Sol., Acid. sal., Camphora, Menthol. (Früher Lithinsalbe). — *Malzdragees mit künstlichem Emser Salz* (GEHE U. Co. A. G., Dresden N 6): Malzextrakt + künstlichem Emser Salz. — *Mündaflo-Hydrops-Pulver* (MÜNDER-APOTHEKE EMIL JUHRE, Ostseebad Kolberg): Rad. Ononid. plv., Rad. Levist. plv., Rad. Aronis plv., Bulb. Scillae plv., Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sicc., K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> sicc., MgSO<sub>4</sub> sicc., K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, NaHCO<sub>3</sub>, Frct. Sambuc. plv., NH<sub>4</sub>Br, NH<sub>4</sub>Cl. Gegen Lebercirrhose, Asthma cardiale, Folgen von Nephritis usw. — *Mündaflo-Kampferwasser* (Herst. ders.): Tragacanth. A., Campher, Aqua dest., Tct. Croci, Ol. Lavandul. Opalisierende Fl. gegen unreinen Teint usw. — *Mündaflo-Nährsalz-Tabletten* (Herst. ders.): Acid. arsenicos., KJ, Natr. citric., Natr. phosphor., Ferr. phosph., Calc. phosph., Magn. phosph., Kal. phosph., Kal. sulfur., CaF<sub>2</sub>, Natr. silic., NaCl, NaHCO<sub>3</sub>. Bei Schwächezuständen. — *Mündaflo-Rheuma-Liniment* (Herst. ders.): Chlf., Äther, salic., Spir. saponat. camph., Mixt. oleos. balsam., Spir. sinap., Lin. ammon., Spir. russ., Spir. camphor, Liq. ammon. caustic. *Mündaflo-Spezial-Teekomplex* (Herst. ders.): Teemischungen aus je ca. 20—30 imbibierten Kräutern in Packungen zu 100 g Nr. 1 (gegen Blasenleiden) bis Nr. 43: Frühstückstee (einzelne Nrr. fehlen). — *Neudo-Tox* (W. NEUDORFF U. Co., Wuppertal-Elberfeld): Mittel gegen Geflügelungeziefer auf Basis von Tabakklauge. — *Nidosan* (APOTH. O. NORTH, Oberhausen, Rhld.): Keuchhustenmittel. N. I. Fl. Nr. II: Pulver. Zus.: „Antim. sulf. aur., Tartar. emetic., Drosera, Magn. phosph., Ipecac., Valerian. in homöopath. Verreibung u. Verdünnung“. — *Olsan-Creme* u. *Olsan-Seife* (Dr. EDUARD FRESENIUS, Frankfurt a. M.): Zubereitungen unter Verwendung von Olsan-Hautöl (C. 1931. II. 2755). — *Primussin-Hustenbonbons* (HEINR. HENNINGSON, Berlin-Lichterfelde-Ost) enthalten Thymian, Anis u. Salmiak. — *Provenen* (Dr. WILLMAR SCHWABE, Leipzig O 29): Trockene multivalente Gonokokkenvaccine in Tabletten. Stärke 1 gegen akute; 2 gegen subakute, 3 gegen chron. Gonorrhoe (Peroral). Lokal: *Provenen-Vaginaltabletten*: (Schaumkörpermasse mit Rhodanammonium, Pulsatilla u. Argentum Collo) u. *Provenen-Stäbchen* für Männer u. Frauen. Zus. dies., aber ohne Fettmasse u. Schaumkörper. — *Quintonal* (Dr. RICHARD WEISS, Viriline G. m. b. H., Berlin NW 6): Coffein. pur. 0,04. Dimethylamino-Antipyrin 0,11; Antipyrin E 0,15; Calc. lacto-brom. 0,3 je Tablette. Gegen Migräne, Darmspasmen usw. — *Resyl* (C. 1931. II. 1599) ist neuerdings frei von Codein. — *Rheumabreak* (Dr. BEHRE U. Co., Bremen): Vaseline, Eucerin, Glycerin, Mg-Phosphat u. Ol. Sinapis. Salbe. — *Rheuma-Pungol-Balsam* (Dr. FRESENIUS, Frankfurt a. M.): Salbe in Tuben. Zus. wie Rheuma-Pungol (C. 1931. II. 3637). — *Apotheker Hubos Roskosan* (A. ROSKOWITZ, CHEM.-PHARM. PRODD. „ROSKOSAN“, Wittenberg, Bez. Halle): Salbe aus 70% Ungt. molle, Rest: Extr. Arnicae fluid., Extr. Hamamel. fluid., Extr. Eucalypti fluid., Extr. Rosmarini fluid., Bals. Peruvian., Elemi Malabar, p-Aminobenzenäureäthylester, ZnO, B(OH)<sub>3</sub>, Bismut. subgall., Campher, Sagrotan, Cera flava, Cetaceum. Bei Ausschlägen,

Brandwunden, Krampfadern, Hämorrhoiden usw. — *Rumänisches Haarwasser* (HERMANN F. H. WICKE, Reinbeck, Holstein): Pflanzenauszüge u. Prodd. der Ölquellen Rumäniens. Gegen Schuppen usw. — *Rusan-Tee* (HEINRICH HENNINGSON, Berlin-Lichterfelde-Ost): Fol. Melissae, Fol. et Flor. Aurant., Rad. Valerian., Fol. Trifol. fibrini, Fol. Menth. pip., Flor. Hum. strob., Cort. Frangul., Herb. Veronicae, Herb. Fragariae, Herb. Serpylli. Gegen Nervosität usw. — *Lindner's Schlafbringer* (APOTH. MAX LINDNER, Dresden-A.): Angeblich: „Anorgan. Verb. des Isovalerianurates u. des Diäthylacetamides mit Dimethylaminophenazon“. — *Tachierin* (Dr. BEHRE u. Co., Bremen): Alkoh. Auszug aus Cort. Chinae, Acid. tann., Hamamelis virgin., NaCl u. Parfüm. Gegen Kopfschuppen. — *Thymicastan* (ERNST AUERBACH G. m. b. H., Koblenz): Extr. Thymi cps., Extr. Castaneae, Extr. lactucae viros., Elixir e succo liquirat. Bei Bronchitiden usw. — *Triphetan* (PHARM. IND. ELBA, Hamburg 39): Coffein. 0,05; Dimethylaminophenazon, Acid. cinchophenylcarbon., Phenacetin ana 0,15. Tabletten. Gegen Schmerzen aller Art. (Apoth.-Ztg. 47. Nr. 14. Beilage Neue Arzneimittel etc. Heft 10, Lfg. 4. 71—88. 1932.) HARMS.

**Paul Hublet**, *Vergleichende Untersuchung der Wachs-Glycerinsalben, Pomaden und Salben der belgischen Pharmakopöe III und IV.* (Vgl. C. 1932. I. 2746.) Wiedergabe der Rezepte. (Journ. Pharmac. Belg. 14. 197—200. 13/3. 1932.) SCHÖNFELD.

**P. Bohrisch**, *Ein eigentümlicher Walrat.* Es wird über die Analyse eines Walrats berichtet, dessen Konstanten keine sicheren Anzeichen einer Verfälschung ergaben, der aber trotzdem keine n. Beschaffenheit hatte. (Apoth.-Ztg. 47. 67—68. 16/1. 1932.) SCHÖNFELD.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Karl Streitwolf**, Frankfurt a. M., **Alfred Fehrle**, Bad Soden, Taunus, **Paul Fritzsche** und **Walter Herrmann**, Frankfurt a. M.-Höchst), *Herstellung von Kondensationsprodukten von aminosubstituierten Arsenoverbindungen*, dad. gek., daß man mindestens 2 Amino-



gruppen enthaltende Arsenoverbb. mit Alkylenoxyden u. HCHO-Disulfit umgesetzt. — Z. B. wird *4'-Arsenodi-(1-phenyl-2,3-dimethyl-4-amino-5-pyrazolon)* mit *Glycid* (I) in  $\text{CH}_3\text{OH}$  bei 60—65° behandelt, die k. Lsg. dann mit  $\text{NaHSO}_3$  u. HCHO umgesetzt. Aus der Lsg. fällt man mit A. u. Ä. das Rk.-Prod. — Aus *3,3',4'-Diamino-4'-dioxarsenobenzol* läßt sich mit *Propylenoxyd* eine Verb. der wahrscheinlichen Zus. II erhalten, gelbes Pulver. — *3,3',4'-Triamino-4-oxyarsenobenzol* liefert die Verb. III. — Die Prodd. sollen peroral zur Behandlung von Amöbendysenterie verwendet werden. (D. R. P. 545 917 Kl. 12 q vom 21/9. 1930, ausg. 8/3. 1932.) ALTPETER.

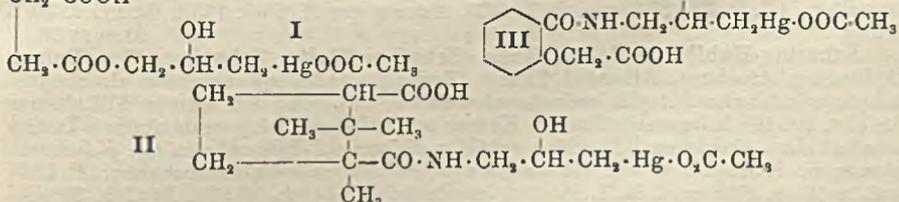
**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung löslicher asymmetrischer Arsenverbindungen* durch Red. von Phenoxyessigsäurearsinsäuren oder Imidazolringe mit Oxyessigsäureresten enthaltenden Arylarsinsäuren zusammen mit Arylarsinsäuren oder durch Aufbau nach anderen üblichen Methoden. — Man fügt z. B. zu einem Gemisch von *4-Acetylamino-2,3-dimethyl-1-phenylpyrazolon-5-arsinsäure* (I) (aus der 4-Aminoverb. durch Acetylieren) u. *1-Methyl-2-oxyessigsäurebenzimidazol-5-arsinsäure* (II) (aus 1-Methylbenzimidazol-5-arsinsäure u.  $\text{ClCH}_2\text{COOH}$ ), Na-Acetat u. KJ, Eg. u.  $\text{H}_3\text{PO}_2$ . Die Arsenoverb. wird abgesaugt, mit  $\text{CH}_3\text{OH}$  gewaschen, mit NaOH in Lsg. gebracht u. mit Aceton gefällt. — In ähnlicher Weise lassen sich umsetzen: *2-Methyl-4-phenoxyessigsäure-1-arsinsäure* (III) mit *3-Acetylamino-4-oxybenzol-1-arsinsäure* (IV). — *3-Oxybenzaldehydsemicarbazol-4-arsinsäure* mit *3-Acetylamino-4-phenoxyessigsäure-1-arsinsäure* (V), — *3-Amino-4-oxybenzolarsinsäure* (VI) mit *3-Methyl-4-phenoxyessigsäure-1-arsinsäure* (VII), V mit IV, — III mit I, — V mit I, II mit IV, — *4-Acetylamino-2-phenoxyessigsäure-1-arsinsäure* mit IV, — VII mit V, — die I entsprechende nicht acetylierte Verb. (VIII) mit II, — VIII mit VII, — *2-Methyl-*

*4-glykolyaminobenzol-1-arsinsäure* mit II. — Zum Aufbau der Arsenoverbb. kann man auch die entsprechenden Arsinoxyde mit Arsinen umsetzen. Die Prodd. lassen sich mit Glycid, HCHO-Disulfit, Sulfoxylat usw. umsetzen. Hierzu vgl. auch D. R. P. 545 917; vorst. Ref. (E. P. 360 957 vom 12/8. 1930, ausg. 10/12. 1931. Aust. P. 3150/1931 vom 21/7. 1931, ausg. 4/2. 1932. D. Prior. 22/7. 1930.) ALTPETER.

I. G. **Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Karl Streitwolf**, Frankfurt a. M., **Alfred Fehrle**, Bad Soden, Taunus, **Walter Herrmann** und **Paul Fritzsche**, Frankfurt a. M.-Höchst und **Robert Schnitzer**, Frankfurt a. M.), *Herstellung von Arsen und Antimon enthaltenden Wismutverbindungen*, dad. gek., daß man Bi-Salze in wss. Lsg., gegebenenfalls unter Zusatz eines die Hydrolyse verhindernden Stoffes, mit Phenylenstibinsäurearsinsäuren in Form ihrer Alkalisalze umsetzt. — Man versetzt z. B. eine Lsg. von *4-Oxybenzol-3-stibinsäure-1-arsinsäure* in verd. NaOH mit einer wss. glycerinhaltenen Lsg. von  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ , macht nach einigem Stehen gegen Phenolphthalein schwach alkal., filtriert u. stellt mit  $\text{CH}_3\text{COOH}$  schwach alkal., worauf man mit A. fällt. Das Prod. kann in W. als Na-Salz gel. oder in Ölsuspension verwendet werden. Eine Reinigung der Verb. läßt sich durch Dialyse bis zum Verschwinden der  $\text{NO}_3$ -Ionen bewirken. In gleicher Weise lassen sich umsetzen: *3-Acetylamino-4-oxybenzol-5-stibinsäure-1-arsinsäure* (dargestellt aus *3-Acetylamino-4-oxy-5-amino-benzolarsinsäure* über den Diazoweg), — *3-Oxybenzol-4-stibinsäure-1-arsinsäure*, — *p-Phenylenstibinsäurearsinsäure*, wobei auch  $\text{BiCl}_3$  benutzt werden kann. — Die Verb. sind zur Injektion bei Trypanosomenerkrankungen u. Syphilis geeignet. (D. R. P. 550 573 Kl. 12 o vom 16/2. 1930, ausg. 18/5. 1932. E. P. 357 061 vom 13/2. 1931, Auszug veröff. 8/10. 1931. D. Prior. 15/2. 1930. Oe. P. 127 820 vom 5/2. 1931, ausg. 25/4. 1932. D. Prior. 15/2. 1930.) ALTPETER.

**Schering-Kahlbaum A.-G.**, Berlin (Erfinder: **Walter Schoeller**, Berlin-Charlottenburg und **Hans Georg Allardt**, Berlin-Reinickendorf), *Verfahren zur Darstellung lipoidlöslicher Schwermetallverbindungen*, dad. gek., daß man Oxyde oder Salze des Bi oder des Au mit aliph. oder aromat. Mercapto-carbonsäureestern umsetzt. Hierzu vgl. das Ref. über E. P. 282 427 (C. 1930. I. 1973). Nachzutragen ist folgendes: Aus *2-Mercaptobenzol-1-carbonsäureisoamylester* vom Kp.<sub>20</sub> 172° u.  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  erhält man den *Wismutmercaptobenzolcarbonsäureisoamylester* in Form von gelbgrünen Nadeln, F. aus A. 83°, Bi-Geh. 23,7%. — *Thioessigsäureisoamylester* vom Kp.<sub>15</sub> 96° gibt mit  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ,  $\text{BiBr}_3$  oder  $\text{BiI}_3$  den *Wismuthioessigsäureisoamylester*, hellgelbes Öl, Bi-Geh. 30,9%. — Aus *2-Mercaptobenzol-1-carbonsäurebornylester* vom Kp.<sub>15</sub> 221° u. F. 48° u. AuCl entsteht der *Auromercaptobenzolcarbonsäurebornylester*, farblose Krystalle, Au-Geh. 40,3%. — *Thioessigsäurebornylester* vom Kp.<sub>12</sub> 157° u. AuCl ergeben den *Aurothioessigsäurebornylester*, farblose Krystalle, Au-Geh. 47%. — Die Au-Verbb. dienen zur Bekämpfung von Tuberkulose u. Lepra, die Bi-Verbb. zur Heilung von Spirillöse. (D. R. P. 550 765 Kl. 12 q vom 17/12. 1926, ausg. 19/5. 1932.) NOUVEL.

**Chinoin gyógyszer és vegyészeti termékek gyára r. t. (Dr. Kereszty és Dr. Wolf)**, Ujpest, Ungarn, *Darstellung von therapeutisch wertvollen organischen Quecksilberverbindungen*, dad. gek., daß aliph., aromat. oder eine aliph. Seitenkette



enthaltende aromat. Dicarbonsäureanhydride mit durch Einw. von Hg-Salzen auf *Allylamin* oder *Allylalkohol* entstandenen Hg-haltigen Verb. zur Rk. gebracht werden. — Hierzu vgl. Oe. P. 111 579; C. 1929. I. 2444. Nachzutragen ist folgendes: Verb. I wird aus *Allylalkohol-Hg-Acetatverb.* u. *Bernsteinsäureanhydrid*, Verb. H aus *Allylamin-Hg-Acetat* (IV) u. *Campfersäureanhydrid* erhalten, F. 170—180°. — Verb. III entsteht aus IV u. *O-Phenylglykolsäure-o-carbonsäureanhydrid*. (D. R. P. 550 620 Kl. 12 o vom 5/7. 1927, ausg. 19/5. 1932. Ungar. Prior. 25/1. 1927.) ALTPETER.

**Pyridium Co.**, übert. von: **Edmond T. Tisza** und **Bernard Joos**, New York, V. St. A., *Herstellung von Athern des Oxyphenylazo-2,6-diaminopyridins* durch Einw.

von Diazoverbb. von Alkoxyanilinen auf *2,6-Diaminopyridin*. — Es lassen sich so z. B. erhalten:  $\beta$ -*p*-Methoxyphenylazo-*2,6-diaminopyridin*, F. des Hydrochlorids 1829, — die entsprechende *p*-Aloxyverb. (Hydrochlorid, F. 178—179°), — *m*-Aloxyverb. (Hydrochlorid, F. 116—117°), — *o*-Aloxyverb. (Hydrochlorid, F. 127°). Die Verb. sind unl. in Alkalien, wl. in W., l. in organ. Lösungsm. Sie sind lipoidl. u. gehen stark in den Harn über, den sie orange bis braun färben. (A. P. 1 856 602 vom 16/6. 1930, ausg. 3/5. 1932.)

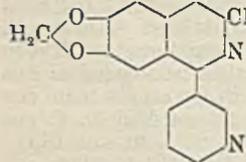
ALTPETER.

**Schering-Kahlbaum A.-G.**, Berlin, Herstellung von *3,5-Dijod-4-pyridon* (I) durch Einw. von Säureanhydriden auf *Dijodchelidamsäure* (II) u. Verseifung der Acylverb. — Man erhitzt z. B. 1 Teil II mit 5 Tln. Essigsäureanhydrid einige Stdn. zum Sieden, wobei die *Acetylverb.* des I erhalten wird, gelbe Nadeln, F. 245° (zers.); durch Kochen mit W. oder verd. Alkalien erhält man daraus I, F. über 300°. — Man kann auch II mit *Benzoesäureanhydrid* auf 280—300° bis zur Beendigung der CO<sub>2</sub>-Abspaltung erhitzen. — Das I dient zur Herst. von Heilmitteln. (E. P. 372255 vom 12/1. 1932, Auszug veröff. 26/5. 1932. D. Prior. 11/2. 1931.)

ALTPETER.

**E. Merck** (Erfinder: **Otto Wolfes** und **Alfred Dobrowsky**), Darmstadt, Darstellung von *Abkömmlingen* des *3-Methylisochinolins*, dad. gek., daß man nach an sich bekannten Verf. aus Phenylpropylaminen u. *Benzoesäure* bzw. Äthern der *Benzoesäure* wie z. B. *Veratrumssäure*, *Piperonylsäure* oder aus *Nicotinsäure* hergestellte Säureamide zu *3-Methyl-3,4-dihydroisochinolin* kondensiert u. letztere dehydriert. — Z. B. erhält man aus dem *Amid* aus *Safrylamin* (I) u. *Benzoylchlorid* (F. 105°) in Toluol mit POCl<sub>3</sub> das *1-Phenyl-3-methyl-6,7-methylenedioxy-3,4-dihydroisochinolin*, F. 102°, das mit Pd-Mohr bei 180—210° in die *Isochinolinbase*, F. 138°, F. des Hydrochlorids 175°, übergeht. — Aus I u. *Piperonylsäurechlorid* erhält man ein *Amid* vom F. 100°, das mit POCl<sub>3</sub> ein *3,4-Dihydroisochinolinderiv.* vom F. 124° liefert; letzteres gibt bei Dehydrierung eine Verb. vom F. 189°, F. des Hydrochlorids 169°.

Aus I u. *Nicotinsäurechloridhydrochlorid* wird ein *Amid* vom F. 99—100° erhalten, das mit POCl<sub>3</sub> die *Dihydroisochinolinverb.* vom F. 136—137° liefert. Hieraus wird durch Erhitzen mit Pd auf 200—210° die Verb. nebenst. Zus. erhalten, F. 192—193°. — Die Verb. sollen an Stelle von *Papavrin* verwendet werden. — Hierzu vgl. auch E. P. 348 956; C. 1931. II. 1196. (D. R. P. 549 967



Kl. 12 p vom 9/11. 1930, ausg. 3/5. 1932.)

ALTPETER.

**Friedrich Krollpfeiffer**, Marburg, Herstellung von Verbindungen der *7-Jod-8-oxychinolin-5-sulfonsäure* (I) durch Vereinigen mit aromat.-heterocycl. Oxy-sulfonsäuren oder Benzolcarbonsäuren oder deren Salzen. — Man erhält z. B. aus 68 Tln. I, 10 Tln. *8-Oxychinolin-5-sulfonsäure* u. 22 Tln. NaHCO<sub>3</sub> (II) ein Prod., das zu 5% in W. l. ist. — 68 Teile I vermischt man mit 10 Tln. *p*-phenolsulfosaurem Na u. 22 Tln. II, oder 75 Teile I mit 3 Tln.  $\beta$ -*naphthol-3,6-disulfonsaurem Na* u. 22 Tln. II oder 17 Teile I mit 2½ Teil *Gallussäure* u. 5½ Teil II oder mit 17 Teile I mit 2½ Teil *3,4,5-Trioxyphtalsäure* u. 5½ Teil II oder mit 2½ Teil *K-Salz* der *1,2-Dioxybenzol-3,5-disulfonsäure*. — Die Prodd. liefern Lsgg., die auch bei längerem Kochen (3 Stdn.) kein J abspalten. (E. P. 371 894 vom 29/1. 1931, Auszug veröff. 26/5. 1932. D. Prior. 30/1. 1930.)

ALTPETER.

**Schering-Kahlbaum A.-G.**, Berlin (Erfinder: **Walter Schoeller**, **Max Dohrn**, Berlin-Charlottenburg, **Albrecht Thiele**, Berlin), Darstellung von mehr als zweifach halogensubstituierten *2-Arylchinolin-4-carbonsäuren*, dad. gek., daß man in Abänderung des Pat. 505 160 halogensubstituierte Ketone auf mehrfach halogensubstituierte Isatine in alkal. Lsg. einwirken läßt. Man erhält z. B. aus *5,7-Dibromisatin* (I), *p*-*Jodacetonphenon* u. KOH in A. die *2,4'-Jodphenyl-6,8-dibromchinolin-4-carbonsäure*, F. 283°, unl. in W. u. Säuren, l. in A., Aceton, geschmacklos J-Geh. 23,6%, Br-Geh. 30%. — Aus I u. *Methylbromnaphthylketon* erhält man die *2-Bromnaphthyl-6,8-dibromchinolin-4-carbonsäure*, F. 283—285°, deren Na-Salz in A. löslicher als die Säure ist. Die Verb. sind als *Röntgenkontrastmittel* brauchbar. (D. R. P. 506349 Kl. 12 p vom 23/5. 1926, ausg. 18/5. 1932. Zus. zu D. R. P. 505 160; C. 1932. I. 3467.)

ALTPETER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Gustav Giemsa**, **Manfred Oesterlin**, Hamburg und **Bruno Pützer**, Wuppertal-Elberfeld), Darstellung von *Chinolin-8-azoverbindungen* der *Chininreihe*, dad. gek., daß man Diazoverbb. des *8-Aminochinolins* (I) oder von dessen Substitutionsprodd. auf *Hydrocuprein* (II) oder seine Substitutionsprodd. in an sich üblicher Weise einwirken läßt. — Man setzt z. B.

zu diazotiertem I unter Eiskühlung eine Lsg. des Dihydrobromids von II u. fügt  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  bis zur lackmusalkal. Rk. zu. Das Prod. schm. bei  $168^\circ$ ; es bildet mit Mineral- u. organ. Säuren II. Salze. — Aus *6-Methoxy-8-aminochinolin* (III) u. II erhält man eine Verb. vom F.  $180^\circ$ , F. des *Dihydrochlorids*  $218^\circ$ . Die entsprechende *6-Äthoxyverb.* bzw. *6-Amyloxyverb.* schm. bei  $208$  bzw.  $218^\circ$ . — Aus III u. der *Sulfonsäure* von II wird eine Verb. vom F. über  $270^\circ$  erhalten, aus der mit  $25\%_{10}$ ig. HCl die  $\text{SO}_3\text{H}$ -Gruppe entfernt werden kann. — Die Verbb. sind gegen Malariaparasiten wirksam. (D. R. P. 551 094 Kl. 12 p vom 9/8. 1931, ausg. 26/5. 1932.)

ALTPETER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Gewinnung von Hormonen aus Harn trächtiger Stuten* durch Einw. hydrolysierender Mittel auf den Harn u. folgende Extraktion in üblicher Weise. — Man säuert z. B. den Harn mit HCl gegen Kongo an, kocht einige Min. am Rückfluß u. extrahiert dann das *Hormon* mit Chlf. — Harn wird mit Eg. angesäuert u. nach Ausschütteln von Verunreinigungen (mit Ä.) gegen Phenolphthalein alkal. gemacht, 3 Stdn. am Rückfluß gekocht, noch  $\frac{1}{2}$  Stde. nach Ansäuern gegen Kongo gekocht u. nach Erkalten mit Bzl. extrahiert. — Harn wird auf  $\frac{1}{5}$ — $\frac{1}{10}$  Vol. eingengt, mit alkoh.  $10\%_{10}$ ig. KOH 3—4 Stdn. am Rückfluß gekocht, mit W. verd., mit Ä. extrahiert, gegen Kongo sauergestellt u. nochmals gekocht, worauf man mit Ä. auszieht. (E. P. 369 929 vom 22/12. 1930, ausg. 28/4. 1932.)

ALTPETER.

**Schering-Kahlbaum A.-G.** (Erfinder: **Selmar Aschheim**), Berlin, *Gewinnung oestruserregender hormonartiger Stoffe*. — Hierzu vgl. F. P. 710 857; C. 1931. II. 3120. Nachzutragen ist, daß als Ausgangsstoffe auch hochsd. Anteile von *kavkas. Erdöl* (Extraktion mit  $\text{CH}_3\text{OH}\cdot\text{Ä.}$ ), — Fraktion Kp.<sub>18</sub> 200— $250^\circ$  von russ. *Mineralöl*, ferner *Moor* (*Franzensbad*) verwendbar sind. (D. R. P. 551 095 Kl. 12 p vom 18/1. 1930, ausg. 30/5. 1932.)

ALTPETER.

„**Labopharma**“ **Dr. Laboschin G. m. b. H.**, Berlin-Charlottenburg, *Getrennte Gewinnung der in der Nebennierenrinde enthaltenen Hormone*, dad. gek., 1. daß man die im Vakuum getrocknete zerkleinerte Rindensubstanz unter Vermeidung einer Oxydation mit Aceton, gegebenenfalls unter Zusatz von Ä., in bekannter Weise extrahiert, aus dem gewonnenen Extrakt sodann die Phosphatide durch Fällung sowie die Fettsäureverb. durch Verseifung entfernt u. den gewonnenen unverseifbaren Rückstand in h. A. in an sich bekannter Weise behandelt, worauf man den in A. unl. Anteil in Ä. oder PAe. aufnimmt u. durch mehrmaliges Eindampfen sowie erneutes Lösen in diesen Lösungsm. reinigt (*Hormon A*), — 2. daß man aus der durch eine an sich bekannte Behandlung des unverseifbaren Rückstandes mit h. A. erhaltenen Lsg. die Cholesterinreste durch Fällung entfernt, die alkoh. Lsg. einengt u. den Rückstand durch Aufnehmen in Ä. oder Leicht-PAe. u. gegebenenfalls durch Hochvakuumdest. reinigt (*Hormon B*), — daß man die mit Aceton oder einem Aceton-Ä.-Gemisch vorbehandelte Rindensubstanz mit A. auszieht u. den Extrakt nach Einengung des A. gleichzeitig mit W. u. Ä. behandelt, worauf man aus dem wss. Anteil durch Behandlung mit alkoh. Pb-Salzlsg. die Wirkstoffe ausfällt, den erhaltenen Pb-haltigen Nd. nach Abtrennung in wss. Suspension durch Säure zerlegt u. das Pb durch Fällung entfernt (*Hormon C*), — daß man den durch gleichzeitige Behandlung des eingengten alkoh. Extraktes mit Ä. u. W. gewonnenen äth. Anteil von den Phosphatiden befreit, das Lösungsm. im Vakuum vertreibt u. den Rückstand durch Lösen in PAe. reinigt, worauf man nach Abdampfen des Lösungsm. den Rückstand gegebenenfalls einer Hochvakuumdest. unterwirft u. mit dem nach Anspruch 2 erhaltenen Rückstand vereinigt (*Hormon B*). — Das *Hormon A* hat Kp.<sub>0,01</sub> 61— $68^\circ$ , deutlich saure Rk., Zus.  $\text{C}_{22}\text{H}_{36}\text{O}_3$ , bewirkt beim Einspritzen bei Kaninchen ein Steigen der Phosphatidwerte im Blutplasma. — *Hormon B*, Kp.<sub>0,01</sub> 130— $135^\circ$ , ist bei tiefen Temp. krystallin., bewirkt beim Kaninchen Senkung des Blutcholesterins ohne Beeinflussung des Phosphatidgeh. — *Hormon C* läßt sich in wss. Lsg. bei  $80^\circ$  sterilisieren, bewirkt beim Kaninchen Senkung des Phosphatidgeh. des Blutplasmas ohne Beeinflussung des Cholesteringeh. (D. R. P. 545 267 Kl. 12 p vom 7/8. 1930, ausg. 27/2. 1932.)

ALTPETER.

**Gilbert Dubois**, Belgien, *Gewinnung von vitaminreichen Produkten*. Man extrahiert fein zerkleinerte Fischleber u. Fischlaich mit starkem A., preßt die M. ab u. verseift die Fl. mit alkoh. Alkali, worauf man die Seife als Ca-Salz fällt. Zwecks Gewinnung von *Vitamin A* extrahiert man die Ca-Seife mit Aceton u. fällt mit W., worauf man in Ä. aufnimmt. Zwecks Gewinnung von *Vitamin F* wird die Ca-Seife mit überhitztem W.-Dampf behandelt u. das Kondensationsprod. nach Einengen Speisen oder Heilmitteln beigemischt. Die letztere Methode läßt sich auch zur Extraktion von z. B.

Zucker- oder Mohrrüben benutzen. (F. P. 723537 vom 18/7. 1931, ausg. 11/4. 1932. Belg. Prior. 18/7. 1930.) ALTPETER.

**Ludolf Brauer**, Hamburg und **Hans Seel**, Lokstedt, Hamburg, *Gewinnung von Wachstumsvitaminen* durch Oxydation von Sterinen, insbesondere *Cholesterin* (I), unter Verwendung von Oxydationsmitteln, dad. gek., daß das Sterin, insbesondere I, schonend, nur gerade bis zum Eintritt der bekannten durch  $\text{SbCl}_3$  hervorgerufenen Blaufärbung oxydiert wird. — Hierzu vgl. H. SEEL; C. 1931. I. 2895—96. (D. R. P. 550 496 Kl. 12 p vom 27/4. 1930, ausg. 17/5. 1932.) ALTPETER.

**N. V. Philip's Gloeilampenfabrieken**, Holland, *Gewinnung von Vitamin D*. Zur Bestrahlung des *Ergosterins* eignen sich auch elektr. Bi-Dampflampen, in Verb. mit einem Lichtfilter aus p-Xylol. Mg-Lampen üben wegen des hohen Geh. an Strahlen von etwa 281  $\mu$  eine ungünstige Wrkg. auf das Ergosterin aus. (F. P. 40 142 vom 23/4. 1931, ausg. 20/4. 1932. Holl. Prior. 30/4. 1930. Zus. zu F. P. 700 312; C. 1931. I. 3704.) ALTPETER.

**N. V. Philipps' Gloeilampen Fabrieken**, Holland, *Herstellung von Vitamin D* durch Bestrahlung von *Ergosterin*. Durch Einschaltung geeigneter Filter wird dafür gesorgt, daß die Strahlen 313,2 u. 312,6  $\mu$  ausgesiebt werden; hierzu eignet sich z. B.  $\text{CS}_2$ . (F. P. 714 827 vom 4/4. 1931, ausg. 20/11. 1931. Holl. Prior. 25/4. 1930.) ALTP.

**William J. Davidson**, Newton, und **Elbert A. Harvey**, Brookline, übert. von: **Robert K. Prince**, Westfield, *Vitamine in Tablettenform*. Man behandelt an *Vitamin A* u. *D* reiche gepulverte Pflanzenstoffe mit nichtwss. Lösungsm. für die Vitamine, engt die erhaltene Lsg. ein, mischt den Rückstand mit entwässerten, die Vitamine enthaltenden Pflanzenstoffen, trocknet die M. vollends u. preßt zu Tabletten. (A. P. 1 845 813 vom 1/9. 1928, ausg. 16/2. 1932.) ALTPETER.

Tommaso Ajello, Guida pratica per il riconoscimento dei composti chimica delle F. U. V<sup>a</sup>. Roma: tip. ed. Italia 1931. (69 S.) 8°. L. 20.—.

## G. Analyse. Laboratorium.

**E. de Bartholomaeis**, *Beschreibung einer Nitrierbürette*. (Vgl. C. 1932. II. 643.) Vf. beschreibt einen App. zur Best. von aromat. KW-stoffen im Gemisch mit anderen KW-stoffen nach EGLOFF u. MORELL (C. 1926. I. 3294), bei dem sämtliche Teile übereinander angeordnet sind: Ein Meßzylinder *A* von 20 cem mit eingeschlifffem Stopfen (mit Luftloch) mündet unten in einen Hahn 1, anschließend folgt ein Rohr mit offenem seitlichem Ansatz, Hahn 2, Glasschliffstöpsel mit Luftloch, Birne *B*, Hahn 3, calibriertes Rohr *C* (5 cem in  $\frac{1}{40}$  cem geteilt) mit oberem durch Stöpsel verschlossenem Kugelansatz *D*, Hahn 4, Abblrohr. 1—5 cem des zu untersuchenden Öls werden in *B* eingefüllt u. nach Öffnung von *D* durch 3 langsam in *C* eingelassen. Nach Zufließen einiger Tropfen 80°/g.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  aus *A* u. *D* in *C* wird das Ölvol. abgelesen, die gesamte Fl. nach *B* zurückgebracht, in *A* das  $\text{H}_2\text{SO}_4$ - $\text{HNO}_3$ -Gemisch (2 Voll. auf 1 Vol. Öl) abgemessen u. nach Öffnung von 2 tropfenweise in *B* gegeben, die Nitrierung wird unter Schütteln von *B* unter einem W.-Strahl vollendet, dann wird 2 geschlossen u. 1 Stde. stehen gelassen. Die unterste Schicht ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ - $\text{HNO}_3$ ) wird durch 3 u. 4 abgelassen, in *A*  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (D. 1,84 (1 Vol. auf 1 Vol. Öl) zugegeben u. rasch nach *B* gebracht, 2 Min. geschüttelt, evtl. unter Kühlung. Nach Ablassen der unteren ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )-Schicht, die die Nitroverbb. der aromat. KW-stoffe gel. enthält, wird in *C* (nach Spülen von *A* u. *D* mit einigen Tropfen  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) das restliche Öl bestimmt. (Annali Chim. appl. 22. 258—60. April 1932. Mailand, Techn. Hochsch., Inst. f. techn. Chemie.) R. K. Mü.

**F. Henning** und **J. Otto**, *Praktische Temperaturmessung im Bereich von 14 bis 80° absolut*. Vf. schließen im Bereich von 20—80° absol. Pt-Widerstandsthermometer an das He-Gasthermometer an unter Verwendung eines Metallthermostaten, der durch Kühlung mit fl.  $\text{H}_2$  u. gleichzeitige Heizung durch JOULEsche Wärme auf beliebige Temp. eingestellt werden kann. Es ergibt sich unter Anwendung zweier DEBYE-Funktionen  $D_1$  (230/*T*) u.  $D_2$  (100/*T*) bei Eichung an 4 Punkten (n. Kp. u. Tripelpunkte von  $\text{N}_2$  u.  $\text{H}_2$ ) die vereinfachte Formel  $R_t/R_0 = a + D_1 \cdot F_1 + T(D_2 - D_1) \cdot F_2$ , wobei  $F_1 = a + 386 T$ ,  $F_2 = b + c T$ . Die Werte für  $D_1$  u.  $D_2$  bei Temp. von 14 bis 80° absol. werden tabellar. gegeben. Eine weitere Vereinfachung kann aus  $-d \sim 2400 + 2100 \cdot c$  abgeleitet werden unter Beziehung auf ideal reines Pt; man erhält die Beziehung  $10^5 \cdot R_t/R_{0id} = D_1 \cdot (366 \cdot T - 2400) + D_2 \cdot 20 \cdot T$ , die auch noch bei höheren

Temp. bis zu 0° ziemlich richtige Temp.-Koeff. liefert. (Ztschr. ges. Kälte-Ind. 39. 86—89. Juni 1932. Berlin, Physik.-Techn. Reichsanst.) R. K. MÜLLER.

**Shu Kambara und Mototaro Matsui**, Über das Platinwiderstandsthermometer. Teil 3. Bestimmung der Tiefstemperaturskala zwischen 0 und -190°. (2. vgl. C. 1931. I. 3263.) Vff. prüfen die Thermometer beim Kp. von O<sub>2</sub>, beim Sublimationspunkt von CO<sub>2</sub> u. beim F. von Hg. Nach öfterem Erhitzen auf 400° u. schnellem Abkühlen werden die Werte bei -183° gut reproduzierbar. Mit festem CO<sub>2</sub> [„trockenem Eis“ + Ä.] wird keine gute Übereinstimmung erzielt. Der F. von Hg wird zu -38,864 bzw. -38,870° gefunden, während -38,870° als richtig gilt. — Die Gleichungen:

$$R_t = a [1 + b \cdot t - c \cdot t^2 - d \cdot (t - 100) \cdot t^3]$$

gelten also gut. (Journ. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 35. 165 B—68 B. April 1932. Tōkyō, Univ. Coll. of Technol.) W. A. ROTH.

**H. Kersten und Roland Schaffert**, Konstruktion von Thermoelementen mittels Galvanoplastik. Die als Thermoelement benutzten Metalle werden auf eine gut polierte Stahlplatte galvanoplast. aufgetragen, so daß zuerst die eine Hälfte der Platte mit dem ersten, dann die andere mit dem zweiten Metall bedeckt wird. Die aufgetragene Schicht wird dann mechan. von der Stahlplatte entfernt. Eine Vorr. zur Herst. einer Thermobatterie, die auf diesem Prinzip beruht, wird beschrieben. Die auf diese Weise hergestellten Thermoelemente können bis zu höheren Temp. benutzt werden, als die mit gelöteten Verbb. Die Metallkombinationen sind beschränkt auf diejenigen, die sich leicht vom Stahl entfernen lassen. Geprüft wurden Kombinationen von Fe, Co, Ni, Cu, Ag, Cd u. Messing. (Rev. scient. Instruments 3. 189—95. April 1932. Cincinnati, Ohio, Univ., Departm. of Physics.) BORIS ROSEN.

**Werner Hiltner**, Die Messung elektromotorischer Kräfte mittels Röhrennullinstrument und Telephon. Vf. führt die EK.-Messung nach dem Kompensationsverf. aus, wobei in den Stromkreis, der auf Stromlosigkeit geprüft werden soll, ein Kondensator gelegt wird. Aus dessen Kapazität u. der Spannung kann die zur Aufladung des Kondensators auf diese Spannung erforderliche Strommenge berechnet werden. Um die Genauigkeit der Methode zu erhöhen, wird in den Kondensatorkreis die Primärwicklung eines Niederfrequenz-Transformators mit dem Verhältnis 1:6 geschaltet u. die Sekundärwicklung an das Gitter einer Elektronenröhre u. an den Minuspol einer Gitterbatterie angeschlossen, deren Pluspol mit dem Minuspol der Heizbatterie verbunden ist. Die Einzelheiten der Anordnung werden an Hand eines Schaltschemas beschrieben. (Chem.-Ztg. 56. 352. 4/5. 1932. Breslau, Univ., Chem. Inst., Phys.-chem. Abt.) R. K. MÜLLER.

**Werner Schulze**, Zum Entladungsmechanismus in Spitzenzählern und Zählrohren. Die Unters. des Vfs. führten in Übereinstimmung mit anderen Autoren zu dem Ergebnis, daß auch Zählrohre mit nicht besonders präparierten Elektroden Zähllegg. aufweisen. Die untersuchten Zähler, ganz in Glas eingeschlossen, wurden evakuiert, bei etwa 400° ausgeheizt u. mit H<sub>2</sub> von mehreren cm Druck durch ein Pd-Rohr gefüllt. Es zeigten sich Zähllegg. auch mit Drähten, deren Oberfläche noch durch Glühen in H<sub>2</sub> reduziert worden war. — Unters. von anderen Gasentladungen bei beliebigen Elektrodenformen zeigten ferner, daß jede selbständige Entladung in unedlen Gasen, z. B. H<sub>2</sub> oder N<sub>2</sub> (reine Edelgase zeigen abweichendes Verh.), bei genügend kleinen Stromstärken immer intermittierend ist; eine stabile Entladungsform ist unter keinen Umständen zu erzielen. Genau wie im Spitzenzähler oder Zählrohr reißt jede einzelne Entladung sofort wieder ab. Die Intermittenz der Entladung zeigte sich auch an Rohren, die mit fl. Luft gekühlt oder deren Elektroden durch Hochfrequenzheizung auf Rotglut gebracht worden waren. — Das Abreißen der Entladung kann also schwerlich auf einer Oberflächenbeschaffenheit der Elektroden beruhen, sondern muß durch Vorgänge in der Entladungsbahn selbst bewirkt werden. Hiernach kann prinzipiell jedes Entladungsrohr, das mit Gas von einigen mm Druck gefüllt ist, bei geeigneter Strombegrenzung als Zähler für Licht oder andere ionisierende Strahlung dienen. (Naturwiss. 20. 315. 29/4. 1932. Berlin, Physikal. Inst. d. Techn. Hochsch.) SKALIKS.

**Ralph C. Hall**, Ein einfaches billiges Instrument zur Messung von Licht. Vf. verwendet für Lichtmessungen die Temp.-Differenz, die von zwei auf einem Holzrahmen befestigten Hg-Thermometern angezeigt wird, wobei die Kugel des einen mit weißer, die des anderen mit schwarzer Farbe angestrichen ist. Die Temp.-Differenz ist proportional der Lichtintensität. Das Instrument kann durch Vergleich mit bekannten Lichtmessern geeicht werden. (Ecology 13. 214—16. April 1932. Univ. of Michigan.) R. K. MÜ.

—, *Die ultravioletten Strahlen im Dienste der Technik. Der Callophanapparat zur Kontrolle von Woodschem Licht.* Beschreibung des Callophanlichtfilters u. seiner Anwendung auf verschiedenen Gebieten der Technik. (Rev. Produits chim. **35**. 199. 15/4. 1932.) R. K. MÜLLER.

—, *Das Spektroskop im analytischen Laboratorium. Seine Anwendung und seine Grenzen.* Überblick über die Methode der spektrograph. Analyse, quantitative Spektralanalyse, die Anwendung zu metallurg. Unterss. u. die spektroskop. zu lösenden Probleme der chem. Analyse. (Chem. Apparatur **26**. 417—18. 7/5. 1932.) R. K. MÜLLER.

Georg Neumann, *Über die Kalibrierung der Orientierungsskala von Spektralapparaten.* (Vgl. C. 1931. II. 1320.) Vf. empfiehlt, einige Skalenstellen mit Hilfe ganz verlässlicher Emissionslinien festzustellen u. die dazwischenliegenden Stellen durch die beschriebene Art der Berechnung, nicht aber durch graph. Interpolation zu ermitteln. (Biochem. Ztschr. **248**. 208—17. 14/5. 1932. Budapest, Univ., physiol.-chem. Inst.) SIMON.

William Duane, *Ein Instrument zur Photometrierung der neuen Röntgenlinien.* Ein photoelektr. Photometer wird beschrieben zur Messung der vom Vf. aufgefundenen neuen Linien (C. 1932. I. 2284). (Proceed. National Acad. Sciences, U. S. A. **18**. 322 bis 328. April 1932. Harvard Univ., Physical Res. Lab.) SKALIKS.

L. S. Ornstein, J. G. Eymers und D. Vermeulen, *Eine visuelle spektroskopische Methode für heterochrome Photometrie.* Es wird ein Spektralpyrometer beschrieben, bei dem die zu vergleichenden Lichtquellen durch ein Doppelmonochromator anvisiert werden. Es werden folgende Messungen mit dem Pyrometer ausführlich beschrieben: Relative Intensitätsmessungen in einer bestimmten Wellenlänge (Genauigkeit 2% bei Intensitätsverhältnissen von 1 bis 10<sup>4</sup>); Reflexions- u. Absorptionsmessungen (Genauigkeit 1%); Messung des Intensitätsverhältnisses zweier entfernter Spektrallinien mittels einer Normallampe; absol. Intensitätsmessungen; opt. Pyrometrie. In Verb. mit einem LUMMER-BRODHUN-Würfel ist es möglich, bei einer Weißbeleuchtung von 40 Lux im sichtbaren Spektrum Helligkeitsunterschiede von 1% zu finden. In Verb. mit einer absol. geeichten Lampe ist es möglich, die absol. spektrale Energieverteilung einer Lichtquelle zu messen. (Ztschr. Physik **75**. 575—83. Koninkl. Akad. Wetensch. Amsterdam, Proceedings **35**. 278—86. 1932. Utrecht, Reichs-Univ., Physikal. Inst.) BORIS ROSEN.

E. Hiedemann, *Ein einfaches Ausgleichscalorimeter konstanter Temperatur.* Der von J. PRECHT 1913 angegebene App. besteht aus einem WEINHOLD-Becher als Calorimeter u. einem zweiten WEINHOLD-Becher mit Tropfvorr., der mit k. W. gefüllt ist. Zur Best. der spezif. Wärme eines Körpers wird die Temp.-Erhöhung nach Einwerfen des h. Körpers in das Calorimeter durch Zugabe von k. W. kompensiert u. die Menge des zugegebenen W. durch Rückwägung bestimmt. Der Wasserwert fällt heraus, eine Korrektur für den Wärmeaustausch braucht nicht angebracht zu werden. Genauigkeit einige ‰. (Ztschr. physikal.-chem. Unterr. **45**. 108—10. Mai/Juni 1932. Köln, Univ., Physikal. Inst.) W. A. ROTH.

Kurt Mendelssohn, *Eine Apparatur nach dem Desorptionsverfahren für Messungen bis zu 2° abs.* (Vgl. C. 1930. I. 2513. 1932. I. 920.) Vf. beschreibt eine nach dem von SIMON (C. 1927. I. 770) angegebenen Desorptionsprinzip arbeitende Apparatur für calorimetr. Messungen bis zu 2° absol. herab. Als Adsorptionsmittel wird (nach Verss. mit Chabasit) akt. Kohle verwendet. H<sub>2</sub> wird in einem die Adsorptionskammer ringförmig umgebenden Gefäß kondensiert. Als Meßanordnung dient ein NERNST'Sches Vakuumcalorimeter, unter diesem wird das kondensierte He gesammelt. Vf. gibt eine eingehende Beschreibung. des Vers.-Ganges, des He-Kreislaufs, der Temp.-Messung, der He-Reinigung u. der mit Metallschlauchdichtung versehenen Ventile; Vorschläge für die Weiterentw. des Verf. (Ztschr. Physik **73**. 482—501. 30/12. 1931. Berlin u. Breslau.) R. K. MÜLLER.

W. J. D. van Dyck, *Eine neue physikalische Methode für die Analyse von Gasmischungen, besonders solchen, die Kohlenwasserstoffe enthalten.* Die Methode beruht auf der verschiedenen Löslichkeit von Gasen in Fl. Vf. konstruierte einen speziellen Rektifizierapparat (Bild u. genaue Beschreibung im Original), mit dessen Hilfe die Gase aus den zu analysierenden Mischungen in der Reihenfolge ihrer Löslichkeit, von dem löslichsten angefangen, herausgenommen werden. Der App. ist einfach zu bedienen u. bedarf zu seiner Inbetriebsetzung nur Kühlwasser u. elektr. Heizung. Die Methode eignet sich besonders zur Best. von Pentan, Butan u. Propan in KW-stoffmischungen. Die erhaltenen Resultate sind auf 1/2% genau, die geringste, mit Genauig-

keit festzustellende Menge einer Komponente beläuft sich auf 2 $\frac{1}{2}$ %. Vf. gibt Analysenbeispiele von KW-stoffgemischen u. anderen Gemischen, die auf chem. Wege nur schwer zu analysieren sind. (Journ. Inst. Petroleum Technologists 18. 145—78. März 1932.)  
K. O. MÜLLER.

H. S. Davis und J. P. Daugherty, *Analyse von gasförmigen Kohlenwasserstoffen*. Das Gasgemisch wird bei  $-80^{\circ}$  teilweise verflüssigt. Das Kondensat, das die Paraffine u. Olefine von C<sub>3</sub> ab enthält, wird fraktioniert. Die nicht verflüssigten Gase (CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, SO<sub>2</sub>, CO, O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub> u. Olefin) werden in üblicher Weise bestimmt. Der Rückstand (N<sub>2</sub> u. CH<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>, C<sub>3</sub>H<sub>8</sub>) wird mit O<sub>2</sub> verbrannt; unter gewissen Annahmen läßt sich der Geh. an den drei KW-stoffen ermitteln. (Ind. engin. Chem. Analytical Edition 4. 193—97. 15/4. 1932. Paulsboro, N. J., Vacuum Oil Comp.)  
LORENZ.

—, *Vergleich der Lebensdauer und Charakteristiken von Orsatreagentien*. Von verschiedenen konz. alkal. Pyrogallollsgg. zeigt die beste Konstanz der Wirksamkeit in der O<sub>2</sub>-Absorption eine Lsg., die durch Mischung von 34 g KOH + 85 g dest. W. u. 40 g Pyrogallol + 80 g w. dest. W. hergestellt ist. Für die CO<sub>2</sub>-Absorption werden zweckmäßig Lsgg. verwendet, die auf 1 Teil KOH höchstens 3 Teile W. enthalten; solche Lsgg. können 4600 ccm CO<sub>2</sub> ohne merkliche Minderung ihrer Absorptionsfähigkeit aufnehmen; eine Durchperlpipette zeigt sich wirksamer als eine Capillarpipette. (Power 75. 756—57. 24/5. 1932.)  
R. K. MÜLLER.

#### Elemente und anorganische Verbindungen.

M. L. Tschepelzewski und R. D. Fajn, *Bromometrische Methode zur Bestimmung des Gesamtstickstoffs in Cyanamid*. Das bei der Zers. des Cyanamidcalciums erhaltene (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> wird bromometr.: (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 3 Br<sub>2</sub> + 8 Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> = N<sub>2</sub> + 6 NaBr + Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> + 8 NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> titriert. Abweichung von der Titration des KJELDAHL-Destillats  $\pm 0,5\%$ . 5 g Einwaage werden mit 15 g K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. 50 ccm konz. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kjeldahlisiert u. das Gemisch zu 500 ccm verd. 50 ccm blankes Filtrat werden zu 500 ccm verd. u. 10 ccm Lsg. zur Analyse verwendet. Blindvers.: 27—28 ccm 10%ig. Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> werden mit 20 ccm  $\frac{1}{20}$ -n. Bromwasser (120 g KBr + 2—3 ccm Br<sub>2</sub>/l) 15 Min. stehen gelassen, 25 ccm  $\frac{1}{5}$ -n. KJ u. 20 ccm 20%ig. H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> zugesetzt u. nach 5 Min. das Jod mit  $\frac{1}{50}$ -n. Thiosulfat titriert. In gleicher Weise werden 10 ccm der Versuchslsg. nach Zusatz von 27—28 ccm Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>-Lsg. titriert. (Chem. Journ. Ser. B. Journ. angew. Chem. [russ.: Chimitscheskii Shurnal. Sser. B. Shurnal prikladnoi Chimii] 4. 865—71. 1931.)  
SCHÖNFELD.

Albert L. Chaney und Charles F. Lombard, *Bestimmung von Stickoxydul durch seine Löslichkeit in Wasser*. Die Methode lehnt sich an die von BENNETT (C. 1931. I. 3096) beschriebene an. An Stelle ausgekochten, also luftfreien W. benutzt Vf. mit Luft, N oder O gesätt. W. zur Absorption des N<sub>2</sub>O; u. an Stelle einer graph. Darst. zur Berechnung des N<sub>2</sub>O-Geh. empfiehlt er, einen Korrektionsfaktor für die Löslichkeit des Gases einzusetzen. (Ind. engin. Chem. Analytical Edition 4. 185—87. 15/4. 1932.)  
ECKSTEIN.

N. A. Tananajew und Ch. N. Potschinok, *Der getrennte Nachweis der Arsen- säure, Phosphorsäure und arsenigen Säure in Mischungen derselben, auch bei Gegenwart aller anderen Anionen*. Die neutrale oder schwach alkal. Lsg. wird mit 2-n. NH<sub>4</sub>Cl-Lsg. versetzt, die SiO<sub>2</sub> abfiltriert u. das Filtrat mit Mg-Mischung versetzt, wobei AsO<sub>4</sub><sup>'''</sup> u. PO<sub>4</sub><sup>'''</sup> ausfallen. Der Nd. wird mit 1 ccm NH<sub>3</sub> in MgNH<sub>4</sub>AsO<sub>4</sub> u. MgNH<sub>4</sub>PO<sub>4</sub> übergeführt, in 2 ccm Essigsäure gel., die H<sub>3</sub>AsO<sub>4</sub> in einer Hälfte der Lsg. nach Zusatz von 1 ccm Eg. mit 0,1-n. AgNO<sub>3</sub>-Lsg. nachgewiesen. Zum anderen Teil der Lsg. gibt man 0,2—0,3 g Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> · 7 H<sub>2</sub>O u. 4—5 Tropfen konz. HNO<sub>3</sub> hinzu, erwärmt u. versetzt mit Ammonmolybdat. Gelber Nd. zeigt die Anwesenheit von PO<sub>4</sub><sup>'''</sup>. Das Filtrat der As- u. P-Fällung wird mit H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> geschüttelt. Bei Anwesenheit von As<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, H<sub>3</sub>PO<sub>3</sub> oder HPO<sub>3</sub> erfolgt nach Zusatz von Mg-Mischung Fällung von Arsenat bzw. Phosphat, die wie oben angegeben identifiziert werden. Analysendauer 10—15 Min. (Ztschr. analyt. Chem. 88. 271—78. 1932. Kiew, Chem.-techn. Inst.)  
ECKSTEIN.

Guy E. Youngburg und Jason E. Farber, *Eine Methode zur colorimetrischen Bestimmung von Arsen*. As wird aus dem oxydierten organ. Material als Sulfid niederschlagen. Der Nd. oxydiert u. colorimetr. durch Zusatz von Molybdat u. Zinnchlorür bestimmt. As kann mit dem Verf. in Verd. von 1 : 10<sup>7</sup> noch erfaßt werden. (Journ. Lab. clin. Med. 17. 363—67. Jan. 1932. Univ. of Buffalo, N. Y., Med. School, Dep. of Biolog. Chem.)  
OPPENHEIMER.

**B. L. Vanzetti und A. Oliverio**, *Über die quantitative Bestimmung des Arsens, Antimons und Wismuts auf titanometrischem Wege.* (Rendiconti Seminario Facoltà Scienze Università Cagliari 1. 20—21. 1931. — C. 1931. II. 3517.) R. K. MÜLLER.

**G. Frederick Smith und A. C. Shead**, *Die Trennung und Bestimmung der Alkalimetalle unter Verwendung von Perchlorsäure.* IV. Die Perchlorat-Platinchlorwasserstoffsäure-Methode zur Bestimmung des Kaliums bei Gegenwart von Natrium. (III. vgl. C. 1925. II. 331; vgl. auch C. 1931. I. 3377.) Das NaCl—KCl-Gemenge wird in einer Pt-Schale mit einem Überschuß von  $\text{HClO}_4$  zur Trockne eingedampft, mit W. aufgenommen u. nochmals eingedampft. Die Perchlorate werden bei  $350^\circ$  getrocknet u. gewogen. Der Nd. wird dann in wenig 50%ig. A. gel. u. das K mit einer alkoh. Lsg. von  $\text{H}_2\text{PtCl}_6$  gefällt. Die Lsg. wird auf 85% A. gebracht, das  $\text{K}_2\text{PtCl}_6$  filtriert u. bei 300 bis  $350^\circ$  getrocknet. Die Methode bietet verschiedene Vorteile: Da  $\text{NaClO}_4$  in 50%ig. A. l. ist, braucht man nur so viel  $\text{H}_2\text{PtCl}_6$  zuzusetzen, um alles K zu fällen. Man spart so beträchtliche Mengen Pt gegenüber der FRESSENIUS-Methode. Ein weiterer Vorteil ist z. B., daß die Summe der Alkalien nicht als Chloride, sondern als Perchlorate ausgewogen werden. Es werden ferner die Löslichkeiten von  $\text{KClO}_4$  u.  $\text{K}_2\text{PtCl}_6$  in verschiedenen A.-W.-Gemischen bestimmt u. die Stabilität h., alkoh.  $\text{H}_2\text{PtCl}_6$ -Lsgg. untersucht. Es werden schließlich Analysenserien von Na allein, K allein u. Na + K mitgeteilt. Die Trennung ist im Mittel auf 0,15% genau. (Journ. Amer. chem. Soc. 54. 1722—30. Mai 1932. Urbana, Illinois, Chem. Lab. d. Univ.) JUZA.

**Lemarchands und Sirof**, *Über die Bestimmung des Bariums als Chromat.* Die Löslichkeit von  $\text{BaCrO}_4$  in dest. W. bei  $100^\circ$  wird im Mittel zu 11,8 mg/l bestimmt. In Lsgg. von 333—1275 Millimol KCl im Liter nimmt die Konstante  $K = C_{\text{K}_2\text{CrO}_4} \cdot C_{\text{BaCl}_2} / C_{\text{BaCrO}_4} \cdot C_{\text{KCl}}$  von ca. 1,4 auf ca. 0,96 ab. Hieraus wird der Aktivitätskoeff. des KCl für die verschiedenen Konz. berechnet. (Compt. rend. Acad. Sciences 194. 1577—79. 2/5. 1932.) R. K. MÜLLER.

**William M. Thornton jr., Reuben Roseman und Samuel I. Katzoff**, *Die Bestimmung von Eisen in Lösungen, die zweiwertiges Eisen und dreiwertiges Titan enthalten.* Schwefelsäure  $\text{FeSO}_4$ -Lsgg. sind gegen Luftsauerstoff sehr beständig; dagegen sind  $\text{Ti}_2(\text{SO}_4)_3$ -Lsgg. außerordentlich oxydabel. Vff. basieren auf diesem verschiedenen Verh. eine quantitative Best.-Methode von Fe neben Ti: Die Lsg. wird reduziert, dann das Ti durch Hindurchblasen von Luft oxydiert u. das unveränderte  $\text{Fe}^{II}$  mit Permanganat titriert. (Journ. Amer. chem. Soc. 54. 2131—32. Mai 1932. Baltimore, Maryland, JOHNS HOPKINS Univ., Dep. of Chem.) JUZA.

**J. G. Thompson**, *Die Bestimmung von Sauerstoff, Stickstoff und Wasserstoff im Stahl.* An Hand der einschlägigen Literatur — Schrifttumzusammenstellung — werden die verschiedensten Methoden zur Best. des  $\text{O}_2$ ,  $\text{N}_2$ ,  $\text{H}_2$ -Geh. im Stahl eingehend besprochen u. miteinander verglichen. (Techn. Publ. Amer. Inst. Mining metallurg. Engineers 1932. Nr. 466. 22 Seiten. Washington, D. C., U. S. Bur. Stand.) EDENS.

**J. H. Spillane**, *Die Bestimmung des Schwefels in Kohlenstoff- und Manganstählen.* Der Stahl (5 g) wird in HCl gel., der entstehende  $\text{H}_2\text{S}$  in ammoniakal.  $\text{ZnSO}_4$ -Lsg. aufgefangen, die Lsg. mit Stärkelsg. versetzt, mit HCl angesäuert u. mit eingestellter KJ-KJO<sub>3</sub>-Lsg. titriert. (Chemist-Analyst 21. Nr. 3. 11. Mai 1932. Denver, Col.) ECKST.

**Ragnar Treje und Carl Benedicks**, *Methode der elektrolytischen Schlackenbestimmung in Eisen und Stahl mit geringem Kohlenstoffgehalt.* (Vgl. C. 1931. II. 3250.) Vff. beschreiben eine elektrolyt. Methode zur Best. von nichtmetall. Einschlüssen in C-armem Fe u. Stahl, wobei vor allem Gasentw. an der Anode (die zur Säurebildung u. damit zu einem Angriff auf die Schlackebildner führen könnte) u. an der Kathode vermieden wird. Die Elektrolyse wird in einem durch ein Diaphragma unterteilten Glasgefäß ausgeführt, wobei als Anolyt eine Lsg. von  $\text{KBr} + 10\%$  Na-Citrat, als Katholyt  $\text{CuSO}_4$ -Lsg. verwendet wird. Als Anode dient die zu untersuchende Probe selbst, die sich in einem Kolloidumbeutel befindet, als Kathode ein Cu-Blech.  $\text{MnO}$ , in dem der am leichtesten angreifbare Schlackenbestandteil vermutet wird, wird unter diesen Bedingungen nicht angegriffen. Der Schlackenrückstand wird durch Zentrifugieren in einem Meßrohr gesammelt u., evtl. nach Reinigung von metall. Fe-Resten, sein Vol., das (pro Gewichtseinheit berechnet) eine für das Material charakterist. Konstante darstellt, direkt abgelesen; diese Best. wird ergänzt durch chem. (zweckmäßig mikrochem.) u. mkr. Analyse. In einem Armcro-Fe mit Al-Zusatz von ca. 0,01% werden mkr. trigonale Tafeln von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  u. oktaedr. Spinellkristalle gefunden. — Die Methode wird für die Anwendung auf Fe mit höherem C-Geh. ausgebaut. (Jernkontorens Annaler 116. 165—96. 1932. Stockholm, Metallograph. Inst.) R. K. MÜLLER.

L. C. Pan, *Chemische Kontrolle der Nickelbäder*. IV. (III. vgl. C. 1932. I. 1822.) Best. des Cl-Geh. durch Titration mit  $\text{AgNO}_3$ . —  $\text{H}_3\text{BO}_3$ -Best.: Fällung des Ni mit NaOH. Überschuß an diesem wird mit  $\text{H}_2\text{SO}_4$  neutralisiert (Methylorange). Titration der Borsäure mit NaOH bei Ggw. von Glycerin u. unter Zugabe von Phenolphthalein. — Fortsetzung der Analysendiagramme. (Metal Clean. Finish. 3. 961—64. 1931. New York.)

KUTZELNIGG.

John H. Yoe und Floyd H. Wirsing, *Eine Studie über die colorimetrische Kaliumdithiooxalatmethode für die Bestimmung von Nickel*. Die Methode hat gegenüber den anderen colorimetr. Best.-Methoden des Ni den Vorteil größerer Empfindlichkeit. Es wird zunächst nachgewiesen, daß das BEERSche Gesetz in dem ganzen interessierenden Konz.-Gebiet gilt. Die optimalen Vers.-Bedingungen u. die Empfindlichkeit der Rk. werden angegeben. Am besten wird mit einer 0,05%ig. Lsg. des Reagens u. u. einer Lsg. von 10 mg Ni/Liter gearbeitet. Es gelingt noch der Nachweis von 1 Teil Ni in  $125 \cdot 10^6$  Teilen Lsg., wenn ein 110 mm-NESSLER-Rohr verwendet wird. Die Lsg. darf nicht mehr als 0,002-n. an  $\text{H}_2\text{SO}_4$  sein, sonst wird die Färbung der Ni-Verb. zerstört. Auch geringe Mengen von Alkali zerstören die Färbung. Eine große Anzahl von Ionen geben mit dem Reagens auch gefärbte Verb. u. stören die Rk., wenn sie nicht entfernt werden. Keine Färbung geben: Al, Ca, Mg, Ba u. Sr. Am meisten stören Fe u. Co; diese müssen entfernt werden, wenn mehr als  $\frac{1}{100}$  der Ni-Konz. vorliegt. (Journ. Amer. chem. Soc. 54. 1866—76. Mai 1932. Virginia, Univ., Cobb Chem. Lab.)

JUZA.

A. Okáč, *Mikroelektrolytische Kupferbestimmung in ammoniakalischer Lösung*. In die zu elektrolysierende Lsg., die 0,2—5 mg Cu u. 0,5 cm konz.  $\text{NH}_3$  bei einem Gesamtvolumen von 6—7 ccm enthält, wird  $\text{CO}_2$  eingeleitet, wodurch sich nicht nur der nötige Elektrolyt bildet, sondern die Fl. zugleich gerührt wird. Man elektrolysiert 10 Min. lang bei 2 V, wäscht die Kathode mit  $\frac{1}{4}$  Liter W., trocknet u. wägt. Die Methode ist verwendbar für Cu(1)- u. Cu(2)-Salze. Es ist nicht nötig, die Salze in Nitrate oder Sulfate überzuführen, wie bei der Analyse in saurer Lsg. Die Apparatur besteht aus einer kleinen Eprovette von 8 cm Höhe u. 1,5—1,8 cm Breite, in deren obere Hälfte ein Röhrchen eingeschmolzen ist, das durch einen Gummischlauch mit einem etwa 6 cm langen Abflußrohr verbunden ist. Die Kathode ist eine mit Glaskugeln versehene Mikrodrahtnetzkatode nach PREGLScher Art. Abbildungen im Original. (Ztschr. analyt. Chem. 88. 108—19. 1932. Brünn, Masaryk-Univ.)

ECKSTEIN.

A. Okáč, *Mikroelektrolytische Nickel- und Kobaltbestimmung*. (Vgl. vorst. Ref.) Das bei Cu-Salzen angewandte mikroelektrolyt. Verf. läßt sich auch auf Ni- u. Co-Salze anwenden. Die 0,3—3 mg Ni als  $\text{NiSO}_4$  oder  $\text{NiCl}_2$  bzw. höchstens 2 mg Co als  $\text{CoCl}_2$  oder  $\text{CoSO}_4$  enthaltende Lsg. wird mit 1 ccm konz.  $\text{NH}_3$  versetzt, die Mikrodrahtnetzkatode eingesetzt u. auf 6 ccm aufgefüllt. Nach Einbringen der Anode wird unter gleichmäßigem u. gründlichem Rühren mit einem  $\text{CO}_2$ -Strom bei einer Anfangsspannung von 4 V u. einer Stromstärke von 0,1—0,2 A (0,5—1 A/qdm) elektrolysiert. Nach 10—15 Min. (bei Co mindestens 15 Min.) ist die Abscheidung in glänzender u. gut haftender Form quantitativ. Auch beide Metalle können gleichzeitig aus gemischten Lsgg. abgeschieden werden. (Ztschr. analyt. Chem. 88. 189—94. 1932. Brünn, Univ., Inst. f. analyt. Chemie.)

R. K. MÜLLER.

L. Tronstad, *Registrierende potentiometrische Bestimmung geringer Mengen von gelöstem Kupfer*. Vf. beschreibt eine Methode, welche durch empir. Ermittlung des Zusammenhanges zwischen EK. u. Cu-Konz. die potentiometr. Best. von gel. Cu gestattet. Die Methode hat besondere Bedeutung für die kontinuierliche Kontrolle des Cu-Geh. im Elektrolyten bei der elektrolyt. Herst. von Nickel nach HYBINETTE. Vf. zeigt, daß die mittels Potentialmessungen aus der empir. ermittelten EK./Cu-Konz.-Kurve festgestellten Cu-Werte mit einem relativen Fehler von etwa 10% behaftet sind u. damit bei den geringen in Frage kommenden Cu-Gehh. (0,002 bis 0,05 g/l) auch an Genauigkeit der unmittelbaren jodometr. Best. mindestens gleichkommen. — Es wird gezeigt, daß die im Betrieb vorkommenden Gesamtkonz.-Änderungen des Elektrolyten für die Methode belanglos sind, u. daß auch kleine Temp.-Schwankungen die Fehlergrenze nicht erheblich erweitern. In 0,002-n. Natriumsulfat dagegen werden bei Cu-Zusatz ganz andere EK.-Werte erhalten, jedoch auch hier mit vorzüglicher Reproduzierbarkeit, so daß auch in dieser Lsg. eine potentiometr. Cu-Best. auf empir. Grundlage möglich ist. — Bei mäßiger Umrührung wird im mittleren üblichen Konz.-Bereich schon nach 2 Min. Gleichgewicht erreicht. (Kong. Norske Vidensk. Selskab Forhandl. 4. 20—23. 1931. Sep.)

COHN.

**Loren C. Hurd** und **John S. Chambers**, *Bestimmung kleiner Kupfermengen.* Die Methode nach CLARKE u. JONES (C. 1929. II. 1186) wurde nachgeprüft u. ihre Genauigkeit bestätigt. Die Färbung ist ident. mit der einer verd.  $\text{KMnO}_4$ -Lsg. Die Beziehungen zwischen der Cu-Menge u. der Anzahl ccm einer  $\frac{5}{100}$ -n.  $\text{KMnO}_4$ -Lsg. werden graph. aufgezeichnet.  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{MgSO}_4$ ,  $\text{CaSO}_4$  u.  $\text{KNO}_3$  stören nicht, wenn sie in Mengen von weniger als 2 mg/ccm anwesend sind, dagegen dürfen Chloride einen Geh. von 0,5  $\gamma$ /ccm nicht überschreiten. Fe u. Co stören. (Ind. engin. Chem. Analytical Edition 4. 236—38. 15/4. 1932.) ECKSTEIN.

**Archibald Craig**, *Die Bestimmung des Cadmiums in sulfidischen Zinkerzen.* Die Schwierigkeiten der Erfassung kleinerer Cd-Mengen in Zn-Erzen werden verursacht durch fehlerhafte  $\text{H}_2\text{S}$ -Fällung, sowie durch Okklusion des Cd-Nd. in dem in  $\text{H}_2\text{SO}_4$  unl. Rückstand. Vf. empfiehlt  $\text{H}_2\text{SO}_4$  statt HCl als Lösungsm. Arbeitsvorschrift: 10 g des Erzes werden im 600 ccm-Becherglas mit 100 ccm W. u. nacheinander mit 10, 10 u. 5 ccm  $\text{HNO}_3$ , dann mit 40 ccm  $\text{H}_2\text{SO}_4$  1:1 versetzt, bis zum Auftreten weißer Dämpfe abgeraucht, die Lsg. abgekühlt, auf 350 ccm verdünnt, wenigstens 1 Stde. gekocht, mit 10 g  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  versetzt u. mit  $\text{H}_2\text{S}$  gesätt. Abfiltrieren u. mit 1%ig.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  +  $\text{H}_2\text{S}$  auswaschen. Der Nd. wird darauf samt Filter im Becherglas mit 10 ccm  $\text{HNO}_3$  u. 10 ccm  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bis zum Auftreten weißer Dämpfe erhitzt, nochmals tropfenweise mit 1—5 ccm  $\text{HNO}_3$  versetzt u. erhitzt, bis alle organ. Substanz zerstört ist. Dann wird die  $\text{HNO}_3$  vertrieben, die Lsg. abgekühlt, mit 75 ccm W. versetzt, 10 Min. gekocht, abgekühlt u. in ein 400 ccm-Becherglas abfiltriert. Den Nd. mit k. W. auswaschen u. die Säurebehandlung mit 10 ccm  $\text{H}_2\text{SO}_4$  wiederholen. Das dritte Filtrat wird mit 10 g  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  versetzt, auf 250 ccm verdünnt u. mit  $\text{H}_2\text{S}$  auf Cd geprüft. — Die vereinigten Ndd. werden wieder in 10 ccm  $\text{H}_2\text{SO}_4$  gel., mit 10 g  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  versetzt, auf 250 ccm verdünnt, die Lsg. mit  $\text{H}_2\text{S}$  gesätt. u. filtriert. Im Filtrat darf auf Zusatz von  $\text{NH}_3$  kein Zn nachzuweisen sein. Nach Entfernung des eventuell vorhandenen Cu u. Bi wird das CdS in wenig  $\text{H}_2\text{SO}_4$  gel., die überschüssige Säure vertrieben, die Lsg. verdünnt, mit 1 g NaCN versetzt u. elektrolysiert. (Chemist-Analyst 21. Nr. 3. 8—11. Mai 1932. New York, Ledoux u. Co.) ECKSTEIN.

**Karl Kiefer**, *Zinnbestimmung in Ferrowolfram und Wolframerzen.* 5 g der Probe werden im Fe-Tiegel mit  $\text{Na}_2\text{O}_2$  aufgeschlossen, die Schmelze in 150 ccm W. gel., die Lsg. mit möglichst wenig W. in einen 500 ccm-Meßkolben gespült u. vorsichtig mit 200 ccm konz. HCl überschiebt. Durch behutsames Schwenken des Kolbens mischt man langsam durch u. reduziert mittels eines 5 cm langen Drehspans aus reinem Fe. Nach Abkühlen wird abfiltriert u. 200 ccm des Filtrats = 2 g Einwaage wie folgt reduziert: Man trägt unter ständigem Kühlen nach u. nach 1,3 reinstes staubfeines Al-Pulver unter Vermeidung jeder Erwärmung ein. Die silbergrau (nicht blaugrau) erscheinende Fl. wird nun zur Auflösung des Al erhitzt. Die h., braun gefärbte Lsg. wird hierauf durch tropfenweisen Zusatz von  $\text{FeCl}_3$ -Lsg. (130 g/l verd. HCl) bis zur Gelbfärbung der Lsg. oxydiert. Nach 10 Min. wird die  $\text{WO}_3$  abfiltriert, mit HCl 1:3 ausgewaschen, das Filtrat mit 0,2 g Al-Pulver, 1 Stückchen Marmor u. 30 ccm konz. HCl versetzt; man verschließt mit einem GÖCKEL-CONTAT-Ventil u. löst das Al durch Erwärmen. Das Ventil wird mit h., k. gesätt.  $\text{NaHCO}_3$ -Lsg. beschickt, die Lsg. abgekühlt, wieder mit etwas Marmor, sowie Stärkelsg. versetzt u. mit 0,02-n. Jodlsg. titriert. Die Titration muß rasch erfolgen. Analysendauer  $2\frac{1}{2}$  Stde. Leervers. erforderlich. (Ztschr. analyt. Chem. 88. 243—49. 1932. Seebach b. Villach, Lab. der „Troibacher chem. Werke A. G.“.) ECKSTEIN.

#### Organische Substanzen.

**J. D. Ingle**, *Methylrot als Indicator bei der Proteinbestimmung nach Kjeldahl.* Vorschrift zur Herst. einer bewährten borsäurehaltigen Methylrotlsg., die nach der Dest. direkt mit eingestellter Säure titriert werden kann. (Chemist-Analyst 21. Nr. 2. 8. März 1932. Ottawa, Kansas, Univ.) ECKSTEIN.

**W. Bolivar Byers**, *Indicatorlösung für die Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl.* Vf. empfiehlt statt Methylrot die Verwendung von Natriumalizarinsulfonat, das, gel. in 50%ig. A., dem Methylrot völlig gleichwertig ist. (Chemist-Analyst 21. Nr. 3. 15. Mai 1932. Goldsboro, N. C.) ECKSTEIN.

#### Bestandteile von Pflanzen und Tieren.

**Eugen Iliescu**, *Mikrochemischer Nachweis von Atropin.* Die Bildungsfähigkeit u. der Habitus der Atropinpicratkrystalle wurde mkr. verfolgt, indem schwefelsaures

Atropin versetzt wurde a) mit gesätt. Pikrinsäure, b) mit einer Mischung von Glycerin u. einer gesätt. Lsg. von Pikrinsäure in 96% A., c) mit einer 5%<sub>ig.</sub> wss. Pikrinsäurelsg., welche mit Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> alkal. gemacht, mit Glucose versetzt u. bis zur Rotbraunfärbung gekocht wurde. Es zeigte sich, daß b) u. c) empfindlicher sind als a), u. zwar kann man mittels b)  $\frac{2}{100}$  mg u. mittels c)  $\frac{1}{100}$  mg Atropin als Atropinprktr. eindeutig identifizieren, während a) bei Verwendung derselben Vers.-Technik erst von  $\frac{4}{100}$  mg Atropin an zu einem positiven Ergebnis führt. (Revista farmac. 51. Nr. 3. 34—39. 1931. Pharmazent.-chem. Lab. d. Univ. Jassy.)

GURIAN.

**Otto Wagner**, *Eine Standardmethode zur Bestimmung des Nicotins*. Als sicherste Methode zur Best. des Nicotins (I) besonders auch in nicotinarmen Materialien sieht Vf. die Fällung mit *Kieselwolframsäure* (II) an u. beschreibt folgende in der Praxis erprobte Modifikation: 20 g gut zerkleinerte Tabak werden mit 100 ccm W. u. 100 ccm 5%<sub>ig.</sub> HCl 1 Stde. unter Rückfluß gekocht. Nach Abkühlen wird filtriert u. 50 ccm des Extraktes mit 200 ccm W. u. 30 ccm 30%<sub>ig.</sub> NaOH dest. Das Destillat wird in einem Filterstutzen mit vorgelegten 25 ccm 5%<sub>ig.</sub> HCl aufgefangen. Nachdem  $\frac{2}{3}$  der Fl. abdest. ist, wird eine Destillatprobe nach Ansäuern mit 2 Tropfen 0,1%<sub>ig.</sub> HCl mit 2 Tropfen 10%<sub>ig.</sub> II-Lsg. versetzt u. bei Klarbleiben der Probe die Dest. unterbrochen, sonst werden 100—150 ccm W. dem Extrakt zugesetzt, u. es wird bis zum negativen Ausfall der Probe weiterdest. Im Destillat wird I in der Kälte nach Zusatz von 5 ccm konz. HCl mit 10%<sub>ig.</sub> II-Lsg. unter Vermeidung eines zu großen Überschusses gefällt. Die anfangs trübe opaleszierende Lsg. wird ca. 10 Min. mit dem WITTSchen Rührer gerührt, wodurch sich jeglicher kolloidaler Nd. klar absetzt u. sofort filtriert werden kann. Der Nd. wird im Quarz-Goochtiel abgeseugt, mit 0,1%<sub>ig.</sub> HCl reagenzfrei gewaschen u. feucht gegläht. Glührückstand  $0,114 \cdot 20 = \%$  I. Die Methode wird ebenfalls zur Best. von I in Tabakextrakten, Nicotinsulfat, Rohnicotin usw. empfohlen. (Chem.-Ztg. 56. 462—63. 11/6. 1932. Hamburg-Kl. Borstel.)

KOBEL.

**Walther Laubender**, *Über die Anwendbarkeit der Mikroelektrode nach H. Winterstein zur Bestimmung des Blut-pH*. Die WINTERSTEINSche Mikroelektrode ist zur Best. des pH im Blut nicht anwendbar. Dagegen kann Vf. die Eignung der U-Elektrode von MICHAELIS bestätigen. (Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 165. 1—4. 18/3. 1932. Frankfurt a. M., Univ. Pharmakol. Inst.)

F. REUTER.

**A. Wladyslaw Elmer**, *Zur Vereinfachung der Mikroiodbestimmung*. Das unter Kombinierung verschiedener Methoden ausgearbeitete Mikroiodverf. bildet die einfachste klin. Methode, welche die Best. in 5 ccm Blut innerhalb ca. 2—2½ Stdn. durchzuführen erlaubt. (Biochem. Ztschr. 248. 163—67. 14/5. 1932. Lwów, Allgem. Krankenh.)

SIMON.

**A. J. L. Terwen**, *Eine schnelle, einfache, auch am Krankenbett ausführbare Bestimmung des Blutzuckers*. Das beschriebene Verf. beruht auf alkal. Red. von K<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> in K<sub>4</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>, das dann mit Fe<sup>III</sup>-Salz in Berlinerblau umgesetzt wird. Dieses hält man mit Pyrophosphorsäure in Lsg. u. vergleicht colorimetr. mit auf gleiche Weise behandelte 0,1%<sub>ig.</sub> Glucoselsg. Den Farbunterschied gleicht man durch Zusatz von K<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub>-Lsg. aus u. kann aus dem Verdünnungsgrad die Glucosekonz. berechnen. (Nederl. Tijdschr. Geneeskunde 76. 2487—92. 21/5. 1932. Amsterdam, Binnengasthuis.)

GROSZFELD.

**Arthur Riley Armstrong** und **Ernest Walker**, *Die Bromreaktion im Urin von Graviden*. Die Angaben von VOGÉ (Brit. med. Journ. 1929. 829), daß die KNOOPSche Rk. mit Br.-W. auf *Histidin* im Harn von Schwangeren positiv ausfällt, wird bestätigt u. festgestellt, daß, abgesehen von *N-Methylhistidin*, die Rk. für *Histidin* spezif. ist. (Biochemical Journ. 26. 143—46. 1932. Oxford, Dep. of Biochem.)

OPPENHEIMER.

**Ludwig Racz**, *Zur Methodik der Fermentuntersuchungen im Duodenalsaft und in den Fäzes*. Das Ausziehen der Fäzes mit physiolog. NaCl-Lsg. bringt nur einen Teil der Diastase der Fäzes in wss. Lsg. Es wird zur Elution der Diastase eine von WILLSTÄTTER angegebene Phosphat-Ammoniaklsg. mit pH = 8 empfohlen. Nach Elution mit dieser Lsg. bleibt im festen Anteil des Zentrifugats nur eine zu vernachlässigende Menge Diastase zurück. Zur Best. des Trypsins in den Fäzes läßt man 1 ccm Stuhl-emulsion auf 25 ccm 2%<sub>ig.</sub> Gelatinelsg. wirken. Die Gelatinespaltung wird durch Formoltitration verfolgt. Die Einzelheiten dieser Methode werden genau beschrieben. (Dtsch. med. Wochschr. 58. 814—15. 20/5. 1932. Budapest, III. Med. Klin. der Peter Pázmány Univ.)

WADEHN.

**Emil Abderhalden** und **Severian Buadze**, *Weitere Studien über die Auslösung der Abwehrfermentreaktion*. Für den spezif. Ausfall der Abwehrfermentr. sind manche

Voraussetzungen von wesentlicher Bedeutung. So werden nur bei Anwendung geringer parenteraler zugeführter Substratmengen mit Sicherheit spezif. Rkk. erhalten. In der vorliegenden Arbeit wurde die Frage: Wie verhält sich die Auslösung der Abd. Rk. bei Tieren, bei denen die parenterale Zufuhr bestimmter Substrate nach einer gewissen Zeit wiederholt wird? geprüft, für deren Beantwortung im Sinne einer Nichtspezifität bereits einige Beobachtungen vorlagen. Hierbei sollte auch vor allem untersucht werden, ob sich zeitliche Unterschiede im Auftreten der Abwehrfermente nach der 1. u. 2. Injektion nachweisen lassen. Allem Anschein nach tritt die Fermentrk. nach Wiederholung der parenteralen Zufuhr des gleichen Substrates früher auf. Nach erfolgter Reinjektion wurde wiederholt an Stelle der zuerst festgestellten spezif. Rk. eine unspezif. beobachtet. Dieser Befund muß bei der Auswahl der Vers.-Tiere, die zum Studium der Abd. Rk. dienen sollen, beachtet werden. Weiterhin beschäftigen sich Vff. mit der Frage, ob es nach parenteraler Zufuhr von arteinigen, hochmolekularen Peptonen zur Auslösung einer Abwehrfermentrk. kommt. Dies ist tatsächlich der Fall, wobei spezif. Rkk. auftreten. Schließlich berichten Vff. noch über Verss., bei denen geprüft werden sollte, ob sich bei Ausführung der Abd. Rk. mittels der interferometr. Methode an Stelle von Serum auch Harn verwenden ließe. Bemühungen in dieser Richtung blieben jedoch ohne Erfolg. (Fermentforsch. 13. 137—44. 1931. Halle a. S., Univ., Physiolog. Inst.) SCHWEITZER.

**Christoforo Masino**, *Eigenschaften und Reaktionen des Percains*. Geruchlose, farblose u. geschmacklose Krystalle, F. 97°. Die Lsg. läßt sich bei 100° sterilisieren, alkal. Gläser sind jedoch zu vermeiden. Ll. in k. W., A., Chlf. u. Aceton, in w. Bzl., Toluol u. Essigester. Die wss. u. alkoh. Lsg. fluoresciert blau, wird getrübt u. gefällt durch Alkalien. AgNO<sub>3</sub> ergibt in HNO<sub>3</sub>-Lsg. weißen flockigen Nd., K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> einen gelben, l. in der Wärme, HgCl<sub>2</sub> einen weißen, ebenfalls in der Wärme l. Kal. ferrocyanid fällt weiß, das Ferricyanid gelbgrün, KMnO<sub>4</sub> rötlich. Die üblichen Alkaloidreagenzien geben Ndd. Erhitzen mit HgCl u. A. färbt schwarz. Identitätsrkk.: Wss. Lsg. mit einigen Tropfen frisch bereiteter  $\alpha$ -Naphthollsg., angesäuert mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, gibt gelben Nd. Löslich im Überschuß des Reagenses zu gelber Fl. Empfindlichkeit dieser Rk. 2:1000. Im Gegensatz zu Cocain, Stovain, Novocain u. Chinin ist der durch KJ erzeugte Nd. in der Wärme nicht l. u. reinweiß. Versetzen mit Br-W. führt zu orangefarbenem Nd., der beim Erhitzen weiß wird, während die Fl. sich gelb färbt. (Giorn. Farmac. Chim. 81. 147—56. April 1932. Turin.) GRIMME.

**E. Källström**, *Percain und seine quantitative Bestimmung*. Die Best. des Percains gelingt leicht u. genau nach der Alkaloidbestimmungsmethode von SCHULEK (C. 1931. I. 493). (Svensk farmac. Tidskr. 36. 229—34. 30/4. 1932.) WILLSTAEDT.

**J. S. Roisman**, *Zur Feststellung der Identität und Verfälschung von Stovain*. Ausführliche Mitt. der Identitätsrkk. des Stovains u. Unterscheidung desselben von Cocain, Prüfung auf Reinheit, sowie Besprechung des analyt. Nachweises einer Stovainverfälschung durch Antipyrin u. Zucker. (Ztschr. analyt. Chem. 88. 257—66. 1932. Winnitza, Pharm. Inst. W. J. LENIN.) ECKSTEIN.

**A. D. Mitchell** und **A. M. Ward**, *Modern methods in quantitative chemical analysis*. London: Longmans 1932. (178 S.) 8°. 6s.

**Karl Chudoba**, *Tabellen zur mikroskopischen Bestimmung der gesteinsbildenden Mineralien*. Freiburg: Herder 1932. (27 S.) gr. 8°. M. 2.—

Aus: Chudoba: Mikroskop. Charakteristik d. gesteinsbildenden Mineralien.

## H. Angewandte Chemie.

### I. Allgemeine chemische Technologie.

**Franz Simon**, *Heliumverflüssigung mit Arbeitsleistung*. He wird aus einem therm. isolierten Behälter (20 ccm) von einem Druck von 50 at bei einer Ausgangstemp. von ca. 12° absol. entspannt; die Temp. sinkt in wenigen Sek. auf den Kp. des He, wobei etwa die Hälfte des He fl. im Behälter verbleibt. Durch Erniedrigung des Druckes kann man leicht unter 2° absol. kommen. Das Verf. eignet sich zur Vorführung von Verss. über die Supraleitfähigkeit des Pb. (Ztschr. ges. Kälte-Ind. 39. 89—90. Juni 1932.) R. K. MÜLLER.

**F. Pollitzer**, *Über einige Anwendungen von Kühlverfahren zur Zerlegung von Gasgemischen*. Vf. beschreibt die bei Temp. von 0 bis —95° arbeitenden physikal. Gas-

zerlegungsverf., wie sie bei der Trocknung von Gasen (Vermeidung größerer Eis-ausscheidung durch Expansion bei tiefen Temp.), bei der Gewinnung von Bzn. aus Schwel- oder Erdgas u. von Bzl. aus Kokereigas sowie bei der Gewinnung u. Trennung von  $C_2H_2$ ,  $C_2H_6$  usw. aus Kokereigas angewandt werden. (Ztschr. ges. Kälte-Ind. 39. 90—94. Juni 1932. München.) R. K. MÜLLER.

**K. Clusius**, *Über eine Anlage zur Herstellung von flüssigem Wasserstoff mit Neon als Zwischensubstanz.* (Vgl. C. 1929. II. 2420.) Da  $H_2$  in Ne, das bei Atmosphärendruck ( $27,2^\circ$  absol.) sd., unter 4,5 at Druck fl. wird, kann Ne als Zwischensubstanz in einem Kreislauf zur Verflüssigung von  $H_2$  verwendet werden. Vf. beschreibt unter eingehender Darst. der quantitativen thermodynam. Bilanz eine solche Verflüssigungsanlage, bei der Ne, durch Verdampfung von fl. Luft oder  $N_2$  auf  $66^\circ$  absol. u. durch  $H_2$  weiter auf  $63^\circ$  absol. vorgekühlt, von 190 auf 1 at entspannt u. teilweise verflüssigt wird u. seinerseits mit Hilfe der Verdampfungswärme die Verflüssigung des  $H_2$  bewirkt. Die Einführung des zweiten Kreislaufs bringt den Vorteil, daß die mit Gefahren verbundene Verwendung von hochgespanntem  $H_2$  wegfällt u. daß auch unreinerer  $H_2$  verflüssigt werden kann. Das Verf. gestaltet sich infolge der höheren Ausbeuten wirtschaftlicher als ein unter sonst gleichen Bedingungen mit fl. Luft allein betriebener  $H_2$ -Kreislauf. (Ztschr. ges. Kälte-Ind. 39. 94—97. Juni 1932. Göttingen, Univ., Phys.-chem. Inst.) R. K. MÜLLER.

**W. Meissner**, *Das Verhalten der Stoffe bei Abkühlung bis zu tiefsten Temperaturen.* Vortrag über die Umwandlungen im Aggregatzustand des He, die Trennung von Ortho- u. Parawasserstoff, die Frage der Existenz eines H-Isotops u. die Änderungen der mechan., thermoelekt., magnet., Wärmeleitungs- u. elektr. Eigg. fester Körper bei tiefsten Temp. (Ztschr. ges. Kälte-Ind. 39. 104—11. Juni 1932.) R. K. MÜLLER.

**E. Raisch und W. Weyh**, *Die Wärmeleitfähigkeit von Isolierstoffen bei tiefen Temperaturen.* Mit Hilfe zweier Cu-Hohlkugeln, deren innere gegen die äußere durch den Vers.-Stoff isoliert wird, bestimmen Vf. aus der mittels Thermoelement an der inneren Kugel gemessenen Temp. nach Eintritt des Beharrungszustandes die Wärmeleitfähigkeiten einiger Isoliermittel ( $MgCO_3$ -Pulver, Schlackenwolle, Seide,  $SiO_2$ -Pulver, Korksrot) bei  $-200$  bis  $+50^\circ$ . Bei den tieferen Temp. nähern sich die Wärmeleitfähigkeiten der untersuchten Stoffe derjenigen der Luft. (Ztschr. ges. Kälte-Ind. 39. 123—25. Juni 1932. München, Forschungsheim f. Wärmeschutz e. V.) R. K. MÜLLER.

**A. Steinbach**, *Gefrierdauer von Platteneis.* Unter Berücksichtigung der Wärmeverluste des Platteneiszeugers wird eine neue Formel zur Berechnung der Gefrierdauer von Platteneis abgeleitet, an einem prakt. Beispiel erläutert u. mit anderen Formeln verglichen. (Ztschr. ges. Kälte-Ind. 39. 125—27. Juni 1932. Wiesbaden.) R. K. MÜLLER.

**I. F. Laucks, Inc.**, übert. von: **Harry P. Banks, Glenn Davidson, Irving F. Laucks und Hugh F. Rippey**, Seattle, Washington, *Emulgierungsmittel*, bestehend aus fein verteilten ölhaltigen Mehlen, insbesondere Sojabohnenmehl, einer wss. alkal. Lsg. u. S-Derivv. des C, insbesondere  $CS_2$ . (A. P. 1 855 934 vom 16/2. 1927, ausg. 26/4. 1932.) RICHTER.

**Imperial Chemical Industries Ltd.**, London, **Hugh Mills Bunbury und Richard Patrick Mc Glynn**, Blackley, Manchester, *Verfahren zur Herstellung von Emulgierungsmitteln.* Fl. Harze (Tallöl) werden in Ggw. von Katalysatoren mit mehrwertigen aliph. Alkoholen, wie Glycerin, verestert u. das erhaltene Prod. gegebenenfalls in Ggw. eines Lösungsm. sulfoniert. (E. P. 369 985 vom 29/11. 1930, ausg. 28/4. 1932.) RICHTER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung von Oxyalkylverbindungen* durch Einw. von Alkylenoxyden auf polymere OH-Verbb. oder Proteine in alkal. Lsg. — Man läßt z. B. wss. Äthylenoxyd (I) in NaOH auf Polyvinylalkohol einwirken oder man dispergiert mit einem Netzmittel Casein in W. bei  $80^\circ$  unter Druck, gibt NaOH zu u. verknetet mit wss. I, ferner Hornpulver bei  $70$ — $80^\circ$  in NaOH mit I oder Wolle mit Propylenoxyd bei  $60$ — $70^\circ$ . Die Prodd. lassen sich mit Pt-Schwarz oder Ni u.  $H_2$  zu Alkylverbb. reduzieren. Sie besitzen z. T. emulgierende Wrkg. (E. P. 368 530 vom 18/3. 1931, Auszug veröff. 31/3. 1932. D. Prior. 18/3. 1930.) ALTPETER.

**Nikolai Ahlmann**, Dänemark, *Trennen von pulverförmigen Stoffen* mittels Luftstromes. Man läßt den Luftstrom durch eine Anzahl in der Trennungskammer angebrachte, mit Öffnungen versehene, transversal angeordnete Scheidewände passieren. Das zu trennende Material bewegt sich über die schrägen Scheidewände von oben

nach unten. Die Einzelheiten der Anlage werden näher beschrieben. (F. P. 723 503 vom 30/9. 1931, ausg. 11/4. 1932. E. Prior. 24/11. 1930.) DREWS.

**Francois Armand Gustave Fourton**, Frankreich, *Trennen von Flüssigkeiten und festen Stoffen*. Die zu behandelnde Fl. gelangt in einen Filterbehälter, in welchem sie der Einw. von Druck oder Vakuum oder auch nur der Schwerkraft ausgesetzt wird. Dieser Behälter steht mit einem weiteren Behälter in Verb., in welchen die Fl. sich durch einen trafenartigen Kanal von schwacher Neigung ergießt. Hier trennen sich die einzelnen Bestandteile entsprechend ihrer D., ohne sich von neuem zu mischen. Handelt es sich um verschiedene Fl., so können diese für sich abgezogen werden. (F. P. 724 516 vom 26/3. 1930, ausg. 28/4. 1932.) DREWS.

**Grégory Javitch**, Frankreich, *Flüssigkeitsfilter*. Der näher beschriebene Filterapp. ist so eingerichtet, daß gleichzeitig filtrierte u. nicht filtrierte Fl. gewonnen werden kann. Die erste, der Vorreinigung dienende Filterplatte besteht aus körnigen neutralen mineral. Stoffen, während die zweite Filterplatte feine kurze Cellulosefasern enthält, welche mit Kollodium durchgeknetet u. komprimiert sind. Zur Erhöhung der Wirksamkeit wird das zweite Filter zweckmäßig in dünne Schichten unterteilt, zwischen denen sich sehr dicht gewebte Stoffe befinden, welche mit Na-Hypochlorit imprägniert u. mit einer dünnen Schicht Kollodium umhüllt sind. Das Ganze wird wiederum stark komprimiert. (F. P. 723 767 vom 1/10. 1931, ausg. 14/4. 1932.) DREWS.

**Harrison S. Coe**, Palo Alto, *Erhöhung der Wirksamkeit von Sandfiltern*. In dem Sandfilter werden mittels besonderer Vorr. taschenartige Einschnitte gebildet, in welche die zu filtrierende Fl. gebracht wird. (A. P. 1 858 357 vom 3/3. 1930, ausg. 17/5. 1932.) DREWS.

**Silica Gel Corp.**, V. St. A., *Entwässern und Reinigen von Kohlensäure*. Die verdichtete CO<sub>2</sub> wird zur Entfernung des größten Teils der Feuchtigkeit gekühlt u. sodann durch ein poriges Adsorptionsmittel, wie Silicagel, geleitet, so daß auch die restliche Feuchtigkeit sowie andere Verunreinigungen beseitigt werden. Zur Beseitigung des etwa im Gas noch vorhandenen Öles wird zunächst durch Einleiten von fl. CO<sub>2</sub> gekühlt, sodann weiter verdichtet, ohne daß jedoch der Druck zur Verflüssigung ausreichte. Anschließend folgt Reinigung des unter Druck stehenden Gases durch Filter aus Baumwolle, Silicagel, akt. Kohle o. dgl. (F. P. 723 774 vom 1/10. 1931, ausg. 14/4. 1932. A. Prior. 13/11. 1930.) DREWS.

**Peter Schlumbohm**, Deutschland, *Aufbewahren von fester Kohlensäure*. Die feste CO<sub>2</sub> wird unter Öl aufbewahrt. (F. P. 724 365 vom 16/9. 1931, ausg. 26/4. 1932. A. Prior. 12/6. 1931.) DREWS.

**Peter Schlumbohm**, Deutschland, *Gefärbtes Kohlensäureeis*. Zu der CO<sub>2</sub> wird vor der Verfestigung ein geeigneter Farbstoff zugesetzt. Man verwendet zweckmäßig solche Farbstoffe, welche in fl. CO<sub>2</sub> l. sind. (F. P. 724 364 vom 16/9. 1931, ausg. 26/4. 1932. A. Prior. 12/6. 1931.) DREWS.

**John Skogmark**, New York, *Abscheiden von Salzen und anderen löslichen Stoffen aus Flüssigkeiten*. Bei dem näher beschriebenen App. erfolgt der erforderliche Temp.-Austausch der Lsg. durch Wärmeübertragung mittels einer röhrenförmigen Vorr. beliebigen Durchmessers. Das Rohr darf sich durch Ablagerung von Kristallen nicht verstopfen, so daß der Fl.-Durchfluß gehemmt würde. Der Querschnitt des Rohres beeinflußt natürlich die Durchflußgeschwindigkeit der Fl. Letztere soll mindestens 5 Fuß je Sekunde betragen. Die Verstopfung der Rohrleitung wird durch eine Bürste verhindert, welche mittels eines endlosen Bandes kontinuierlich durch das Rohr geführt wird. Auf diese Weise wird überdies die für die Wärmeübertragung erforderliche Bewegung der Fl. hervorgerufen. (A. P. 1 857 884 vom 3/11. 1928, ausg. 10/5. 1932.) DREWS.

**Akt.-Ges. der Maschinenfabriken Escher Wyss & Cie.**, Zürich, *Auskrystallisieren von festen Stoffen aus Lösungen* durch Abkühlung, dad. gek., daß die Lsg. durch Verdampfen im Vakuum abgekühlt u. der dabei erzeugte Dampf auf mechan. Wege so hoch verdichtet wird, daß er durch das zur Verfügung stehende Kühlmittel niedergeschlagen werden kann. — Eine Anlage zur Durchführung des Verf. wird beschrieben. (Schwz. P. 151 664 vom 10/9. 1930, ausg. 16/3. 1932.) DREWS.

**Paul Hermann Müller**, Deutschland, *Krystallisieren*. Zur Verhinderung des Ansetzens von Kristallen am oberen Teil des der Lösungsm.-Zufuhr dienenden Rohres bzw. an den Innenwandungen des Krystallisationsgefäßes wird der obere Teil des Zuleitungsrohres mit einem doppelwandigen, nach innen porigen Aufsatz versehen. Innerhalb des doppelwandigen Aufsatzes zirkuliert unter Druck Lösungsmittel. Die

durch die Poren der Innenwandung austretenden geringen Fl.-Mengen genügen zur Verhinderung jedes Krystallansatzes. Ebenso können die Wandungen des Krystallisationsbehälters doppelt u. nach innen porig ausgestaltet sein. Das zwischen den Außenwandungen zirkulierende u. durch die Poren nach innen gedrückte Lösungsm. läßt Krystallansätze nicht aufkommen. In gleicher Weise können im Innern des Krystallisationsbehälters angebrachte Prallbleche o. dgl. konstruiert sein. (F. P. 723 926 vom 7/10. 1931, ausg. 18/4. 1932. D. Prior. 22/12. 1930.) DREWS.

### III. Elektrotechnik.

**E. Seiler**, *Die Isolatoren der Zündkerzen für hochverdichtende und schnellaufende Motoren*. Besprechung der früher gemachten Verss. über die Wirksamkeit der Zündkerzen, der Herst. u. Zus. der Zündkerzen aus Porzellan, Steatit, Sillimanit,  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$ , ferner Bauarten u. Einbau der Isolatoren. (Brennstoff- u. Wärmewirtschaft 14. 21—26. 43—48. Febr. 1932. Berlin-Tempelhof.) SALMANG.

**C. J. Smithells**, *Anwendungen der photoelektrischen Zellen in der chemischen Technik*. Vortrag. (Journ. Soc. chem. Ind. 51. 446—51. 20/5. 1932.) R. K. MÜLLER.

**Léon Grillet**, *Elektrische Leitfähigkeit von schwarzem Papier. Anwendungen*. Schwarzes Zeichenpapier hat im allgemeinen merkliche elektr. Leitfähigkeit, die bei Temp.-Steigerung anwächst. Die leitende Substanz ist also wahrscheinlich Kohlenstoff. — Vf. hat aus schwarzem Papier konstante u. variable hochohmige Widerstände hergestellt. Ferner kann das schwarze Papier vorteilhaft für die Demonstration der Äquipotentiallinien eines zweidimensionalen Leiters gebraucht werden. (Compt. rend. Acad. Sciences 194. 1464—65. 25/4. 1932.) SKALIKS.

**British Celanese Ltd. und William Henry Moss**, London, *Isoliermaterial* für elektr. App., besonders zum Schutz des Gummis bei der Kabelherst., bestehend aus 100 Teilen eines Cellulosederiv. u. mehr als 100 (bis zu 200) Tln. Weichmachungsmittel, insbesondere arom. Sulfonamiden (N-alkylierte arom. Sulfonamide) u./oder einem Weinsäureester. Die M. kann direkt, oder erst auf Gewebe oder Filme aufgetragen werden, mit denen der betreffende Gegenstand dann umwickelt wird, oder sie kann auch mit Kautschuk zusammen, gegebenenfalls in einem Bleimantel, vulkanisiert werden. (E. P. 362 481 vom 28/8. 1930, ausg. 31/12. 1931.) ENGEROFF.

**Felten & Guilleaume Carlswerk Akt.-Ges.**, Köln-Mülheim, *Isoliermittel für Überseekabel*. Das Isoliermittel besteht aus einer Mischung von entharzter Guttapercha oder Balata u. hydriertem synthet. Kautschuk, oder hydriertem natürlichem Kautschuk, dem das Albumin entzogen ist. Die Stabilität der Isolation soll erhöht werden. (E. P. 369 647 vom 17/11. 1930, ausg. 21/4. 1932.) GEISZLER.

**Westinghouse Electric & Mfg. Co.**, Pennsylvania, übert. von: **James Norman Smith**, Toronto, *Elektrode für elektrolytische Apparate*. Die Elektrode besteht aus einer Mehrzahl übereinander angeordneter elektrolyt. Elemente, welche auf einer quer durch sie hindurchgehenden Leitungsschiene angebracht sind. Die genannten Elemente weisen einen flachen zentralen Teil auf, während die Eckteile eine wellige gefurchte Form haben. Hierdurch werden viele vertikale Zentral- u. damit kommunizierende Seitendurchgänge gebildet. Letztere erstrecken sich von den Ecken der Elektroden nach innen. Die gesamte Anordnung, welche sich besonders zur Elektrolyse von W. eignet, wird näher beschrieben. (A. P. 1 856 663 vom 21/8. 1928, ausg. 3/5. 1932.) DREWS.

**Magnesium Production Co. Ltd.**, London, *Herstellung von Anoden für die Elektrolyse geschmolzener Salze*, besonders  $MgCl_2$ . Zur Verhinderung der Zerstörung des Anodenmaterials an der Badoberfläche stellt man die Anode zweiteilig her. Der in das Bad eintauchende Teil besteht aus C in Form von Graphit oder amorpher Kohle, der aus dem Bad herausragende Teil aus einem feuerfesten isolierenden Stoff. Die Stromzuführung erfolgt durch Eisenstäbe, die in dem isolierenden Stoff u. zum Teil in dem aus C bestehenden Stück der Anode eingebettet sind. (E. P. 368 777 vom 4/12. 1930, ausg. 7/4. 1932. F. Prior. 4/12. 1929.) GEISZLER.

**Vereinigte Glühlampen und Electricitäts Akt.-Ges.**, Ujpest, Ungarn, *Verfahren zur Herstellung von Kathoden für Entladungsröhren*, dad. gek., daß ein eine Verb. des emittierenden Metalles, insbesondere Erdalkalimetalloxyd, enthaltendes Reaktionsgemisch, das zur Red. dieser Verb. u. zur Herst. einer Legierung des durch Red. gebildeten emittierenden Metalles befähigt ist, vor seiner Anbringung in der Entladungs-

röhre im Vakuum oder in einem inerten Gase so weit erhitzt wird, bis die Verb. des emittierenden Metalles (Erdalkalimetalloxyd) teilweise reduziert u. eine Legierung des entstandenen emittierenden Metalls gebildet wird, worauf das so hergestellte Reaktionsprod. in die Entladungsröhre eingeführt, in der Nähe der Kathode, zweckmäßig an der Anode befestigt u. zur weiteren Rk. bzw. Zers. gebracht wird. — Als Legierungsmetall für das reduzierte Erdalkalimetall, z. B. Ba, wird Fe oder Al empfohlen. Das Erdalkalimetall ist in Legierung mit den genannten Metallen luftbeständig. (Oe. P. 127 592 vom 25/4. 1931, ausg. 11/4. 1932. Ung. Prior. 25/4. 1930.)

GEISZLER.

**Siemens-Schuckertwerke Akt.-Ges.**, Berlin-Siemensstadt (Erfinder: Reinhold Rüdberg und Werner Espe, Berlin), *Elektrisches Entladungsgefäß, dessen Quecksilber-elektrode die Elektronenemission erhöhende Zusätze (insbesondere Caesium oder Rubidium) aufweist*, dad. gek., daß der Kondensationsraum u. gegebenenfalls auch der Kathodenraum von Heizvorr. oder Wärmeschutzmitteln oder beiden umgeben ist. — Die die Elektronenemission erhöhenden Zusätze zum Hg bewirken meist eine bedeutende Erhöhung der Verdampfungstemp. Durch die Erfindung soll eine sichere Kondensation des Metall dampfes u. eine Rückführung der kondensierten Bestandteile in den Kathodenraum ermöglicht werden. (D. R. P. 549 625 Kl. 21g vom 23/5. 1925, ausg. 30/4. 1932.)

GEISZLER.

**Comp. Générale de Signalisation Lumineuse, Soc. An.**, Brüssel, *Elektrode für Leuchtröhren*. Das Metall der Elektrode haftet hermet. an der inneren Wandung des Glasrohres, so daß Elektronen nicht austreten können. Als Metall verwendet man Alkalimetall oder Legierungen von Alkalimetallen untereinander oder mit Erdalkalimetallen. Es eignen sich auch andere Metalle oder Legierungen, sofern ihr F. unterhalb 800° liegt. (Belg. P. 361203 vom 4/6. 1929, Auszug veröff. 19/12. 1929.) DRES.

**Siemens & Halske Akt.-Ges.**, Berlin-Siemensstadt, *Erhöhung der elektrischen Leitfähigkeit von Stücken aus Kupferoxydul* zur Herst. von Thermosäulen, Photozellen u. Gleichrichtern. Stücke von Cu<sub>2</sub>O werden durch Erhitzen von Stücken aus Cu in O<sub>2</sub>-haltiger Atmosphäre auf etwa 1000° erzeugt. Zur Herabsetzung des spezif. Widerstandes des Materials um bis 25% erhitzt man die Stücke aus Cu<sub>2</sub>O auf Temp. zwischen 400 u. 650° u. schreckt sie ab. (E. P. 369142 vom 27/8. 1931, ausg. 7/4. 1932. D. Prior. 12/2. 1931.)

GEISZLER.

**Telegraph Construction and Maintenance Co. Ltd.**, London, *Magnetischen Zwecken dienendes Material aus Kupfer, Nickel und Eisen*, dad. gek., daß es aus einer Legierung von 3—10% Cu, 35—55% Ni u. 35—55% Fe besteht, die einem an sich zur Erzielung günstiger magnet. Eigg. bekannten Glühverf. unterworfen ist. Das Material kann in Gußform oder in k. gewalztem Zustand verwendet werden. Durch das Kaltwalzen soll eine blättrige Struktur erzielt werden, die die Wirbelstromverluste herabsetzt. (D. R. P. 548 504 Kl. 21g vom 21/1. 1928, ausg. 13/4. 1932. A. Prior. 20/1. 1927.)

GEISZLER.

**Handbuch der technischen Elektrochemie**. Unter Mitw. zahlr. Fachleute, hrsg. von Victor Engelhardt. Bd. 1, Tl. 2. Leipzig: Akad. Verlagsges. 1932. gr. 8°. 1, 2. Die technische Elektrolyse wässriger Lösungen. A. Die techn. Elektrometallurgie wässriger Lösungen. Gold, Silber, Kupfer, verschiedene Metalle. Bearb. von Georg Eger. (VIII, 331 S.) M. 30.—; Lw. M. 32.—; Subskr.-Pr. nn M. 27.—; Lw. nn M. 28.80.

## V. Anorganische Industrie.

**V. Streicher**, *Über die Bewertung der Brauchbarkeit eines Schwefelsäure-Dreikammersystemes*. VI. vergleicht 3 Systeme A, B u. C (vgl. WAESER, Handbuch der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Fabrikation, II, 886f.), ein MEYERSches System u. ein FALDING-Vielkammersystem unter Heranziehung der „Kammerraumbelastung“ (kg H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 50° Bé pro cbm in 24 Stdn.) u. der „Kühlflächenbelastung“ (kg H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 50° Bé pro qm in 24 Stdn.). Bei Vergleich dieser Werte ergibt sich, daß nicht immer das System mit dem größeren Kammerquotienten im Vorteil ist. Ist der Kammerquotient für die erste Kammer wesentlich größer als für das ganze System, so wird sich die Kühlflächenbelastung der ersten Kammer intensiver gestalten als der Durchschnitt für das ganze System; der Kammerquotient der ersten Kammer soll möglichst gleich oder nur unwesentlich größer sein als der des ganzen Systems. Bei Zerteilung der ersten Kammer sind die Belastungsfaktoren geringer, dafür treten aber andere Nachteile auf. Für die jeweils notwendige Intensivierung ist jenes System vorzuziehen, das erst bei der größeren Kammerraumbelastung

auch den größeren Systemkoeff. erreicht. (Österr. Chemiker-Ztg. 35. 97—99. 1/6. 1932. Moosbierbaum, SKODAWERKE-WETZLER A.-G.) R. K. MÜLLER.

—, *Wasserstoffanlage nach Knowles in den Warfielder Werken der Consolidated Mining & Smelting Co. of Canada, Ltd.* Beschreibung einer elektrolyt. Anlage zur Gewinnung von H<sub>2</sub> für die NH<sub>3</sub>-Synthese mit 25<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. KOH als Elektrolyten. (Journ. Soc. chem. Ind. 51. 355—58. 22/4. 1932.) R. K. MÜLLER.

**United Verde Copper Co.**, Clarkdale, übert. von: **Oliver Caldwell Ralston** und **Kenneth Michael Baum**, Clarkdale, *Gewinnung von Schwefel*. Sulfid. Erze werden in Ggw. eines Luftüberschusses geschm., so daß neben SO<sub>2</sub> S-haltige Verbb. erhalten werden. Letztere werden in H<sub>2</sub>S übergeführt, welcher auf das SO<sub>2</sub> zur Einw. gebracht wird, so daß elementarer S entsteht. (E. P. 369 913 vom 25/9. 1930, ausg. 28/4. 1932. A. Prior. 25/9. 1929.) DREWS.

**Alfred M. Thomsen**, San Francisco, *Gewinnung von Schwefel aus diesen enthaltenden Abgasen*. In den bei Röstprozessen o. dgl. erhaltenen Abgasen wird der Geh. an SO<sub>2</sub> u. SO<sub>3</sub> angereichert. Zu diesem Zweck wird die Röherzcharge mit bereits geröstetem Erz verd., während zum Rösten vorerhitzte Luft benutzt wird. Die Abgase werden durch NaCl geleitet, wobei Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> neben HCl anfällt; letzteres wird absorbiert. Das Sulfat wird mit Holzkohle u. Kalk erhitzt. Anschließend wird das Rk.-Prod. mit k. W. ausgelaugt, so daß eine Lsg. von Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> entsteht. Außerdem erhält man CaS. Auf letzteres läßt man die absorbierte HCl einwirken. Das konz. H<sub>2</sub>S-Gas wird mit zur Verbrennung ungenügenden Luftmengen gemischt u. sodann durch Fe-Oxyd geleitet. Der entstehende S wird kondensiert. (A. P. 1 857 414 vom 18/4. 1927, ausg. 10/5. 1932.) DREWS.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Gewinnung von reinem Schwefeldioxyd* aus S u. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, dad. gek., daß man, von starker oder dünner H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ausgehend, die Rk. in einem mit Rektifikationskolonnen versehenen Kessel aus Gußeisen, Si-Eisen oder anderem säurefestem Material in der Siedehitze sich abspielen läßt u. hierbei eine möglichst hohe Säurekonz. aufrecht erhält. (D. R. P. 551 686 Kl. 12 i vom 5/2. 1931, ausg. 4/6. 1932.) DREWS.

**International Precipitation Co.**, Los Angeles, übert. von: **Erich Oppen**, Hannover *Oxydieren von Schwefeldioxyd*. Das für die Oxydation erforderliche Stickoxyd befindet sich auf der Oberfläche eines festen Körpers, welcher mit der SO<sub>2</sub> in Berührung steht. Es wird mittels elektr. Entladungen erzeugt, welche über der Oberfläche des festen Körpers hervorgerufen werden. Als fester Körper eignet sich besonders Quarz. Das Verf. eignet sich auch für die Durchführung anderer Rkk., bei denen gasförmige Katalysatoren Verwendung finden. (A. P. 1 855 412 vom 22/5. 1928, ausg. 26/4. 1932. D. Prior. 14/2. 1928.) DREWS.

**General Chemical Co.**, New York, übert. von: **Hans O. C. Isenberg**, New Rochelle, *Herstellung von Schwefeltrioxyd*. Die SO<sub>2</sub> u. Luft enthaltenden Gase passieren vier hintereinander geschaltete Kontakttapp., zwischen denen sich Wärmetauscher befinden. Letztere werden von Luft als Kühlmedium durchströmt. Die Temp. der in die Kontakttanlage strömenden Gase soll ca. 400° betragen. Je zwei Kontakttapp. sind übereinander angeordnet. Die gesamte Anlage wird näher beschrieben. (A. P. 1 857 308 vom 29/4. 1926, ausg. 10/5. 1932.) DREWS.

**Metallgesellschaft A.-G.**, Frankfurt a. M., *Herstellung von Kontaktschwefelsäure*. Die SO<sub>2</sub>-haltigen Röstgase werden ohne besondere Kühlung oder Entstaubung mit w. W. gewaschen, getrocknet u. sodann mit Hilfe einer wenig empfindlichen, Pt nicht enthaltenden Kontaktmasse oxydiert. Besonders eignen sich V enthaltende Massen. (F. P. 722 981 vom 18/9. 1931, ausg. 31/3. 1932. D. Prior. 25/10. 1930.) DREWS.

**N. Caro** und **A. R. Frank**, Berlin, *Herstellung von stark konzentrierter Salpetersäure durch katalytische Oxydation von Ammoniak*. Man oxydiert in Ggw. von W.-Dampf, welchen man vor der Weiterverarbeitung der Stickoxyde kondensiert. In ähnlicher Weise können andere Rkk. durchgeführt werden. (Belg. P. 365 431 vom 19/11. 1929, Auszug veröff. 15/5. 1930.) DREWS.

**Hermann Frischer**, Deutschland, *Herstellung von Salpetersäure aus Stickoxyden*. Bei der Durchführung des Verf. nach F. P. 703 287 verwendet man Gaskühlräume, welche so dimensioniert sind, daß die aus den Stickoxyden u. der vorhandenen Feuchtigkeit gebildete HNO<sub>3</sub> die höchstmögliche Konz. erhält, welche dem Geh. der Gase an Stickoxyden bei der betreffenden Temp. entspricht. Die Kühlräume können aus Al

bestehen. (F. P. 40 084 vom 14/3. 1931, ausg. 20/4. 1932. Zus. zu F. P. 703 287; C. 1931. II. 1468.) DREWS.

**American Agricultural Chemical Co.**, Delaware, übert. von: **Charles H. Milligan** und **Simon Klosky**, Newark, *Gewinnung von Orthophosphorsäure*. Phosphate werden mit der zur Befreiung der  $H_2PO_4$ , erforderlichen Menge  $H_2SO_4$  versetzt. Die  $H_2PO_4$  wird aus der Rk.-M. mittels eines mit W. nicht mischbaren organ. Extraktionsmittels entfernt. Als Extraktionsfl. kommen einwertige Alkohole mit nicht mehr als 8 C-Atomen in der die Hydroxylgruppe enthaltenden Kette zusammen mit einem aliph. Ester in Frage. Zweckmäßig besteht die Fl. aus Amylalkohol u. einem aliph. Amylester. (A. P. 1 857 470 vom 26/8. 1930, ausg. 10/5. 1932.) DREWS.

**Rumford Chemical Works**, Rumford, übert. von: **Augustus H. Fiske**, Warren, und **Charles S. Bryan**, East Providence, *Reinigen von Phosphorsäure*. Die Säure wird mit hydrat.  $SiO_2$  unter Röhren zum Sieden erhitzt, so daß etwa in ihr vorhandenes F ausgefällt wird. Das Verf. eignet sich auch zur Entfernung von F aus anderen Fl. (A. P. 1 858 203 vom 13/1. 1931, ausg. 10/5. 1932.) DREWS.

**Carlo Padovani**, Italien, *Gleichzeitige Herstellung von Phosphor bzw. Phosphorsäure und Kohlenoxyd-Wasserstoffgemischen*. Phosphathaltige Mineralien werden in Ggw. von KW-stoffe enthaltenden Gasen auf über 1000° liegende Temp. erhitzt. Zu den phosphathaltigen Stoffen können gegebenenfalls Silicate zugegeben werden. (F. P. 724 348 vom 5/9. 1931, ausg. 25/4. 1932. It. Prior. 5/9. 1930.) DREWS.

**Norddeutsche Affinerie**, Hamburg, *Gewinnung von Arsen aus Zwischenprodukten o. dgl.* Bei der  $CuSO_4$ -Herst. anfallende Abwässer, in denen das As in Form von As-Säure enthalten ist, werden zunächst mit Red.-Mitteln behandelt, so daß das As nunmehr als  $As_2O_3$  vorliegt, welches teils von selbst, teils beim Kühlen oder Konz. der Lsg. ausfällt. Auf gleiche Weise lassen sich andere As enthaltende Abfallstoffe verarbeiten. (E. P. 372 189 vom 13/8. 1931, ausg. 26/5. 1932. D. Prior. 9/9. 1930. Zus. zu E. P. 368 316; C. 1932. I. 3211.) DREWS.

**George E. Miller** und **Samuel C. Witherspoon**, Edgewood, *Herstellung von Arsentrichlorid*. S u.  $As_2O_3$  werden in einer geeigneten Fl. suspendiert u. sodann soviel  $AsCl_3$  zugesetzt, daß erstere gel. werden. Nach dem Erhitzen der Fl. auf den Kp. des  $AsCl_3$  wird Cl eingeleitet. (A. P. 1 852 183 vom 25/9. 1928, ausg. 5/4. 1932.) DREWS.

**Egon Elöd** und **Paul Askenasy**, Karlsruhe i. B., *Herstellung von Arsensäure aus Arsenik* durch Oxydation mittels  $HNO_3$  unter  $O_2$ -Druck, dad. gek., daß man mit etwa 20 at Überdruck u. bei erhöhter Temp. arbeitet. (D. R. P. 550 402 Kl. 12i vom 29/7. 1924, ausg. 12/5. 1932.) DREWS.

**Arthur D. Little, Inc.**, Cambridge, übert. von: **Thorne L. Wheeler**, Chatam und **John B. Carpenter jr.**, West Roxbury, *Herstellung von Beinschwarz aus Knochen*. Die Knochen werden für ca. 2 Stdn. auf eine Temp. von 900—1300° F erhitzt. Hiernach wird das erhaltene Prod. während einer verhältnismäßig kurzen Zeitdauer, z. B. 15 Min., auf höhere Temp., z. B. 1500—2000° F gebracht. (A. P. 1 856 302 vom 11/4. 1929, ausg. 3/5. 1932.) DREWS.

**Thermatomic Carbon Co.**, Pittsburgh, übert. von: **Carroll Miller**, Pittsburgh, *Herstellung von Ruß*. Ein geeigneter gasförmiger KW-stoff wird mit einem als Verdünnungsmittel wirkenden Gas, z. B. den Zers.-Gasen, welche aus dem vorhergehenden Fabrikationsgang stammen, gemischt u. außerdem mit einem weiteren Verdünnungsgas, welches im wesentlichen aus den Verbrennungsprod. von Brennstoffen besteht, versetzt u. sodann bei hohen Temp. der therm. Spaltung unterworfen. Weitere Ausführungsformen des Verf. werden beschrieben. (A. P. 1 857 469 vom 12/3. 1931, ausg. 10/5. 1932.) DREWS.

**Hydro-Nitro Soc. An.**, Schweiz, *Gleichzeitige Gewinnung von Ruß und wasserstoffreichen Gasen*. Man läßt die therm. Spaltung von KW-stoffen in Ggw. von W.-Dampf gemäß folgender Formel vor sich gehen:  $2 CH_4 + H_2O = C + CO + 5 H_2$ . Je nachdem welche Mengen von Ruß oder  $H_2$  erhalten werden sollen, werden die Mengen des W.-Dampfes u. der KW-stoffe variiert. Gibt man während der Zers. geeignete Mengen von  $N_2$  zu, so kann man ein für die  $NH_3$ -Synthese geeignetes Gasgemisch erhalten. (F. P. 723 966 vom 9/10. 1931, ausg. 18/4. 1932.) DREWS.

**Hydro-Nitro Soc. An.**, Schweiz, *Gewinnung von Wasserstoff*. Bei der Vergasung oder Dest. von Brennstoffen erhaltene Gase werden in Ggw. von W.-Dampf bei Temp. von 200—600° u. erhöhtem Druck über fein verteilte Kontakte geleitet, wobei die im Gemisch enthaltenen gasförmigen Verunreinigungen gebunden u./oder zers. werden. Gegebenenfalls kann eine Bldg. von Formaldehyd stattfinden. Als geeignete Kontakte

sind genannt die Oxyde des Fe oder Metalle der Cu-Gruppe, des Ni, Bi, Pb. (F. P. 724 825 vom 27/12. 1930, ausg. 3/5. 1932.) DREWS.

**Ateliers Généraux de Construction, Soc. An.**, Brüssel, *Herstellung von reinem Wasserstoff*. Man läßt Wassergas in von außen beheizten Retorten auf hydrat. gelöschten Kalk u. Ferrioxyd bzw. roten Hämatit einwirken. Z. B. wird der gelöschte hydrat. Kalk in Form einer Paste verwendet, zu der man die gleiche Menge Ferrioxyd zugibt. Die die Rk. fördernde M. kann auch in Form von Körnern, Blöcken usw. benutzt werden. (E. P. 370 834 vom 9/10. 1931, ausg. 5/5. 1932. Belg. Prior. 16/1. 1931.) DREW.

**Imperial Chemical Industries Ltd.**, London, **Basil Robertson Goodfellow** und **Wilfred Devonshire Spencer**, Norton-on-Tees, *Gewinnung von Wasserstoff oder Kohlenoxyd-Wasserstoffgemischen*. Gasförmige KW-stoffe werden bei erhöhter Temp. in Ggw. eines Cr-Kontaktes mit W.-Dampf zur Rk. gebracht. Die Rk. wird in Ggw. von H<sub>2</sub>S oder anderen gasförmigen S-Verbb., welche in dem KW-stoff-W.-Dampfgemisch in Mengen von wenigstens 1 Vol.-% — bezogen auf das Vol. der anfänglichen Menge des KW-stoffes — vorhanden sind, durchgeführt. (E. P. 370 457 vom 8/1. 1931, ausg. 5/5. 1932.) DREWS.

**Alfred Mentzel**, Deutschland, *Gewinnung von Kaliumcarbonat*. Das beim ENGEL-schen Magnesia-Verf. erhaltene MgCO<sub>3</sub>·KHCO<sub>3</sub>·4 H<sub>2</sub>O wird cyanisiert. Das hierbei erhaltene Rk.-Prod. wird unter Gewinnung von NH<sub>3</sub> verseift. Die Verseifung kann auch so geleitet werden, daß KOH erhalten wird. Das NH<sub>3</sub> wird gegebenenfalls in NH<sub>4</sub>Cl übergeführt. (F. P. 724 908 vom 21/10. 1931, ausg. 4/5. 1932. D. Prior. 24/10. 1930.) DREWS.

**Paul Askenasy, Alfred Stern, Curt Mückenberger, Friedrich Nessler** und **Andreas von Kreisler**, Karlsruhe i. B., *Herstellung von Kaliumbicarbonat bzw. Kaliumcarbonat* durch Umsetzung von sekundärem K-Orthophosphat mit NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub> bzw. (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> in wss. Lsg., dad. gek., daß NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub> bzw. (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> im Überschuß angewandt werden. (D. R. P. 551 605 Kl. 121 vom 27/5. 1930, ausg. 4/6. 1932. Zus. zu D. R. P. 550 156; C. 1932. II. 267.) DREWS.

**Preußische Bergwerks- und Hütten A.-G. Zweigniederlassung Salz- und Braunkohlenwerke Abteilung Kaliwerk Vienenburg, Vienenburg**, *Herstellung von Kaliumsulfat* aus natürlich vorkommenden Mehrfachsulfaten (Polyhalit u. dgl.), die CaSO<sub>4</sub> u. mindestens ein Leichtmetallsulfat enthalten, dad. gek., daß das Ausgangsmaterial zunächst der Einw. einer in W. gel. kohlensauren Mg-Verb., gegebenenfalls zur Beschleunigung des Rk.-Ablaufes in Ggw. von CO<sub>2</sub>, unterworfen u. die hierbei entstehende Kalium-Magnesiumsulfatlg. nach Abtrennung vom CaCO<sub>3</sub> in bekannter Weise weiter auf K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> verarbeitet wird. — Man arbeitet zweckmäßig bei Temp. zwischen 40 u. 50°. Die zur Umsetzung gebrachte Mg-Verb. wird aus MgCl<sub>2</sub> enthaltender Lauge mit gebranntem Kalk als Mg(OH)<sub>2</sub> gefällt. Die beim Prozeß anfallende MgCl<sub>2</sub> enthaltende Sulfatmutterlauge wird zur Gewinnung des im Prozeß zu verwendenden Mg(OH)<sub>2</sub> durch Fällung verwendet. (Oe. P. 128 332 vom 23/7. 1930, ausg. 25/5. 1932. D. Prior. 16/11. 1929.) DREWS.

**Charles Pouyau**, Frankreich, *Herstellung von Kaliumchlorat*. Man läßt auf eine wss. Lsg. von KCl in Ggw. von festem Kalk gasförmiges Cl einwirken. Während der Rk. wird die Temp. auf ca. 32° gehalten. Nach Beendigung der Rk. wird unter Fortsetzung des Rührens stark gekühlt. Das abgeschiedene KClO<sub>3</sub> wird abfiltriert. (F. P. 722 611 vom 24/8. 1931, ausg. 22/3. 1932.) DREWS.

**O. Piette**, Brüssel, *Gewinnung von Ammoniumchlorid aus den Mutterlauge der Natriumbicarbonatherstellung*. Die Fällung erfolgt mit NH<sub>3</sub> u. CO<sub>2</sub> in solchen Mengen, daß nur die Monocarbonate in Lsg. bleiben u. ohne daß der Sättigungspunkt des N-Monocarbonates erreicht wird. Zur Entfernung des überschüssigen NH<sub>3</sub> sowie der überschüssigen CO<sub>2</sub> wird die Lsg. alsdann erhitzt. Die entweichenden Gase werden in neuen Mengen von Mutterlauge gelöst. (Belg. P. 360 444 vom 7/5. 1929, Auszug veröff. 20/11. 1929.) DREWS.

**Reginald Hill Monk** und **Ludvig Firing**, Montreal, *Gewinnung von Bariumtitanat*. Krystallin. Ti-Hydrat wird unter heftigem Rühren mit BaCl<sub>2</sub> dispergiert; zur Koagulation wird BaCO<sub>3</sub> mit dem dispergierten Hydrat vermischt. Der abgetrennte Nd. wird alsdann bei Temp. von 840° calciniert. Er besteht aus reinem porigen Ba-Titanat. (Hierzu vgl. F. P. 655 399; C. 1929. II. 339.) A. P. 1856 351 vom 10/8. 1928, ausg. 3/5. 1932.) DREWS.

**Kali-Forschungs-Anstalt G. m. b. H.**, Berlin, *Herstellung von neutralem und wasserfreiem Calciumnitrat*. Man läßt Stickoxyde auf ein Gemisch von Ca(OH)<sub>2</sub> u.

Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub> einwirken. Z. B. löscht man gebrannten Kalk mit einer Lsg. von Ca(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>; oder man gibt NaNO<sub>3</sub> zu CaCO<sub>3</sub>. Die Aufnahme der Stickoxyde erfolgt völlig gleichmäßig. Gegebenenfalls kann man auch briktierte Gemische der genannten Substanzen verwenden. (F. P. 722 995 vom 18/9. 1931, ausg. 31/3. 1932. D. Prior. 24/2. 1931. E. P. 371 279 vom 2/10. 1931, ausg. 12/5. 1932. D. Prior. 24/2. 1931.) DREWS.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., übert. von: **Erich Noack**, Leverkusen, und **Friedrich Schubert**, Köln-Deutz, *Herstellung von Borcalcium*. Zur Herst. von CaB<sub>6</sub> erhitzt man ein Gemisch von Kohle, einer bei der Rk.-Temp. dissoziierenden Ca-Verb. u. einer B-Verb., wie Borsäureanhydrid, Borsäure oder deren Salze, auf helle Weißglut. (A. P. 1 858 413 vom 16/5. 1931, ausg. 17/5. 1932. D. Prior. 30/12. 1929.) DREWS.

**International Silica Corp.**, Virginia, übert. von: **Thomas O. Me Adoo**, Edgewood, *Gewinnung von Tonerde*. Al, SiO<sub>2</sub> u. Fe enthaltende Schiefer o. dgl. werden mit einem Gemisch von HCl, HF u. W. digeriert. Die so erhaltene Lsg. wird unter Druck erhitzt. Die in ihr vorhandene SiO<sub>2</sub> wird alsdann durch Zusatz einer verhältnismäßig geringen Menge Alkali gefällt. Anschließend folgt die Ausfällung des Fe durch Zugabe zur Bldg. von Aluminat ausreichender Mengen Alkali. Endlich wird das Aluminat durch Säuren zers. (A. P. 1 858 165 vom 19/7. 1928, ausg. 10/5. 1932.) DREWS.

**Axel Sigurd Burman**, Huddinge, und **Ivar Rennerfelt**, Djarsholm, *Gewinnung von Tonerde*. Al, Fe, Ca o. dgl. enthaltende Stoffe werden der Einw. von Red.-Mitteln, wie C oder Gasen, ausgesetzt. Man arbeitet bei genügend hohen Temp., jedoch unterhalb des F. des betreffenden Prod., so daß das Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> unl. wird. Das red. Fe u. andere Verunreinigungen werden nunmehr mit Hilfe einer Säure oder eines Gases entfernt. Die einzelnen Verf.-Stufen werden abwechselnd wiederholt, bis der Rückstand aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mit oder ohne C besteht. (E. P. 369 244 vom 11/11. 1930, ausg. 14/4. 1932. Schwed. Prior. 11/11. 1929.) DREWS.

**Lonza Werke Elektrochemische Fabriken G. m. b. H.**, Waldshut, *Gewinnung von Tonerde*. (E. P. 371 112 vom 7/3. 1931, ausg. 12/5. 1932. D. Prior. 7/3. 1930. — C. 1932. I. 1700 [F. P. 715 271].) DREWS.

**Lonza Werke Elektrochemische Fabriken G. m. b. H.**, Waldshut, übert. von: **Lonza Elektrizitätswerke und Chemische Fabriken A.-G.**, Basel, *Gewinnung von Tonerde*. Das Verf. des E. P. 371 112 wird dahin abgeändert, daß die erhaltenen Aluminate mit weniger als der theoret. Menge der zur Bldg. von neutralen Salzen erforderlichen Säure digeriert werden, wobei eine zweiphasige Rk. verläuft. In der 1. Phase gibt das Aluminat ein n. Al-Salz, während in der 2. Phase das übrig gebliebene Aluminat mit dem n. Salz unter Bldg. eines bas. Al-Salzes reagiert. Alsdann wird die Tonerde in üblicher Weise gefällt. (Hierzu vgl. F. P. 715 271; C. 1932. I. 1700.) (E. P. 371 259 vom 18/8. 1931, ausg. 12/5. 1932. Schwz. Prior. 21/8. 1930. Zus. zu E. P. 371 112; vgl. vorst. Ref.) DREWS.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: **Max Zimmermann**, Leverkusen-Küppersteg), *Herstellung reiner Berylliumsalze* aus Be-Fluoriden bzw. Alkaliberylliumdoppelfluoriden, insbesondere aus dem Be-Fluorid bzw. bas. Fluorid, das durch Aufschluß von Be-Mineralien mit gasförmiger HF bei 100 bis 600° erhalten wird, 1. dad. gek., daß man die Lsgg. dieser Verb. mit l. Erdalkaliverb. in schwach saurer Lsg. umsetzt, deren H-Ionenkonz. höchstens einer etwa 5<sup>0</sup>/<sub>10</sub>g. Essigsäurelös. entspricht. — 2. dad. gek., daß man die Lsgg. dieser Verb. mit Erdalkaliacetaten umsetzt. (D. R. P. 550 758 Kl. 12 m vom 11/1. 1931, ausg. 20/5. 1932.) DREWS.

**Verein für chemische und metallurgische Produktion**, Aussig a. E., *Herstellung von Titandioxyd aus Titantrichlorid* durch Spaltung mit W.-Dampf in der Hitze unter getrennter Einführung des TiCl<sub>4</sub> u. des W.-Dampfes in den auf Spalttemp. erhitzten Rk.-Raum, dad. gek., daß Spalttemp. von 300—400° angewendet werden. (D. R. P. 551 448 Kl. 22f vom 8/7. 1930, ausg. 1/6. 1932.) DREWS.

Luigi Maranelli, Scritti sullo zolfo. Milano: Cisalpino 1931. (75 S.) 8°.

## VI. Glas; Keramik; Zement; Baustoffe.

**Percy C. Kingsbury**, *Keramik und Chemie*. Übersicht über Chemie, Technologie u. Anwendung des Steinzeugs in Chemie u. Elektrotechnik. (Journ. chem. Education 9. 795—819. Mai 1932. New York.) SALMANG.

**E. Schirm**, *Elektrisch beheizte Öfen der keramischen Industrie*. (Keram. Rdsch. 39. 616—17. 629—32. 644—45. 1931.) SALMANG.

**Tokichi Noda, Iwao Honjo und Shigeru Oyamada**, *Die Handhabung der Kalköfen in Japan*. Stoff- u. Wärmebilanzen u. Temp.-Verteilung eines Kalkofens. (Journ. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 35. 99 B—105 B. März 1932. Tokio, Univ., College of Technol.) SALMANG.

—, *Notiz über das Probeschöpfen im Glasschmelzbetrieb*. Hinweis auf mögliche Fehler der Probenahme. (Sprechsaal 64. 68. 1931.) SALMANG.

**Fr. Salaquarda**, *Chemische Vorgänge bei der Silberbeize*. Die wichtigsten Ag-Verbb. wurden auf ihre Eignung untersucht. Diese hängt nur von deren Reduzierbarkeit ab. Sb<sub>2</sub>O<sub>3</sub> macht Glas noch aufnahmefähiger als As<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, besonders, wenn das Glas hart ist. MnO wirkt ebenfalls erhöhend, Ce<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wirkt bei Borosilicatgläsern verbessernd, bei Kalknatrongläsern verschlechternd ein. Gute Färbungen erfordern die Anwesenheit reduzierender bzw. koagulierender Stoffe im Glase. Die Farben der Ag-Vitrosolen sind denen der Ag-Hydrosole gleich, was für die kolloidale Natur der Färbung spricht. 1 Farbtafel als Anlage. (Sprechsaal 65. 310—13. 28/4. 1932.) SALM.

**L. Springer**, *Über Gelbbeize auf Glas*. (Vgl. C. 1932. I. 859.) Diskussion der während des letzten Jahres veröffentlichten Arbeiten mit Rücksicht auf eigene Arbeiten des Vfs. (Sprechsaal 65. 351—52. 12/5. 1932. Zwiesel, Bayr. Staatl. Fachschule f. Glasindustrie.) SALMANG.

**A. Bresser**, *Sicherheitsglas*. (Chem. Apparat 19. 62—64. 25/3. 1932. — C. 1932. I. 2624.) SALMANG.

**J. Wilson**, *Sicherheitsglas: Seine Geschichte, Herstellung, Prüfung und Entwicklung*. Allgemeine Übersicht. (Journ. Soc. Glass Technol. 16. Nr. 61. 67—79. März 1932. Birmingham, Triplex Glass Co.) SALMANG.

**Félix Chalamel**, *Untersuchung über die Flußmittelwirkung der Feldspatgesteine und ihren Einfluß auf die Sillimanitbildung*. Beim Brennen bei 1280—1300° entsteht in der Ton-Feldspatmischung nur unter folgender Wrkg. geringste Porosität: Ein bildsamer, feuerfester Ton verlangt einen Feldspat mittlerer Feuerfestigkeit, ein bildsamer Steinzeugton einen Feldspat hoher Feuerfestigkeit. Gleichmäßigere Erzeugnisse aus feuerfesten Tonen erhält man mit höher schmelzendem Feldspat unter Erhöhung der Brenntemp. Für jeden Ton gibt es ein Optimum des Feldspatzusatzes, das für viele Tone ermittelt wurde. Höher schmelzende Feldspäte geben körnigen Sillimanit, niedriger schmelzende nadeligen Sillimanit, der im Scherben aber unerwünscht ist. Der körnige Sillimanit geht bei anhaltendem Erhitzen in nadeligen über. (Céramique [1] 35. 137 bis 146. Juni 1932. Groupement des Fabricants de grès cérame.) SALMANG.

**Max Pulfrich**, *Ofenkacheln und Töpferplatten*. Das Platzen von Kacheln im Gebrauch war auf Anwesenheit von Cristobalit zurückzuführen, der durch seine hohe sprunghafte Wärmedehnung bei 230° wirkte. (Keram. Rdsch. 40. 239—40. 12/5. 1932. Berlin, Chem. Lab. f. Tonind.) SALMANG.

**W. G. Bob**, *Zur Frage der Widerstandsfähigkeit von Wandplatten gegen die Bildung von Haarrissen*. Bericht über Prüfung von Wandplatten mittels der Dampfdruckprobe. Auch Platten, die 15 Jahre lang haarrißfrei geblieben waren, zeigten bei Drucken von 7—15 kg/qcm Risse. Die Porosität des Scherbens ist von größter Bedeutung. Zuweilen kann man einen nicht zu porösen Scherben durch eine andere Glasur rissefrei machen, aber nur selten. Die Glasur muß möglichst dünn gehalten werden. (Keram. Rdsch. 40. 277—79. 2/6. 1932.) SALMANG.

**Gordon S. Dick**, *Mitteilungen über die Technologie und Theorie des Portlandzementes*. Allgemeines über Technologie u. Theorie der modernen Zemente mit Beschreibung einer südaustral. Anlage. (Chem. Engin. Mining Rev. 24. 215—20. 5/3. 1932.) SALMANG.

**Nitzsche**, *Raschbindende Zemente*. Bericht über die Eigg. von rasch bindendem sog. Bronzement, der durch Zusatz von „Densin“ in seiner Abbindung geregelt werden kann. Er wird nur mit W. angemacht. Es werden hohe Festigkeiten erreicht. (Tonind.-Ztg. 56. 499—500. 9/5. 1932. Frankfurt a. M.) SALMANG.

**Korepanoff und Muchinsky**, *Zementierung von Ölquellen mit Hilfe eines Beschleunigers*. Der beschleunigende Einfluß von 0—5% CaCl<sub>2</sub> auf Abbindung von Zement bei Temp. bis zu 70° wurde untersucht u. als beträchtlich gefunden. Wegen der hohen W.-Säulen, welche in Bohrlöchern oft auf dem abbindenden Zement lasten, wurden auch solche Abbindeverss. unter Druck vorgenommen. Druck beschleunigte die Abbindung. (Journ. Inst. Petroleum Technologists 18. 197—212. März 1932.) SALMANG.

**E. Madgwick**, *Eine Untersuchung über einige Eigenschaften poröser Baustoffe. Teil I. Die absolute Porosität und der Sättigungskoeffizient.* Literaturübersicht, Beschreibung eines Hg-Porosimeters u. Ableitung der Formel zur Berechnung der Porosität u. des Sättigungskoeff. (Philos. Magazine [7] 12. 1155—60. 1931.) SALMANG.

**E. Madgwick**, *Einige Eigenschaften poröser Baustoffe. Teil II. Der Fluß der Luft durch poröse Stoffe.* (I. vgl. vorst. Ref.) Ableitung von Formeln für die eindringende W.-Menge, den Widerstand der äußeren Haut u. der Bedeutung für das Problem der Ausblühungen. Die Ergebnisse sind experimentell belegt. (Philos. Magazine [7] 12. 1160—68. 1931. Singapore.) SALMANG.

**E. Madgwick**, *Einige Eigenschaften poröser Baustoffe. III. Eine Theorie der Absorption und Durchlässigkeit von Wasser durch poröse Stoffe.* (II. vgl. vorst. Ref.) Vf. betrachtet das Problem mit den Hilfsmitteln der Hydromechanik u. entwickelt Gleichungen, welche im Original eingesehen werden müssen, für die Strömung von W. in porösen Stoffen bei Strömen in vertikaler u. horizontaler Richtung. (Philos. Magazine [7] 13. 632—41. März 1932.) SALMANG.

**E. Madgwick**, *Einige Eigenschaften poröser Baustoffe. Teil IV. Die Bestimmung der Absorptionskonstante einer homogenen Probe.* (III. vgl. vorst. Ref.) Die W.-Aufnahme eines Steins wurde in Abhängigkeit von der Zeit gemessen, dgl. mit Hilfe der ermittelten Gleichungen die Absorptionskonstante einer großen Zahl von natürlichen u. künstlichen Baustoffen. Sie stehen in Beziehung zum Verh. der Steine gegen Witterungseinflüsse. (Philos. Magazine [7] 13. 641—50. März 1932.) SALMANG.

**H. Burchartz**, *Mauer- und Putzsande.* Zusammenstellung der zu fordernden Eigg. mit Angaben über Zus. (Dtsch. Ziegel-Ztg. 1932. 230—31. 21/5. Berlin-Dahlem.) SALM.

**A. Frey Samsioe**, *Die Porosität von Sand verschiedener Korngröße.* Kornfraktionen desselben Sandes hatten nicht dieselbe Porosität beim Einschütten in Gefäße. Das Massenwirkungsgesetz von GULDBERG u. WAAGE läßt sich auf Mischungen von 2 Körnungen anwenden zur Berechnung der Porosität. Vf. leitet hieraus die Formeln zur Berechnung der Porositäten verschiedener Mischungen ab. (Betong 70. 17—25. 11/1. 1932. Stockholm.) SALMANG.

**E. J. Kilcawley**, *Widerstand von Beton gegen Witterungseinflüsse.* An Hand eines großen Versuchsmaterials wird gezeigt: Die Wrkg. von Frieren u. Tauen ist in einer mageren M. schlimmer als in einer n. M. Durch Ersatz von 10% Zement in fetten Massen durch Ton wird die Frostbeständigkeit stark erniedrigt. Ersatz von 10% Zement durch Ton erhöht in einem Beton mit 5—6 Sack Zement auf 1 Kubikyard Beton die Druckfestigkeit, wenn letzterer unter W. gehalten wird, ohne zu frieren. 45 Cyclen des Auftauens u. Frierens genügten nicht, um die versuchten Mischungen zum Zerfall zu bringen. (Rensselaer Polytechn. Inst. Bull. Eng. Science Series 1932. Nr. 36. 46 Seiten. März.) SALMANG.

—, *Beschreibung feuerfester Mörtel.* Ein plast. feuerfester Stoff von hoher Beständigkeit. (Chaleur et Ind. 13. 271. März 1932.) SALMANG.

—, *Die Glasanalyse unter Berücksichtigung neuerer Schnellmethoden.* (Glashütte 62. 301—02. 318—19. 2/5. 1932.) SALMANG.

**B. Lange**, *Anwendung der Halbleiterphotozellen im glastechnischen Laboratorium.* Die Alkaliphotozellen haben bisher im glastechn. Laboratorium trotz der Wichtigkeit opt. Messungen kaum Verwendung gefunden, weil ihre spektrale Empfindlichkeit beschränkt ist u. weil sie ihrer schwachen Photoströme wegen diffizile elektrometr. Einrichtungen nötig machen. Diese beiden Nachteile werden durch die Halbleiterphotozellen beseitigt. — Nach einer Besprechung der physikal. Grundlagen wird auf die Anwendungen eingegangen: Einfache photometr., spektralphotometr., Reflexions- u. colorimetr. Messungen werden an Beispielen erläutert. (Sprechsaal 65. 255—56. 275—77. 293—94. 21/4. 1932. Berlin-Dahlem, Kaiser Wilh.-Inst. f. Silicatsforsch.) SKAL.

**J. B. Murgatroyd**, *Die Untersuchung von Handelsglaswaren.* Die Unters. erstrecken sich auf solche mit dem Polariskop, therm. Widerstandsfähigkeit, Stoß, inneren Druck von Flaschen. Zur Beurteilung genügt es nie, nur eine Eig. zu prüfen, oder an zu wenigen Exemplaren Unters. vorzunehmen. (Journ. Soc. Glass Technol. 16. Nr. 61. 5—17. März 1932. Greenford, Middlesex, Brit. Hartford-Fairmont Synd.) SALMANG.

**E. J. C. Bowmaker** und **J. D. Cauwood**, *Über die Gesamtheit der Proben zur Prüfung von Glasbehältern.* An Hand eines großen Materials wird gezeigt, daß Prüfungen an zu kleinen Behältern wertlos sind. Für Forschungszwecke müssen mindestens 500 Stück benutzt werden. Für Schnellunters. können kleinere Muster benutzt

werden, die aber alle Fehler zeigen müssen. (Journ. Soc. Glass Technol. 16. Nr. 61. 22—23. März 1932. London, Canning Town Glass Works, Ltd.) SALMANG.

**H. Reich**, *Eine neue Apparatur zur Messung der Wärmeausdehnung feuerfester Stoffe im Temperaturbereich von 0—1700°*. In einem senkrecht stehenden Ofen stehen Stäbe aus dem zu untersuchenden Stoff u. einem Vergleichsstoff von bekannter Ausdehnung. Beide Körper tragen eine Übertragungsvorr., welche auf die Arme einer Waage wirken. Der Ausschlag der Waagebalken wird gemessen. (Ber. Dtsch. keram. Ges. 13. 157. 166. April 1932. Berg.-Gladbach, HIBY & SCHROER A.-G.) SALM.

**Deutsche Ton- & Steinzeug-Werke Akt.-Ges.**, Berlin, *Herstellung von flüssigkeitsabweisenden Salzglasuren auf Gegenständen aus Steinzeug, vorzugsweise von Urinalständern*, wobei ein Flußmittel Verwendung findet, dad. gek., daß die ungeformten gebrannten Gegenstände mit einer magnesiumhaltigen Engobe versehen bzw. ihre Oberfläche mit der Lsg. einer wasserl. oder der Suspension einer wasserunl. Verb. des Mg getränkt wird, worauf nach bekannten Methoden eine Salzglasur auf dem Scherben erzeugt wird. — An Stelle von Verb. des Mg können auch Verb. der anderen Erdalkalimetalle verwendet werden. (D. R. P. 548253 Kl. 80 b vom 1/1. 1930, ausg. 12/4. 1932.) KÜHLING.

**Stanz- & Emaillierwerke vorm. Prang Söhne**, Xanten, *Überziehen von Gegenständen mit Email, Glasuren oder sonstigen Überzugstoffen*, dad. gek., daß die zu überziehenden Gegenstände in einen geschlossenen Raum eingebracht werden, der mit einem die festen Überzugstoffe tragenden Flüssigkeitsnebel erfüllt ist, wobei durch Kondensation des dampfförmigen Trägerstoffes auch die festen Stoffe ohne Gegenübertragung zum Niederschlag gebracht werden. — Zweckmäßig werden die Gegenstände vor dem Einbringen in den Niederschlagsraum stark abgekühlt. (D. R. P. 548850 Kl. 48 c vom 12/9. 1930, ausg. 20/4. 1932.) KÜHLING.

**Eisen- & Emaillierwerke Akt.-Ges.**, Werk Wilhelmshütte und Robert Saladin, Sprottau-Wilhelmshütte, *Emaillieren von Gegenständen aus Eisen und anderen Stoffen, besonders von eisernen Badewannen u. dgl.* durch Aufstreuen von Puderemail in der Vorr., in welcher der Gegenstand erhitzt wird, dad. gek., daß die zu emaillierenden Gegenstände in einer elektr. geheizten Muffel, welche während des Aufpuderns des Emails u. der Erhitzung wie die bekannten Pudertische geschwenkt u. gedreht werden kann, auf die zum Emaillieren erforderliche Temp. erhitzt u. nach abgenommenem Muffeldeckel in der Muffel selbst in einem Arbeitsgang mit Email so lange bestreut werden, bis überall genügend Emailmasse aufgebracht u. eingebrannt ist. — Es werden vollständig gleichmäßige Emaillierungen erzielt. (D. R. P. 548584 Kl. 48 c vom 8/5. 1929, ausg. 16/4. 1932.) KÜHLING.

**George Albert Schramko**, Randwick, Australien, *Herstellung von Bleiglas Ornamentenglas*. Man bringt auf eine Glasoberfläche in Pastenform eine M. aus Mennige (4—5 Teile), Quarz (2—2½ Teile), Borax (4—5 Teile), Arsenik (0,05—0,1 Teil), ferner je 8—11 Tln. Co- u. Fe-Oxyd u. 1—2 Teilen SnO auf. Die M. schm. bei etwa 600—660°, etwas unterhalb des F. des Glases; beim Schmelzen erhält die Glasscheibe eine wellige Oberfläche. (Aust. P. 28963/1930 vom 11/9. 1930, ausg. 17/9. 1931.) ALTPETER.

**Emil Busch Akt.-Ges.**, *Optische Industrie*, Rathenow, *Härten von optischen Gläsern*, besonders Linsen u. Brillengläsern, durch Erwärmen mit nachfolgendem plötzlichem Abkühlen, dad. gek., daß das Erwärmen der Gläser durch erhitzte hochsd. Metall- oder Salzäder erfolgt, deren D. höher ist als die der betreffenden Gläser. — Es können auch fertiggeschliffene u. polierte Gläser in dieser Weise gehärtet werden, da die Bäder die Glasoberflächen nicht beschädigen. (D. R. P. 548159 Kl. 32 a vom 26/11. 1930, ausg. 13/4. 1932.) KÜHLING.

**Herbert John Mallabar**, Watford, England, *Verfahren zur Herstellung von Verbundglas* durch Zusammenpressen von mit Gelatine überzogenen Glasplatten mit einem mit Gelatine überzogenen, aus Celluloseacetat bestehenden Film, wobei vor dem Zusammenpressen die Gelatineschichten durch Behandeln mit flüchtigen Stoffen erweicht werden, dad. gek., daß die Flächen der Glasplatten zuerst durch Überziehen mit einer sehr dünnen Schicht gehärteter, aber noch immer l. Gelatine vorbehandelt u. dann mit einer Schicht gewöhnlicher Gelatine überzogen werden, während der Film aus Celluloseacetat vor dem Aufbringen der Gelatineschicht mit einer flüchtigen Substanz, wie Äther, behandelt worden ist. Das zur Erweichung der Gelatineschicht dienende Mittel enthält selbst Gelatine. (Oe. P. 126970 vom 9/3. 1928, ausg. 25/2. 1932.) ENGEROFF.

**Friedrich Schiedt**, Sorau, N. L., *Spaltersicheres Glas* aus zweckmäßig zuvor einer Harttrocknung unterworfenen elast. Celluloseesterplatten, die mit Deckschichten aus Gelatine oder aus einem Lacküberzug versehen sind, u. in heizbaren Preßräumen in der Wärme verpreßt werden. (Schwz. P. 151 239 vom 27/12. 1930, ausg. 16/2. 1932. D. Prior. 10/4., 10/5. u. 5/9. 1930.) PANKOW.

**Carl Haver & Ed. Boecker**, Oelde i. W., *Cellulosefolie mit Einlage aus Drahtgewebe*, dad. gek., daß das Gewebe aus Flachdraht oder an den Kreuzungsstellen abgeflachtem Runddraht besteht. (Vgl. E. P. 356 610; C. 1932. I. 1140.) (D. R. P. 536 797 Kl. 39 a vom 12/10. 1929, ausg. 5/4. 1932.) ENGEROFF.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Fritz Winkler**, Ludwigshafen a. Rh.), *Erzeugen plattenförmiger Körper aus Quarz* oder ähnlichen schwer-schm., nicht metall. Werkstoffen, bei dem das zerkleinerte Material auf dem abnehmbaren Boden eines Ofens in gleichmäßiger Schicht ausgebreitet u. zweckmäßig auf eigener Unterlage geschm. wird, dad. gek., daß das Schmelzen durch die in eine über der Sohle angeordnete Haube eintretenden u. durch den zwischen Haube u. Ofensohle ringsum frei bleibenden Spalt wieder austretenden Flammen eines Heizgasstromes, z. B. eines Gas-Sauerstoffgebläses erfolgt, so daß das zu schm. Material auf der ganzen Oberfläche gleichmäßig bestrichen u. erhitzt wird. — Die Erzeugnisse sind frei von Verunreinigungen. (D. R. P. 549 083 Kl. 32 a vom 30/11. 1929, ausg. 22/4. 1932.) KÜHL.

**Jenaer Glaswerk Schott & Gen.**, Jena, *Herstellen von Abzweigen an Rohren und ähnlichen Hohlkörpern aus Quarz*, dad. gek., daß die in richtiger Lage in das um einen elektr. Widerstand gehäufte Material eingebetteten, fertig erschmolzenen Abzweige mit dem um den Widerstand erzeugten Quarzrohling verschmolzen werden, nach Entfernen des Heizwiderstandes der Quarzrohling mit den anhängenden Abzweigen in eine Blasmform eingeführt u. darin zur gewünschten Größe aufgeblasen wird, worauf nach dem Erstarren die überflüssigen Teile des Hohlkörpers, besonders die Wandstärke, innerhalb der Abzweige entfernt werden. — Auch bei größeren Abzweigen u. Abzweigen von größerer Wandstärke werden spannungsfreie Erzeugnisse erhalten. (D. R. P. 549 675 Kl. 32 a vom 10/12. 1930, ausg. 30/4. 1932.) KÜHLING.

**Ernst Justus Kohlmeyer**, Berlin, *Vorbehandeln von Steinen, Tiegeln o. dgl. aus Graphit, Ton, Tonerde, Magnesit oder ähnlichen für Zustellung von besonders für Leichtmetalle bestimmten Öfen durch Glühen*, dad. gek., daß das Glühen unter Vakuum geschieht u. die Wiederherst. des atmosphär. Druckes in den Zustellungsmaterialien in vollkommen trockenen Gasen, wie Luft, N<sub>2</sub> usw., erfolgt. — Die Vakuumbehandlung der Zustellungsmaterialien kann innerhalb von fl. Metallen geschehen. (D. R. P. 551 104 Kl. 31 a vom 31/5. 1930, ausg. 31/5. 1932.) KÜHLING.

**Dr. C. Otto & Co. G. m. b. H.**, Bochum, *Feuerfester Mörtel für Silicasteine* aus einem SiO<sub>2</sub> enthaltenden Grundstoff mit Zusatz von CaO, dad. gek., daß der Grundstoff hochkieselsäurehaltig ist, also z. B. vorwiegend aus Quarzsand unter Zusatz von feingemahlener Silicabrocken besteht u. daß der Zusatz von CaO 2—4% beträgt. — Die Erzeugnisse besitzen einen Druckerweichungspunkt von 1600° u. mehr. (D. R. P. 549 262 Kl. 80 b vom 21/11. 1928, ausg. 25/4. 1932.) KÜHLING.

**Werner Studte**, Düsseldorf, *Herstellung von Kanalsteinen u. dgl. zum Durchleiten von fl. Metall*, 1. gek. durch die Anwendung des zur Herst. von Kalksandsteinen üblichen Verf. — 2. dad. gek., daß an Stelle von Quarzsand in bekannter Weise körniger Quarzit, Schamotte, Schlackensand, gekörnter Kies, Abfälle von feuerfesten Steinen u. ähnliche Stoffe verwendet werden. — Die Formstücke, besonders die Kanäle, werden nach der Fertigstellung mit einem Überzug versehen, z. B. glasiert. (D. R. P. 549 467 Kl. 31 c vom 4/6. 1931, ausg. 28/4. 1932.) KÜHLING.

**Henri Eli White**, Sydney, Australien, *Herstellung von Portlandzement*. Man vermischt Ca(OH)<sub>2</sub> mit Asche aus mit Staubkohle befeuerten Öfen u. zerkleinert die M.; falls erforderlich, können zur Mischung weitere Zusätze gemacht werden. (Aust. P. 27 600/1930 vom 2/7. 1930, ausg. 23/7. 1931.) ALTPETER.

**Fried. Krupp Grusonwerk Akt.-Ges.**, Magdeburg-Buckau, *Trocknen und Erhitzen von trockenem und feuchtem Rohgut*, das in Öfen einer Hitzebehandlung unterworfen werden soll, vorzugsweise von Zementrohgut unter Beimischung von Fremdkörpern aus feuerfestem Stoff, die vor der eigentlichen Hitzebehandlung des Rohguts von diesem getrennt u. mit frischem Rohgut wieder aufgegeben werden, dad. gek., daß dem Rohgut Hohlkörper, besonders Ringe zugesetzt werden, die auch dann den Gasen einen freien Durchgang gewähren, wenn die Hohlkörper von einer Gutkruste eingehüllt werden. — Es wird vollkommene Auflockerung u. Gasdurchlässigkeit

erzielt als bei den bekannten Verff. (D. R. P. 548 664 Kl. 80 c vom 6/5. 1930, ausg. 16/4. 1932.)

**Arno Andreas**, Münster, *Herstellung von Schmelzzement*, 1. dad. gek., daß die Entsäuerung des Rohgutes nahezu vollständig auf einem Wanderrost erfolgt. — 2. Vorr. zur Ausführung des Verf. nach Anspruch 1, bestehend aus einem Flammofen mit davor geschaltetem Vorbrennofen, dad. gek., daß zwischen dem als Vorbrennofen dienenden Wanderrost u. dem Flammofen eine geneigte Fläche oder Schurre eingebaut ist, über die das Gut hinunterstürzt, während der Abzugskanal an dieser Stelle verengt ist. — Bei den bekannten Vorbrennvorr. war eine annähernd vollständige Entsäuerung des Rohgutes nicht möglich. (D. R. P. 552 339 Kl. 80 c vom 11/9. 1929, ausg. 11/6. 1932.)

KÜHLING.

**Hans Nitzsche**, Frankfurt a. M., *Erhöhung der Zug- und Druckfestigkeit von Zementmörtel oder Beton*, bei dem nach der Erhärtung Zutritt von W. normalerweise nicht in Frage kommt, durch Zusatz von Schwefel, 1. dad. gek., daß man dem zur Herst. des Betons oder Mörtels zu verwendenden Zement vor der Verarbeitung elementaren Schwefel zusetzt u. den Mörtel oder Beton nach seiner Erhärtung vorübergehend bis zum Schmelzen des darin enthaltenen Schwefels erhitzt. — 2. dad. gek., daß man den Schwefel dem Trockengemisch des Mörtels oder Betons zusetzt. — Die Erhitzung der Bauteile kann mittels beheizbarer Bandagen erfolgen. (D. R. P. 549 200 Kl. 80 b vom 1/4. 1927, ausg. 25/4. 1932.)

KÜHLING.

**Josef Prohaska**, Wien, *Zuschlagstoff für Leichtbeton*. Verbrennungsrückstände von Kohle oder Koks werden von groben u. pulverförmigen Anteilen befreit, in erdfeuchtem Lehm gewälzt, zweckmäßig in Drehtrommeln, die Erzeugnisse getrocknet u. bis zum Sintern des Lehms geblüht. Die erhaltenen Körner sind leicht, aber sehr hart. (Oe. P. 127 803 vom 24/9. 1929, ausg. 25/4. 1932.)

KÜHLING.

**Paul Lechler**, Stuttgart, *Teer- und Asphaltbeton*. Die Steine werden zuerst mit fl. Teer, Asphalt oder Teeremulsionen überzogen, den fl. Überzugsmassen wird festes Harz- oder Asphaltpulver zur Erhöhung der Klebkraft zugesetzt. (Tschechosl. P. 33 721 vom 2/8. 1928, ausg. 25/9. 1929. D. Prior. 13/9. 1927.)

SCHÖNFELD.

„Polmin“ **Państwowa Fabryka Olejów Mineralnych und Franciszek Limbach**, Drobobycz, *Bituminöse (Asphalt-)Emulsionen für Straßenbauzwecke*. Es werden getrennt eine Mischung von mineral. Kies verschiedener Korngröße u. eine Mischung von Asphalt mit fein gepulvertem mineral. Material bereitet, beide Massen bei 150° schnell vermischt, bis alle Teile der Mineralmischung mit Asphalt bedeckt sind u. unter Mischen so gekühlt, daß das Material streufähig bleibt. (Poln. P. 13 119 vom 11/6. 1929, ausg. 10/4. 1931.)

SCHÖNFELD.

**Wilhelm von Meng**, Grundlagen für die rationelle Zusammensetzung von Beton. Berlin-Charlottenburg: Zementverl. 1932. (142 S.) 8°. M. 5.—.

## VII. Agrikulturchemie; Düngemittel; Boden.

**A. Wilhelmj**, *Praktische Schlußfolgerungen aus neuen Forschungen über das Verhalten der Phosphorsäure im Boden*. Thomasmehl ist in reinem W. bei wiederholter Einw. I. Es wird bei Kopfdüngung genau so aufgenommen wie Superphosphat. (Österr. Chemiker-Ztg. 35. 81—82. 1/5. 1932.)

L. WOLF.

**André Graire**, *Über die Zusammensetzung, Löslichkeit, Assimilierbarkeit und Dosierung der Phosphate und der phosphorhaltigen Düngemittel*. Zur Best. der I. Phosphorsäure werden verschiedene Phosphate behandelt mit Citronensäure verschiedener Konz. u. mit Ammoniumcitrat mit steigendem NH<sub>3</sub>-Geh. Die Löslichkeit des Superphosphats ist in diesen Lösungsmm. annähernd die gleiche. Käufliches sek. Ca-Phosphat, enthaltend etwas tertiäres Phosphat u. Calciumoxyphosphat, ist in W. wl. Die Löslichkeit in Citronensäure u. in Ammoniumcitrat ist eine gute. Die Löslichkeit der Rohphosphate ist abhängig vom Feinheitsgrad. Untersucht wurde ein Marokko-Phosphat mit einem Gesamt-Phosphatgeh. von 33,52% für den groben Anteil u. 35,24% P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> für den feinen, u. ein Gafsa-Phosphat, Gesamt-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Geh. des feinen Anteils 24,56% u. 28,96% für den groben. Das P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> ist im Gafsa-Phosphat viel löslicher, er enthält viel Carbonate u. Sulfate, während der Marokkophosphat Fluor enthält, worauf die schlechtere Löslichkeit zurückgeführt wird. Bei beiden nimmt die Löslichkeit mit zunehmender [H] zu. Die akt. (neutralen) Phosphate, dargestellt aus Tricalciumphosphat durch schwache Einw. von H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, zeigen ein analoges Verh. wie die Gafsa-Phosphate.

Knochenmehl (Gemenge von Calciumtriphosphat u.  $\text{CaCO}_3$ ) zeigt gute Löslichkeit in Citronensäure u. den Citraten mit verschiedenem  $\text{NH}_4$ -Geh. Die Löslichkeit in Ammoniumcitrat ist eine reversible Rk., Erhöhung der Citratkonz. begünstigt die Löslichkeit, Erhöhung der Alkalikonz. vermindert sie. Die Löslichkeit der bas. Schlacken ist von der Zus. der Lösungsm. u. von der Behandlungsweise abhängig. Bzgl. der Einzelheiten muß auf das Original verwiesen werden. (Chim. et Ind. 27. 1023—36. Mai 1932.) L. WOLF.

**A. Krjukow**, *Physiologische Einwirkung der Thomasschlacke und deren Beimischungen an Vanadium und Arsen auf Pflanzen*. Es wurde die Wrkg. der Düngung mit russ. Thomasschlacken, welche 38—40% Fe, 26% P, 5—6% Mn, etwa 0,15%  $\text{As}_2\text{O}_3$  u. 0,04% V enthalten, an Senf u. Gerste untersucht. Der Ertrag an Gerste nahm bei Sandböden mit Erhöhung der Thomasschlackengabe zu, bei Senf ab. Bei Böden mit starker Pufferwrkg. (Tschernosjom) wirkte aber auch bei Senf Thomasschlacke günstig.  $\text{As}_2\text{O}_3$ -Zusatz wirkte bei Sandböden ungünstig auf den Senfertrag, in kleineren Dosen mehr als in größeren. Ein Zusatz von 45 mg Na-Vanadat auf 1 kg Sandboden erniedrigte den Ertrag an Senf um die Hälfte. Verss. an Hafer: 10 mg Vanadat hatten in Topfverss. keinen Einfluß auf die Entw. des Hafers, bei 50 mg betrug der Ertrag nur 20% des n. Bei 100 mg  $\text{As}_2\text{O}_3$  wurde dagegen völlig n. Wachstum beobachtet. Unter den Verhältnissen des Ackerbodens wird bei Gw. großer Mengen organ. Substanz u. starker Pufferwrkg. eine schädliche Wrkg. größerer V-Dosen auf die Pflanze kaum beobachtet. Kleine Dosen wirken stimulierend. V in den Thomasschlacken wirkte weniger ungünstig, als die gleiche Menge zugesetzten Vanadats. (Düngung u. Ernte [russ.: Udobrenie i uroshai] 1931. 62—35.) SCHÖNFELD.

**O. Nolte**, *Ein neuer Beitrag über den Einfluß der Düngung auf die Güte der Ernten*. Die Auffassung der Vertreter der biol.-dynam. Düngungsweise, daß künstliche Düngung die Qualität der Ernteprodukt verschlechtert, konnte durch Düngeverss., über die Vf. berichtet, keine Bestätigung finden. (Kunstdünger u. Leim 29. 6—9. Jan. 1932.) W. SCHULTZE.

**György Eperjessy**, *Vorversuche zur Bestimmung des  $\text{pH}$ -Optimums einiger ungarischer Weizensorten*. Die Verss. wurden auf mäßig humosem u. lehmigem Gartenboden, der mittels  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bzw. NaOH auf den gewünschten  $\text{pH}$ -Wert eingestellt wurde, ausgeführt. Das  $\text{pH}$ -Optimum betrug für 4 Weizensorten 7,3, für 1 Sorte (für Alkaliböden geeignet) 8,4, was mit den prakt. Erfahrungen sehr gut im Einklang steht. (Mezőgazdasági Kutatások 5. 115—19. April 1932. Budapest, Agrochem. Inst. d. Univ.) SAIL.

**H. Dobert**, *Über die Reaktionsansprüche der Sojabohne*. Topfverss. ergaben, daß die in Ungarn u. Amerika gemachte Feststellung, das Wachstum der Sojabohne sei vom Rk.-Zustande des Bodens unabhängig, für deutsche Verhältnisse nicht zutrifft. Das Wachstumsoptimum scheint noch oberhalb von  $\text{pH} = 7,1$  zu liegen. (Ztschr. Pflanzenernähr., Düngung, Bodenkunde. Abt. B. 11. 173—76. April 1932. Lüneburg.) W. SCHULTZE.

**Max Hessenland und Fritz Fromm**, *Die Wirkung von Natriumchlorat auf Wasserpflanzen*. II. Mitt. über die Anwendung von Chloraten als Unkrautvertilgungsmittel. (I. vgl. C. 1931. II. 1745.) Verss. mit Entenflott u. Wasserpest ergaben selbst bei Anwendung von 1%ig.  $\text{NaClO}_3$ -Lsg. nur eine Schädigung, jedoch keine absol. Abtötung. Die Schädigung wird in ca. 3 Wochen überwunden. (Chem.-Ztg. 56. 326. 23/4. 1932. Königsberg.) GRIMME.

**D. E. Bullis**, *Einige Faktoren, welche die Zusammensetzung von Lösungen aus trockenem Kalkschwefel beeinflussen*. Der Wert der Lsgg. zur Insektenbekämpfung (scalicidal) wird durch Verlängerung der Lösungszeit, Verbesserung des Monosulfid/Sulfid-Verhältnisses, durch Erhöhung der Konz. auf 50 Pfund/Gallone (Tabellen im Original) u. vor allem durch höhere Temp. des verwendeten W. gesteigert. (Journ. econ. Entomology 24. 1247—52. 1931. Corvallis, Oregon, Agricult. Experim. Stat.) GD.

**C. H. Batchelder und D. D. Questel**, *Insekticide Bekämpfung des europäischen Kornbohrers: Die damit verbundenen Probleme und einige Versuchsergebnisse*. Am besten bewährte sich ein Spritzen mit einer Suspension von saurem Pb-Arsenat in 1%ig. Paraffinölemulsion; beide allein zeigten nicht genügende Wrkg. Durch die Kombination wird der Zwischenraumwiderstand angedrückter Laubblätter so vermindert u. die Oberflächenspannung der Pb-Arsenatsuspension so gesenkt, daß das Gift die ersten Entw.-Stufen des Insektes in den Blattscheiden erreichen kann. (Journ. econ. Entomology 24. 1152—67. 1931. U. S. Dep. of Agricult.) GROSZFELD.

**Ralph L. Miller und O. C. Mc Bride**, *Versuche mit Kupfercarbonat, Bleiarsenat und anderen Verbindungen gegen die Mittelmeer-Fruchtliege in Florida.*  $\text{CuCO}_3$  in Sirup-Zuckerlsg. war für die Fliege (*Ceratitis capitata* WIED.) fast ebenso giftig wie Pb-Arsenat, ebenso eine Reihe anderer Cu-Verbb. Die Giftigkeit sank durch niedrige Temp., niedrige Konz. u. Alkalität der Mischung; die Abtötung verlief bei vorher n. gefütterten Fliegen langsamer u. um so schneller, je größer die vom Gift bedeckte Fläche war. Feuchtigkeit, Licht u. Druck waren von geringem Einfluß.  $\text{CuCO}_3$  zeigt wenig Einw. auf Citrusbäume u. -früchte, Pb-Arsenat bewirkt Blattfall u. senkt den Citronensäuregeh. der Früchte. (Journ. econ. Entomology 24. 1119—31. 1931. U. S. Dep. of Agricult.) GROSZFELD.

**Ubaldo Rocci**, *Über die Hygroskopizität und über Veränderungen der Zusammensetzung von Melassen für die Insektenvertilgung.* Das Nachlassen der Lockkraft gewisser Melassen ist nicht auf chem. Zers., sondern auf die Flüchtigkeit gewisser Bestandteile zurückzuführen. (Ind. saccharifera Italiana 25. 5—9. Jan. 1932.) GRIMME.

**David L. Lindgren und Harold H. Shepard**, *Einfluß der Feuchtigkeit auf die Wirksamkeit gewisser Räuchermittel gegen Eier und Larven von Tribolium confusum Duv.* Die Wrkg. von Äthylenoxyd,  $\text{CS}_2$  u. Chlorpikrin auf Triboliumlarven ist kaum von der relativen Feuchtigkeit abhängig, wogegen die Wirksamkeit von  $\text{CS}_2$  u. Chlorpikrin auf die Eier bei Trockenheit sehr reduziert ist. Im allgemeinen ist Äthylenoxyd wirksamer bei den Eiern,  $\text{CS}_2$  u. Chlorpikrin mehr bei den Larven. (Journ. econ. Entomology 25. 248—53. April 1932. St. Paul, Minn.) GRIMME.

**Lajos Dworak**, *Beitrag zum Ausbau einer Düngungstechnik.* (Vgl. C. 1932. I. 276.) Vf. nimmt gegen die Arbeitsgrundlage u. Grundgedanken der Laboratoriumsmethoden zur Feststellung der Düngerbedürftigkeit der Böden Stellung, u. betont die Grundsätze der LIEBIG'schen Theorie zur Schaffung einer Düngungstechnik. (Mezőgazdasági Kutatószok 5. 127—32. April 1932.) SAILER.

**Sándor Schönfeld**, *Einige Bemerkungen zu Dr. Dworaks Auffassungen über die Laboratoriumsmethoden zur Untersuchung der Böden auf Nährstoffgehalt.* Gegenüber den theoret. Erwägungen von DWORAK (vgl. vorst. Ref.) wird dargelegt, daß die üblichen Laboratoriumsmethoden zur Best. des Nährstoffgeh. der Böden mit dem LIEBIG'schen Prinzip im Einklang stehen, u. die NEUBAUER'schen usw. Grenzzahlen nicht nur theoret., sondern in Wirklichkeit existierende Begriffe sind. (Mezőgazdasági Kutatószok 5. 133—34. April 1932.) SAILER.

**László Urbanek**, *Bemerkungen zum Vortrag: „Die Zukunft der Grundlagen der Düngungstechnik im Lichte der Liebig'schen Theorien“ von Dr. L. Dworak.* Vf. stellt fest, daß die sich auf den Mehrertrag beziehende Formel von DWORAK (vgl. vorvorst. Ref.) aus den Zusammenhängen, welche die LIEBIG'sche Theorie zum Ausdruck bringen sollten, direkt nicht abgeleitet werden kann. (Mezőgazdasági Kutatószok 5. 135—38. April 1932.) SAILER.

**M. J. Plice**, *Die Bestimmung von Nitraten in Böden, welche lösliche organische Substanzen enthalten.* Für die  $\text{NO}_3$ -Best. mit Phenoldisulfonsäure in Humusböden ist die vorherige Entfernung der organ. Substanz erforderlich. Die Lsg. wird eingedampft u. der Rückstand mit wenig  $\text{NH}_4(\text{OH})$ -Lsg. u. darauf mit  $\text{H}_2\text{O}_2$ -Lsg. benetzt. Eine Oxydation der Nitrite zu Nitraten geht bei dieser Behandlung nicht vor sich. (Soil Science 33. 213—15. März 1932. Cornell Univ.) W. SCHULTZE.

**A. I. Kogan, N. M. Jawnel und N. I. Churdenko**, *Zusammensetzung und Untersuchungsmethoden der Kupfer-Arseninspekticide.* Bericht über die Analyse einer Reihe ausländ. Insekticide. — Zur Best. der Essigsäure in Schweinfurtergrün wird die Einwaage in  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:4) gel., die Lsg. mit festem  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  neutralisiert u. mit 10—20 ccm  $\text{H}_2\text{O}_2$  die arsenige Säure oxydiert. Ansäuern mit sirupöser Phosphorsäure; die Essigsäure wird abdest.; die Dest. ist unter Zusatz von W. 3—4-mal zu wiederholen. (Journ. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promschlennosti] 8. Nr. 17. 45—50. 1931.) SCHÖNFELD.

**I. A. Parfentjev**, *Die Haftfähigkeit von Arseninspekticiden.* Bei Best. der Haftfähigkeit bewährte sich besonders eine in Deutschland gebräuchliche Vorr., bestehend aus einer schräggestellten polierten Metallplatte mit Klopfvorr. (Einzelheiten im Original). Die Haftfähigkeit auf den Blättern stand in gleicher Beziehung wie auf den Metallplatten. (Journ. econ. Entomology 24. 1261—63. 1931. Saint Louis, Univ.) GROSZFELD.

**Hubert Kappen**, Bonn, *Herstellung eines Kalium- und Magnesiumphosphat enthaltenden Düngemittels*, dad. gek., daß die in bekannter Weise aus  $MgCl_2$  oder  $MgCl_2$  enthaltenden Kalisalzen oder aus Mischungen von  $MgSO_4$  oder  $MgSO_4$  enthaltenden Kalisalzen mit  $CaCl_2$  unter Einw. von Wasserdampf hergestellte HCl auf Rohphosphate zur Einw. gebracht wird, worauf die dabei gel.  $H_3PO_4$  durch Zusatz des bei der Salzsäureherst. gewonnenen alkal. Rückstandes ausgefällt u. der Nd. gegebenenfalls durch Abpressen u. Auswaschen in stroufähige Form übergeführt wird. — Das Verf. führt zu einem wertvollen Düngemittel ohne Entstehung von Abfallprod. (D. R. P. 551 258 Kl. 16 vom 6/9. 1930, ausg. 27/5. 1932.) KÜHLING.

**A. Lambert**, New York, *Ammoniak, Phosphate und Kali enthaltende Düngemittel*. Man läßt  $CO_2$  u./oder  $NH_3$  auf in komplexer Lsg. befindliche Erdalkalisalze einwirken. (Belg. P. 362 829 vom 2/8. 1929, Auszug veröff. 17/2. 1930.) DREWS.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Karl Vierling**, Ludwigshafen a. Rh.), *Düngemittel*, bestehend aus dem Eindampfprod. der beim Aufschluß von Holz u. dgl. mit  $NH_4 \cdot H \cdot SO_3$  oder anderen zum Aufschluß geeigneten, N enthaltenden Stoffen erhaltenen Ablaugen oder der bei Verwendung von  $SO_2$  als Aufschlußmittel erhaltenen u. mit  $NH_3$  neutralisierten Endlaugen, gegebenenfalls im Gemisch mit anderen organ. oder anorgan. Pflanzennährstoffen. — Die Erzeugnisse sind lagerbeständig u. streubar. (D. R. P. 551 437 Kl. 16 vom 6/2. 1930, ausg. 1/6. 1932.) KÜHLING.

**Siemens-Schuckertwerke Akt.-Ges.** (Erfinder: **Richard Heinrich**), Berlin, *Herstellung eines streufähigen, körnigen Düngemittels aus dem bei Gichtgasreinigungsanlagen abfallenden Staub*, dad. gek., daß der Gichtgasstaub, besonders durch Befeuchten mit W., in schlammförmige Form gebracht u. dann durch Einnebeln in einem h. Gasstrom getrocknet wird. — Der Düngewert des Gichtgasstaubes beruht auf seinem Geh. an K, P u. CaO. (D. R. P. 550 939 Kl. 16 vom 15/3. 1930, ausg. 23/5. 1932.) KÜ.

**Chemische Fabrik Ludwig Meyer**, Mainz, *Saatgutrockenbeize* gemäß Patent 494 305, dad. gek., daß arsenige Säure in Mischung mit wasserl. Cu-Verbb. angewandt wird. (D. R. P. 550 730 Kl. 451 vom 18/6. 1930, ausg. 17/5. 1932. Zus. zu D. R. P. 494 305; C. 1930. II. 1905.) GRÄGER.

**N. V. Noord-West Orion Handel Maatschappij**, Amsterdam, *Saatgutbeize*, dad. gek., daß insekticide u. fungicide Mittel in Form von Schaum, welchem diese Mittel einverleibt sind, verwendet werden. Durch Verwendung dieses z. B. mit Leimen, Gelatine, Saponin oder Pflanzenschleim hergestellten Schaumes soll eine bessere Verteilung der wirksamen Mittel u. dad. eine bessere Wrkg. auf die Schädlinge erzielt werden. (D. R. P. 551 593 Kl. 451 vom 5/2. 1930, ausg. 2/6. 1932.) GRÄGER.

**Dynamit-Akt.-Ges. vorm. Alfred Nobel & Co.**, Hamburg, Köln (Erfinder: **Ph. Naoúm**, **Adolf Berthmann**, **Leverkusen-Schlebusch** und **H. Küenthal**, Köln-Flittard), *Schädlingsbekämpfungsmittel*, dad. gek., daß man an sich bekannten Brandsätzen mit O-Mangel zum Zwecke der HCN-Entw. beim Abbrennen solche N-haltigen Verbb. zusetzt, die den N entweder bereits als CN-Rest oder als Amido-, Imido- oder Nitrogruppen enthalten. Z. B. Kalkstickstoff, Dicyandiamid, Harnstoff, Guanidin, Hexamethylentetramin, Nitroharnstoff oder Nitroguanidin. Außerdem können noch die HCN-Entw. katalyt. begünstigende Stoffe zugesetzt werden, wie Tonerde, Bauxit, Quarzpulver, Kieselsäuregel. (D. R. P. 545 875 Kl. 451 vom 16/4. 1931, ausg. 7/3. 1932.) GRÄGER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder **Karl Marx** und **Karl Brodersen**, Dessau), *Schädlingsbekämpfungsmittel*, dad. gek., daß es als solche die aus KW-stoffen der Mineralöle mit Ausnahme der Steinkohlenteeröle, insbesondere aus Braunkohlenteerölen, durch Sulfierung mit Chlorsulfonsäure erhaltlichen Sulfosäuren oder aber die aus den gleichen Mineralöl-KW-stoffen im Gemisch mit arom. oder hydroaromat. KW-stoffen oder ihren Abkömmlingen erhaltlichen Sulfosäuren enthält. (D. R. P. 551 199 Kl. 451 vom 25/2. 1927, ausg. 30/5. 1932.) GRÄGER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Pflanzenschutzmittel*, dad. gek., daß es Montansäurederiv. enthält, wie sie durch Umsetzung von Montansäuren mit Verbb. vom Typus  $XRSO_2H$  erhalten werden, wobei X eine  $OH$ -,  $SH$ -, Amino- oder Iminogruppe bedeuten kann u. wobei R eine  $(CH_2)_x$ -Kette, ein Phenylrest oder ein sonstiger, höher kondensierter Arylrest sein kann, gegebenenfalls in Mischung mit Harzölen oder KW-stoffen u./oder in Mischung mit fungiciden oder insekticiden Mitteln. Z. B. sind in den Schutzmitteln enthalten: Die Montansäureester des 1-Oxypropan-3-sulfosauren Natriums oder der 2-Oxy-1-phenyliminopropan-3-sulfosäure. Die

hiermit hergestellten Lsgg. sind nicht kalkempfindlich u. geben daher keine Ausfällungen. (D. R. P. 550 961 Kl. 45 I vom 21/12. 1930, ausg. 23/5. 1932.) GRÄGER.

**K. Szombathy**, Budapest, *Pflanzenschädlingsbekämpfungsmittel und dessen Herstellung*. Als Vertilgungsmittel werden die Alkaloide der Lupine in Mischung mit Kali- oder Harzseifen od. dgl. verwendet. Die wirksame Alkaloidlsg. soll mindestens 0,3% Alkaloidgeh. aufweisen. Die Gewinnung der wirksamen Substanz erfolgt durch Extraktion der Samen von *Lupinus albus* u. *Lupinus luteus* vermittels wss. Lsgg. von Salzen (Kochsalz) oder Säuren, Herauslösen der Alkaloide aus der Lsg. mittels in W. unl. organ. Lösungsmm. u. nachfolgendes Befreien von denselben nach bekannten Methoden. (Ung. P. 86 927 vom 29/3. 1922, ausg. 1/5. 1931.) G. KÖNIG.

**Hugo Lewis Kleinhans**, Newark, V. St. A., *Fungicid*, bestehend aus einer Mischung von S u.  $\text{CuCO}_3$ , welche in W. emulgierbar ist. Die durch die Oxydation des S entstehenden Säuren werden durch das zugesetzte  $\text{CuCO}_3$  im Boden neutralisiert. (Can. P. 286 408 vom 10/2. 1928, ausg. 15/1. 1929.) GRÄGER.

**Hans Haunschild und Johann Widmann**, München, *Verfahren zur Herstellung eines staubförmigen, teerhaltigen Bodendesinfektions- und Schädlingsbekämpfungsmittels* durch Imprägnierung eines Trägerstoffes mit Teer, dad. gek., daß auf den in dünner Schicht ausgebreiteten Trägerstoff, z. B. Torfstaub, Kaolin, Kieselgur, Kalkstaub oder Talkum, Teer, je nach Bedarf angewärmt, unter Druck fein verteilt aufgestäubt u. der Trägerstoff dadurch gleichmäßig mit Teer imprägniert wird. (D. R. P. 543 098 Kl. 45 I vom 16/10. 1928, ausg. 1/2. 1932.) GRÄGER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Wilhelm Bonrath**, Leverkusen und **Ewald Urbschat**, Köln-Deutz), *Überführung von zerfließlichen Kupferverbindungen in haltbare Form*, dad. gek., daß man *Cuprichlorid (I)* oder *Cuprinitrat (II)* mit *Harnstoff (III)* mischt. — Man mischt z. B. 1 Teil II mit 1 Teil III, wobei die M. sich zunächst verflüssigt u. dann fest wird. — Eine bei 70° gesätt., 30 Teile II enthaltende Lsg. wird mit 12 Tln. III vermischt. — Ebenso kann man 10 Teile I mit 10 Tln. III mischen. — Die Prodd. sind in W. unzers. l. u. sollen als Unkrautvertilgungsmittel dienen. (D. R. P. 548 511 Kl. 12 o vom 3/6. 1930, ausg. 13/4. 1932.) ALTPETER.

**Products Roche, Soc. An.**, Brüssel, *Bekämpfung schädlicher Tiere*. Man verwendet den *Methylcarbonsäureäther des m-Oxyphenyltrimethylammoniumjodids*. (Belg. P. 363 370 vom 30/8. 1929, Auszug veröff. 17/2. 1930.) DREWS.

**Philipp Block**, Bonn, *Verfahren zur Herstellung eines Mittels gegen Blutläuse*, gek. durch die innige Vermengung von A., Alkalinaphtholat, Nitrobenzol, Methylanilin, Dichlorphenol u. W. etwa in Mengen von 300—700 Tln. A., 200—300 Tln. Alkalinaphtholat, 50—100 Tln. Nitrobenzol, 0,5—1 Teil Methylanilin, 0,5—1 Teil Dichlorphenol, 449—500 Tln. W. durch Zusatz von Fuchsin wird diese Mischung auf pflanzenätzende Wrkg. geprüft. (D. R. P. 541 593 Kl. 45 I vom 24/7. 1929, ausg. 14/1. 1932.) GRÄGER.

**Norman M. Comber**, An introduction to the scientific study of the soil. 2nd. ed. London: Arnold 1932. (208 S.) 8°. 7 s. 6 d. net.

## VIII. Metallurgie; Metallographie; Metallverarbeitung.

**R. S. Dean und John Gross**, *Neue Wege zur Vorbehandlung der Erze für die Zerkleinerung*. Vff. gehen davon aus, daß die Mahlkosten pro t Erz wesentlich herabgesetzt werden könnten, wenn man nur die erzhaltigen Teile, statt wie bisher auch noch die Gangart, zerkleinert. Es wurde bei sulfid. Erzen eine wabenartige Struktur beobachtet, in deren Zwischenräumen sich große Mengen gewisser Gase kondensieren. Hieraus ergibt sich die Möglichkeit, das Erz durch die Ausdehnung einer absorbierten Substanz zu zerkleinern. Hierauf beruht die von Vff. gefundene neue Methode. Das Erz wird mit W. angefeuchtet, das in Dampf übergeführt eine selektive Explosionszerkleinerung bewirkt. Beispielsweise wurden Siebrückstände von 1,5 cm Durchmesser mit 2,67% Zn u. 0,92% Pb der Explosionszerkleinerung unterworfen u. gesiebt. Man erhält zwei Prodd.: 89,3 Gew.-% mit 0,56% Pb u. 1,1% Zn, u. 10,7 Gew.-% mit 3,96% Pb u. 15,8% Zn. Eine nennenswerte Menge von Schlämmen tritt bei diesem Verf. nicht auf. Eine zur Durchführung des Verf. im Bau befindliche Versuchsanordnung ist im Original schemat. dargestellt. (Canadian Chem. Metallurgy 16. 71—72. März 1932.) KUNO WOLF.

**Ian W. Wark**, *Elektrostatistische Deutung der Flotationserscheinungen*. (Vgl. C. 1932.

I. 2438.) Gegen die von KAMIENSKI (C. 1932. I. 1571) gegebene Flotationstheorie ist einzuwenden, daß eine Flotation ohne Emulsionsbildg. möglich ist. (Nature 129. 833. 4/6. 1932. Melbourne, Univ., Dep. of Chem.) LESZYNSKI.

A. L. Engel, *Vorteile der Wäsche von Flotationsgut*. Viele Erze führen I. Salze u. Kolloide, welche die Qualitätskonstanz des Aufgabegutes u. den Flotationsvorgang beeinträchtigen. Durch Auswaschen lassen sich diese Stoffe entfernen. Dadurch wird der Verbrauch an Flotationsmitteln herabgedrückt, u. es vereinfacht sich die Überwachung der Flotation. (Mining and Metallurgy 13. 234—35. Mai 1932. New York.) KUNO WOLF.

Richard von Schön, *Aus der Praxis der Flotation von Graphit*. Die mitgeteilten Verss. ergeben, daß Feinflanz leichter flotierbar ist als Grobflanz. Die Flotierbarkeit kann als Unterscheidungsmerkmal für amorphe u. krystalline Graphit dienen. Die Flotation von Rohgraphit flinzigem, krystallinem Charakters gelingt mehr oder weniger gut, je nachdem weniger oder mehr tonige Bestandteile im Rohgestein enthalten sind. (Metall u. Erz 29. 181—82. Mai 1932. Wien.) KUNO WOLF.

Robert R. Harmon, *Neuzeitliche Fortschritte bei der Naßreinigung von Hochofengas*. Zusammenfassende Betrachtungen über die Vorgänge bei der Naßreinigung, sowie Beschreibung einer Reinigungsanlage mit Betriebsdaten. (Iron Steel Engineer 9. 200—04. Mai 1932. New York, N. Y., Peabody Eng. Co.) EDENS.

Carl Emmerling, *Die Verwendung von Naturgas im Stahlwerk*. Zusammenfassendes. (Iron Steel Engineer 9. 204—07. Mai 1932. Cleveland, Ohio, East Ohio Gas Co.) EDENS.

W. J. Rees, *Hochofenausfütterung*. Angaben über die verschiedenen schädlichen Beanspruchungen feuerfester Steine im Hochofen u. über deren Prüfung. (Iron Coal Trades Rev. 124. 882. 27/5. 1932.) SALMANG.

C. D. Abell, *Die Theorie der Silicatrückstände von Hochofenschlacken*. Vf. weist nach, daß  $Al_2O_3$  u.  $MgO$  für den n. Betrieb von Hochofen von wesentlicher Bedeutung sind. Er stellt fest, daß das S-Gleichgewicht im Hochofen weniger von dem Verhältnis  $CaO : SiO_2$  als vielmehr von den vorhandenen  $Mg$ - u.  $Al$ -Verbb. beeinflusst wird.  $MgO \cdot Al_2O_3$  ist eine der stabilsten Verbb. bei Hochofentemp. u. die einzige Verb., die in der Rast auf  $FeS$  entschwefelnd wirkt.  $Al_2O_3$  wird offenbar von  $FeO$ ,  $MnO$  u.  $MgO$  zu Spinellen gebunden. In der Regel besteht Hochofenschlacke aus einem eutekt. Gemisch von  $Mg$ -Spinell —  $MgO \cdot Al_2O_3$  oder  $(Mg, Fe, Mn)O \cdot Al_2O_3$  — u. einem  $Ca$ - $Al$ - (oder  $Mg$ )-Silicat. Ein hoher  $Al_2O_3$ -Geh. fördert die Aufnahme von  $Si$  im  $Fe$  mit entsprechend hoher Kohlun. Vf. zieht zur Stützung seiner Ergebnisse die bekannten ternären Systeme  $MgO$ - $Al_2O_3$ - $SiO_2$  u.  $CaO$ - $Al_2O_3$ - $SiO_2$  heran. Vor der Schmelzzone haben die Schlacken Gehlenitcharakter, sie nehmen in der Schmelzzone Äkermanitcharakter an, bei der Abkühlung tritt neben Gehlenit etwas Pseudocordierit auf, in dem die Spinelle u. Sillimanit sich in fester Lsg. befinden, es scheiden sich dann neben Spinell tetragonaler Gehlenit u. Äkermanit aus, wobei deren Verhältnis von dem  $MgO$ - u.  $Al_2O_3$ -Geh. der Schlacke abhängt. Die Bldg. u. Ausscheidung der Spinelle wird eingehend erörtert. Es wird wahrscheinlich gemacht, daß die durch rasche Verb. von  $CaO$ ,  $SiO_2$  u.  $Al_2O_3$  in der heißesten Zone erzeugte Wärme zur Red. der letzten Oxydspuren im  $Fe$  beiträgt. Durch die Ggw. großer  $Mg$ -Mengen ( $> 10\%$ ) wird die Auflösung von  $FeO$  u.  $MnO$  in der Schlacke unterbunden, während kleine Mengen durch die von ihnen verursachte Temp.-Erhöhung umgekehrt wirken. Durch Herabsetzung der  $Al_2O_3$ -Menge wird die Bldg. der hochschm. Silicate vom Fosterittyp, die den Hochofen schädigen, begünstigt. (Ind. Chemist chem. Manufacturer 8. 110—13. 128—30. 191—94. Mai 1932.) R. K. MÜLLER.

R. J. Cowan, *Über die ununterbrochene Gaszementation. Eine von der Chrysler Corp. aufgestellte Anlage*. (Vgl. C. 1932. I. 2374.) Beschreibung der Anlage, der Durchführung des Verf., sowie der Vorteile der ununterbrochenen Gaszementation. (Metal Progress 21. Nr. 2. 44—48. Febr. 1932. Toledo, Ohio, Surface Combustion Corp.) EDENS.

David A. Nemser, *Die Wärmebehandlung von kleinen Werkzeugen mit neuzeitlichen Einrichtungen in der modernen Technik*. Kurze Beschreibung der Verf. (Metal Progress 21. Nr. 2. 23—24. Febr. 1932. Hartford, Conn., PRATT & WHITNEY Co.) EDENS.

H. A. Schwartz, *Einige neue Gesichtspunkte über das Eisen-Kohlenstoffdiagramm*. Auf Grund thermodynam. Überlegungen werden die Gleichgewichte längs der  $E$   $S$ - u. der  $E'$   $S'$ -Linie im System  $Fe$ - $C$  untersucht, wobei die bekannten Werte für die spezif. Wärme von  $Fe$ ,  $C$  u.  $Fe_3C$  zugrunde gelegt werden. An Hand von Glühverss. an Armco-eisen u. Elektrolyteisen, das durch Schmelzen in einem Graphittiegel sehr stark auf-

gekohlt wurde, wird nachgewiesen, daß eine Graphitisierung von reinen Fe-C-Legierungen bei Temp. von 650° an aufwärts durchgeführt werden kann. Weiterhin ergeben sich aus den rechner. Überlegungen keine Anhaltspunkte dafür, daß Fe<sub>3</sub>C sich bei seiner Auflösung im Austenit zers. Zum Schluß werden noch Betrachtungen darüber angestellt, ob das Eisen im festen Zustand einatomig ist oder nicht. (Trans. Amer. Soc. Steel Treating 19. 403—37. März 1932. Cleveland, National Malleable Steel Castings Co.) EDENS.

—, *Das gegen Korrosion und gegen hohe Temperaturen unempfindliche nickelhaltige Roheisen.* Das Verh. von perlit. u. austenit. Roh-Fe mit Ni-Zusatz (0,05—15,63%) gegenüber H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HCl, Essigsäure, Seewasser u. vernebeltem Salzwasser wird geprüft, die Gewichtsverluste werden mit den bei gewöhnlichem Roh-Fe, Messing u. Bronze erhaltenen verglichen; es ergeben sich Vorteile bei der Anwendung in verschiedenen Gebieten der Technik. (Moniteur Produits chim. 14. Nr. 158. 3—10. 15/5. 1932.) R. K. MÜ.

**J. Dessent** und **M. Kagan**, *Ein Beitrag zum Studium des Einflusses von Phosphor auf Eisen.* An Hand der wichtigsten Ergebnisse aus der Literatur, sowie an Hand eigener Kontrollvers. der Vff. werden das binäre System Fe—P u. das ternäre System Fe—P—C, sowie der Einfluß des P-Geh. auf den Gesamt-C-Geh., den Geh. an gebundenen C u. an Graphit im Gußeisen besprochen. Ferner wird noch der Einfluß von P auf die Seigerungserscheinungen u. auf das Schwinden, ferner auf die elektr. Leitfähigkeit, die Korrosion u. die physikal. Eigg. von Gußeisen erörtert. Endlich wird über den Einfluß von P auf Tempergußeisen u. dessen Festigkeitseigg. berichtet. (Trans. Amer. Foundrymen's Assoc. 3. 923—52. April 1932. Lüttich.) EDENS.

**K. S. Seljesater** und **B. A. Rogers**, *Magnetische und mechanische Härte von „ausgehärteten“ Eisenlegierungen.* Es wird der Einfluß der Ausscheidungshärtung auf die magnet. Härte, gemessen an der Koerzitivkraft u. Remanenz, sowie auf die Rockwellhärte von C-freien binären, ternären u. quaternären Eisenlegierungen untersucht. An binären Legierungen werden in Betracht gezogen Fe-W-, Fe-Mo-, Fe-Be-, Fe-Ti-Legierungen, bei denen mit steigender Abschrecktemp. eine deutliche Zunahme der Koerzitivkraft u. der Remanenz, sowie der Härte auf ein Maximum mit nachträglicher Abnahme bei noch höheren Abschrecktemp. festgestellt wird. An ternären Legierungen werden untersucht: Fe-W-Co-, Fe-W-Ni-, Fe-Mo-Co-, sowie ternäre Fe-Ti-Legierungen. Hiervon weisen insbesondere die Fe-W-Co-Legierungen besonders günstige magnet. Eigg. auf. Auf die Beziehungen zwischen der Änderung der magnet. Eigg. u. der Änderung der mechan. Härte wird eingegangen. (Trans. Amer. Soc. Steel Treating 19. 553 bis 576. April 1932. Chicago, Western Electric Co., Inc.) EDENS.

**A. B. Everest**, *Gußeisen mit hohen Nickelzusätzen.* Vf. bespricht die Gußeisensorten, bei denen durch sehr hohe Ni-Zusätze ein gänzlich anderes Gefüge erzielt wird, als bei gewöhnlichem Gußeisen. Im 1. Teil wird über das martensit. Gußeisen berichtet, wobei auf die Wärmebehandlung u. das Tempern desselben eingegangen wird. Im 2. Teil werden die austenit. Gußeisensorten besprochen, wobei auch über den Einfluß von Elementen berichtet wird, die das Ni ersetzen können. Weiterhin wird dann auf die Eigg. von austenit. Gußeisensorten, wie Korrosionsbeständigkeit, Widerstand gegen Erosion u. Hitzebeständigkeit, ferner magnet. u. elektr. Eigg. eingegangen. Zum Schluß werden noch die Legierungen mit hohen Ausdehnungskoeff. gestreift, u. es werden die prakt. Schlußfolgerungen gezogen. (Foundry Trade Journ. 46. 193—94. 196. 217—18. 226. 7/4. 1932.) EDENS.

**J. H. Lansing**, *Über Tempergußstücke, ihre Herstellung sowie ihre physikalischen Eigenschaften.* Zusammenfassende Übersicht. (Journ. Western Soc. Engineers 37. 104—09. April 1932. Danville, Ill., Danville Malleable Iron Div., Allith-Prouty Co.) ED.

**W. H. Spencer** und **M. M. Walding**, *Über den Einfluß der Vorwärmzeit auf die Gießtemperatur und die Zusammensetzung von Kupolofeneisen.* Es wird über Verss. berichtet, den Einfluß eines Vorwärmens der Gattierung im angeheizten Kupolofen vor Anstellen des Windes zu untersuchen. Es werden Vorwärmzeiten bis 2 1/2 Stunden berücksichtigt, wobei der Einfluß auf die Gießtemp. beim erstmaligen Abstechen u. auf die Zus. des zuerst erschmolzenen Gußeisens untersucht wird. Zusammenfassend wird festgestellt, daß durch das Vorwärmen der Gattierung keine wesentlichen Vorteile zu erzielen sind, da mehr Wärme durch das Abbrennen des Satzkokes verloren geht, als durch die Gattierung aufgenommen wird. (Trans. Amer. Foundrymen's Assoc. 3. 913—22. April 1932. Birmingham, Ala., American Cast Iron Pipe Co.) EDENS.

**E. Piwowsky**, *Der Einfluß der Gase auf graues Gußeisen und andere Metalle.* An Hand der einschlägigen Literatur werden die Probleme der Gaslöslichkeit in Metallen,

insbesondere in Stahl u. Gußeisen, sowie des Einflusses der Gase auf die Eigg. des Materials besprochen. (Foundry Trade Journ. 50. Nr. 16. 48—54. 1931.) EDENS.

**A. A. Timmins**, *Die Abnutzung von Gußeisen*. An Hand der wichtigsten Literatur wird über den Verschleißwiderstand von Gußeisen u. den Einfluß des Phosphideutektikums hierauf berichtet. (Foundry Trade Journ. 46. 216, 223. 7/4. 1932.) EDENS.

**H. W. Swift**, *Die moderne Praxis der Gußeisenprüfung*. Nach einer kurzen Übersicht über die Normen u. Vorschriften für die Gußeisenprüfung in England, Amerika, Deutschland u. Frankreich, wird auf den Einfluß der Wandstärke des Gußstückes eingegangen, u. es wird die Art der Probenahme besprochen. Vf. befürwortet die Verwendung von getrennt vergossenen Probestücken. Weiterhin werden dann noch die verschiedenen Prüfverf. (Zerreißvers., Biegevers., Scheerfestigkeitsprüfung, Härteprüfung u. Kerbzähigkeitsbest.) eingehend erörtert. (Foundry Trade Journ. 46. 173 bis 175. 187—90. 24/3. 1932.) EDENS.

**Samuel Epstein**, *Ein Vorschlag zur Ermittlung der Reinheit von Stahlschmelzen*. Nach einer Besprechung der im Schrifttum angegebenen Methoden zur Auszählung der in einer Stahlprobe vorkommenden Anzahl von Schlackeneinschlüssen, beschreibt Vf. ein neues Zählverf. Die Ergebnisse werden in Diagrammen u. Tabellen ausgewertet. (Metals & Alloys 2. 186—91. 1931. Battelle Memorial Inst.) EDENS.

**J. Stewart Huston**, *Die Erzielung guter Qualitäten bei Stahlblechen*. Zusammenfassende Besprechung der Erzeugung von Qualitätsgrobblechen. (Metals & Alloys 2. 209—12. 1931. Lukens Steel Co.) EDENS.

**S. Ekelund**, *Über die Anwendung von Desoxydationsmitteln bei Beendigung der Charge im sauren und basischen Martinofen*. Kurze Literaturübersicht. Krit. Überblick über die seit 1920 erschienene Literatur. Es ergibt sich, daß Mn u. Si zweckmäßig zusammen als Desoxydationsmittel angewandt werden sollen. Al ist mit Vorsicht zu verwenden, es kann eventuell durch Ti oder auch durch Zr ersetzt werden, letzteres ergibt gewisse Vorteile, denen nur der hohe Preis entgegensteht. Im bas. Martinofen ist fl. Fe-Mn sehr wirksam. Die Abstichtemp. soll so hoch sein, daß der Stahl mindestens 15—20 Min. zur Vervollständigung der Reinigung von Schlackeeinschlüssen in der Pfanne verbleiben kann. (Jernkontorets Annaler 116. 231—43. 1932.) R. K. MÜLLER.

**James A. Parsons jr. und Earl Ryder**, *Austenitische Spezialstähle für sehr korrosionsbeständiges Material*. Das Verh. der nichtrostenden Legierungen mit 18—20% Cr u. 8—10% Ni gegen H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. HCl, Säuren, die insbesondere für Beizzwecke verwendet werden, wird besprochen, ferner wird auf die Methoden der Korrosionsprüfung bei solchen Stählen eingegangen, endlich werden die Methoden zur Vermeidung der interkristallinen Korrosion kurz erörtert. (Metals & Alloys 3. 56—60. März 1932. Dayton, Ohio, Duriron Co., Inc.) EDENS.

**G. G. Neuendorff**, *Izzestahl*. An Hand der einschlägigen Literatur (Schriftumszusammenstellung) wird über die mechan. Eigg. u. das Verh. des alterungsbeständigen Izzet-Materials der Firma KRUPP, Essen, berichtet. (Metals & Alloys 3. 61—68. März 1932.) EDENS.

**Richard Tull**, *Niedrig legierte Konstruktionsstähle besitzen ohne Wärmebehandlung gute Eigenschaften*. Über die Zus., mechan. Eigg. u. Verwendung verschiedener niedrig-legierter Stähle des „Chromansil“-Typs mit 0,4—0,6% Cr; 1,1—1,4% Mn; 0,7 bis 0,8% S; 0,10—0,65% C. (Metal Progress 21. Nr. 2. 35—38. Febr. 1932. New York, Electro Metallurgical Co.) EDENS.

**J. Laymarie**, *Über Werkzeugstähle*. Zusammenfassendes über die Einteilung u. die Eigg. der Werkzeugstähle, wobei unlegierte Werkzeugstähle, ferner Schnelldrehstähle mit 14% W u. mit 14—22% W besprochen werden. Ferner wird dann auf die Wolframcarbide eingegangen, wobei insbesondere über die Herst., das Schleifen u. die Verwendung des sog. „Carboran“ berichtet wird. Weiterhin wird kurz die Verwendung von Tantalcarbide als Schneidmetall gestreift. Schließlich wird noch über die Zus., das Gefüge u. die Verwendung der verschiedensten legierten Stähle für Stanzerwerkzeuge berichtet. (Aciers spéciaux, Métaux, Alliages 7. 69—77. Febr. 1932.) EDENS.

**W. A. Wissler**, *Die Metallurgie der mit gehärteten Spitzen versehenen Spiralbohrer*. Es wird besprochen, welches Material sich am besten eignet für gehärtete Bohrer-spitzen, die auf den eigentlichen Bohrerkörper aufgeschweißt werden, ferner wie dieses Aufschweißen am zweckmäßigsten durchgeführt wird, außerdem, welche Stähle für die Bohrerkörper zu verwenden sind. (Petroleum Engineer 1. Nr. 1. 176. 178. 180—81. 183. 1929.) EDENS.

**J. W. Foster**, *Nitrierte Meßlehren*. Über das Nitrieren von Meßlehren, ferner über die hierdurch erzielbaren mechan. Eigg., insbesondere Oberflächenhärten, endlich über die verschiedenen Typen von nitrierten Meßlehren. (Fuels and Furnaces 10. 255—60. April 1932.) EDENS.

**W. G. Hanawalt**, *Über Gesichtspunkte in der Gießerei bei der Herstellung von Stahlgußstücken*. Zusammenfassendes über die Herst. u. Verwendung von Stahlguß im Gegensatz zu Schmiedestücken, ferner über die Verwendung von legiertem Stahlguß. (Journ. Western Soc. Engineers 37. 82—87. April 1932. Milwaukee, Geo. H. Smith Steel Casting Co.) EDENS.

**Hans Wiesecke**, *Herstellung von Springfederdraht aus weichem Flußstahl*. Nach einer Schriftumsübersicht wird die Herst. von Federwalzdraht besprochen, ferner wird auf die bei der Härtung wirksamen Einflüsse, wie chem. Zus., Härtetemp., Wassertemp., eingegangen. Zum Schluß wird noch über Betriebsverss. berichtet. (Stahl u. Eisen 52. 433—39. 5/5. 1932. Duisburg.) EDENS.

**Wm. J. Merten**, *Einige Nitrierverfahren ohne Verwendung von NH<sub>3</sub>*. (Vgl. C. 1932. I. 3490.) Zusammenfassende Besprechungen über das Nitrieren mit Cyaniden. (Fuels and Furnaces 10. 121—24. Febr. 1932.) EDENS.

**Wm. J. Merten**, *Die Prüfung nitrierter Stähle auf ihre physikalischen Eigenschaften*. (Vgl. vorst. Ref.) Die Best. der Oberflächenhärte auf Grund moderner Härtebest.-Methoden wird zusammenfassend besprochen. (Fuels and Furnaces 10. 33—37. Jan. 1932.) ED.

**W. H. Cunningham** und **J. S. Ashbury**, *Die betriebsmäßige Oberflächenhärtung von Aluminium-Chrom-Molybdänstählen mittels Stickstoff*. Ausführliche Wiedergabe der C. 1931. II. 3536 referierten Arbeit. (Journ. Iron Steel Inst. 124. Nr. 2. 215—39. 1931. Sheffield.) EDENS.

**Oskar Meyer** und **Walter Eilender**, *Die Härtung legierter Stähle durch Stickstoff*. Das Verh. von Eisen bei der Nitrierung, ferner die Nitrierung von Fe-Al-Legierungen, sowie komplexer Legierungen u. Stähle wird besprochen, wobei auch auf die Wahl von Zusatzmetallen wie Ti u. auf den Einfluß von H<sub>2</sub> eingegangen wird. Es wird eine allgemeine Deutung der Härtung von Stählen durch Nitrierung gegeben, u. es wird die Möglichkeit einer Verknüpfung von Ausscheidungshärtung u. Nitriertüchtigkeit für gewisse Stähle besprochen. Eine Beschleunigung der Diffusion u. somit Verkürzung des Nitrierverf. scheint bei Anwendung eines hochfrequenten Heizstromes möglich zu sein. (Ztschr. Ver. Dtsch. Ing. 76. 317—20. 26/3. 1932. Aachen.) EDENS.

**M. Sauvageot**, *Die Ausscheidungshärtung von abgeschreckten Vanadinstählen durch nachträgliches Anlassen*. An 3 Stählen mit 0,085—0,195% C u. 0,33—0,99% V wird der Einfluß des Anlassens bis 750° nach dem Abschrecken von hohen Temp. bis 1300° auf die Härte, die Festigkeitseigg. u. Kerbzähigkeit, untersucht. Die Verss. werden durch Gefügeunterss., ferner durch dilatometr. Unterss., sowie durch Best. der elektr. Leitfähigkeit ergänzt. Außerdem wird an 2 Stählen mit 0,39% u. 0,76% C der Einfluß des C-Geh. untersucht. Zusammenfassend wird festgestellt, daß die Erscheinung der Aushärtung beim Anlassen bei etwa 600° auf die Ausscheidung von V<sub>4</sub>C<sub>3</sub> aus der übersättigten festen Lsg. zurückgeführt werden muß u. absolut zu trennen ist von der Austenit → Martensitumwandlung, die hauptsächlich bei Schnelldrehstählen bei etwa 300° in Erscheinung tritt. (Chim. et Ind. 27. Sond.-Nr. 3 bis. 334—44. März 1932. Creusot, Lab. Etablissement SCHNEIDER.) EDENS.

**Pierre Chevenard** und **Albert Portevin**, *Beitrag zum Studium des Anlassens gehärteter Stähle*. Im 1. Teil der Arbeit werden die Vers.-Methoden zur Unters. der Anlaßerscheinungen bei gehärteten Stählen eingehend beschrieben. Es werden in erster Linie dilatometr. Unterss. durchgeführt; Best. der Härteänderungen, ferner der Änderungen der elektr. Leitfähigkeit, der Remanenz u. der Koerzitivkraft, sowie der linearen Wärmeausdehnungszahl, in Abhängigkeit von der Anlaßtemp.; Gefügeunterss. ergänzen die Unterss. Im 2. Teil werden dann an einem Mn-Stahl mit 1,5% C u. 2,05% Mn, sowie an einem Cr-Stahl mit 1,5% C u. 2,25% Cr u. mit 1,25% C neben 4,80% Cr die Anlaßvorgänge beim Anlassen von reinem Austenit in 3 verschiedenen Anlaßstufen untersucht. Im 3. Teil der Arbeit werden dann an einem übereutektoiden Stahl mit 0,80% C die Anlaßerscheinungen beim Anlassen von Austenit-Martensitgemengen in den entsprechenden Anlaßstufen verfolgt. Die Zers. des Austenits bzw. des Martensits geht nach Ansicht der Vff. (wie schon oben angedeutet) in mehreren Stufen vor sich. Hierbei erfolgt die Austenitumwandlung folgendermaßen: 1. Austenit → Fe<sub>3</sub>C + Austenit mit geringerem C-Geh., 2. Austenit → Fe<sub>3</sub>C + Martensit, 3. Austenit → Martensit. Letztere Umwandlung findet während der Abkühlung nach dem Anlassen

statt u. wird als Ursache der Anlaßsprödigkeit angesehen. Die Martensitumwandlung dagegen scheint lediglich in einer fortschreitenden Entkohlung des als feste Lsg. von C in  $\alpha$ -Eisen aufgefaßten Martensits zu bestehen, wobei das Maximum dieser Erscheinung bei Anlaßtemp. zwischen 150 u. 400° liegt; der bei der Entkohlung des Martensits sich ausscheidende Zementit tritt zunächst in feindisperser Form auf u. ballt sich erst bei höheren Anlaßtemp. zusammen. (Rev. Métallurgie 28. 417—25. 503—17. 546—56. Rev. universelle Mines, Métallurgie, Travaux publics etc. 6. 309—15. 391—400. 443 bis 448. 1931.) EDENS.

**Hans v. Köckritz**, *Über den zeitlichen Verlauf der Alterung weichen Stahles und über die Alterung von Stählen verschiedener Herkunft*. Nach einer Besprechung der bisherigen Ergebnisse aus dem Schrifttum über die Reckalterung wird über Verss. an einem SIEMENS-MARTIN-Stahl mit 0,10% C berichtet, der in Form von Zerreißstäben um 5, 10 bzw. 18% k. vorgereckt u. danach bei Temp. zwischen 20 u. 350° verschieden lange, bis zu 3 Monaten, angelassen bzw. gealtert wurde. Der Einfluß des Grades der Vorreckung, ferner der Anlaßtemp., sowie der Anlaß- bzw. Alterungsdauer auf Streckgrenze, Zugfestigkeit, Dehnung, Einschnürung, Streckgrenzenverhältnis u. Länge des Fließbereiches wird untersucht. Ferner wird die zeitliche Änderung der Kerbzähigkeit, gemessen durch die Verlagerung des Steilabfalles zu höheren Temp., geprüft. Die Verss. werden noch ergänzt durch Kerbschlagverss. an einem Thomasstahl mit 0,07% C. Die einzelnen Ergebnisse sind in zahlreichen Diagrammen ausgewertet. Auf Grund der Ähnlichkeit des Verlaufes der Isothermen der Festigkeitseigg. bei der Reckalterung mit dem Verlauf der Isothermen beim Vorgang der Ausscheidungshärtung wird angenommen, daß die Reckalterung auf Ausscheidungen eines bisher noch unbekanntes Stoffes zurückgeführt werden kann. Allerdings kann auf eine zusätzliche Annahme nicht verzichtet werden, daß nämlich die die Alterung bedingenden Ausscheidungen nur in den verformten Bereichen stattfinden. Über den Urheber der Alterung läßt sich durch die Unterss. nichts aussagen. — Weiterhin wird bei zahlreichen Stählen verschiedener Herkunft deren Neigung zur Alterung nach mehrfacher 5% Reckung mit nachfolgendem Anlassen bei verschiedenen Anlaßtemp. verfolgt. Die Ergebnisse sind in Kurven zusammengestellt. Es wird gefolgert, daß die Menge des die Alterung hervorrufenden, ausscheidungsfähigen Stoffes verschieden groß, u. zwar um so größer ist, bei je niedrigerer Temp. der Stahl zu altern anfängt. Aus der Tatsache, daß Armcoeisen u. Thomasstahl am stärksten altern u. auf Grund ihrer metallurg. Herst. den größten O<sub>2</sub>-Geh. besitzen, wird vermutet, daß der Sauerstoff in Form löslicher Oxyde möglicherweise der Urheber der Alterung sein könnte. (Mitt. Forsch.-Inst., Vereinigte Stahlwerke A.-G. Dortmund 2. 193—222. 1932.) ED.

**A. Allan Bates**, *Das Altern von Stählen mit niedrigen Kohlenstoffgehalten*. Es wird über Unterss. an einem Weicheisen mit 0,026% C berichtet, die den Einfluß des Abschreckens von 600—1000° bei nachfolgender sofortiger Prüfung des Festigkeitseigg. u. der Härte, sowie bei Prüfung nach einem Monat, ermitteln. Ferner wird der Einfluß einer künstlichen Alterung bei 55—225° u. der Einfluß der Alterungsdauer bis 26 Stdn. bei 100° untersucht. Zum Schluß wird noch der Einfluß einer Entkohlung des Materials bis auf 0,002% C herunter auf die Alterungsfähigkeit besprochen. An Hand von Gefügeunterss. u. der einzelnen Ergebnisse wird die bereits bekannte Erklärung dieser Erscheinungen durch Ausscheidungsvorgänge (Aushärtung) erörtert. Aus den Entkohlungsverss. schließt Vf., daß die Löslichkeit von  $\alpha$ -Eisen für C bei Raumtemp. zwischen 0,012 u. 0,008% liegt. (Trans. Amer. Soc. Steel Treating 19. 449—80. März 1932. Cleveland, Case School Applied Chem., Dep. Metallurgie.) EDENS.

**C. P. Sandberg, O. F. A. Sandberg und N. P. P. Sandberg**, *Der Einfluß einer Kontrolle der Abkühlungsverhältnisse und des Ausglühens auf die Bildung innerer Risse in Schienen*. Das Auftreten von inneren Spannungen im Stahl, insbesondere in Schienen, sowie die Beziehungen zu den Festigkeitseigg. der Stähle bei erhöhten Temp., zu der Temp.-Verteilung im Material u. zu dem Grad der Kontraktion bei der Abkühlung werden besprochen. Anschließend werden die prakt. Folgerungen für die Abkühlung von Schienen nach dem Walzen erörtert. (Metals & Alloys 3. 89—92. April 1932.) ED.

**Anton Pomp und Fritz Winterhoff**, *Unterlagen für die Prüfung und Walzhärtenstaffelung von kaltgewalztem kohlenstoffarmem Bandstahl*. Nach einer Besprechung der gegenwärtigen Walzhärtenstaffelung von kaltgewalztem Bandstahl auf Grund statist. Erhebungen (Großzahlforschung), wird über Verss. an einem Bandstahl mit 0,12% C von 0,5—2 mm Dicke berichtet, wobei der Einfluß der Blechstärke, ferner einer Glühbehandlung bei 670 u. 920°, sowie eines Kaltwalzens mit Querschnittsabnahmen

bis 75% auf die Zugfestigkeit, Dehnung, Härte, Ericsonstiefung u. das Gefüge untersucht wird. Die einzelnen Ergebnisse sind in zahlreichen Tabellen u. Diagrammen zusammengestellt. Auf Grund dieser Ergebnisse, sowie auf Grund einer Häufigkeitsunters. aus dem Betrieb wird eine erweiterte Härtestaffellung vorgeschlagen, u. es werden für die verschiedenen Walzhärten bestimmte Güteziffern festgesetzt. Zum Schluß wird noch ein Monogramm entworfen, aus dem die zur Erreichung einer bestimmten Walzhärte erforderlichen Arbeitsgänge, sowie Dickenabmessungen des warmgewalzten Rohbandes u. des k. vorgewalzten Bandes für jede beliebige Bandendicke ermittelt werden können. (Mitt. Kaiser-Wilh.-Inst. Eisenforsch., Düsseldorf 14. 11 bis 24. 1932.)

EDENS.

**Anton Pomp und Willy Höger**, *Dauerstandfestigkeitsuntersuchungen an Kohlenstoff- und niedriglegierten Stählen nach dem Abkürzungsverfahren*. Nach einer Besprechung des Begriffes der Dauerfestigkeit u. der Berechtigung einer Anwendung „abgekürzter“ Verff. wird über Verss. an 10 C-Stählen, 4 niedriglegierten Stählen (mit Ni bzw. Mo bzw. Mo-Cu bzw. Cr-Mo) u. einem Cr-Ni-Vergütungsstahl bei 400–500°, bei den unlegierten Stählen bei 300–500°, berichtet, wobei die Dauerstandfestigkeit nach dem abgekürzten Verf. von POMP u. ENDERS ermittelt u. mit den im Kurzvers. ermittelten Dehnungen verglichen wird. Für alle C-Stähle wird ein annähernd konstantes, jedoch temperaturabhängiges Verhältnis festgestellt; ferner ergibt sich, daß bei Belastungen kurz unterhalb der im Abkürzungsverf. ermittelten Dauerstandfestigkeit in fast allen Fällen die Dehngeschwindigkeit geringer als  $1 \cdot 10^{-4}$  %/h ist. Nur bei dem Cr-Ni-Stahl erwies sich das Abkürzungsverf. als nicht anwendbar. Schließlich wird ein Vergleich der Dehngeschwindigkeiten in den verschiedenen Zeitabschnitten angestellt, u. es wird die Anwendbarkeit der Dauerstandfestigkeit als Belastungsgrenze erörtert. (Mitt. Kaiser-Wilh.-Inst. Eisenforsch., Düsseldorf 14. 37–57. 1932.)

EDENS.

**Samuel J. Rosenberg**, *Die Verschleißfestigkeit von Kohlenstoffstählen*. (Vgl. C. 1932. I. 2229.) Der Einfluß der Wärmebehandlung u. des C-Geh. auf die Verschleißfestigkeit von unlegierten Stählen bei rollender Reibung mit Schlupf bei hohen Drucken wird untersucht. Geglühte Stähle besitzen eine geringe Verschleißfestigkeit, wobei kein Einfluß des C-Geh. festzustellen ist. Bei normalisierten Stählen ist die Verschleißfestigkeit bei niedrigem C-Geh. etwas geringer als bei geglähten Stählen, bei hohem C-Gehh. erreicht die Verschleißfestigkeit die Werte für gehärtete Stähle. Bei letzteren ist eine bedeutende Zunahme der Verschleißfestigkeit mit steigendem C-Geh. festzustellen, wobei allerdings die Zunahme bei höheren C-Gehh. als 0,6% geringer wird. Durch das Anlassen gehärteter Stähle nimmt die Verschleißfestigkeit wieder ab. Aus Gefügeunters. ergibt sich, daß der Verschleiß durch rollende Reibung mit Schlupf mit einer starken Verformung des Materials verbunden ist. Martensit-troostit. Gefüge bedingt große Verschleißfestigkeit; auch lamellarer Perlit hat gute Verschleißfestigkeit zur Folge, während körniger Perlit oder die Ggw. von freiem Ferrit bzw. Zementit in Form von Kugeln die Verschleißfestigkeit verschlechtern. (Bureau Standards Journ. Res. 7. 419–28. 1931. Washington.)

EDENS.

**G. Willard Quick**, *Festigkeitseigenschaften von Schienenstählen bei höheren Temperaturen*. An einer großen Anzahl von Schienen aus unlegierten Stählen, sowie aus Stählen mit mittleren Mn-Gehh. (rund 1,5%) werden die Festigkeitseigg. bei Temp. bis 700° bestimmt, wobei der Einfluß verschiedener Abkühlungsgeschwindigkeiten nach dem Walzen berücksichtigt wird. Ferner werden die Eigg. von gerissenen u. nicht-gerissenen Schienen miteinander verglichen, außerdem wird der Einfluß einer sorbit. Gefügeausbildung untersucht. Die Erscheinung der sog. „sekundären Sprödigkeit“, die mit einer bedeutenden Erniedrigung der Dehnungs- u. Kontraktionswerte bei Temp. zwischen 400 u. 700° verbunden ist, wird besonders verfolgt; besonders bei schneller Abkühlung durch das Temp.-Intervall werden die Schienen spröde u. neigen stark zur Bldg. von Haarrissen usw. Durch eine langsame Abkühlung zwischen 700 u. 400° werden diese Mängel teilweise behoben. (Bureau Standards Journ. Res. 8. 173–89; Trans. Amer. Inst. Mining metallurg. Engineers 1932. Preprint 25 Seiten. Febr. 1932. Washington.)

EDENS.

**G. Willard Quick**, *Die Kerbzähigkeit von Schienenstählen bei erhöhten Temperaturen*. (Vgl. vorst. Ref.) An einigen unlegierten Stählen u. einem mit Mn niedriglegierten Stahl werden bei Temp. von 20–700° Kerbzähigkeitsbest. durchgeführt, die ergeben, daß mit steigender Prüftemp. die Kerbzähigkeit zunimmt auf ein Maximum bei etwa 400°, dann auf ein Minimum bei 600° abfällt, um bei noch höherer Prüftemp. erheblich zuzu-

nehmen. Das Minimum bei 600° fällt zusammen mit den Minimumwerten der Dehnung u. Kontraktion u. bestätigt somit das Vorhandensein eines „Sprödigkeitsbereichs“ bei Temp. von 400—700°. Ein Einfluß verlangsamer Abkühlung innerhalb dieses Bereiches auf die Kerbzähigkeit ist im Gegensatz zu den Dehnungs- u. Kontraktionswerten nicht festzustellen. (Bureau Standards Journ. Res. 8. 191—98; Trans. Amer. Inst. Mining metallurg. Engineers 1932. Preprint 10 Seiten. Febr. 1932. Washington.) EDENS.

**Hessler**, *Festigkeitseigenschaften von Kesselbaustoffen bei Temperaturen von 20 bis 600°*. Die von Herstellern u. Forschungsinstituten bisher mitgeteilten Ergebnisse der Prüfung der Festigkeitseigg. von Kesselblechen, die zu genieteten u. geschweißten Trommeln verwandt werden, ferner von geschmiedeten Kesselteilen, also von geschmiedeten, gepreßten, gezogenen u. gewalzten Hohlkörpern, bei Temp. zwischen 20 u. 600° werden kurvenmäßig zusammengestellt. An Hand der Ergebnisse werden unter Berücksichtigung der verschiedenartigen Versuchsverhältnisse vorläufige Berechnungsunterlagen für den Konstrukteur u. Überwacher aufgestellt, (Wärme 55. 244—48. 9/4. 1932. Essen, Rhein. Dampfkessel-Überwachungs-Verein Düsseldorf-Essen.) EDENS.

**G. A. Wedgwood**, *Elastizitätsmodul eines Stahlbarrens in zwei verschiedenen Richtungen*. An verschiedenen unlegierten Stählen, sowie an einem Ni-Stahl, die zur Herst. von Rohren dienen, wird der Elastizitätsmodul einmal in der Längsrichtung, das andere Mal in der Querrichtung zur ursprünglichen Walzrichtung bestimmt. Vf. kommt zu dem Ergebnis, daß im allgemeinen im homogenen Material kein Einfluß der Walzrichtung festzustellen ist. (Proceed. physical Soc., London 44. 25—30. 1. Jan. 1932. East London College.) EDENS.

**J. G. R. Woodvine**, *Der Einfluß von Nickel auf die Abnutzung von einsatzgehärtetem Stahl*. Es wird über Verschleißvers. an einem unlegierten, einsatzgehärteten Stahl mit 0,11% C, sowie an 3 einsatzgehärteten Stählen mit 1, 3 bzw. 5% Ni berichtet, die ergeben, daß bei richtiger Schmierung kaum ein Unterschied zwischen den 4 Stahlarten festzustellen ist; der 1% Ni-Stahl verhält sich im Betrieb etwas ungünstiger als die anderen. Bei rollender Reibung ohne Schmierung verhalten sich der unlegierte u. der mit 3% Ni legierte Stahl gleich, während der 1% Ni-Stahl sich schlechter u. der 5% Ni-Stahl noch schlechter verhält. Bei gleitender Reibung ohne Schmiermittel ist der unlegierte Stahl der beste, während die 5-, 3-, 1% Ni-Stähle in der angegebenen Reihenfolge schlechtere Eigg. aufweisen. Schriftumsübersicht. (Iron Steel Engineers 20. 125—50. 1931. Shrewsbury.) EDENS.

**A. Paoloni**, *Das elektrothermische Aluminium*. Darst. der Entw. u. Rentabilität der techn. Verff. (Metallurgia Italiana 23. 603—23. 1931.) SCHNURMANN.

**A. Dumas**, *Magnesium*. (Vgl. C. 1932. I. 368.) Es werden die Korrodierbarkeit u. die verschiedenen Anwendungsmöglichkeiten des Metalls besprochen. (Journ. Four electr. et Ind. electrochimiques 40. 474—76. 1931.) COHN.

**R. Cazaud**, *Magnesium und seine Legierungen*. Schädlichkeit von Cl im Mg u. sein Nachweis durch das Schlibbild. Techn. verwendete Legierungen enthalten gewöhnlich 90% Mg, als Zusatzmetalle kommen in Betracht: Al, Zn, Cu u. Mn. Al u. Zn erhöhen Festigkeitseigg. u. rufen Alterungserscheinungen hervor, Cu erhöht therm. Leitfähigkeit, Mn wirkt günstig auf den Korrosionswiderstand. Folgende 3 Typen: Mg-Al-Leg. mit bis maximal 5% Al, Mg-Al-Cu-Leg. (bis 6% Al u. 4% Cu), Mg-Al-Zn (6% Al, 5% Zn) eignen sich zum Schmieden, Pressen, Walzen u. Ziehen. Gußlegierung: Mg mit 6—8% Al. Schlibbilder von Cu-Al-Mg-Legg. Beispiele für Verwendung von Mg-Legierungen nach verschiedenster Verformung für Flugzeugbau. (Aciers spéciaux, Métaux, Alliages 6. 504—13. 1931.) NIKLAS.

**N. Parravano** und **G. Guzzoni**, *Die Deformierbarkeit der ultraleichten Legierungen unter statischen Belastungen*. (Vgl. C. 1931. II. 1480.) Vf. beschäftigen sich mit Fließvorgängen bei leichten u. ultraleichten Legierungen. (Metallurgia Italiana 23. 475—84. 1931. Mailand, Istituto Scientifico Tecnico E. Breda Sesto S. Giovanni.) SCHNURMANN.

**Edmund Richard Thews**, *Spezialaluminiumlegierungen*. Alphabet. geordnete Zusammenstellung der chem. Zus. bisher bekannter Al-Legierungen mit Literaturangaben. (Metallbörse 22. 545—46. 577—78. 30/4. 1932.) CONSOLATI.

**C. Panseri**, *Die Herstellung von Kolben für Explosionsmotoren und die thermische Behandlung der Legierungen mit Aluminiumguß*. Vf. behandelt die Herst.-Methoden

der Legierungen u. die Beeinflussung ihrer physikal. Eigg. durch verschiedene Herst.-Bedingungen. (*Metallurgia Italiana* 23. 500—22. 624—43. 1931.) SCHNURMANN.

**K. L. Meissner**, *Die künstliche Alterung von Duralumin und Superduralumin*. (Vgl. C. 1931. II. 1749.) Vf. hat den Einfluß der künstlichen Alterung bei 50 bis 200° auf 2 Handelssorten von Duralumin (681 B u. 681 B  $\frac{1}{3}$ ) u. auf Superduralumin (Duralumin mit Si-Geh.) untersucht. Die Dauer des Temperns betrug 20—40 Stdn.; die künstliche Alterung erfolgte bei den ersten Vers.-Reihen nach vorhergehender Alterung bei Zimmertemp., bei den späteren unmittelbar nach dem Abschrecken von hohen Temp. (über 500°); zwischen beiden Serien waren keine merklichen Unterschiede zu beobachten. In einer 3. Vers.-Reihe wurde die künstliche Alterung nach vorhergehender Alterung bei Zimmertemp. u. Kaltwalzen vorgenommen. Dabei resultierte bei Temp. von 100 bis 125° ein Material, das hohe Zugfestigkeit u. Dehnung aufwies u. dessen „yield-point“ um 33 bis 53% höher lag, als bei den beiden ersten Vers.-Reihen. Der Effekt der künstlichen Alterung von Duralumin besteht — abgesehen von einer anfänglichen Erweichung bei niedrigen Temp. — hauptsächlich in einer Heraufsetzung des „yield-point“; die Zugfestigkeit wird nur wenig beeinflusst. Daneben werden Dehnung, Biegsamkeit u. andere für die Kaltverarbeitung wesentliche Eigg. merklich herabgesetzt u. die Korrosionsfestigkeit verringert. Im Gegensatz zu Duralumin erfährt die Zugfestigkeit von Superduralumin durch künstliche Alterung eine deutliche Steigerung; was die sonstigen Eigg. anlangt, verhält sich Superduralumin im wesentlichen ebenso, wie Duralumin. (*Journ. Inst. Metals* 44. Nr. 2. 207—40. 1930.)

HARTNER.

**K. L. Meissner**, *Einfluß der Kaltverdichtung auf die Aushärtung von Duralumin*. Die Einschaltung einer Kaltverdichtung nach dem Abschrecken vom Veredelungs- glühen stört die während des Lagerns eintretende Aushärtung des Duralumins, u. zwar um so mehr, je stärker die Kaltverdichtung ist. Der Aushärtungsvorgang wird nicht wesentlich gestört, wenn die Kaltverdichtung erst nach 4—6 Stdn. nach dem Abschrecken angewandt wird. (*Ztschr. Metallkunde* 24. 88—89. April 1932. Düren.) HÜN.

**K. Trettin**, *Die Vergütung von Legierungen als dispersoidchemisches Problem*. (Fortsetzung.) (Vgl. C. 1932. I. 2089.) Ausgehend von der deutschen Patentschrift 452 407 bespricht Vf. die Beeinflussung der elektr. Leitfähigkeit von Legierungen durch Vergütung. Die Abhängigkeit des Widerstandswertes von der Alterungstemp. wird gezeigt. Vf. bespricht weiterhin eine Reihe neuerer Patentschriften, nach welchen unter Annahme der „Ausscheidungshypothese“ die Ausscheidung einer Verb. in der Legierung durch Zusatz Mischkristall bildender Elemente künstlich gefördert wird bzw. die Legierungen durch Umwandlung grober Ausscheidungen in höherdisperse Form (z. B. bei eisenhaltigen Aluminiumlegierungen) veredelt werden. In diesem Zusammenhang wird auch auf den Einfluß des Dispersitätsgrades der ausgeschiedenen Teilchen auf die magnet. Eigg. (Koerzitivkraft) u. die elektr. Leitfähigkeit hingewiesen. (*Kolloid-Ztschr.* 58. 360—62.)

COHN.

**T. Mauland**, *Das Erschmelzen von Messing im Kupfrofeln*. (*Metal Ind.* [London] 38. 644. 1931. — C. 1932. I. 1427.)

EDENS.

**H. P. Croft**, *Einwirkung von Blei in Messing und Bronzen auf die Bearbeitbarkeit und Schweißbarkeit*. Mikroaufnahmen von Alpha-Messing mit 0,1% Pb. Als Verunreinigung durch Pb-haltiges Zn findet es sich in Mengen von 0,01—0,4% im Messing vor, für gewisse Zwecke zulegiert bis zu 4%. Bei Stanzmessing mit 60—65% Cu wird Pb-Geh. zwischen 1 u. 2,5% gehalten. Einfluß von Pb-Geh. von 0—0,5% in einem Messingblech mit 70% Cu u. 30% Zn auf Zugfestigkeit, Längung u. Härte. Tabellar. Zusammenstellung der Bearbeitbarkeit, Festigkeitseigg. u. Zus. von Kupfer, Messing u. Bronzen mit u. ohne Pb-Geh. (*Metal Progress* 19. Nr. 5. 60—65. 1931.) NIKLAS.

**H. M. St. John**, *Temperaturmessung von geschmolzenem Metall in der Messinggießerei*. Wichtigkeit einer genauen Temp.-Kontrolle in der Metallgießerei, infolge der Abhängigkeit der Gußqualität von der Gießtemp. Als Material für die Eintauchpyrometer dienen Drähte aus Chromel (90% Ni, 10% Cr) u. Alumel (94% Ni, 2% Al, 3% Mn, 1% Si), die nach Abnutzung ausgewechselt werden. Wartung, Anwendung u. Kosten für Pyrometer. (*Trans. Amer. Foundrymen's Assoc.* 2. Nr. 5. 35—44. 1931.)

NIKLAS.

**F. R. Hensel** und **L. M. Tichvinsky**, *Vergleich zwischen binären Kupfer-Bleilegierungen und bleihaltigen, feste Lösungen darstellenden Bronzen in ihrem Verhalten bei schwer belasteten Lagern*. Aus binären Cu-Pb-Legierungen scheidet sich bei einem Pb-Geh. von > 25% leicht Pb aus; der Pb-Geh. u. seine Verteilung hängt in erster

Linie von der Gußtemp. ab, bei niedriger Gußtemp. erfolgt die Erstarrung rascher u. es bleibt mehr Pb in Suspension. Kleine Mengen von Verunreinigungen, wie Sn u. P, wirken ebenfalls in dieser Richtung. Die physikal. Eigg. der binären Cu-Pb-Legierungen hängen von der Gußtemp. zwischen 1050 u. 1150° fast gar nicht u. auch nur wenig vom Pb-Geh. (12—25%) ab, nur die Brinellhärte nimmt mit zunehmender Pb-Menge ab. Die elektr. Leitfähigkeit der Cu-Pb-Legierungen beträgt etwa das 6-fache der Bronzen in fester Lsg. mit gleichem Pb-Geh. oder von Babbittmetall; sie wird durch Verunreinigungen, besonders Sn u. P, stark herabgesetzt. Als Lagermetalle zeigen sich die Cu-Pb-Legierungen sehr geeignet, da sie geringen Reibungskoeff. besitzen u. infolge ihrer größeren Wärmeleitfähigkeit die Lagertemp. niedriger bleiben als bei den genannten Bronzen, es können Drehzahlen bis zu 1000—2000 Umdrehungen pro Minute erreicht werden. Stahlverschalung läßt sich gut verbinden durch Erhitzen des Stahlgehäuses über den F. der Legierung, wobei ein Bad von Sn-Bronze oder reinem Cu zur Vorheizung (auf 1150—1200°) empfohlen wird. (Trans. A. S. M. E. Iron and Steel 54. Nr. 8. 11—24. 30/4. 1932. East Pittsburgh, Pa.) R. K. MÜLLER.

**C. H. Bierbaum**, *Über den heutigen Stand der Herstellung und Verwendung von Lagermetallen.* (Vgl. C. 1932. I. 2378.) Zusammenfassende Betrachtungen. (Iron Age 129. 774—76. 817. 31/3. 1932. Buffalo, N. Y., Lumen Bearing Co.) EDENS.

**J. E. Hurst**, *Wirkung des Schleudergusses auf die Korngröße von Metallen.* (Vgl. C. 1932. I. 2887.) Mikrogefüge von Phosphorbronze u. Al-Bronze mit Gehh. von 10,41%, 10,77%, 11,1%, 11,9% Al bei Schleuderguß. Auftreten von langfaserigem Gefüge in der Makrostruktur von Al-Bronze ohne Wärmebehandlung. Auftreten derselben Erscheinung bei einem Gußeisen von 4,1% Gesamt-C im Schleuderguß. (Metal Ind. [London] 40. 467—69. 29/4. 1932.) NIKLAS.

—, *Das Kriechen von Metallen.* Beschreibung eines von BARR u. BARDGETT angegebenen Apparates zur Messung des Kriechens von Metallen bei hoher Temp. An Stahl wird die zeitliche Abnahme der Spannung gemessen, die das Metall tragen kann, ohne zu fließen. Die Abnahme der Spannung während 48 Stdn. erweist sich proportional der Anfangsspannung. (Metallurgia [Brit. Journ. Metals] 5. 155—56. März 1932.) EISENSCHITZ.

**Oscar E. Harder**, *Die Anwendung der Metallographie zur Erklärung der Ursachen einer Gewehrexpllosion.* (Metals & Alloys 2. 226—28. 1931. Battelle Memorial Inst.) EDENS.

**C. E. Eddy**, *Spektralanalyse in der Metallurgie.* (Vgl. C. 1931. II. 877.) Bericht über die Verf. von BROWNSDON u. VAN SOMEREN u. von SMITH (beide C. 1932. I. 1293). (Chem. Engin. Mining Rev. 24. 239—40. 5/4. 1932. Melbourne, Univ.) R. K. MÜ.

**E. E. Thum**, *Krystallstruktur von Metallen.* Beispiele für den kristallinen Aufbau von Metallen; Dendriten in einer Höhlung eines 0,62% C-Stahls, Wismutkristalle, WIDMANSTÄTTENSche Struktur eines Meteoriten, Dendriten in einer Cu-Co-Gußlegierung, Zwillingkristalle in einem Patronenmessing u. Krystallbildg. in einem Manganstahl, Walzeisen u. abgeschrecktem Sn, Bruchbildg. in einem grobkörnigen Si-Stahl u. Röntgenaufnahme eines Si-Stahls. (Metal Progress 19. Nr. 5. 75—80. 1931.) NIKLAS.

**Fritz Regler**, *Innere Spannungen und ihr röntgenographischer Nachweis.* Gekürzte Wiedergabe der C. 1931. II. 2382 u. C. 1932. I. 2231 referierten Arbeiten. (Mitt. Staatl. techn. Versuchsamts 20. 43—58. 1931. Wien.) HÜNIGER.

**L. Gasquard**, *Über Formsand.* I. Es wird über Unterss. über die Struktur von Formsanden an Hand physikal.-chem. Trennungen von Sand u. Ton in einem Formsand berichtet, ferner wird die Anwendung der Ergebnisse dieser Unterss. hinsichtlich der Aufbereitung alter Formsande besprochen. Zum Schluß wird noch auf die Methoden zur physikal.-chem. Trennung des Tones, des Sandes u. der kolloidalen Bestandteile der Formsande eingegangen. (Rev. Fonderie mod. 26. 95—104. 25/3. 1932.) EDENS.

**F. C. Thompson** und **E. L. Francis**, *Untersuchungen über den Drahtziehvorgang. II. Faktoren bezüglich des Kraftverbrauches.* (I. vgl. C. 1930. II. 3191.) Es werden die Beziehungen zwischen der Elastizitätsgrenze u. der Zerreißfestigkeit einerseits u. der minimalen Ziehkraft andererseits bei niedrigen u. hohen Ziehgesehwindigkeiten für verschiedene Nichteisenmetalle u. Eisenlegierungen untersucht. Ferner wird über Verss. zur Ermittlung des Einflusses der Ziehgesehwindigkeit auf den Kraftverbrauch beim Ziehen berichtet. Endlich wird noch der Einfluß der Querschnittsverminderung je Zug untersucht. Mathemat. Überlegungen ergänzen die experimentellen Unterss. (Iron Steel Engineer 20. 87—124. 1931. Manchester, Victoria Univ.) EDENS.

**Sidney G. Koon**, *Über Lager mit geringer Reibung für hohe Beanspruchungen*. Die Vorteile u. Anwendung von Kugel- u. Rollenlager mit geringster Reibung werden eingehend besprochen, wobei insbesondere auf die Verwendung für Walzengerüste eingegangen wird. (Trans. A. S. M. E. Iron and Steel 51. Nr. 8. 5—20. 1929. New York, N. Y.)

EDENS.

**J. C. Jones**, *Über Fleckenbildung auf verzinnem Eisenblech*. An Hand von Gefügeunters. wird über das Auftreten von Flecken auf der Oberfläche verzinnter Eisenbleche verschiedener Herkunft berichtet. Es wird festgestellt, daß einerseits die Zus. des Eisenbleches, andererseits die Zus. des Verzinnungsbades das Auftreten der Flecken beeinflusst. Hierbei zeigt sich, daß insbesondere die Eigg. des zum Bade zugesetzten Flußmittels maßgebend sind, da eine Verwendung anderer Salze als  $ZnCl_2$  als Flußmittel das Auftreten der Flecken vermindert. (Journ. Iron Steel Inst. 124. Nr. 2. 13 bis 39. 1931. Swansca, Univ. Coll.)

EDENS.

**L. B. Hunt**, *Die elektrolytische Abscheidung von Legierungen*. Allgemeine Gesichtspunkte, Literaturangaben. (Metallurgist 1932. 52—53. Beilage zu Engineer. 29/4.)

KUTZELNIGG.

**C. L. Mantell**, *Untersuchung von Elektroreinigern*. (Vgl. C. 1932. I. 2232.) Beschreibung der Energiebilanz eines elektrolyt. Reinigungsbades. Die erforderlichen Badspannungen werden für verschiedene Metalle (im reinen Zustande) u. für verschiedene Stromdichten aufgeführt. Die Überspannung für H u. O steigt mit zunehmender Stromdichte stark. Die zur Überwindung des Badwiderstandes aufzuwendenden Spannungen sind verhältnismäßig sehr gering. Schmutz- u. Fettschichten bedingen eine starke Erhöhung der Anfangsspannung. Je rascher der Reiniger den Fettfilm in der Weise anfrißt, daß Stellen der Metalloberfläche bloßgelegt werden, desto geringer ist daher sein Kraftverbrauch. Aus diesem Grunde ist auch reine NaOH, trotz hoher Leitfähigkeit, gemischten Reinigern in ökonom. Hinsicht unterlegen. (Metal Clean. Finish. 3. 945—49. 1931. Bloomfield, N. J.)

KUTZELNIGG.

**R. A. Smart**, *Eine moderne Galvanisieranlage von großer Kapazität*. Beschreibung einer Anlage der CANADIAN BRIDGE CO., Walkerville (Ontario), mit 2 Kesseln zu 90 t u. automat. Temp.-Kontrolle. (Gas Age-Record 69. 627—30. 21/5. 1932.) R. K. Mj.

—, *Natriumbisulfidpulver. Qualitätserfordernisse für die Galvanisation*. Das als Zusatz für Cyanidbäder zur Verkupferung verwendete „Bisulfidpulver“ besteht bei hochgradigem Material zu ca. 90% aus Natriummetabisulfid  $Na_2S_2O_5$ . Das Material soll mindestens 59%  $SO_2$  bzw. 88%  $Na_2S_2O_5$  enthalten. (Chem. Trade Journ. 90. 433. 29/4. 1932.)

R. K. MÜLLER.

**K. Altmanberger**, *Das Verchromen von Leichtlegierungen*. In Verfolg früherer Unters. (vgl. C. 1932. I. 867) über eine vorteilhafte industrielle Methode zur Plattierung von Aluminium u. Al-Legierungen wurden Verss. mit einer Reihe von Legierungen auf Al-Si- u. Al-Cu-Basis gemacht. Die Cu-legierten Metalle zeigten eine gute mechan. Bearbeitbarkeit u. porenfreie Oberfläche, während die Siliciumlegierungen auch nach dem Polieren auf Hochglanz eine rauhere u. dunklere Oberfläche aufweisen. Es erwies sich eine Vorbehandlung der auf Hochglanz polierten u. elektrolyt. oder mit Schlammkreide, Wiener Kalk, Soda entfetteten Gegenstände in einer alkal. Vorbeize (Zinkatlsg.) als vorteilhaft. Die elektrolyt. Vernicklung u. Verchromung der so vorbehandelten Proben führte zu außerordentlich dauerhaften, auch gegen Polieren widerstandsfähigen Ndd. (Chem.-Ztg. 56. 247. 26/3. 1932.)

COHN.

**J. L. Merigold**, *Goldbäder für die Praxis*. Beschreibung des Salzwasserverf., Rezepte für Tauchvergoldung u. verschiedene Arten der galvan. Vergoldung (z. B. rosa, rote, grüne, graue, weiße Tönungen). Einige Bäder erhalten einen Zusatz von Cd, welches unter Umständen Ag ersetzen kann, andere von Cu oder As. (Brass World 28. 95—97. Mai 1932. Los Angeles.)

KUTZELNIGG.

**Lionel Cinamon**, *Rhodiumplattierung in Handel und Wirtschaft*. Vorteile des Phosphatbades sind: hohe Stromausbeute, niedrige Arbeitstemp., bequeme colorimetr. Badkontrolle. — Empfohlene Stromdichte: 0,5 Amp./Quadratzoll, Spannung 7—10 Volt, Rh-Geh. 2 g/l. Vorteile des Sulfatbades: raschere Abscheidung, Spannung nur 4 bis 6 Volt, höhere Leitfähigkeit. — Rh-Geh. 1 g/l. Nachteil dieses Bades: Die Badnebel sind schädlich. — Rh kann direkt abgeschieden werden auf Au, Cu, Ag, Neusilber, Pt, Pd, Ni. Andere Metalle müssen eine Zwischenschicht, am besten aus Ni oder Pd, erhalten. (Brass World 28. 97. Mai 1932. New York.)

KUTZELNIGG.

**Walter Smith**, *Über das Calorisieren und dessen Verwendung*. Allgemeines über das Calorisieren von Eisenteilen zwecks Erzielung einer rostsicheren u. zunderfesten

Oberfläche, ferner über die Verwendung von calorisierten Werkstücken. Zum Schluß wird noch kurz auf das Calorisieren von hitzebeständigen Legierungen eingegangen. (Metallurgia [Brit. Journ. Metals] 5. 207—08. April 1932.) EDENS.

**J. C. Woodson**, *Anforderungen der Technik an hitzebeständige Metalle*. Vgl. berichtet, gestützt auf das Ergebnis einer Rundfrage, über Erfahrungen mit hitzebeständigen Metallen bei ihrer Verwendung als Widerstandselemente oder zu Ofenkonstruktionen verschiedener Art. Fast ausschließlich handelt es sich um Cr-Ni oder Cr-Ni-Fe-Legierungen, deren Zus. dem jeweiligen Verwendungszweck angepaßt sein muß. Die weiteste Anwendung findet die 35—40% Ni u. 15—20% Cr enthaltende Legierungstypc. Wird besondere Korrosionsbeständigkeit verlangt (S-haltige Gase!), so wird der Cr-Geh. hoch bemessen. Die wichtigsten Ursachen einer vorzeitigen Zerstörung sind ungleichmäßige Erhitzung, Gußfehler, unrichtige Montierung. (Heat Treating Forging 17. 700—705. 796—99. 1931.) KUTZELNIGG.

**Ulick Richardson Evans**, *Einige Gesichtspunkte zum Korrosionsproblem*. Zusammenfassende Betrachtungen über die Korrosionserscheinungen, über die Ursachen der Korrosion, sowie über den Korrosionsschutz. (Engineering 153. 504—06. 532—33. 550—51. 639—41. 1932.) EDENS.

**Leslie W. Vollmer** und **Blaine B. Westcott**, *Der Einfluß von Schwefelwasserstoff auf gedrihten Draht*. (Trans. A. S. M. E. Petroleum mechan. Engin. Sonder-Nr. National Meeting Oct. 1930. 57—61. Pittsburgh, Pa., Res. Dep., Gulf Co. — C. 1931. I. 3604.) EDENS.

**E. R. Roetheli**, **G. L. Cox** und **W. B. Littreal**, *Einfluß des  $p_{H_2}$  auf die Korrosionsprodukte und die Korrosionsgeschwindigkeit von Zink in  $O_2$ -haltigen wässrigen Lösungen*. Zn korrodiert in starkem Maße in  $O_2$ -haltigen wss. Lsgg., deren  $p_H$  geringer als 6 oder größer als 12,5 ist, infolge der großen Löslichkeit des Korrosionsprod. u. infolge des leichten Zutritts der  $H^+$ ,  $OH^-$  oder des  $O_2$  zu der Metalloberfläche. Bei Lsgg. mit  $p_H$ -Werten zwischen 6 u. 12,5 beruht die geringe Korrosionsgeschwindigkeit auf der Bldg. von dichten u. gut haftenden Schutzschichten auf der Metalloberfläche. Wenn auch bei einem  $p_H$  von 5 unl. Korrosionsprod. abgeschieden werden, so ist dieses wahrscheinlich darauf zurückzuführen, daß das  $p_H$  der direkt an das Metall grenzenden Fl.-Schichten wesentlich höher ist. Veränderung der äußeren Faktoren, wie z. B. durch Wirbelung der Fl., können die  $p_H$ -Werte erheblich ändern, da die Diffusionsgeschwindigkeit der  $OH^-$  aus der an das Metall angrenzenden Fl.-Schicht in die Lsg. beeinflusst wird. Schriftumsübersicht. (Metals & Alloys 3. 73—76. März 1932. Cambridge, Mass., Res. Lab. Appl. Chem., Dep. Chem. Eng., Massachusetts Inst. Techn.) EDENS.

**Wilber E. Harvey**, *Der Einfluß von Cadmiummetallüberzügen und des Beizens auf die Korrosionsermüdung*. An einem Stahl mit 0,47% C, der verschiedenen Wärmebehandlungen unterworfen wird u. dann nach dem Polieren Cd- u. Zn-Überzüge erhält, werden Dauerfestigkeitsbestst. an der Luft u. in W. durchgeführt u. mit den Ergebnissen der unbehandelten Stähle verglichen. Es zeigt sich, daß sowohl Cd- als auch Zn-Überzüge das Eisen sehr gut gegen Korrosion schützen. Durch das Beizen des Materials wird die Korrosionsermüdung sehr verschlechtert. Hierbei spielt die Ggw. von  $H_2$  eine große Rolle. Bei Zn-Überzügen bewährt sich ein vorheriges Beizen mit organ. Verbh., bei Cd-Überzügen muß dafür gesorgt werden, daß beim Beizen jegliche  $H_2$ -Bldg. vermieden wird. (Metals & Alloys 3. 69—72. März 1932. Lehigh Univ.) EDENS.

**S. Wernick**, *Verhütung der Korrosion*. Überblick. (Times Imp. foreign Trade Engin. Suppl. 30. 219. 28/5. 1932.) KUTZELNIGG.

**O. W. Roskill**, *Der Parkerprozeß als Rostschutzmittel*. Zusammenfassende Beschreibung des PARKER-Verf. (Ind. Chemist chem. Manufacturer 8. 59—60. Febr. 1932.) EDENS.

**J. Feiser**, *Oberflächenschutz von Leichtmetallen*. Zusammenfassendes. (Umschau 36. 426. 28/5. 1932.) EDENS.

**Joseph Rossman**, *Schutz des Aluminiums durch anodische Behandlung*. Fortsetzung der C. 1932. I. 2230 referierten Patentschau. (Engl., französ. u. deutsche Patente.) (Metal Ind. [New York] 30. 108—10. März 1932.) KUTZELNIGG.

**Charles A. Scharschu**, *Einführung in die korrosionsbeständigen Legierungen*. Zustandsdiagramme der Systeme Fe-C, Fe-C mit 14% Cr u. Fe-C mit 18% Cr. Messerschmiedewaren aus nichtrostenden Stählen enthalten: 0,35% C u. 13,5% Cr, oder 0,65% C u. 16,5% Cr. Angabe der Wärmebehandlung u. Festigkeitseigg. dieser Legierungen. (Metal Progress 19. Nr. 5. 46—49. 1931.) NIKLAS.

**E. C. Badeau**, *Die Eignung von Nickel für Milchanlagen, erhöht durch die Ausarbeitung einer neuen Legierung mit Chrom*. Besonders die Legierung mit 14% Cr zeigte sich den verschiedensten Korrosionseinflüssen gegenüber beständig. (Milk Plant Monthly 21. Nr. 5. 45—46. Mai 1932.) GROSZFELD.

**M. Th. Michailoff**, *Über die galvanische und potentiometrische Bestimmung des Korrosionsgrades*. Vf. beweist die Unzulänglichkeit, aus den Ergebnissen von Potential- u. Stromdichtemessungen auf den Korrosionsgrad von Gußeisen für verschiedene Konzz. von H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> bei verschiedenen Temp. zu schließen. Das TÖDTsche Prüfverf. dürfte nicht allgemein für alle Fälle geeignet sein. (Korrosion u. Metallschutz 8. 85—89. April 1932.) KALPERS.

**L. W. Haase**, *Die verbesserte elektrochemische Kurzprüfapparatur*. (Vgl. C. 1931. II. 307.) Das früher beschriebene elektrochem. Kurzprüfverf. wird durch Anwendung einer Umlaufapparatur nach SCHMIDT (folg. Ref.) bedeutend verbessert durch Verminderung der benötigten Fl.-Mengen, Konstanz des O<sub>2</sub>-Geh. der Lsgg. u. Erleichterung der gewichtsanalyt. Best. des gel. Metalls. (Chem. Fabrik 5. 189. 1/6. 1932. Berlin-Dahlem, Preuß. Landesanst. f. W.-, Boden- u. Lufthygiene.) R. K. MÜLLER.

**R. Schmidt**, *Kreislaufapparatur für Versuche mit strömenden Flüssigkeiten*. Zur Prüfung des Verh. von Werkstoffen gegenüber strömenden Fl., insbesondere für Korrosionsprüfungen (vgl. vorst. Ref.) wird folgende Vorr. empfohlen: Eine 2—3 Liter fassende Tubusflasche *F* steht durch einen doppelt durchbohrten Gummistopfen mit der Wasserstrahlpumpe in Verb., durch die andere Bohrung führt eine Leitung in ein Sammelgefäß *S*, sich in diesem derart verzweigend, daß das eine Rohr bis auf den Boden reicht, während das andere mit einem Schwimmventil im oberen Teil des Gefäßes endet. Der untere seitliche Tubus der Flasche *F* ist mit einem Rückschlagventil verbunden, dessen Ablauf in das Vers.-Gefäß *A* mündet, dieses steht durch einen Stufenheber in Verb. mit *S*. Durch abwechselndes Öffnen u. Schließen der Ventile beim Ansaugen wird der Kreislauf der Fl. in Richtung  $F \rightarrow A \rightarrow S \rightarrow F$  bewerkstelligt. (Chem. Fabrik 5. 189—90. 1/6. 1932. Berlin-Dahlem, Preuß. Landesanst. f. W.-, Boden- u. Lufthygiene.) R. K. MÜLLER.

**Guy H. Ruggles**, Inspiration, Arizona, V. St. A., *Schwimmtaufbereitung* von sulfid. u. oxyd. Erzen, besonders von Kupfererzen. Die Erztrübe wird, zweckmäßig vor Einbringung in die Mahlvorr., mit einer Mischung von Ca(OH)<sub>2</sub> u. Na<sub>2</sub>S, die in W. aufgeschlämmt bzw. aufgel. ist, versetzt. Um immer gleiche Mengenverhältnisse in der Zusatzfl. aufrecht zu erhalten, pumpt man sie dauernd um. Das Metallausbringen soll gegenüber der alleinigen Anwendung von Ca(OH)<sub>2</sub> oder Na<sub>2</sub>S erhöht werden. (A. P. 1 852 481 vom 9/11. 1929, ausg. 5/4. 1932.) GEISZLER.

**Fusion & Volatilisation Soc. Anon.**, Saint-Etienne, *Behandeln von Erzen und dgl. bei gleichzeitigem Vergasen der Brennstoffe*. Die Erze oder Rückstände, enthaltend Zn, Pb, Cu, Fe, Ag, Au werden mit Brennstoff u. Ca-Verbb. oder Silicaten derart vermischt, daß in der Schlacke das Verhältnis SiO<sub>2</sub>/CaO = 1—2 beträgt. Das Gemisch wird im Muffelofen mit Gebläse auf über 300°, zweckmäßig 400—700° erhitzt; in der Nähe des Eintritts der Gebläsewinde soll eine Temp. von 1000—2000° herrschen, so daß in dieser Sphäre volle Red. der Oxyde usw. stattfindet. (Poln. P. 132 777 vom 28/6. 1929, ausg. 25/4. 1931. D. Prior. 6/7. 1928.) SCHÖNFELD.

**Akt.-Ges. für Bergbau, Blei- und Zinkfabrikation zu Stolberg und in Westfalen**, Deutschland, *Herstellung von Zinkmuffeln* mit Schutzauskleidung. Die Schutzmasse, z. B. SiC, Koks, Graphit, für sich oder in Mischung mit Ton, wird in dem Tonballen, aus dem die Muffel z. B. mittels einer Dorrpresse erpreßt wird, so angeordnet, daß nicht die ganze Muffelwandung, sondern nur ein Teil derselben, vorzugsweise der untere Teil mit der Schutzmasse umzogen ist. Man erreicht dies durch unsymm. Anordnung der Schutzmasse im Tonballen. Risse u. Sprünge beim Trocknen u. Brennen der Muffel infolge der verschiedenen Wärmeausdehnung von Muffel- u. Schutzmasse sollen vermieden werden. (F. P. 720 629 vom 25/7. 1931, ausg. 22/2. 1932. D. Prior. 29/8. 1930.) GEISZLER.

**Ancolex Ltd.**, England, *Reduktion des Metallgehaltes von Erzen zu Metall* oder Oxydulverbb. Der gepulverten Mischung von Erz u. C-haltigem Reduktionsmittel wird, zur Vermeidung des störenden Einflusses eines in den Ausgangsstoffen enthaltenen Geh. an W. bei der Red. der Erze, ein das W. bindender und zersetzender Stoff zugesetzt. Die Charge wird dann auf Temp. unterhalb des F. der M. erhitzt. Das reduzierte Gut bereitet man zur Trennung der Metalle voneinander u. von der Gangart in bekannter

Weise auf. Als zur Bindung bzw. Zers. des W. geeignete Stoffe kommen z. B. die Oxyde, Carbide oder Cyanamide der Erdalkalimetalle u. des Mg in Frage. (F. P. 722 822 vom 11/9. 1931, ausg. 26/3. 1932. E. Prior. 13/9. 1930.) GEISZLER.

**Henry Edwin Coley**, London, *Reduktion von Erzen* durch Einführung von KW-Stoffen durch ein gekühltes Rohr in das auf Reduktionstemp. erhitzte Erz, das sich in einem Drehofen befindet. Das Erz wird in einem vor dem eigentlichen Reduktionsrohr geschalteten Drehrohr durch die Abgase aus dem Reduktionsrohr vorerhitzt. Das Vorerhitzungsrohr soll quer zu dem Reduktionsrohr liegen. (Oe. P. 127 765 vom 9/12. 1926, ausg. 11/4. 1932.) GEISZLER.

**Frederick Lindley Duffield**, London, *Verfahren und Ofen zur Reduktion von Eisenerzen*. Das mit Kohle, gegebenenfalls mit Zusatz von Kalk versetzte Erz wird von unten in die Red.-Kammer gebracht u. nacheinander in die oberen Teile der Kammer durch immer heißere Zonen befördert; das reine Metall wird vom obersten Teil der Kammer abgeführt. (Poln. P. 13 305 vom 28/8. 1928, ausg. 5/5. 1931. E. Prior. 10/10. 1927.) SCHÖNFELD.

**Kattowitzer Akt.-Ges. für Bergbau und Eisenhüttenbetrieb**, Kattowitz, *Unmittelbare Reduktion von Eisenerzen in geschlossenen Kammern ohne Luftzutritt*. Das mit Kohle innigst vermischte Erz wird als kontinuierlicher Strom durch senkrechte schmale Kammern geführt, deren Wandungen von außen beheizt u. die durch vertikale Kanäle in eine Heiz-, Reduzier- u. Kühlzone geteilt werden. (Poln. P. 13 345 vom 22/2. 1930, ausg. 5/5. 1931.) SCHÖNFELD.

**Hermann C. Starck A.-G.**, Berlin (Erfinder: **Fritz Rothe**, Berlin, und **Otto Diefenthaler**, Murg, Baden), *Verfahren zur Verarbeitung von manganhaltigen Wolfram-erzen auf Ferrowolfram* im elektr. Ofen unter Zusatz von Schwefelverb. u. C, sowie von Schlackenbildnern, wie CaO, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, dad. gek., daß der S in elementarer Form oder in Form von Schwefelverb., besonders FeS, FeS<sub>2</sub> oder CaSO<sub>4</sub>, in einer dem Mangan-geh. der Wolfram-erze prakt. äquivalenten Menge zugesetzt wird. — Der Mn-Geh. der Erze soll durch die Behandlung in MnS übergeführt werden, das in die Schlacke tritt. Außerdem kann der Kohlezusatz der Beschickung erhöht werden, ohne daß C-haltige Wolframprodd. anfallen. (D. R. P. 548 464 Kl. 18b vom 15/8. 1929, ausg. 13/4. 1932.) GEISZLER.

**Stanisław Surzycki**, Warschau, *Herstellung von Gußeisen und Gußstahl in zwei Martinöfen*. In den einen Ofen gibt man eine aus Roheisen u. Bruch bestehende Beschickung n. Zus., in den zweiten Ofen ausschließlich fl. Roheisen; das fertige fl. Metall des ersten Ofens fließt zeitweise in den zweiten Ofen, während jetzt der erste Ofen nur eine Roheisenbeschickung erhält usw. (Poln. P. 13 212 vom 3/7. 1929, ausg. 25/4. 1931.) SCHÖNFELD.

**Taylor-Wharton Iron and Steel Co.**, High Bridge, New Jersey, übert. von: **John Howe Hall**, High Bridge, *Wärmebehandlung von durch Kaltverarbeitung hergestellten Gegenständen aus Manganstählen* mit bis 15% Mn u. bis 5% Ni. Zur Verringerung der durch die Kaltverarbeitung hervorgerufenen Härte u. Sprödigkeit des Gegenstandes glüht man ihn bei etwa 670° längere Zeit aus u. läßt dann an der Luft abkühlen. Bei starken Querschnittsverminderungen kann man den Gegenstand zwischen den Kaltverarbeitungsstufen einer Zwischenglühung unterwerfen. Man erhitzt hierbei auf etwa 1000° u. läßt bis auf etwa 780° langsam abkühlen. (A. P. 1 851 903 vom 6/2. 1930, ausg. 29/3. 1932.) GEISZLER.

**Lucien Sturbelle**, Brüssel, *Darstellung von Metallen, insbesondere Zink, aus Erzen mittels Elektrolyse*. Das Erz u. die saure Lsg. kreisen im Gegenstrom, wobei das an Metall immer ärmere Erz mit immer saureren Lsgg. in Kontakt kommt; die so erhaltene Lsg. wird der Reinigung durch Führen der Metallsulfids durch eine Sulfidschicht des gleichen Metalles zwecks Ersatz des Metallsulfids noch vor der Elektrolyse durch unreine Metalle unterworfen. (Poln. P. 13 342 vom 14/6. 1929, ausg. 5/5. 1931. Belg. Prior. 15/6. 1928.) SCHÖNFELD.

**E. P. Babitsch**, U. S. S. R., *Verfahren zum Umschmelzen von Zinnpulver*, darin bestehend, daß man als Flußmittel eine Mischung aus (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>, (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>21</sub>·4 H<sub>2</sub>O, NH<sub>4</sub>Cl u. Petroleum verwendet. (Russ. P. 22 263 vom 27/12. 1926, ausg. 31/8. 1931.) RICHTER.

**Alexis Finkelstein**, Bernburg, *Trennung und Gewinnung von Blei in Form von Bleioxyd aus Gemischen mit Metallen, welche in Atkalkalien lösliche Oxyde bilden*, 1. dad. gek., daß die bei der Abkühlung der Ätzalkalilsg. auf oder unter die Krystallisations-temp. des Pb-Oxydes ausgefallenen Oxyde der übrigen Metalle abgetrennt u. dann die

Krystallisation des Pb, zweckmäßig bei konstanter Temp., bewirkt wird. — 2. dad. gek., daß die Krystallisation aus ganz oder nahezu carbonat- u. sulfatfreier Lauge erfolgt. — 3. dad. gek., daß die Krystallisation des Pb-Oxydes durch Impfung, zweckmäßig unter Rühren, herbeigeführt wird. — 4. dad. gek., daß die Krystallisation des Pb-Oxydes mit Impfkristallen gewünschter Körnung u. Tracht herbeigeführt wird. (D. R. P. 551 027 Kl. 12n vom 13/5. 1930, ausg. 26/5. 1932.) DREWS.

**Aluminium-Industrie Akt.-Ges.**, Schweiz, *Aluminiumgewinnung*. Bei der elektrolyt. Gewinnung von Al aus  $AlF_3$  wird das am Boden des Elektrolysiergefäßes angesammelte fl. Metall mittels eines unten offenen u. kon. verengten Gefäßes entleert, welches in das fl. Metall taucht. Im Innern des Gefäßes befindet sich eine Schraube ohne Ende, welche mittels eines Druckluftmotors bewegt wird. Diese hebt das Metall zu einer seitlichen Öffnung, durch die es abfließt. Die aus dem Motor entweichende Luft dient zum Kühlen. (F. P. 719 943 vom 10/7. 1931, ausg. 12/2. 1932. D. Prior. 31/7. 1930.) KÜHLING.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Gießen von Leichtmetallen, insbesondere Magnesium und seinen Legierungen*. Vor dem Gießen wird die Form durch ein erhitztes Gas auf die benötigte Temp. gebracht, so daß die vorzeitige Abscheidung von Metallen auf der Oberfläche der Form vermieden wird. (Belg. P. 363 345 vom 28/8. 1929, Auszug veröff. 17/2. 1930. D. Prior. 19/9. 1928.) DREWS.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Gießen von Leichtmetallen, insbesondere Magnesium und Magnesiumlegierungen in Sandformen*. Vor dem Abguss wird h. Gas solange durch die Form geleitet, bis die Form u. die Kühlplatten gleichmäßig die erforderliche Temp. erreicht haben. (Poln. P. 13 497 vom 16/8. 1929, ausg. 20/5. 1931. D. Prior. 19/9. 1928.) SCHÖNFELD.

**Georg Pemetzrieder**, Berlin, *Herstellung von Gußstücken aus Lagermetall-Legierungen*, die neben Cu, Sn u. Zn etwa 20 bis 40% Pb u. bis zu etwa 2% Alkali- oder Erdalkalimetall enthalten. — Die gemäß der Erfindung erhältlichen Erzeugnisse besitzen ein sehr feines u. gleichmäßiges Gefüge. (D. R. P. 550 135 Kl. 31 c vom 11/5. 1930, ausg. 10/5. 1932.) KÜHLING.

**Eisen- und Stahlwerk Walter Peyinghaus**, Egge, *Verfahren und Kern zur Herstellung von Lagerschalen aus Verbundguß*, bei welchem das höchst schm. Metall (Stahl) für den Mantel um die hängend eingeformte Laufschaale aus niedriger schm. Metall (Bronze) aufgegossen u. verschweißt wird, 1. dad. gek., daß der in die Bronzschale gelegte Sandkern mit einer Kokille ummantelt wird. — 2. Kern zur Ausführung des Verf. nach Anspruch 1, dad. gek., daß die Mantelkokille aus mehreren Teilen besteht, die in radialer Richtung nachgiebig sind. — Die Laufeigg. des Bronzefutters als Notlaufmetall werden verbessert. (D. R. P. 548 837 Kl. 31 c vom 28/11. 1930, ausg. 20/4. 1932.) KÜHLING.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Alexander Siemens**, Grone), *Elektrolytische Herstellung von Chromlegierungen*, dad. gek., daß man den bekannten, für die Abscheidung von Cr verwendeten Bädern mit gegenüber dem Chromoxydgeh. stark überwiegenden Geh. an  $CrO_3$  Metallsalze, besonders Sulfate, in Mengen von wenigstens 50 g je l zusetzt, u. daß man weiter unter annähernder Einhaltung der für die Abscheidung von reinem Cr bezüglich Stromdichte u. Temp. geltenden Arbeitsweise das ursprüngliche Verhältnis von Chromoxydsalz zu  $CrO_3$  während des Niederschlagens der Legierung durch entsprechendes Nachsäuern des Bades aufrecht erhält, so daß die Konz. der Wasserstoffionen etwa dieselbe bleibt wie bei der Abscheidung von reinem Cr. — Die Erzeugnisse haften gut an den kathod. Trägern. (D. R. P. 550 966 Kl. 48a vom 20/12. 1928, ausg. 24/5. 1932.) KÜHLING.

**Johann Kafowi und Bruno Sachs**, Wien, *Verhinderung der Warmbrüchigkeit von Kupfer und Zinn enthaltenden Legierung*. Die Wrkg. des Verf. des Hauptpatentes wird dadurch verbessert, daß das Abkühlen der Legierungen von der 300—450° über der dystekt. liegenden Temp. unterbrochen u. die Legierungen innerhalb der Temperaturgrenzen von 525 u. 495° längere Zeit auf der jeweiligen dystekt. Temp. erhalten werden. (Oe. P. 128 081 vom 24/7. 1930, ausg. 10/5. 1932. Zus. zu Oe. P. 115 623; C. 1930. I. 2965.) KÜHLING.

**Wilhelm Neu**, Saarbrücken, *Chrom- und siliciumhaltige Kupferlegierungen und Verfahren zu ihrer Herstellung*, gek. durch einen Geh. an Cr von 4—20%, Si 0,3—1,8%, Fe 3—5%, Rest Cu. — Außerdem kann der Legierung bis zu 40% Pb u. bis zu 2% Ni zugesetzt werden. Das Cr kann ganz oder teilweise durch Mo, W oder Ti ersetzt sein. Die Herst. der Legierungen erfolgt derart, daß Cu mit Cr, Ferrochrom, Si u. Ferro-

silicium unter Zugabe von bis 0,1% Al zusammengeschmolzen wird. Die Legierungen zeichnen sich durch hohe Härte u. Dehnung, sowie durch einen geringen Verschleißkoeff. aus, ohne daß eine besondere Wärmebehandlung zur Entw. der guten mechan. Eigg. notwendig ist. (D. R. P. 549 682 Kl. 40b vom 17/8. 1928, ausg. 30/4. 1932.) GEI.

**New Jersey Zinc Co.**, New York, übert. von: **Willis M. Peirce**, **Edmund A. Anderson** und **George L. Werley**, Palmerton, Pen., V. St. A., *Spritzgußlegierung auf Zinkbasis*. Die Legierung besteht aus 2—10% Al, 3—6% Cu, Rest Zn mit unter 0,01% Pb + Cd. Durch die Verwendung eines sehr reinen Zn (mindestens 99,98% Zn) zum Aufbau der Legierung soll ihre Widerstandsfähigkeit gegen interkristallin. Korrosion gesteigert werden. Außerdem ändert sich die Ausdehnung der Legierung nicht beim Altern. In A. P. 1 852 441 werden für den gleichen Zweck Legierungen folgender Zus. vorgeschlagen: 2—10% Al, 0,01—0,3% Mg, 0,05—2% Cu, Rest Zn. Auch hierbei wird das Zn vorzugsweise in Form hoher Reinheit in die Legierung eingeführt. Zum selben Zweck soll nach A. P. 1 852 442 eine Legierung folgenden Aufbaus verwendet werden: Al etwa 4%, Cu etwa 1%, Rest Zn hoher Reinheit (mindestens 99,98% Zn). (A. P. 1 852 434 vom 29/8. 1930, A. P. 1 852 441 vom 19/8. 1930 u. A. P. 1 852 442 vom 21/8. 1930, alle ausg. 5/4. 1932.) GEISZLER.

**Soc. Générale Metallurgique de Hoboken**, Hoboken-les-Anvers, *Entfernen von Arsen und/oder Zinn aus Legierungen*. Die Legierung wird in inniger Berührung mit einem Antimoniat oder Stannat geschm. Man arbeitet zweckmäßig in Ggw. von Alkali. (Belg. P. 361 691 vom 21/6. 1929, Auszug veröff. 19/12. 1929.) DREWS.

**T. R. Haglund**, Stockholm, *Gleichzeitige Herstellung von Metallen bzw. Legierungen und feuerfesten Materialien*. Die Oxyde von Si, Fe u. Al sind in solchen Mengen vorhanden, daß deren dreifache Summe zwar den Geh. an Cr-Oxyd übersteigt, jedoch nicht den Wert 60 erreicht. (Belg. P. 365 814 vom 30/11. 1929, Auszug veröff. 15/5. 1930. Schwed. Prior. 13/12. 1928.) DREWS.

**Electro Metallurgical Co.**, New York, *Oberflächenhärtung durch Stickstoffbehandlung*. Das zu härtende Metallstück wird mit einer eine oder mehrere Cyanide enthaltenden Substanz behandelt. Man arbeitet bei unterhalb 580° liegenden Temp. Bei dieser Temp. soll die verwendete N abspaltende Substanz geschmolzen sein. (Belg. P. 358 639 vom 2/3. 1928, Auszug veröff. 25/9. 1929. A. Prior. 27/6. 1928.) DREWS.

**Oxweld Acetylene Co.**, West Virginia, übert. von: **Wilber B. Miller**, New York, *Schweißelektrode*. Das Kernmaterial besteht aus einer Cr-haltigen Legierung mit Gehh. an z. B. Ni, Si, Mn, Co, Fe, W u. C. Zur Verhinderung einer Oxydation des Cr beim Schweißen verwendet man einen Überzug für die Elektrode. Das Überzugsmaterial enthält außer dem Bindemittel (z. B. eine wss. Lsg. von Gummi arabicum oder Dextrin oder eine alkoh. Lsg. von Schellack) 5—50% einer Legierung von Mg, Mn u. Si, u. als Rest O<sub>2</sub>-Verbb. von Si u. B. Die Menge der vorhandenen B-Verbb. soll mindestens das 2—4-fache der Menge an Si-Verbb. betragen. Es sind z. B. Borosilicatgläser geeignet. (A. P. 1 852 021 vom 22/9. 1925, ausg. 5/4. 1932.) GEISZLER.

**Hoesch-Köln Neuessen Akt.-Ges. für Bergbau und Hüttenbetrieb**, Dortmund, *Brennschneiden von Gußeisen* unter Erhitzung des an der Schneidestelle schm. Gußeisens über die Schmelztemp. hinaus durch Verbrennen von Aluminiumpulver, dad. gek., daß das Aluminiumpulver dem Vorwärmegasgemisch hinzugefügt wird. — Es entsteht um den Schneidsauerstoffkern herum eine äußerst h. Fl., welche die Zündtemp. des Fe in reinem O<sub>2</sub> erreicht. (D. R. P. 549 781 Kl. 49h vom 5/9. 1930, ausg. 2/5. 1932.) KÜHLING.

**Siemens-Schuckertwerke Akt.-Ges.**, Berlin-Siemensstadt (Erfinder: **Walter Reichel**, Berlin), *Verfahren zum Verlöten von Eisenteilen miteinander oder mit Teilen aus anderem Material, insbesondere für elektrische Maschinen und Apparate*, dad. gek., daß auf die Eisenteile an den Lötstellen erst eine Kupferplatte hart angelötet u. danach die beiden Teile weich miteinander verlötet werden. — Durch die vorgeschlagene Arbeitsweise wird eine spätere Trennung der verlöteten Teile ermöglicht. (D. R. P. 549 281 Kl. 21d vom 13/7. 1927, ausg. 25/4. 1932.) GEISZLER.

**Alois Steinschaden**, Limberg, Österreich, *Metallische Überzüge*. 3 nebeneinanderliegende zylindr. Rohre sind an der einen Seite mit Zuleitungen für Preßluft od. dgl., an der anderen Seite mit Düsen versehen, deren Achsen sich in einem Punkte treffen. Dem einen der beiden äußeren Rohre wird Aluminiumpulver, dem anderen ein durch Al reduzierbares Metalloxyd gegebenenfalls stetig zugeführt. Zunächst wird das pulverförmige Al mittels Preßluft aus der entsprechenden Düse ausgeblasen u. entzündet

u. dann aus den beiden anderen Röhren Preßluft bzw. Preßluft u. Metalloxyd ausgeblasen. Letzteres wird reduziert u. auf den zu überziehenden Gegenstand geschleudert. Das den entstandenen Überzug bedeckende  $Al_2O_3$  kann leicht abgerieben werden. (Oe. P. 127 778 vom 14/2. 1931, ausg. 11/4. 1932.) KÜHLING.

**Langbein-Pfahner-Werke Akt.-Ges.**, Leipzig, *Elektrolytische Abscheidung von Chromniederschlägen* aus Lsgg. 3- oder niederwertiger Chromverbb., dad. gek., daß der Elektrolyt eine Wasserstoffzahl  $p_H$  in den Grenzen von etwa 4—6 besitzt u. Zusätze von Oxyde des Cr oder entsprechende bas. Salze lösenden oder reduzierenden, bei anderen Chromabscheidungsverf. an sich bekannten Stoffen, wie Seignettesalz, Natriumcitrat, A., Glycerin, Bisulfit, Chromosalze od. dgl. enthält. — Die Wasserstoffzahl soll vorzugsweise in der Nähe der Zahl 6 liegen, die kathod. Stromdichten sollen gering sein u. mit etwa 0,25 Amp/qdm beginnen. (D. R. P. 550 802 Kl. 48a vom 2/12. 1927, ausg. 20/5. 1932.) KÜHLING.

**Elektro-Chrom-G. m. b. H.** (Erfinder: Richard Justh), Berlin, *Elektrolytische Abscheidung von metallischem Chrom* aus einem das Cr in 6-wertiger u. in weniger als 6-wertiger Form enthaltendem Bade, dad. gek., daß wenigstens  $\frac{1}{3}$  des weniger als 6-wertigen Cr in Form der blauen oder violetten, an sich bekanntens Modifikation des  $Cr(OH)_3$  zugefügt wird. — Das abgeschiedene Cr hat sehr dichtes Gefüge u. geringe Neigung zum Abblättern. Die Tiefenwrkg. des Verf. ist sehr gut. (D. R. P. 550 889 Kl. 48a vom 3/5. 1928, ausg. 21/5. 1932.) KÜHLING.

**Wanderer-Werke vorm. Winkhofer & Jaenicke Akt.-Ges.**, Schönau, *Galvanisieren, besonders Verchromen langgestreckter federnder Teile*, vorzugsweise von Fahrradspenichen, 1. dad. gek., daß die Teile in einem Rahmen mit gegeneinander beweglichen Teilen derart eingespannt werden, daß eine elast. Verformung eintritt. — 2. dad. gek., daß die eingespannten Teile in ihrer Längsrichtung gegenüber dem Rahmen verschoben werden. — Es wird eine an allen Stellen einwandfreie, gleich dicke Verchromung erzielt. (D. R. P. 549 777 Kl. 48a vom 28/2. 1931, ausg. 2/5. 1932.) KÜHLING.

**Rasselsteiner Eisenwerks-Gesellschaft Akt.-Ges. und Heinrich Främbs**, Neuwied-Rasselstein, *Ausglühen von Eisenblech vor der Verzinnung*. Die Bleche werden vor oder nach dem Beizen einzeln oder in kleinen Bündeln bei ca. 900° ausgeglüht, k. gewalzt, nochmals gebeizt u. dann verzinkt. (Poln. P. 13 192 vom 19/4. 1929, ausg. 15/4. 1931. D. Prior. 20/4. 1928.) SCHÖNFELD.

**Grinnell Jones**, Cambridge, Massach., *Metallreinigungsmittel*, insbesondere für Au oder Ag, bestehend aus einem Metallpulver, wie Mg, Zn, Mn, Cd, Fe oder Al, sowie aus einem sauren Salz oder einer festen Säure, wie saures, weinsaures Na, u. einem geruchsbindenden Stoff, z. B. CuO. — Beispielsweise werden benutzt: 13,2 g Mg, 100 g saures Na-Tartrat u. 3,3 g CuO oder 33,3 g Zn, 100 g saures Na-Tartrat u. 8,4 g CuO. (A. P. 1 848 016 vom 7/9. 1927, ausg. 1/3. 1932.) M. F. MÜLLER.

**Engineering Research Ctte.**, Special reports. 18, Properties of materials at high temperatures: 6, Strength at high temperatures of six steels and three nonferrous metals. London: H. M. S. O. 1932. 9 d. net.

**Jean Perignon**, Théorie et technologie des engrenages. T. 2.: Métallurgie. Forge. Fonderie. Taille. Rectification. Rodage. Problemes annexes. Paris: Dunod 1932. (VIII, 299 S.) 8°.

**Alfredo Galassini**, Elementi di tecnologia meccanica. Parte I. Leghe metalliche e siderurgia. I.: Metalli industriali e loro leghe. II.: Ricaldamento industriale. III.: Nozioni di siderurgia. 4. ed. riv. e. ampl. Torino: soc. tip. edit. Torinese 1931. (VIII, 199 S.) 8°. L. 22.—.

## IX. Organische Präparate.

**Karl Kürschner und W. Schramek**, *Neue Untersuchungen über die Vanillin-darstellung aus Sulfitablaugen*. II. Erörterungen über die grundsätzliche Möglichkeit einer technischen Durchführung des Prozesses. (I. vgl. C. 1931. II. 2784.) Vff. berichten über alkal. Druckkochen von Sulfitablaugen. Durch gestaffelte Alkalizusätze u. Änderung der Rk.-Dauer u. des Druckes konnten folgende für den Rk.-Verlauf optimalen Werte ermittelt werden: 50 ccm Ratimauer Sulfitablauge + 3 g NaOH liefern nach 4-std. Druckkochen bei 6 at maximal 0,124 g Vanillin. Wiederholter Aufschluß ergibt nur unwesentliche Vermehrung der Vanillinausbeute. Bei der Druckkochen kann statt des teuren Ätznatrons ein Gemisch von  $CaO + Na_2SO_4$  verwendet werden, wobei entsprechend dem ca. 35%ig. Umsatz zwischen  $CaO$  u.  $Na_2SO_4$  nahezu das Dreifache der stöchiometr. berechneten (NaOH gleichwertigen) Menge dieser Mischung

erforderlich ist. Figg., Kurven, Tabellen im Original. (Technologie u. Chemie d. Papier- u. Zellstofffabrikation 29. 35—42. Beilage zu Wchbl. Papierfabr. 29. 4/6. 1932. Brünn, Deutsche Techn. Hochsch.) DZIENGEL.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Chlor und Fluor enthaltende Methanderivate*. HF wird in Ggw. einer Mischung von SbCl<sub>3</sub> u. SbCl<sub>5</sub> auf CCl<sub>4</sub>-Dampf zur Einw. gebracht. Der HF u. der CCl<sub>4</sub>-Dampf kann durch geschmolzenes SbCl<sub>3</sub>, dem eine geringe Menge SbCl<sub>5</sub> zugegeben ist, geleitet werden; die SbCl<sub>3</sub>-SbCl<sub>5</sub>-Mischung kann auch auf einer porösen Substanz, wie Koks, aufgetragen zur Anwendung gelangen. Die Rk. kann unter erhöhtem Druck durchgeführt werden. Z. B. wird in 10 kg von geschmolzenem SbCl<sub>3</sub>, das 10% SbCl<sub>5</sub> enthält, bei 100 bis 130° eine Mischung aus 0,4 kg HF u. 2,3 kg CCl<sub>4</sub> u. einer geringen Menge Cl<sub>2</sub> pro Stde. eingeführt. Es entweicht eine Mischung von HCl, überschüssigem CCl<sub>4</sub> u. Chlor-Fluoridrv. des Methans neben kleinen Mengen von mitgerissenen Sb-Halogeniden. Die Rk.-Prodd. werden mit fl. CCl<sub>4</sub> u. W. gewaschen, worauf aus den Gasen durch Tiefkühlung auf ca. —30° u. anschließende Fraktionierung des Kondensates ungefähr 1,06 kg CCl<sub>3</sub>F u. 0,5 kg CCl<sub>2</sub>F<sub>2</sub> gewonnen werden. (E. P. 370 356 vom 11/12. 1931, ausg. 28/4. 1932. D. Prior. 12/12. 1930.) R. HERBST.

**Distillers Co. Ltd.**, Edinburgh, Schottland, **Walter Philip Joshua**, London, **Herbert Muggleton Stanley**, Surrey, und **John Blair Dymock**, Surrey, England, *Umwandlung von Olefinen in Alkohole*. Olefine werden mit W.-Dampf bei nicht über 200° liegenden Temp. u. gewöhnlichem oder höherem Druck über mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> von 60—85% getränkte Trägermaterialien, wie Bimsstein, geleitet, die weiterhin auch noch mit Stoffen, die die Absorption der Olefine in Schwefelsäure begünstigen, wie Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, beladen sein können. Z. B. wird ein Gemisch aus 1½ Tln. W.-Dampf u. 1 Teil Äthylen mit einer Geschwindigkeit von 6,25 l pro Stde. bei 145° u. gewöhnlichem Druck über 150 ccm Bimssteinstücke, die 60% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. 5% Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> enthalten, geführt. Der Umsetzungsgrad zu A. beträgt 1,6%. Das nicht umgesetzte Äthylen wird erneut über den Katalysator geleitet. In entsprechender Weise wird aus Propylen *Isopropylalkohol* erzeugt. Mit steigendem Mol.-Gew. der umzusetzenden Olefine muß die Konz. der H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> auf der Trägermasse wie die Rk.-Temp. niedriger gewählt werden. (E. P. 370 136 vom 25/2. 1931, ausg. 28/4. 1932.) R. HERBST.

**Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vorm. Roefler**, Deutschland, *Höhere Alkohole aus Äthylalkohol*. Mit H<sub>2</sub> in molekularem oder höherem Verhältnis verd. Dämpfe von A. werden bei 200—350° über einen im wesentlichen aus MgO bestehenden Kontakt geleitet, der mit kleinen, weniger als 10% betragenden Mengen eines oder mehrerer als katalyt. wirksam bekannter Metalle oder Metalloxyde, wie Pb-, Th-, Ag-, U-, Cd-, Sn-, Cr-, Mn-, Zn-, Fe-, Ni-, Co-, Cu-Oxyd aktiviert ist u. zweckmäßig außerdem durch Zusätze von Stoffen wie Al-Oxyd bzw. Al-Oxydhydrat, Silicagel, Zinnsäuregel, Holzkohle usw., stabilisiert worden ist. Durch die letzteren Zusätze wird die Lebensdauer der Kontakte erhöht. Bei Ausübung des Verf. wird die Bldg. unerwünschter Spaltprodd. des A., wie CO, H<sub>2</sub>, CH<sub>4</sub> usw., weitgehend vermieden; ebenso entstehen Ester, Aceton u. sonstige Ketone nur in sehr geringen Mengen. Die Anwendung höherer Drucke ist nicht erforderlich. Die Rk.-Prodd. enthalten ca. 50—85% *Butylalkohol*, u. zwar ausschließlich *n-Butylalkohol*; unter den entstandenen höheren Alkoholen überwiegt *n-Hexylalkohol*; daneben werden noch *n-Octylalkohol* u. *höhere kristallisierbare Alkohole* gebildet. Z. B. wird ein Gemisch von A.-Dampf u. H<sub>2</sub> im Molverhältnis 1:1,5 bei 260° über einen aus 89 Tln. Mg-Oxyd, 9 Tln. Al-Oxyd u. 2,15 Tln. Cu-Oxyd bestehenden Katalysator geführt. Es werden 44 Mol.-% A. unverändert zurückerhalten, während 12 Mol.-% in Aldehyd, 8 Mol.-% in Öle (Hexylalkohol usw.) u. 15 Mol.-% in Butanol übergehen. Diese Zahlen entsprechen den Durchschnittswerten eines Vers. von 160 Stdn. Dauer. Der Rk. können ebenso Gemische aus A. u. Aldehyden, wie Acetaldehyd, Crotonaldehyd u. Butyraldehyd, unterworfen werden. (F. P. 722 050 vom 8/7. 1931, ausg. 10/3. 1932. E. Prior. 26/7. 1930.) R. HERBST.

**Anglo-Persian Oil Co. Ltd.**, London, **Albert Ernest Dunstan**, London, und **Stanley Francis Birch**, Sunbury-on-Thames, *Herstellung von Glykolen*. Chlorhydrine werden in wss. Lsg. mit alkal. reagierenden Alkalisalzen, wie Alkalicarbonat, auf 105 bis 150° erhitzt, u. die Rk.-Mischung wird so lange auf diesen Temp. gehalten, bis die gesamte Menge des gebildeten Olefinoxyds sich mit dem anwesenden W. zum Glykol umgesetzt hat. Die Rk. wird in einem Druckkessel oder während des Durchfließens

der Lsgg. durch ein Rohrsystem oder eine Reihe von Türmen oder Kesseln durchgeführt. Aus Äthylenchlorhydrin wird durch Umsetzung mit Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> in wss. Lsg. so *Äthylenglykol* erhalten. Die Bldg. von Nebenprodd. wird bei dem Verf. weitgehend hintangehalten. Eine geeignete Ausführungsform der Apparatur wird durch Zeichnung veranschaulicht. (E. P. 365 589 vom 18/9. 1930, ausg. 18/2. 1932.) R. HERBST.

**Anglo-Persian Oil Co. Ltd.**, London, **Stanley Francis Birch** und **William Dallas Scott**, Sunbury-on-Thames, *Herstellung von Monoalkyläthern von Glykolen*. Alkylenoxyde u. Alkohole werden in Ggw. von Diäthyl- oder Dimethylsulfat zur Rk. gebracht. Z. B. werden 30 Voll. Äthylenoxyd, 300 Voll. A. u. 1 Vol. Diäthyl- oder Dimethylsulfat im Druckgefäß auf ca. 100° erhitzt, wobei ein Druck von ca. 3,6 bis 4,4 at entsteht. Nach ca. 1/2—1 Stde. fällt der Druck auf 1,5—1,8 at. Darauf wird das Rk.-Gefäß abgekühlt. Es wird aus der Rk.-Fl. *Äthylenglykolmonoäthyläther* in einer Ausbeute von 90—95% erhalten. Wird an Stelle des A. Methanol angewendet, so entsteht *Äthylenglykolmonomethyläther*. (E. P. 367 353 vom 17/10. 1930, ausg. 17/3. 1932.) R. HERBST.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Martin Luther**, Mannheim, und **Kurt Pieroh**, Ludwigshafen a. Rh.), *Trennung von katalytisch erhaltenen sauerstoffhaltigen organischen Produkten höherer Art oder ähnlichen Produkten*, die bei der katalyt. Hydrierung von Kohlenstoffoxyden entstehen u. über 100° sieden, 1. dad. gek., daß man die Gemische oder einzelne Fraktionen dieser vor der Trennung einer Dehydrierung unterwirft. — 2. dad. gek., daß man aus dem durch Dehydrierung erhaltenen Gemisch die *Aldehyde* abscheidet u. diese gegebenenfalls durch Hydrierung in die entsprechenden *Alkohole* überführt, oder daß man das durch Dehydrierung entstandene Gemisch mit O<sub>2</sub> oder O<sub>2</sub> abgebenden Mitteln derart behandelt, daß die darin enthaltenen Aldehyde in Säuren übergehen, worauf man die Säuren abtrennt. — Z. B. wird eine bei 120—150° sd. Fraktion eines sauerstoffhaltigen Hydrierungsprod. von CO bei 460° über auf Bimsstein niedergeschlagene Lithopone geleitet, wobei reichlich H<sub>2</sub> abgespalten wird. Aus dem so erhaltenen Rk.-Gemisch werden über ihre Bisulfiterbb. die Aldehyde abgetrennt. Das Aldehydgemisch besteht hauptsächlich aus *Methyläthylacetaldehyd* (Kp. 90—92°) neben einem *Isocapronaldehyd*. Durch Überleiten des ersteren Aldehyds über Ni enthaltende, basenaustauschende Silicate mit H<sub>2</sub> wird er zum *Methyläthyläthanol* (Kp. 128°) reduziert. (D. R. P. 551 167 Kl. 12 o vom 5/11. 1926, ausg. 27/5. 1932.) R. HERBST.

**Imperial Chemical Industries Ltd.**, London, und **George Frederick Horsley**, Norton-on-Tees, England, *Herstellung von Butyraldehyd*. Crotonaldehyd wird in fl. Phase mit H<sub>2</sub> bei gewöhnlichem oder erhöhtem Druck in Ggw. eines Ni oder Cr oder Verb. derselben enthaltenden Katalysators behandelt. Z. B. wird aus einer Lsg. von Ni-Nitrat u. Cr-Sulfat mit einem geringen Überschuß von Natronlauge eine Mischung von Ni- u. Cr-Hydroxyd auf Asbestfasern niedergeschlagen. Diese werden dann getrocknet, u. 200 ccm werden in einem senkrechten Rohr 1 1/2 Stdn. bei 420° einer H<sub>2</sub>-Behandlung unterworfen. Danach wird der Kontaktraum auf 82° beheizt u. von dem oberen Ende fl. Crotonaldehyd in einer Menge von 95 ccm pro Stde. eingeführt, während am unteren Ende H<sub>2</sub> einströmt, u. zwar pro Stde. 31 l. Die beiden reagierenden Komponenten treffen sich mithin im Gegenstrom. Aus dem abziehenden Gase wird der entstandene *Butyraldehyd* durch Kondensation u. Waschen entfernt; ebenso werden aus der am unteren Ende des Kontaktrohres abfließenden Fl. durch Dest. weitere Mengen Butyraldehyd gewonnen. Die Ausbeute an Butyraldehyd beträgt 17%, bezogen auf die durchgesetzte Menge Crotonaldehyd; 78% des letzteren werden unverändert zurückerhalten; eine Bldg. gasförmiger Nebenprodd. findet in nennenswertem Maße nicht statt. (E. P. 371 051 vom 21/1. 1931, ausg. 12/5. 1932.) R. HERBST.

**Lonza Elektrizitätswerke und Chemische Fabriken Akt.-Ges.**, Basel, übert. von: **Emil Lüscher**, Basel, Schweiz, *Darstellung von Ameisensäure aus Formiaten*. Formiate werden in Ggw. von unerwünschte Zers. verhindernden Stoffen, wie Harnstoff, Aminen, überschüssigem Formiat, bei nicht zu hohen Temp. mit Salpetersäure zers., worauf die freigemachte *Ameisensäure* durch Extraktion oder fraktionierte Dest. isoliert wird. Z. B. werden 312 g Ca-Formiat in 438 g W. mit 402 g HNO<sub>3</sub> (62,7%) bei 6—7° versetzt. Es werden hierbei 83% des Formiats umgesetzt, während ca. 17% Formiat als Puffersubstanz in der Rk.-Mischung verbleiben. Dieselbe zeigt auch bei 100° keine Zersetzungerscheinungen, u. die in Freiheit gesetzte Ameisensäure kann durch Vakuumdest. abgetrennt werden. (E. P. 370 300 vom 7/8. 1931, ausg. 28/4.

1932. Schwz. Prior. 10/8. 1930. F. P. 721 506 vom 20/7. 1931, ausg. 4/3. 1932. Schwz. Prior. 10/8. 1930.) R. HERBST.

**Gutehoffnungshütte Oberhausen Akt.-Ges.**, Deutschland, *Herstellung von Acetaldehyd und Essigsäure aus Acetylen*. Acetylen wird mit O<sub>2</sub> oder O<sub>2</sub> enthaltenden Gasen im Gemisch mit geringen, katalyt. wirkenden Mengen von Stickoxyden bei Temp., die unterhalb des Entflammungspunktes des jeweiligen Gasgemisches liegen, über indifferenten Körper, wie Quarz- oder Porzellanstückchen, geleitet. Die Gasgemische werden vorteilhaft mit Gasen wie CO<sub>2</sub>, die den Verbrennungsvorgang nicht beschleunigen, verd. Die Oxydationsrk. wird schon durch sehr geringe Mengen der Stickoxyde, die wesentlich unter 1 Vol.-%, bezogen auf das Gesamtgasgemisch, liegen, ausgelöst. Z. B. wird pro Stde. ein Gemisch von 80 l Acetylen u. 250 l Luft, dem 0,4% Stickoxyd (NO) beigemischt ist, bei 287° über Quarzstücke geführt. Pro cbm Acetylen werden 54 g *Eg.* u. 100 g *Acetaldehyd* erhalten. Werden die Rk.-Prodd. in 3<sup>o</sup>/ig. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Lsg. geleitet, so wird der gebildete Acetaldehyd sofort oxydiert, u. es wird nur *Essigsäure* gewonnen, u. zwar 185 g pro cbm Acetylen. (F. P. 720 683 vom 28/7. 1931, ausg. 23/2. 1932. D. Prior. 2/8. 1930.) R. HERBST.

**Soc. Française de Catalyse Généralisée**, Paris, *Herstellung von Acetamid und Essigsäure*. Zu dem Ref. nach F. P. 708 084; C. 1931. II. 1922 ist folgendes zu bemerken: Die Rk. wird durch Bestrahlung des Rk.-Raumes mit ultraviolethen oder infraroten Strahlen sowie durch die Ggw. von W.-Dampf begünstigt. (E. P. 371 555 vom 18/3. 1931, ausg. 19/5. 1932. F. Prior. 26/3. 1930.) R. HERBST.

**Nippon Chissohiryo Kabushiki-Kaisha**, Japan, *Herstellung von Essigsäure aus Acetaldehyd* durch Oxydation mit O<sub>2</sub> in Ggw. von Katalysatoren. Der O<sub>2</sub> wird vom Boden des Rk.-Gefäßes her in den fl. Aldehyd eingeleitet, während der obere Raum des Rk.-Gefäßes mit einem indifferenten Gase unter Druck gesetzt wird, z. B. mit N<sub>2</sub> von 5,2—5,4 at. (F. P. 717 097 vom 15/5. 1931, ausg. 31/12. 1931.) M. F. MÜLLER.

**Soc. Anon. des Distilleries des Deux-Sèvres**, Frankreich, *Gewinnung konzentrierter aliphatischer Säuren* aus den verd. wss. Lsgg. durch Extraktion mit einem Lösungsmittel, z. B. von *Essigsäure* mit *Methylcyclohexanon*, im Gegenstrom, z. B. in Rieselkolonnen, u. in mehreren Stufen. An Hand einer Zeichnung ist das Verf. eingehend erläutert. (F. P. 716 325 vom 8/9. 1930, ausg. 18/12. 1931.) M. F. MÜLLER.

**Kodak Ltd.**, London, *Entwässern von Essigsäure* durch Einleiten von SO<sub>2</sub> u. NO<sub>2</sub>, wobei sich Krystalle von Nitrosylschwefelsäure bilden. Im Beispiel wird *Essigsäure* mit 2% W.-Geh. entwässert. (E. P. 365 076 vom 14/10. 1930, ausg. 11/2. 1932.) M. F. MÜLLER.

**Carbide and Carbon Chemicals Corp.**, New York, übert. von: **Joseph George Davidson** und **Joseph John Schaefer**, New York und Niagara Falls, V. St. A., *Konzentrierung von Essigsäure und anderen Säuren*. Dem Ref. nach F. P. 720 074; C. 1932. I. 2893 ist folgendes zuzufügen: In gleicher Weise können auch andere Carbon-säuren, wie *Ameisensäure* u. *Buttersäure*, konzentriert werden. Auch können die Säuren aus ihren verd. Lsgg. durch Diisopropyläther zunächst extrahiert werden, worauf ihre äther. Lsgg. der Dest. unterworfen werden. (E. P. 370 771 vom 14/7. 1932, ausg. 5/5. 1932. A. Prior. 25/7. 1930.) R. HERBST.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung von Maleinsäure und Maleinsäureanhydrid*. Crotonaldehyd oder Crotonsäure wird in Dampfform mit O<sub>2</sub> oder O<sub>2</sub> enthaltenden Gasen bei Temp. zwischen 200 u. 500° über Oxydationskatalysatoren geleitet. An Stelle von Crotonaldehyd kann auch Acetaldehyd verwendet werden, das beim Erhitzen auf 84—85° bereits in Crotonaldehyd übergeführt wird. Als geeignete Katalysatoren kommen vor allem Vanadinsäure oder Molybdänsäure für sich oder in Mischung mit anderen Metallverbb. oder Metalloxyden in Betracht; ebenso ist sehr gut Titansäure namentlich in Mischung mit den niederen Oxyden des V oder Mo geeignet. Günstige Zusätze sind Zn-, Ce-, W-, Cr-, Pb-, Co-Oxyd, Kieselsäure, Sn-, Zr-, K-, Na-, Li-, Rb-, Ca-, Ba-, Sr-Oxyd. Z. B. wird ein Luftstrom von 15 l pro Stde. durch Crotonaldehyd von 30° geleitet u. dann mit einem zweiten Luftstrom von 150 l pro Stde. vereinigt. Die Mischung wird sodann bei 350° über einen Katalysator geführt, der aus auf Al-Grieß aufgetragenem V- u. Mo-Oxyd besteht. Aus den Rk.-Gasen wird durch Abkühlen *Maleinsäureanhydrid* von großer Reinheit u. in guter Ausbeute erhalten. In gleicher Weise wird aus Crotonsäure u. Luft *Maleinsäureanhydrid* gewonnen. (E. P. 369 963 vom 17/12. 1930, ausg. 28/4. 1932. F. P. 721 763 vom 19/8. 1931, ausg. 8/3. 1932. D. Prior. 24/9. 1930.) R. HERBST.

**Imperial Chemical Industries Ltd.**, London, *Cyanwasserstoff*. Gemische von CH<sub>4</sub>, C<sub>2</sub>H<sub>6</sub> oder ähnlichen KW-stoffen mit mehr als 1 Mol. NH<sub>3</sub> je Atom C der verwendeten KW-stoffe werden, zweckmäßig in Ggw. von Verdünnungsmitteln, wie H<sub>2</sub> oder N<sub>2</sub>, u. Feuchtigkeit bei wenigstens 1150° durch leere Röhren o. dgl. geleitet, das Reaktionsgas abgekühlt u. der entstandene CNH durch verd. NaOH absorbiert. (Holl. P. 26 743 vom 25/3. 1930, ausg. 17/5. 1932. E. Prior. 24/12. 1929.) KÜHL.

**Georg Bredig und Egon Elöd**, Karlsruhe, *Katalytische Gewinnung von Cyanwasserstoff* aus CO u. NH<sub>3</sub> unter Verwendung von Kontaktkörpern, bestehend aus einem indifferenten Träger u. einem oder mehreren Oxyden des Al, Th, Zr, Ti, der seltenen Erden, besonders des Ce oder des Mo, U, V als Katalysatoren, dad. gek., daß bei diesen Kontaktkörpern der Katalysatorgehalt beträchtlich erhöht ist, nämlich derart, daß das Katalysatorgewicht mindestens  $\frac{1}{10}$  des Gesamtgewichtes von Träger u. Katalysator beträgt. Zweckmäßig wird mit einem Überschuß von CO bei Ggw. von H<sub>2</sub> oder H<sub>2</sub> enthaltenden Gasgemischen gearbeitet. (D. R. P. 550 909 Kl. 12k vom 24/5. 1924, ausg. 24/5. 1932.) KÜHLING.

**Alfred Mentzel**, Berlin, *Herstellung von Cyaniden*, besonders Alkalicyaniden aus Gemischen von geeigneten Alkaliverbb., Kohle u. N<sub>2</sub> bei hoher Temp. unter Mitwrg. von Katalysatoren u. Verwendung des Reaktionsgemisches in dünnen Lagen, dad. gek., daß bei der Durchführung der Umsetzungsrk. der Ausgangsstoffe als Katalysatoren dicht benachbarte, mit den dünneren Schichten des Reaktionsgutes bedeckte Eisenplatten dienen. — Die Oberflächen dieser Platten werden zweckmäßig uneben gestaltet. Der N<sub>2</sub> bzw. das N<sub>2</sub> enthaltende Gas wird unter Druck verwendet. (D. R. P. 550 910 Kl. 12k vom 8/8. 1929, ausg. 24/5. 1932.) KÜHLING.

**Henry Bohn Hass und Jerry Reuben Marshall**, La Fayette, Indiana, *Herstellung von Alkylcyaniden* durch Umsetzung von Alkylchlorid mit Alkalicyanid in Ggw. von Jod oder einer jodabgebenden organ. Verb. (A. P. 1 859 140 vom 6/12. 1929, ausg. 17/5. 1932.) M. F. MÜLLER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Otto Eisleb**, Hofheim, Taunus und **Gustav Ehrhart**, Frankfurt a. M.-Höchst), *Verfahren zur Darstellung von Aminoalkylverbindungen*, 1. dad. gek., daß man Aminoalkylhalogenide mit tertiärer Aminogruppe, die in der Aminogruppe mindestens eine Arylmethylgruppe enthalten, mit alkylierbaren Verbb. umsetzt u. aus den entstandenen Arylmethylaminoalkylverbb., gegebenenfalls nach weiteren Umformungen, die Arylmethylgruppen in an sich bekannter Weise durch katalyt. erregten H<sub>2</sub> einzeln oder sämtlich abspaltet. — 2. dad. gek., daß man Aminoalkylverbb., die in der Aminogruppe mindestens eine Arylmethylgruppe enthalten, alkyliert u. die entstandenen Alkylierungsprodd. durch katalyt. erregten H<sub>2</sub> in an sich bekannter Weise spaltet. — Z. B. erhält man aus salzsaurem *Dibenzylaminoäthyl* (I) u. *Acetessigester* (II) in Ggw. von Na-Äthylat das *1-(Dibenzylamino)-pentan-4-on* (III) als farbloses, in W. wl. Öl vom Kp.<sub>3</sub> 185—195°. III liefert bei der Hydrierung in Ggw. von Pd das *1-(Benzylamino)-pentan-4-on*, farbloses Öl, wl. in W., Kp.<sub>3</sub> 112—115°. Bei der Hydrierung von III in Ggw. von NH<sub>3</sub> mittels Ni entsteht das *1-Dibenzylamino-4-aminopentan*, farblose Fl., Kp.<sub>3</sub> 185—187°, welches mit CH<sub>2</sub>O u. HCO<sub>2</sub>H in das *1-Dibenzylamino-4-dimethylaminopentan*, farblose Fl., Kp.<sub>3</sub> 187° übergeht. Aus diesem erhält man bei der Hydrierung das *1-Benzylamino-4-dimethylaminopentan*, farblose Fl., l. in W., Kp.<sub>3</sub> 140° u. weiterhin das *1-Amino-4-dimethylaminopentan*, farblose Fl., ll. in W., Kp.<sub>21</sub> 82°, Kp.<sub>760</sub> 176°. — III gibt mit *Phenylhydrazin* ein Hydrazon, das beim Behandeln mit alkoh. HCl in das Hydrochlorid des *2-Methyl-3-(dibenzylaminoäthyl)-indols* vom F. 223° übergeht (die freie Base hat den Kp.<sub>6</sub> 295°). Beim Hydrieren erhält man daraus das Hydrochlorid des *2-Methyl-3-(benzylaminoäthyl)-indols* vom F. 200° (die freie Base ist ein zäher Sirup, ihr Acetat schm. bei 168—169°, ihre Acetylverb. schm. bei 154°) u. beim Hydrieren der freien Base das *2-Methyl-3-(aminoäthyl)-indol* vom Kp.<sub>6</sub> 196—200° (ihr Hydrochlorid ist ein Sirup, ihr Phosphat bildet Krystalle). — Aus I u. *Malonsäurediäthylester* entsteht der *γ-Dibenzylaminobuttersäureäthylester* vom Kp.<sub>3</sub> 190—210°, der beim Hydrieren in den *γ-Aminobuttersäureäthylester* vom Kp.<sub>3</sub> 65—75° übergeht. — I liefert mit *Phenol* das *α-Dibenzylamino-β-phenoxyäthan* vom Kp. 228—229° übergeht. Aus I u. *Anilin* erhält man das *α-Dibenzylamino-β-phenylaminoäthan*, gelbliches Öl, Kp.<sub>3</sub> 228°, das beim Hydrieren in das *α-Amino-β-phenylaminoäthan* vom Kp. 262—264° umgewandelt wird. — Aus salzsaurem *Methylbenzylaminoäthylchlorid* (darstellbar aus Methylbenzylaminoäthanol u. SOCl<sub>2</sub>, F. 142—143°) u. II erhält man das *1-(Methyl-*

benzylamino)-pentan-4-on vom Kp.<sub>7</sub> 143°, das durch Einw. von Phenylhydrazin u. Behandeln des Phenylhydrazons mit alkoh. HCl in das 2-Methyl-3-(methylbenzylamino-äthyl)-indol übergeht (Krystalle aus A. oder Essigester vom F. 103—104°, das Hydrochlorid, Sulfat u. Nitrat ist wl. in W., das Phosphat schm. bei 210° unter Zers.). Dieses liefert beim Hydrieren das 2-Methyl-3-(methylaminoäthyl)-indol, Öl, F. des Hydrochlorids 154°. — Dimenaphthyl-(1)-aminoäthylchlorid (erhältlich aus Dimenaphthylaminoäthanol u. SOCl<sub>2</sub>, Nadeln aus Essigester, F. 144°, F. des Hydrochlorids 188 bis 189°) gibt mit Methylaminoäthanol das N-Dimenaphthyl-(1)-N'-oxyäthyl-N'-methyl-äthylendiamin vom F. 92—93°, unl. in W., l. in Ä., ll. in HCl, Essigsäure, A., Bzl. u. Essigester. Beim Hydrieren erhält man daraus das N-Oxyäthyl-N-methyläthylendiamin, farblose, in W. ll. Fl. vom Kp.<sub>3</sub> 100° u. das N-Menaphthyl-(1)-N'-oxyäthyl-N'-methyl-äthylendiamin, gelbliches, in W. wl. Öl vom Kp.<sub>3</sub> 215°. — Die Prodd. dienen zur Herst. von Arzneimitteln u. Farbstoffen. (D. R. P. 550 762 Kl. 12q vom 22/8. 1930, ausg. 23/5. 1932.)

NOUVEL.

**Progil, Soc. An.**, Frankreich, Herstellung von Phenol aus Chlorbenzol. Dämpfe von Chlorbenzol u. W. werden bei 350—700° über poröse Stoffe (Silicagel, Kieselgur, Ton), die mit H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> oder Phosphaten getränkt sind, geleitet. — Z. B. benutzt man einen Katalysator, der durch Umsetzen von Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> mit MnSO<sub>4</sub>, Eintragen des Nd. in Na-Silicat u. Füllen mit Säure oder durch Imprägnieren von Silicagel mit H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> hergestellt ist. (F. P. 720 721 vom 27/10. 1930, ausg. 23/2. 1932.)

NOUVEL.

**Progil, Soc. An.**, Frankreich, Herstellung von Phenol aus Chlorbenzol. Das bei der Hydrolyse von Chlorbenzol in Ggw. von Katalysatoren, wie H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> (vgl. F. P. 720 721; vorst. Ref.), entstehende Gemisch von Phenol, Chlorbenzol, HCl u. W. wird in eine Fraktionierkolonne geleitet, in der eine Temp. von etwa 95° herrscht. Am oberen Teil der Kolonne dest. Chlorbenzol u. W. ab. Beide bilden ein bei 90,5° sd. azeotrop. Gemisch, das aus 100 Teilen Chlorbenzol u. 45 Teilen W. besteht. Am Boden der Kolonne schlägt sich Phenol, W. u. HCl nieder. 100 Teile Phenol liefern mit 816 Teilen W. ebenfalls ein azeotrop. Gemisch, welches den Kp. 99° besitzt, während das azeotrop. Gemisch aus HCl u. W. bei 110° sd. — Das Chlorbenzol wird in den Arbeitsgang zurückgeführt, während das Phenol durch Ausfrieren, Dest. oder Extraktion gewonnen wird. (F. P. 720 720 vom 27/10. 1930, ausg. 23/2. 1932.)

NOUVEL.

**G. A. Kirckhof und I. N. Sirkin**, U. S. S. R., Verfahren zum Trennen von p-Aminophenol und Anilin. Die schwefelsaure h. Lsg. beider Amine wird mit NaCl versetzt u. nach dem Erkalten das ausgeschiedene krystallin. p-Aminophenolhydrochlorid von der Mutterlauge getrennt. (Russ. P. 23 356 vom 19/6. 1929, ausg. 31/10. 1931.)

RICHTER.

**Monsanto Chemical Works**, St. Louis, übert. von: **Thomas S. Carswell**, Kirkwood, V. St. A., Gewinnung mehrwertiger Phenole. Mehrwertige Phenole (Brenzcatechin, Resorcin, Hydrochinon oder Pyrogallol), von denen z. B. Brenzcatechin bei der Hydrolyse von Chlorbenzol mit NaOH als Nebenprod. entsteht, werden aus ihren wss. Lsgg. mit Isopropyläther bei 20—50° extrahiert. Man trennt die äther. Schicht von der wss. Schicht u. verdampft den Äther. (A. P. 1 856 690 vom 6/5. 1931, ausg. 3/5. 1932.)

NOUVEL.

**Bozel-Maletra (Soc. Industrielle de Produits Chimiques)**, Frankreich, Herstellung von Benzoesäure und grünem Chromoxydhydrat. Toluol wird mit Chromaten oder Bichromaten in neutraler wss. Phase bei Temp. über 100° unter Druck u. gegebenenfalls in Ggw. von Alkali bindenden Stoffen, wie Bicarbonaten, CO<sub>2</sub> o. dgl., behandelt. Z. B. werden 3 Teile Na-Bichromat, 6 Teile W. u. 0,9 Teile Toluol in einem mit Rührwerk ausgestatteten Autoklaven so lange auf 260—280° erhitzt, bis der Partialdruck des Toluols prakt. verschwunden ist. Noch vorhandenes Toluol wird nach bedingter Rk. abgeblasen u. das Chromoxydhydrat abfiltriert. Aus dem Filtrat ist Na-Benzooat oder Benzoesäure in bekannter Weise erhältlich. Auch kann das Oxydationsmittel nach der Abtrennung des Benzoates durch Druckoxydation regeneriert werden. (F. P. 714 701 vom 5/8. 1930, ausg. 19/11. 1931.)

R. HERBST.

**Selden Research & Engineering Corp.**, Pittsburgh, und **Lloyd C. Daniels**, Crafton, Pennsylv., Reinigen von Phthalsäureanhydrid durch Dest., wobei zunächst der größte Teil abdestilliert wird. Darauf wird der Rückstand bei Temp. unterhalb der Grenze, bei der sich Hartkoks bildet, destilliert. Der Rest wird in noch fl. Zustande abgelassen, nach dem Erkalten zerkleinert u. mit der dem Geh. an Phthalsäureanhydrid entsprechenden Menge Alkalilauge behandelt. (A. P. 1 851 383 vom 31/5. 1930, ausg. 29/3. 1932.)

M. F. MÜLLER.

**Schering-Kahlbaum A.-G.**, Deutschland, *Herstellung von Camphen aus Bornylhalogeniden* unter Einw. von Erdalkalioxyden oder -hydroxyden in Ggw. von W.-Dampf im Gegenstrom bei etwa 200°. — W.-Dampf von ca. 200° wird durch geschmolzenes *Bornylchlorid* geleitet u. das Dampfgemisch durch ein Rohr, das mit CaO oder CaCO<sub>3</sub> beschickt ist, bei 200° geleitet. Durch Abkühlen wird das *Camphen* in fester Form abgetrennt. (F. P. 716 515 vom 4/5. 1931, ausg. 22/12. 1931. D. Prior. 26/5. 1930.)

M. F. MÜLLER.

**Hercules Powder Co.**, Wilmington, übert. von: **Irvin W. Humphrey**, Wharton, N. J., *Herstellung von Fenchon* durch Oxydation von *Fenchylalkohol* mit einem Gemisch von HNO<sub>3</sub> u. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, dem etwas W. zugesetzt ist, bei etwa 35—50°. (A. P. 1 850 983 vom 14/1. 1928, ausg. 22/3. 1932.)

M. F. MÜLLER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Arthur Wolfram** und **Emil Hausdörfer**, Frankfurt a. M.-Höchst), *Verfahren zur Darstellung von 2-[Aminoaroyl]-benzoesäuren und ihren inneren Anhydriden*, dad. gek., daß man Phthalsäurearylimide der nebenstehenden Formel, worin R einen arom. Rest mit einer freien o-Stellung zum Phthalimidrest u. X H oder einen Substituenten, wie z. B. Halogen oder die Alkyl-, OH-, CO<sub>2</sub>H-, SO<sub>3</sub>H- oder NO<sub>2</sub>-Gruppe, bedeutet, in der Wärme mit sauren Kondensationsmitteln in Ggw. oder Abwesenheit von Schmelz- u. Verdünnungsmitteln behandelt. Hierzu vgl. das Ref. über F. P. 670812

(C. 1930. I. 1538). Nachzutragen ist folgendes. Aus *4-Methylphthalsäurephenylimid* (F. 204—205°) wird beim Schmelzen mit AlCl<sub>3</sub> u. NaCl über das Lactam (Krystalle aus Eg., F. 236—237°) eine gelb gefärbte, bei 160—161° schm. Säure erhalten, welche entweder die 4- oder die 5-Methyl-2-[2'-aminobenzoyl]-benzoesäure ist. (D. R. P. 551 256 Kl. 12q vom 8/2. 1928, ausg. 28/5. 1932.)

NOUVEL.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Johannes Wolle-**mann, Offenbach a. M.), *Verfahren zur Herstellung von 6-Brom-2-oxynaphthalin-3-carbonsäure*, dad. gek., daß man 1,6-Dibrom-2-oxynaphthalin-3-carbonsäure in Form der Monoalkalisalze mit Alkalisulfiten auf Temp. über 100° erhitzt. — Z. B. werden 100 Teile *1,6-Dibrom-2-oxynaphthalin-3-carbonsäure* nach Zugabe von 1500 Teilen h. W. u. 20 Teilen Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> mit 100 Teilen Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> u. weiteren 25 Teilen Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> in Autoklaven 8 Std. auf 150° erhitzt. Man löst in W. u. fällt mit HCl. Die *6-Brom-2-oxynaphthalin-3-carbonsäure* schm. bei 262°. Die Rk. kann auch ohne Anwendung von Druck, sowie mit den entsprechenden K-Salzen ausgeführt werden. (D. R. P. 549 840 Kl. 12q vom 2/11. 1930, ausg. 2/5. 1932.)

NOUVEL.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Leopold Laska** und **Oskar Haller**, Offenbach a. M.), *Darstellung von Arylamino-2-oxynaphthalin-3-carbonsäuren*, dad. gek., daß man die Alkalisalze von solchen Arylaminoderivv. des β-Naphthols (I), bei denen die Arylaminogruppe sich in den Stellungen 5, 6 oder 7 befindet, mit CO<sub>2</sub> unter höherem Druck auf höhere Temp. erhitzt. — Man erhält z. B. aus der 7-Phenylaminoverb. von I die 3-Carbonsäure vom F. 230°, Krystalle aus Xylol oder Chlorbzl., gibt mit FeCl<sub>3</sub> in alkoh. Lsg. tiefblaue Färbung, kuppelt unzern. mit Diazoverbb., — aus der 7-*Tolylaminoverb.* von I eine Carbonsäure vom F. 250° (FeCl<sub>3</sub>-Färbung blau), — aus der 7-*p-Chlorphenylaminoverb.* von I eine gelbe Carbonsäure vom F. 255° (Färbung mit FeCl<sub>3</sub> blau), — aus der 7-*p-Methoxyphenylaminoverb.* eine 3-Carbonsäure, F. 240° (FeCl<sub>3</sub>-Färbung blauschwarz); aus der 7-*p-Tolylaminoverb.* die 3-Carbonsäure vom F. 245° (Zers.; Färbung mit FeCl<sub>3</sub> tiefblau), — aus der 7-*α-Naphthylaminoverb.* die 3-Carbonsäure vom F. 272° (Färbung mit FeCl<sub>3</sub> blaugrün), — aus der 6-Phenylaminoverb. die 3-Carbonsäure vom F. 222° (Färbung mit FeCl<sub>3</sub> grün); ferner erhält man die 6-*p-Tolylamino-3-carbonsäure*, F. 235° (Zers.) u. die 5-Phenylamino-3-carbonsäure, F. 214—215° (Färbung mit FeCl<sub>3</sub> bei beiden grün). (D. R. P. 551 096 Kl. 12q vom 25/1. 1931, ausg. 26/5. 1932.)

ALTPFER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Leopold Laska** und **Oskar Haller**, Offenbach a. M.), *Darstellung von 2,4'-Oxyarylamino-naphthalin-carbonsäuren*. Zu dem Ref. nach F. P. 670852; C. 1930. I. 1538 ist nachzutragen, daß die Carbonsäuren aus dem 2,4'-Oxy-2'-methylphenylaminonaphthalin u. dem 2,4'-Oxy-3'-methylphenylaminonaphthalin die CO<sub>2</sub>H-Gruppe ebenfalls in der o-Stellung zur OH-Gruppe, also in der 3'(5')-Stellung, substituiert enthalten. (D. R. P. 510 452 Kl. 12q vom 7/3. 1928, ausg. 12/11. 1931.)

SCHOTTLÄNDER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: Leopold Laska und Oskar Haller, Offenbach a. M.), *Darstellung von p-Oxydiarylamin-carbonsäuren*. (D. R. P. 513 211 Kl. 12q vom 1/2. 1929, ausg. 12/11. 1931. Zus. zu D. R. P. 510452; vorst. Ref. Schwz. P. 147160 vom 21/1. 1930, ausg. 17/8. 1931. D. Prior. 31/1. 1929. — C. 1931. II. 1928 [E. P. 336394, F. P. 37985].) SCHOTTLÄNDER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: Ernst Tietze, Köln a. Rh. und Anton Ossenbeck, Köln-Mühlheim), *Verfahren zur Herstellung von 4-Oxyacenaphthen*, dad. gek., daß man 4-Aminoacenaphthen mit W. in Ggw. von Säuren auf Temp. über 100° unter Druck erhitzt. — Z. B. werden 100 Teile 4-Aminoacenaphthensulfat mit 1000 Tln. 5%<sub>ig</sub>. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oder mit W. 10 Stdn. im Autoklaven auf 200° erhitzt. Man löst in NaOH, fällt mit NaHCO<sub>3</sub> oder Säure u. kristallisiert aus verd. Essigsäure um. Das erhaltene 4-Oxyacenaphthen bildet farblose Krystalle vom F. 146°. (D. R. P. 549 058 Kl. 12 q vom 19/3. 1931, ausg. 22/4. 1932.) NOUVEL.

**Selden Co.**, Pittsburgh, übert. von: **Alphons O. Jäger**, Crafton, Pennsylvania, V. St. A., *Katalytische Oxydation von Acenaphthylen*. Dämpfe von Acenaphthylen im Gemisch mit O<sub>2</sub> u. W.-Dampf werden bei ca. 400° über saure Katalysatormassen, wie sie auch schon zur katalyt. Oxydation von Acenaphthen zu Naphthalsäureanhydrid verwandt worden sind, geleitet. Die Kontaktmassen enthalten außer Verb. von Elementen der 5. oder 6. Gruppe des period. Systems noch Alkali- oder Erdalkaliverbb. in Mischung mit Zeolithen oder anderen Basenaustauschkörpern. Gegebenenfalls werden Katalysatorträger, z. B. Bimsstein, verwendet. Als Oxydationsprodd. entstehen *Acenaphthenchinon*, *Bisacenaphthylidendion*, *Naphthaldehydsäure*, *Naphthalsäureanhydrid*, *Hemimellitsäure* u. *Maleinsäure*. Dazu 8 Beispiele. (A. P. 1 844 390 vom 29/8. 1928, ausg. 9/2. 1932.) EBEN.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: Heinrich Ritter, Fechenheim a. M.), *Darstellung von Thiophenanthron-2-carbonsäure*, 1. dad. gek., daß man in Abänderung des D. R. P. 544895 zwecks einheitlicher Gewinnung der Säure eine schwach alkal. Lsg. der Anthrachinon-1,2-thioglycolcarbonsäure zum Kp. erhitzt. — 2. dad. gek., daß man die bei der Kondensation von Anthrachinon-1-mercapto-2-carbonsäure mit Cl-CH<sub>2</sub>-CO<sub>2</sub>H erhaltliche Lsg. ohne Abscheidung der gebildeten Anthrachinon-1,2-thioglycolcarbonsäure erhitzt. (Vgl. auch D. R. P. 534909; C. 1931. II. 3399.) — Die Bldg. der Anthrachinonacyloxythiophene wird so vermieden. Z. B. wird eine schwach alkal. Lsg. von *Anthrachinon-1,2-thioglycolcarbonsäure* in 2%<sub>ig</sub>. NaOH kurze Zeit zum Kp. erhitzt, wobei die anfangs orangebraune Farbe der Lsg. nach Tiefdunkelbraun unter gleichzeitigem Auftreten einer schwach gelbgrünen Fluoreszenz umschlägt. Nach dem Ansäuern scheidet sich unter stürm. CO<sub>2</sub>-Entw. die *Thiophenanthron-2-carbonsäure* als gelber Nd. aus, der ausgewaschen u. getrocknet wird. — Geht man von einer schwach alkal. Lsg. von Cl-CH<sub>2</sub>-CO<sub>2</sub>H aus, versetzt diese mit der rotviolett gefärbten Lsg. des Na-Salzes der *1-Mercaptoanthrachinon-2-carbonsäure* in W. bei 40—50°, hält einige Zeit bei dieser Temp. u. erhitzt dann kurze Zeit zum Kp., so wird die *Thiophenanthron-2-carbonsäure* in gelben Krystallen abgeschieden. (D. R. P. 544 895 Kl. 12q vom 8/11. 1929, ausg. 23/2. 1932. Zus. zu D. R. P. 533341; C. 1931. II. 3398.) SCHOTTLÄNDER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Darstellung von Carboxy-thiophenanthron-2-carbonsäure*, 1. dad. gek., daß man in Abänderung des D. R. P. 533341 zwecks einheitlicher Gewinnung der Säure eine stärker alkal. Lsg. der Anthrachinon-1,2-thioglycolcarbonsäure längere Zeit zum Kp. erhitzt. — 2. dad. gek., daß man die bei der Kondensation von Anthrachinon-1-mercapto-2-carbonsäure mit Cl-CH<sub>2</sub>-CO<sub>2</sub>H erhaltliche alkal. Lsg. ohne Abscheidung der gebildeten Anthrachinon-1,2-thioglycolcarbonsäure nach Zusatz weiterer Mengen Alkali erhitzt. (Vgl. auch D. R. P. 534909; C. 1931. II. 3399 u. 544895; vorst. Ref.) — Z. B. wird eine wss. Lsg. des Na-Salzes der *Anthrachinon-1-mercapto-2-carbonsäure* bei 15° mit einer schwach wss.-alkal. Lsg. von Cl-CH<sub>2</sub>-CO<sub>2</sub>H versetzt. Nach Zugabe von 30%<sub>ig</sub>. NaOH wird 15—20 Minuten bei 45° gerührt, bis die ursprünglich violette Farbe der Lsg. nach Braun umgeschlagen ist. Dann erhitzt man 1 Stde. zum Kp., filtriert u. säuert das Filtrat bei 70—75° an. Der gelbbraune Nd. wird abgesaugt, mit W. ausgewaschen, in verd. wss. NH<sub>3</sub> gel., die Lsg. einige Minuten mit Tierkohle gekocht, filtriert u. angesäuert. Die *Carboxy-thiophenanthron-2-carbonsäure*, goldgelbes Pulver, fluoresciert in alkal. Lsg. stark grüngelb, *Säurechlorid* der *Dicarbonsäure* aus Monochlorbenzol gelbe Krystalle, F. 206—212° unter Zers. (D. R. P. 546 512 Kl. 12q vom 18/7. 1930, ausg. 12/3. 1932. Zus. zu D. R. P. 533341; C. 1931. II. 3398.) SCHOTTLÄNDER.

**Przemysłowo-Handlowe Zakłady Chemiczne Ludwik Spiess i Syn Sp. Akc.**, Warschau, *N-Diäthylamid der Pyridin-β-carbonsäure* wird mit 75<sup>0</sup>/<sub>0</sub>ig. Ausbeute durch allmähliche Zugabe von Diäthylcarbaminsäurechlorid zum Ca-Salz der β-Pyridin-carbonsäure bei ca. 200° erhalten, Kp.<sub>25</sub> 175°. (Poln. P. 13 316 vom 3/6. 1929, ausg. 5/5. 1931.) SCHÖNFELD.

**Przemysłowo-Handlowe Zakłady Chemiczne Ludwik Spiess i Syn Sp. Akc.**, Warschau, *N-Diäthylamid der Pyridin-β-carbonsäure*. Zu 12,2 Tln. Pyridin-β-carbonsäureamid in W. fügt man 20,8 Teile (C<sub>2</sub>H<sub>5</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> hinzu u. trägt bei 65—70° allmählich unter Rühren 60 Teile 20<sup>0</sup>/<sub>0</sub>ig. KOH innerhalb von 2 Stdn. ein. (Poln. P. 13 355 vom 3/6. 1929, ausg. 12/5. 1931.) SCHÖNFELD.

## X. Farben; Färberei; Druckerei.

—, *Neue Färberei-Hilfsmittel*. I. G. FARBENINDUSTRIE AKT.-GES.: *Igepon T Pulver* hat vor der Teigmarke den Vorzug leichter Dosierbarkeit u. besserer Löslichkeit in W. In einem Rundschreiben setzt die Firma die Vorteile der Verwendung von Igepon in der Vorappretur auseinander, ausführliche Angaben über die Arbeitsweise bei der Vorappretur der Kamm- u. Streichgarngewebe werden gemacht. Ein neuer Emulgator ist *Emulphor O*, l. in W. u. in Olein, es ermöglicht die Herst. auch hochkonz. Emulsionen. *Leophen M* wird der Mercerisierlauge zugesetzt u. ermöglicht das Mercerisieren ohne vorheriges Abkochen, es neigt nicht zur Schaumbldg., ist in Mercerisierlaugen bis 30° B. klar l. u. darin unbeschränkt haltbar. (Dtsch. Färber-Ztg. 68. 282—83. 5/6. 1932.) Süv.

**Charles Sunder**, *Die Oxal-Chromsäureätze*. Die Verstärkung der Ätzwrgk. von H<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> durch Oxalsäure läßt sich durch die Bldg. einer intermediären Verb. erklären, die leichter O<sub>2</sub> an Indigo abgibt als H<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>; diese Verb. könnte eine analoge Konst. besitzen wie die kristallisierte Cr-J-Säure, etwa CrO<sub>3</sub>(OH)-OOCOOH. Für den Blaudruck eignen sich ll. Oxalate mit Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> als Basis. (Bull. Soc. ind. Mulhouse 98. 249—56. April 1932.) R. K. MÜLLER.

—, *Die Färbeweisen für Acetatseide*. (Vgl. C. 1932. I. 2240.) Patentübersicht. (Rev. univ. Soies et Soies artif. 7. 279—83. März 1932.) FRIEDEMANN.

**G. Choisy**, *Färberei und Druck der Celluloseäther mit Hilfe von Anthrachinonfarbstoffen*. Färben u. Drucken von Celluloseäthern u. Estern, vornehmlich Celluloseacetat, mit Anthrachinonfarbstoffen, besonders mit *Amino-, Oxy- u. Mercaptoanthrachinonen*. (Rev. univ. Soies et Soies artif. 7. 385—89. April 1932.) FRIEDEMANN.

—, *Blockdruck auf Seide*. Gegenüber dem Maschinendruck hat der Handrucker manche Vorteile, die auf den besonderen Eigg. der Seide u. der Empfindlichkeit der Seidengewebe beruhen. Vf. gibt Rezepte für den Handdruck mit bas. u. Küpenfarbstoffen u. für den Wachsdruck. (Textile Colorist 54. 305—09. Mai 1932.) FRIEDEM.

**Georg Rudolph**, *Reibeichte Naphthol AS-Farben*. (Vgl. C. 1932. I. 2896.) Durch Zusatz von *Diazopon A* nach Diazotierung der Base zu dem Entwicklungs- bzw. Färbebad wird auf der Faser lose haftender Farblack gel. u. im Färbebad in Lsg. gehalten. (Kunstseide 14. 195. Juni 1932.) SÜVERN.

—, *Neue Farbstoffe und Musterkarten*. Musterkarten der I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT zeigen Färbungen auf Teppichgarn, Grautöne mit Indanthrenfarbstoffen, Saisonfarben Viscosekunstseide AGFA Winter 1932/33, Saisonfarben Wolle Winter 1932/33 u. Seide Winter 1932/33. Eine weitere Karte bringt gangbare Farben für Baumwolltrikot mit Kunstseide plattiert. Ein neuer Wollfarbstoff ist *Wollechblau FFG*, gut l. u. von sehr guter Echtheit. Besser als die GN-Marke egalisiert *Palatineorange GEN*, für lebhaftes Blautöne mit sehr guter Lichtechtheit kommt *Alizarinreinblau FFB* in Betracht, das auch für Seide Verwendung findet. Ein neuer S-Farbstoff ist *Immedialgelbolive GG*, ein neuer Indanthrenfarbstoff von hervorragend guter Echtheit ist *Indanthrenmarineblau RN Teig*. *Cellitonblau G Pulver* für Kunstseide weist sehr lebhaften Farbton auf. Gute Erfolge in der Vorappretur werden erzielt mit *Igepon A*, *AP* u. *AP extra*. Zur Herst. heller, lichtechter Modetöne auf Halbwolle kommt *Katanol WRL extra konz.* in Betracht. — Ein neuer Farbstoff für Baumwolle u. Kunstseide ist *Chlorantlichtgrün BLL* der GESELLSCHAFT FÜR CHEMISCHE INDUSTRIE IN BASEL. Karten veröffentlichte diese Firma über Modetönen Winter 1932 mit sauren Egalisierfarbstoffen, Neolanfarbstoffen u. Neolanblau GG in Verb. mit sauren Egalisierfarbstoffen, ferner zeigte sie im Ein- u. Zweibadverf. hergestellte Färbungen auf Wolle-Viscosegeweben mit weißen Acetatseideneffekten

u. Färbungen auf Regenmantelstoff. (Ztschr. ges. Textilind. 35. 261—62. 25/5. 1932.) SÜVERN.

—, *Neue Farbstoffe, chemische Präparate und Musterkarten. Chlorantinlichtbraun BRLL* der GESELLSCHAFT FÜR CHEMISCHE INDUSTRIE IN BASEL dient zur Herst. lichtechter Färbungen auf Baumwolle, Viscose u. Seide usw. sowie auf gemischten Stoffen, auch für Zweifarboneffekte auf Halbwole, Wolle-Viscose u. Halbseide ist es verwendbar. Eine Karte der Firma zeigt Färbungen auf Holzbast, eine andere Cibacetfarbstoffe auf Acetatseidensatin in Typenfärbungen u. Kombinationen. In dieser Karte ist erstmalig *Cibacelbrillantrosa 4B Pulver* aufgenommen, das sich durch reinen, rhodaminähnlichen Ton auszeichnet, aus schäumendem Seifenbade zieht u. sehr gut lichtechte, gut wasser-, wasch-, bügel-, reib- u. avivierechte Färbungen liefert. — *Thionalrotviolett R* der CHEMISCHEN FABRIK VORM. SANDOZ, Basel, hat rein rotviolette Nuance, löst sich sehr gut, egalisiert ausgezeichnet u. ist auch für die Apparatefärberei geeignet. Ein neuer Direktfarbstoff der Firma ist *Viscosekupferblau EG*, es färbt alle Arten Kunstseide außer Acetatseide u. ist besonders für streifige Viscose verwendbar. Ausfärbungen auf erschwerter u. unerschwerter Seide zeigt die Firma in einer Karte, sie sind mit Xylenecht-, Seidenecht-, Solarfarbstoffen u. Viscolanschwarz hergestellt. *Naphthol AS-ITR* der I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT ist ein Naphthol mittlerer Substantivität, gut 1, es liefert mit Echttrot ITR-Base ein lebhaftes, blautichiges Rot von hohen Gesamtechtheitseigg. Neue Plurafilfarbstoffe sind *Plurafilgelb R*, *-orange R*, *-rot B* u. *-grün 3B*, sie u. die früheren Plurafilfarben erleichtern insbesondere dem Kleiderfärber das rasche Treffen des gewünschten Tons. Ihre Broschüre „Die Kleiderfärberei“ gab die Firma in neuer Auflage heraus. (Melliands Textilber. 13. 331—32. Juni 1932.) SÜVERN.

Charles Gaspard Daubney, *Analyse von Cadmiumroten*. Unters.-Gang; Extraktion mit HNO<sub>3</sub> bis zur Entfärbung, Abfiltrieren des unl. BaSO<sub>4</sub> nach Verdünnen mit W. Im Filtrat davon nach Zugabe von HCl u. KCl durch Kochen mit SO<sub>2</sub> das Se u. in dessen Filtrat das Cd mit H<sub>2</sub>S fällen u. dieses als CdSO<sub>4</sub> wägen. Die Resultate für Se sind schwankend; es wird eine Fällung des Se mit salzsaurem Hydrazin beschrieben, sowie eine solche des Cd mit 8-Oxychinolin (Oxin). Tabellen u. Beleganalysen. (Analyst 57. 22—25. Jan. 1932. London.) KÖNIG.

E. J. Dunn jr., *Der Trübungsmesser in der Fabrikation von Anstrichfarben*. Bei dem verwendeten Trübungsmesser wird die Höhe der Suspension gemessen, die genügt, um einen Glühfaden zum Verschwinden zu bringen; das so bestimmte „Verdunkelungsvermögen“  $V$  steht in linearer Beziehung zum Deckvermögen  $D$  u. Färbevermögen  $F$ , u. zwar ergibt sich ( $V$  in qcm/g):  $D = (V - 140)/17,75$  u.  $F = (V - 215)/1,68$ . Es lassen sich so nicht nur verschiedene Anstrichmittel, sondern auch gleiche Farben von verschiedener Teilchengröße vergleichend beurteilen. Voraussetzung ist gleiche Herst. u. Mischung der Suspensionen; zweckmäßig werden 0,1 g bei feinen, 0,3—0,4 g bei größeren Pigmenten nach Anreiben mit 10—20 ccm Leinöl auf 200 ccm verd. (Ind. engin. Chem. Analytical Edition 4. 191—93. 15/4. 1932. Brooklyn, N. Y., NAT. LEAD CO.) R. K. MÜ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von Netz-, Reinigungs- und Lösungsmitteln* durch Überführung von Aminen oder Säureamiden von aliph. oder cycloaliph. Verb. mit mehr als 8 C-Atomen in die entsprechenden *Sulfaminsäuren*. In den Beispielen sind u. a. genannt die Sulfaminsäuren der *Palmitinsäure* oder von *Naphthensäuren*, die aus den Säureamiden durch Behandlung mit Cl-SO<sub>3</sub>H erhalten werden. Die Beispiele beschreiben auch die Verwendung der Sulfaminsäuren. (F. P. 715 205 vom 14/4. 1931, ausg. 27/11. 1931. D. Prior. 28/4. 1930.) M. F. MÜLLER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Netz-, Reinigungs- und Emulgierungsmittel*, bestehend aus wss. Lsgg. von Aminen, die wenigstens eine Alkyl- oder Cycloalkylgruppe mit wenigstens 8 C-Atomen u. eine OH-Gruppe oder eine Doppelbindung enthalten, oder aus den Ammoniumbasen der genannten Verb. — Z. B. wird Wolle bei 40—45° 20 Min. lang gewaschen mit dem Umsetzungsprod. von 100 Teilen *Monooleylin* u. Methylsulfat. — In einem anderen Beispiel wird Cyclohexanol mit einer wss. Lsg. des Lactats oder Acetats von Monooleylin emulgiert. In weiteren Beispielen ist genannt *Monooleyltrimethylammoniumsulfat*, *N-Octodecyl-N-oxyäthylaminacetat*, *N-Oxyäthyl-N-dodecylamin*, *N-Pentadecyl-N-oxyäthylamin* u. a. (F. P. 717 299 vom 20/5. 1931, ausg. 6/1. 1932. D. Prior. 23/5. 1930.) M. F. MÜLLER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Deutschland, *Netzmittel für Mercersierlaugen*. Geeignet sind diejenigen Äther mehrwertiger Alkohole, die noch mindestens zwei freie OH-Gruppen im Molekül enthalten (z. B. Glycerinmonobutyläther). Man stellt sie durch Einw. der Monochlorhydrine mehrwertiger Alkohole auf die Na-Verbb. einwertiger Alkohole oder diese Alkohole selbst bei Ggw. von Alkali her. (F. P. 722 006 vom 27/8. 1931, ausg. 10/3. 1932. D. Prior. 24/9. 1930.) BEIERSDORF.

**Soc. An. pour l'industrie chimique à Saint-Denis**, Frankreich, *Netzmittel für Mercersierlaugen*. Man soll den Laugen eine Mischung eines oder mehrerer Phenole oder Kresole (z. B. m- oder p-Kresol) mit einem oder mehreren mehrwertigen Alkoholen, deren Homologen oder ihren Äthern (z. B. den Monoäthyläther des Diäthylenglykols) zusetzen. (F. P. 721 324 vom 13/8. 1931, ausg. 2/3. 1932.) BEIERSDORF.

**Chemische Fabrik vorm. Sandoz**, Basel, *Verfahren zur Darstellung eines Reinigungs-, Netz- und Emulgierungsmittels*, dad. gek., daß man Ölsäureisopropylglykolester mit einem Sulfonierungsmittel behandelt. In gleicher Weise werden die Ester aus höhermolekularen Fettsäuren u. solchen Deriv. mehrwertiger Alkohole, wie Glykol oder Glycerin, in welchen die OH-Gruppen ganz oder teilweise durch Halogen, Oxyalkyl-, Oxyaryl-, Oxyaralkyl- oder Carboxyalkylreste ersetzt sind, behandelt. (Vgl. F. P. 721340; C. 1932. II. 292.) (Schwz. P. 151 958 vom 5/12. 1930, ausg. 16/3. 1932.) M. F. MÜLLER.

**W. W. Kuwitschinski**, U. S. S. R., *Verfahren zum Färben von Geweben aus Wolle*. Die Gewebe werden zunächst unter Anwendung eines Emulgierungsmittels gut gewaschen, gedämpft, mit der Lsg. bekannter Farbstoffe jedoch ohne Zusatz von Säuren oder neutralen Salzen gefärbt u. erneut gedämpft. (Russ. P. 23 338 vom 23/7. 1929, ausg. 31/10. 1931.) RICHTER.

**W. W. Kuwitschinski**, U. S. S. R., *Verfahren zum Färben von Strängen aus vegetabilischen oder animalischen Fasern*. Die Stränge werden bei 100° gedämpft, kurze Zeit mit einem wss. pflanzlichen Farbstoffextrakt behandelt u. erneut gedämpft. (Russ. P. 23 339 vom 30/7. 1929, ausg. 31/10. 1931.) RICHTER.

**Robert W. Spofford**, New York, V. St. A., *Verfahren zum Färben von Rohr*, dad. gek., daß man das Rohr (rattan) in eine h. wss. Lsg. eines Anilinfarbstoffes bringt u. es solange darin liegen läßt, bis genügend Farbstoff in die Oberfläche des Rohrs eingedrungen ist. Da der Farbstoff je nach dem Gefüge des Rohrs verschieden stark eindringt, erhält man entsprechend dem Gefüge des Rohrs verschieden getönte Färbungen. Beim Verarbeiten des Rohrs z. B. auf Stühle, erhält man gefärbte Gegenstände, deren Färbungen widerstandsfähiger sind als die der im fertigen Zustande gefärbten Gegenstände, Stühle usw. (A. P. 1 825 102 vom 11/9. 1928, ausg. 29/9. 1931.) SCHMEDES.

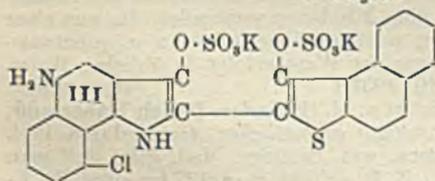
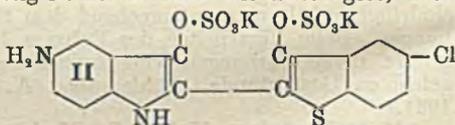
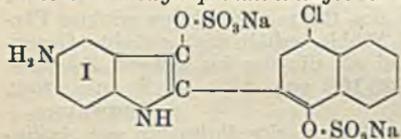
**M. F. Posdejew**, U. S. S. R., *Verfahren zum Färben oder Bedrucken mit Anilinschwarz*. Zum Färben oder Bedrucken wird eine Mischung verwendet, die aus einer mit Eisenspänen o. dgl. reduzierten Lsg. von p-Nitrosodimethylanilin u. p-Nitrosodimethylanilinlsg. besteht. Die Nachbehandlung der Ware erfolgt in üblicher Weise. (Russ. P. 23 340 vom 3/11. 1929, ausg. 31/10. 1931.) RICHTER.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: Ulrich Haberland, Uerdingen, Niederrhein), *Verfahren zur Herstellung aromatischer Amine* durch Red. der entsprechenden Nitroverbb. mit Fe u. konz. wss. Salzsgg., dad. gek., daß man die Red. in Ggw. von Pb-Verbb. vornimmt. Z. B. erhitzt man 127 kg einer FeCl<sub>2</sub>-Lsg. (D. 1,27) mit 2,5 kg PbCO<sub>3</sub> zum Sieden, fügt 150 l W. u. 200 kg gemahlene Fe zu u. läßt 200 kg Nitrobenzol einlaufen. Man trennt das Anilin ab u. trocknet das Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (Ausbeute 240 kg). Es ist von blautüchtig schwarzer Farbe, die beim Glühen in ein blautüchtiges Rot übergeht. — Verwendet man 5 kg PbCO<sub>3</sub>, so erhält man ein braunes Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, das beim Glühen ein helles leuchtendes Rot liefert. Die Oxyde dienen als Pigmente. (D. R. P. 551 254 Kl. 12q vom 28/12. 1930, ausg. 30/5. 1932.) NOUVEL.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: Ulrich Haberland, Uerdingen, Niederrhein), *Verfahren zur Herstellung aromatischer Amine* durch Red. der entsprechenden Nitroverbb. mit Fe u. konz. wss. Salzsgg., dad. gek., daß man die Red. in Ggw. von H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> vornimmt. — Man ändert das Verf. des D. R. P. 551254 (vorst. Ref.) in der Weise ab, daß man H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> an Stelle von PbCO<sub>3</sub> verwendet. Man bekommt mit 10 kg H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ein dunkelbraunes u. mit 16 kg H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> ein hellbraunes Prod. Durch Glühen erhält man daraus leuchtend hellrote bis dunkelviolette Farbstoffe, die als Pigmente dienen. (D. R. P. 551 255 Kl. 12q vom 28/12. 1930, ausg. 30/5. 1932.) NOUVEL.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellen von Azofarbstoffen.** Azofarbstoffe, die durch Kuppeln der Diazoverb. einer Mononitrobenzoyldiaminoarylsulfon- oder -carbonsäure u. einer Kupplungskomponente oder durch Kondensieren eines Aminoazofarbstoffs mit einer Sulfo- oder Carboxylgruppe mit Nitrobenzoylchlorid erhalten werden können, werden unter so milden Bedingungen reduziert, daß 2 Moll. durch eine Azo- oder Azoxygruppe vereinigt werden. Der Monoazofarbstoff *1-Amino-4-(4'-nitrobenzoylamino)-benzol-2-sulfonsäure*  $\rightarrow$  *1-p-Sulphophenyl-3-methyl-5-pyrazolon* wird in alk. Lsg. mit Traubenzucker reduziert; der erhaltene Farbstoff färbt Baumwolle lebhaft goldgelb, die Färbungen sind echt gegen Mineralsäuren u. Licht. Ähnliche, etwas röter färbende Farbstoffe erhält man bei Verwendung der *Mononitrobenzoylverb.* der *4,4'-Diaminodiphenyl-2,2'-disulfonsäure*, *4,4'-Diaminostilben-2,2'-disulfonsäure*, *4,4'-Diaminodiphenylharnstoff-3,3'-disulfonsäure*. Durch Red. des Monoazofarbstoffs *4-(4'-Nitrobenzoylamino)-1-aminobenzol-2,6-disulfonsäure* (sauer gekuppelt)  $\rightarrow$  *2-Amino-8-oxynaphthalin-6-sulfonsäure* erhält man einen blaustichig rotfärbenden Farbstoff. Den Azofarbstoff *2-Aminonaphthalin-4,8-disulfonsäure*  $\rightarrow$  *1-Methyl-3-aminobenzol* behandelt man in alk. Lsg. mit 4-Nitrobenzoylchlorid, durch Red. der erhaltenen Nitrobenzoylverb. mit Alkali u. Traubenzucker erhält man einen sehr leuchtenden, grünstichiggelben Farbstoff. (E. P. 369 259 vom 15/10. 1930, ausg. 14/4. 1932. D. Prior. 16/10. 1929.) FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung von Azofarbstoffen.** Man vereinigt die Diazoverb. der Schwefelsäureester der Leukoverb. von indigenen Farbstoffen, die im isocycl. Ring eine NH<sub>2</sub>-Gruppe enthalten, mit Kupplungskomponenten, die erhaltenen leichtlöslichen Farbstoffe können auf der Faser durch Behandeln mit sauren Oxydationsmitteln in schwerlösliche Farbstoffe übergeführt werden. Die Diazoverb. von I gibt mit Acetylacetanilid ein in W. ll. olivgrünes Pulver, das nach dem Oxydieren mit NaNO<sub>2</sub> in salzsaurer Lsg. in einen unl. grünen Farbstoff übergeht. Die Diazoverb. von II gibt mit  $\alpha$ -Anthrol einen Wollschwarzviolett färbenden, mit 2,3-Oxynaphthoesäure einen wl. blauen Farbstoff. Der Farbstoff aus der Diazoverb. des Schwefelsäureesters der Leukoverb. des 5-Aminoindol- $\alpha$ -anthracenindigos gibt mit 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon einen gelben, nach der Oxydation einen oliven Farbstoff. Der Azofarbstoff aus der Diazoverb. des Schwefelsäureesters der Leukoverb. des 4,7-Dimethyl-5-aminoindol-4'-methoxynaphthalinindigos u. Acetessig-o-anisidid färbt die Faser gelb, nach



dem Oxydieren grün. Der Farbstoff aus diazotiertem III u. 1-(2'-Chlor)-phenyl-3-methyl-5-pyrazolon gibt einen in W. ll. gelben Farbstoff, der durch Oxydation braunoliv wird. Die Diazoverb. des Schwefelsäureesters der Leukoverb. des 5-Aminoindol-4'-methoxynaphthalinindigos gibt mit dem o-Anisidid der 2,3-Oxynaphthoesäure einen blaustichigroten Farbstoff, der durch Oxydieren in ein violettstichiges Grau übergeht. (F. P. 721 249 vom 11/8. 1931, ausg. 1/3. 1932. D. Prior. 11/8. 1930.) FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Sebastian Gassner und Wilhelm Meier, Leverkusen), Darstellung von wasserunlöslichen Azofarbstoffen** in Substanz oder auf der Faser, dad. gek., daß man Diazoverb., die keine Sulfonsäure- oder Carboxylgruppen enthalten, mit 2-Oxyanthracen-3-carbonsäurearylidn kuppelt. — Die 2-Oxyanthracen-3-carbonsäurearylide zeichnen sich durch hervorragendes Ziehvermögen aus. Eine mit *2-Oxyanthracen-3-carbonsäureanilid* getränkte Baumwolle wird nach dem Entwickeln mit diazotiertem 4-Amino-4'-methoxydiphenylamin kochecht blau-grün gefärbt. Die Färbung mit *2-Oxyanthracen-3-carbonsäure-o-tolidid* u. diazotiertem 1-Amino-4-benzoylamino-2,5-diäthoxybenzol ist chlor- u. kochecht blaustichiggrün; mit diazotiertem 5-Chlor-2-tolidin erhält man ein Rotviolett. Die in Substanz hergestellten Farbstoffe können als Pigmente oder zur Herst. von Lacken verwendet werden. (D. R. P. 549 983 Kl. 22a vom 23/10. 1930, ausg. 3/5. 1932.) FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung wasserunlöslicher Azofarbstoffe*. Man vereinigt Diazoverbb. mit den Aryliden der 3-Oxydiarylamin-5-carbonsäure. Die Farbstoffe können auf der pflanzlichen, tier. oder künstlichen Faser erzeugt werden, die in Substanz hergestellten Farbstoffe dienen zur Herst. von Farb-lacken. Die 3-Oxydiarylamin-5-carboylamine können nach dem Verf. des F. P. 705340 durch Kondensation von 3,5-Dioxybenzoesäure mit Arylaminen oder von 3-Oxydiarylamin-5-carbonsäuren mit Arylaminen hergestellt werden. Man erhält hiernach meistens Braunfärbungen. Als Kupplungskomponenten sind genannt 1-(3'-Oxy-4'-chlordiphenylamin-5'-carboyl)-amino-4-chlorbenzol, (3-Oxydiphenylamin-5-carboyl)-aminobenzol, 1-(3-Oxy-4'-chlordiphenylamin-5-carboyl)-amino-2-methylbenzol, 1-(3-Oxydiphenylamin-5-carboyl)-amino-4-methylbenzol, 1-(3-Oxy-4'-chlordiphenylamin-5-carboyl)-amino-2-methylbenzol, 1-(3-Oxy-4'-methoxydiphenylamin-5-carboyl)-amino-4-methoxybenzol, als Diazo-komponenten benutzt man 2,5-Dichlor-1-aminobenzol, 4-Chlor-2-nitro-1-aminobenzol, 5-Chlor-2-methyl-1-aminobenzol, 4-Nitro-2-methoxy-1-aminobenzol, 1-Aminoanthracinon, 1-Aminonaphthalin, 4-Aminoazobenzol, 4'-Aminobenzolazo-4-aminonaphthalin, 3-Chlor-1-aminobenzol, 2,4,5-Trichlor-1-aminobenzol, 5-Chlor-2-phenoxy-1-aminobenzol, 2,5-Dichlor-4-methyl-1-aminobenzol, 2-Amino-4-chlordiphenyläther, 4,4'-Diamino-3,3'-dimethoxydiphenyl. (F. P. 721 289 vom 12/8. 1931, ausg. 1/3. 1932. D. Prior. 18/8. 1930.) FRANZ.

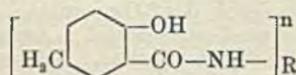
**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellen in Wasser unlöslicher Azofarbstoffe*. Man vereinigt die Arylide der 2,3-Oxynaphthoesäure mit diazotiertem Monoamino-5,6-benzocarbazol (Ber. Dtsch. chem. Ges. 46. 3723), man erhält sehr chlorechte tiefblaue Färbungen. Diazotiertes 3-Amino-5,6-benzocarbazol liefert mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-aminonaphthalin rotstichig blaue, mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-3-methyl-4-methoxybenzol blaue bäuch. u. chlor-rechte Färbungen. Ähnliche Färbungen erhält man mit den Verb. der 2-Oxynaphthalin-3-carbonsäure mit Aminobenzol, 2-Aminonaphthalin, 1-Amino-2-methylbenzol, 1-Amino-4-chlorbenzol, 1-Amino-2-methyl-5-chlorbenzol, 1-Amino-2,5-dimethoxybenzol, 1-Amino-2-methoxybenzol, 1-Amino-2-äthoxybenzol, 1-Amino-3-chlorbenzol, 1-Amino-2,5-dimethoxybenzol, 1-Amino-2-methoxy-4-chlorbenzol, 1-Amino-2-methyl-4-chlorbenzol, 1-Amino-4-methoxynaphthalin, 1-Amino-3-chlor-2,4-dimethoxybenzol, 1-Amino-4-brom-2,5-dimethoxybenzol, 2-Amino-3-methoxynaphthalin, 4-Aminoacenaaphthen, 2-Aminocarbazol, 2-Aminoanthracen, (3'-Aminobenzoylamino)-benzol, 1-Amino-3,4-dichlorbenzol, 6-Amino-2-methyl-chinolin, 1-Amino-3-dimethylaminosulfoylbenzol. (F. P. 721 377 vom 14/8. 1931, ausg. 2/3. 1932. D. Prior. 19/8. 1930.) FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellen in Wasser unlöslicher Azofarbstoffe*. Man vereinigt die Diazoverbb. eines 1-Amino-4-halogen-2,5-di-äthoxybenzols in Substanz oder auf der Faser mit einem 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-aminobenzols, das in 4-Stellung durch Methyl, Äthyl, Methoxy oder Äthoxy substituiert sein kann. Die in Substanz hergestellten Farbstoffe dienen zur Herst. von Farb-lacken. Sie können auch auf Seide, Baumwolle oder Viscoseseide erzeugt werden. Man erhält rotviolette bis blaviolette Färbungen, die gegen das Bleichen mit Peroxyden echt sind. Die mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-4-methoxybenzol imprägnierte Baumwolle wird durch Behandeln mit diazotiertem 1-Amino-4-chlor-2,5-diäthoxybenzol blaviolett gefärbt, mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-4-äthoxy- oder -4-äthylbenzol erhält man rotviolette Färbungen. Die Färbungen des Farbstoffs 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-4-methylbenzol  $\rightarrow$  1-Amino-4-brom-2,5-diäthoxybenzol sind violett, mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-4-äthylbenzol erhält man blaviolette, mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-4-äthoxybenzol rötlichviolette Färbungen. Die Färbungen des Farbstoffs 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-4-methoxybenzol  $\rightarrow$  1-Amino-4-brom-2,5-diäthoxybenzol auf Seide sind rotviolett, die des Farbstoffs 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-4-methylbenzol  $\leftarrow$  1-Amino-4-chlor-2,5-diäthoxybenzol auf Viscoseseide rotviolett. (F. P. 721 933 vom 25/8. 1931, ausg. 9/3. 1932. D. Prior. 29/8. 1930.) FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Herstellung in Wasser unlöslicher Azofarbstoffe*. Man vereinigt (2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-aminoverbb. der Benzol-, Naphthalin-, Anthracen-, Acenaaphthen-, Carbazol- oder Chinolinreihe, die Halogen, Alkoxy, Alkyl, Nitro, Dialkylaminosulfonyl, Alkylsulfonyl oder Phenylaminocarbonyl enthalten können, in Substanz oder auf der Faser mit Diazoverbb. des 1-Amino-4-methyl-2,5-di-n-butylxybenzol. Man erhält rotviolette bis blaue Färbungen, die gegen Bleichen mit Peroxyden echt sind. Die Färbungen können auf

Wolle, Seide, Baumwolle oder Viscoseseide erzeugt werden. Mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-3-äthoxybenzol erhält man auf Baumwolle mit diazotiertem 1-Amino-4-methyl-2,5-di-n-butylloxybenzol rotviolette Färbungen, mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-3-methoxybenzol blauviolette, mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-3-chlorbenzol blaue, mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-2-chlorbenzol rotviolette, mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-3-methylbenzol auf Seide rotviolette, mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-4-methoxybenzol auf Wolle rotviolette, mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-2-methyl-4-chlorbenzol auf Viscoseseide tiefblaue, mit 1-(2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-amino-2-methylbenzol röttere Färbungen. Die Diazoverb. des 1-Amino-4-methyl-2,5-di-n-butoxybenzols gibt mit der (2-Oxynaphthalin-3-carboyl)-verb. des Aminobenzols, 1-Amino-3-nitrobenzols, 1-Aminonaphthalins, 1-Amino-2-äthoxybenzols, 1-Amino-4-methylbenzols, 1-Amino-2-methoxybenzols, 1-Amino-4-chlorbenzols, 1-Amino-3,4-dichlorbenzols, 1-Amino-2-methoxy-5-chlorbenzols, 1-Amino-2-methoxy-4-chlorbenzols, 1-Amino-2,5-dimethoxybenzols, 1-Amino-2,5-dimethoxy-4-chlorbenzols, 1-Amino-3-methyl-4-methoxybenzols, 1-Amino-2-äthyl-5-chlorbenzols, 2-Amino-3-methoxy-naphthalins, 1-Amino-3-(phenylaminocarboyl)-benzols, 1-Amino-3-(dimethylamino-sulfonyl)-benzols, 1-Amino-2-methyl-5-(äthylsulfonyl)-benzols, 2-Aminoanthracens, 4-Aminoacnaphthens, 2-Aminocarbazols rotviolette, des 2-Aminonaphthalins, 6-Amino-2-methylchinolins, 1,4-Diamino-2,5-dimethylbenzols u. des 1,5-Diaminonaphthalins tiefviolette Färbungen. (F. P. 721 952 vom 25/8. 1931, ausg. 10/3. 1932. D. Prior. 29/8. 1930.) FRANZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung in Wasser unlöslicher Azofarbstoffe. Man vereinigt die Tetrazoverbb. des Diphenyls, Azobenzols, Phenylazobenzols, Phenylaminophenylazobenzols, die durch Alkyl, Alkoxy, Nitro-



Acylamino oder Halogen substituiert sein können, mit Arylamiden der nebenst. Formel, worin n 1 oder 2, R einen Benzol- oder Naphthalinring, der durch Alkyl, Alkoxy, NO<sub>2</sub> oder Halogen substituiert sein

kann, bedeutet. Man kann die Färbungen besonders vorteilhaft auf Acetatseide erzeugen. Man erhält sehr echte gelbe bis braune Färbungen. Man imprägniert Acetatseide mit 4,4'-Diamino-3,3'-dimethoxydiphenyl, tetrazotiert auf der Faser u. entwickelt mit 1-(4-Oxy-1-methylbenzol-3-carboyl)-amino-2-methylbenzol, man erhält gelbbraune Färbungen; mit 1-(4-Oxy-1-methylbenzol-3-carboyl)-aminobenzol erhält man rötlich braune Färbungen. 4,4'-Diamino-2-methoxy-2',5'-dimethylazobenzol gibt mit 1-(4-Oxy-1-methylbenzol-3-carboyl)-amino-2-methyl-4-methoxybenzol gelbliche orangebraune, mit (4-Oxy-1-methylbenzol-3-carboyl)-aminobenzol neutralbraune Färbungen. Als Tetrazokomponente verwendet man 4,4'-Diamino-2,2'-dichlordiphenyl, 4,4'-Diamino-2-methyl-5-methoxyazobenzol, 4,4'-Diamino-5-methoxy-2-chlorazobenzol, 4,4'-Diamino-2-nitrodiphenyl, 4,4'-Diamino-2,5,2'-trimethoxyazobenzol, 4,4'-Diamino-3,3'-dimethoxydiphenyl, 4-Amino-4'-(4'-aminophenylamino)-2-methyl-5-methoxy-2'-chlorazobenzol, 4-Amino-3-äthoxy-1-(4'-aminophenylazo)-naphthalin, 4,4'-Diamino-2-acetylamino-5-methyl-2'-chlorazobenzol, 4,4'-Diamino-2,5-dimethyl-2'-methoxyazobenzol, 4,4'-Diamino-2-methyl-5,2'-dimethoxyazobenzol, 4,4'-Diamino-3,3'-dichlordiphenyl, 4,4'-Diamino-2,5-dimethyl-3'-dimethoxyazobenzol, 4,4'-Diamino-2,5-dimethoxy-2'-chlorazobenzol, als Kupplungskomponente (4-Oxy-1-methylbenzol-3-carboyl)-aminobenzol, 1-(4-Oxy-1-benzol-3-carboyl)-amino-2-methylbenzol, 1-(4-Oxy-1-methylbenzol-3-carboyl)-amino-2-methoxybenzol, 1-(4-Oxy-1-methylbenzol-3-carboyl)-amino-2-methoxy-4-chlorbenzol, 1-(4-Oxy-1-methylbenzol-3-carboyl)-amino-3-nitrobenzol, 1-(4-Oxy-1-methylbenzol-3-carboyl)-aminonaphthalin, 2-(4-Oxy-1-methylbenzol-3-carboyl)-aminonaphthalin, 4,4'-Di-(4-oxy-1-methylbenzol-3-carboylamino)-3,3'-dimethoxydiphenyl, 1,4-Di-(4-oxy-1-methylbenzol-3-carboylamino)-2-methyl-5-methoxybenzol. (F. P. 722 003 vom 27/8. 1931, ausg. 10/3. 1932. D. Prior. 1/9. 1930.) FRANZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung in Wasser unlöslicher Azofarbstoffe. Man vereinigt Diazoverbb. in Substanz oder auf der Faser mit 2,3-Oxynaphthylaminobenzoylamino-2-benzol oder seinen Substitutionsprodd. Die hiermit erzielten Färbungen zeichnen sich durch ihre Chlor-, Wasch-, Bäu- u. Lichtechtheit aus. 4'-Benzoylamino-(2,3-oxynaphthoylamino)-benzol liefert auf Baumwolle mit der Diazoverb. des Monoazofarbstoffes p-Nitranilin → 1-Amino-2,5-dimethoxybenzol bläulich schwarze Färbungen, mit 4-Chlor-2-nitranilin gelb orange Färbungen. 4'-Benzoylamino-3'-methoxy-6'-methyl-(2,3-oxynaphthoylamino)-benzol gibt mit dem

diazotierten Aminoazofarbstoff p-Nitranilin → 1-Amino-2,5-dimethoxybenzol sehr echte blauschwarze Färbungen. Ähnliche Färbungen erhält man mit 3'-Benzoylamino-(2,3-oxynaphthoylamino)-benzol, 3'-Benzoylamino-4'-methoxy-(2,3-oxynaphthoylamino)-benzol, 4'-Benzoylamino-3'-methoxy-(2,3-oxynaphthoylamino)-benzol u. 4'-Benzoylamino-3',6'-dimethoxy-(2,3-oxynaphthoylamino)-benzol. (F. P. 722 207 vom 29/8. 1931, ausg. 14/3. 1932.)

FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Werner Lange** und **Max Raeck**, Dessau-Ziebigk), *Darstellung von Disazofarbstoffen*, dad. gek., daß man 1-Acylamino- oder 1-Nitro-4-diazosulfonsäuren der Benzolreihe mit einer Endkomponente vereinigt, die Acidylaminogruppe abspaltet oder die NO<sub>2</sub>-Gruppe reduziert, weiter diazotiert u. mit einer Endkomponente kuppelt, wobei für beide Kupplungen als Endkomponenten nach der Kupplung nicht weiterdiazotierbare Amino-, Alkylamino- oder Arylaminoderiv. der Benzol- oder Naphthalinreihe dienen, zu deren freier oder substituierter NH<sub>2</sub>-Gruppe die Azogruppe in o- oder p-Stellung tritt, u. von denen mindestens die eine Endkomponente eine sauer gekuppelte 2-Amino-, 2-Alkylamino- oder 2-Arylamino-8-oxynaphthalin-6-sulfonsäure ist. — Die Farbstoffe liefern lichtechte, rötlich- bis grünblaue Färbungen, sie eignen sich besonders zum Färben von regenerierter Cellulose. Der Monoazofarbstoff 1-Amino-4-nitrobenzol-2-sulfonsäure (sauer gekuppelt) → 2-Amino-8-oxynaphthalin-6-sulfonsäure wird mit Na<sub>2</sub>S reduziert, diazotiert u. in saurer Lsg. mit 2-Amino-8-oxynaphthalin-6-sulfonsäure vereinigt; der Farbstoff färbt Baumwolle u. Viscose lichtecht grünblau. Nimmt man an Stelle der 2-Amino-8-oxynaphthalin-6-sulfonsäure bei der zweiten Kupplung die entsprechende Mengo 2-Methylaminonaphthalin-7-sulfonsäure, so erhält man einen sehr ähnlichen Farbstoff. Der Monoazofarbstoff 1-Methoxy-2-acetylamino-5-aminobenzol-4-sulfonsäure (sauer gekuppelt) → 2-Phenylamino-8-oxynaphthalin-6-sulfonsäure wird nach dem Abspalten der Acetylgruppe diazotiert u. in saurer Lsg. mit 2-Methylaminonaphthalin-7-sulfonsäure vereinigt, der Farbstoff färbt Baumwolle u. Viscose blaugrün. Der Farbstoff 5-Amino-2-acetylamino-1-methoxybenzol-4-sulfonsäure (sauer gekuppelt) → 2-Amino-8-oxynaphthalin-6-sulfonsäure wird nach dem Verseifen diazotiert in saurer Lsg. mit 2-Methylamino-8-oxynaphthalin-6-sulfonsäure vereinigt, der Farbstoff färbt Viscoseide gleichmäßig lichtecht grünblau; verwendet man als zweite Komponente 2-n-Butylaminonaphthalin-7-sulfonsäure oder Dimethylanilin, so erhält man einen Viscoseide blaufärbenden Farbstoff. (D. R. P. 545 625 Kl. 22a vom 29/5. 1930, ausg. 3/3. 1932.)

FRANZ.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Otto Bayer**, Frankfurt a. M.), *Darstellung echter Küpenfarbstoffe*, nach D. R. P. 541716, dad. gek., daß man hier als Ausgangsprod. Diketone verwendet, die nach dem Verf. des D. R. P. 546229 unter Verwendung von einem oder zwei Moll. 1-Halogenanthrachinon-2-carbonsäurehalogeniden u. 1 Mol. einer aromat. Verb., die in ihrem Mol. mindestens zwei aromat. Kerne mit mindestens je einem reaktionsfähigen H-Atom enthält, erhalten werden. — Man erhält hiernach die gleichen Farbstoffe, wie nach dem Verf. des D. R. P. 545001 u. seines Zusatzes. Das nach Beispiel 3 des D. R. P. 546229 beschriebene Di-(1-chlor-2-anthracinonoyl)-diphenyl erhitzt man mit Na<sub>2</sub>S, Schwefel u. 10%<sub>v/v</sub> NH<sub>3</sub> im Autoklaven auf 100—120°, der erhaltene Farbstoff stimmt mit dem aus Thiazolanthron-2-carbonsäurechlorid u. Diphenyl erhaltenen überein. Man kann auch zunächst mit Polysulfid das Di-(1-mercaptop-2-anthracinonoyl)-diphenyl darstellen u. dieses durch Erhitzen mit NH<sub>3</sub> in das Di-1,9-thiazolanthronoyldiphenyl überführen. Den gleichen Farbstoff erhält man auch aus 2-Thiazolanthronoyldiphenylketon durch Kondensieren mit 1 Mol. 1-Chloranthrachinon-2-carbonsäurechlorid u. Behandeln dieses Prod. mit Polysulfidammoniak. In analoger Weise erhält man aus Di-(1-chloranthrachinonoyl)-diphenyläther einen Farbstoff, der mit dem aus 2 Moll. Thiazolanthron-2-carbonsäurechlorid u. 1 Mol. Diphenyläther darstellbaren übereinstimmt. In gleicher Weise kann man auch die Diketone, die aus 2 Moll. 1-Chloranthrachinon-2-carbonsäurechlorid u. 1 Mol. Diphenylenoxyd, Naphthalin, Accnaphthen usw. entstehen, in die 1,9-Thiazolanthrone überführen. — Das gemischte Diketon aus 1 Mol. Pyrazolanthron-2-carbonsäurechlorid, 1 Mol. 1-Chloranthrachinon-2-carbonsäurechlorid u. 1 Mol. Diphenyl liefert beim Erhitzen mit einer Na-Polysulfidlg. u. NH<sub>3</sub> einen Farbstoff, der mit dem in Beispiel 3 des D. R. P. 545001 beschriebenen übereinstimmt. Behandelt man das gemischte Diketon aus 1 Mol. 1-Aminoanthrachinon-2-carbonsäurechlorid, 1 Mol. 1-Chloranthrachinon-2-carbonsäurechlorid u. 1 Mol. Diphenyl in gleicher Weise, so erhält man einen mit dem Beispiel 4 des D. R. P. 546229 übereinstimmenden Farbstoff. (D. R. P.

547374 Kl. 22b vom 27/7. 1930, ausg. 26/3. 1932. Zus. zu D. R. P. 541 716; C. 1932. I. 1720.) FRANZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellen von Küpenfarbstoffen*. Die nach den E. PP. 237294, 265232 u. 265964 erhältlichen Gemische von 1,4,5,8-Naphthoylendiarylimidazolen trennt man in ihre Bestandteile, indem man sie zuerst mit Ätzalkalien in An- oder Abwesenheit eines Lösungs- oder Suspensionsmittels behandelt, hierauf die Alkaliverbb. auf Grund ihrer verschiedenen Löslichkeit trennt u. dann die Alkaliverb. wieder in den Farbstoff überführt. Das durch Kondensation von 1,4,5,8-Naphthalintetracarbonsäure u. o-Phenylendiamin erhaltliche Gemisch erwärmt man in fein verteiltem Zustand mit KOH u. A.  $\frac{1}{2}$  Stde. auf 70—80°; nach dem Abkühlen filtriert man u. wäscht mit A. Aus dem Filtrat fällt man den roten Farbstoff mit W., während der auf dem Filter bleibende orange Farbstoff mit W. hydrolysiert wird. In ähnlicher Weise trennt man das durch Kondensation von 1,4,5,8-Naphthalintetracarbonsäure mit 1,2-Dichlor-4,5-diaminobenzol, 4-Athoxy-1,2-diaminobenzol oder 4-Methyl-1,2-diaminobenzol erhaltliche Farbstoffgemisch. (E. P. 369 604 vom 22/12. 1930, ausg. 21/4. 1932. Zus. zu E. P. 341 357; C. 1931. I. 2808.) FRANZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellen von Thioindigo-farbstoffen*. Auf Methylketone mehrkerniger aromat. KW-stoffe oder ihre Substitutionsprodd. mit freier o-Stellung zur CO-Gruppe läßt man Schwefelhalide, vorteilhaft in Ggw. von indifferenten organ. Lösungsm., einwirken. Man vermischt  $\alpha$ -Naphthylmethylketon mit der äquimolekularen Menge Schwefelmonochlorid in Nitrobenzol u. erhitzt auf 90° u. dann auf 145—150°; hierbei scheidet sich der 2,1-Naphthoxythiophenindigo in Nadeln ab (s. FRIEDLÄNDER, Ann. d. Chemie 388. 16);  $\beta$ -Naphthylmethylketon gibt in o-Dichlorbenzol 1,2-Naphthoxythiophenindigo (s. FRIEDLÄNDER, Ann. d. Chemie 388. 18). — Monoacetylphenanthren, F. 70—71° (darstellbar zusammen mit einem Isomeren, F. 145°, aus Phenanthren u. Acetylchlorid in Nitrobenzol mit AlCl<sub>3</sub>, aus A. krystallisiert das Isomere F. 145°, der nach dem Verdampfen des Filtrats verbleibende Rückstand wird bei Kp.<sub>13</sub> 235° dest. u. aus CH<sub>3</sub>OH umkrystallisiert), gibt mit Schwefelmonochlorid in Nitrobenzol einen Farbstoff, kupferfarbene Nadeln; das isomere Monoacetylphenanthren, F. 145°, liefert ebenfalls einen Farbstoff. In gleicher Weise behandelt man 1-Methoxynaphthalin-4-methylketon u. Acetyl-1-chlornaphthalin. (E. P. 371 459 vom 24/1. 1931, ausg. 19/5. 1932.) FRANZ.

## XI. Harze; Lacke; Firnis.

André Nauroy, *Über die Polymerisation der trocknenden Öle*. (Chim. et Ind. 27. Sond.-Nr. 3 bis 685—87. März 1932.) SCHEIFELE.

Hans Brendel, *Über die Herstellung von Holzöldickölen*. Für die Präparierung von runzelfrei auftrocknendem Holzöl gibt es zweierlei Methoden, von denen die einen den Effekt durch längeres Verkochen bei Temp. unter dem Gelatinierungspunkt erstreben, während die anderen ein schnelles Erhitzen über den Gelatinierungspunkt hinaus mit nachfolgender rascher Abkühlung anwenden. Um Holzölstandöle in ihrer Neigung zur Runzel- oder Strukturldg. zahlenmäßig zu bewerten, kann das Verf. der sog. „Albertozahl“ von FONROBERT u. BOLLER (C. 1932. I. 1009) gut verwendet werden. (Farbe u. Lack 1932. 145—47. 16. März.) SCHEIFELE.

C. C. Hartman, *Bestimmung von unlöslichen Bestandteilen in Schellack*. Als unl. werden die Bestandteile bezeichnet, die sich in h. 95%ig. A., der mit Methylalkohol denaturiert ist, nicht lösen. Die jetzt gebräuchlichen Methoden liefern ungenaue Resultate infolge der unvollständigen Löslichkeit des Schellackwachses in h. 95%ig. A., des Verlustes feiner Teile unl. Substanz u. der Zurückhaltung von etwas Lösungsm. durch das Filtermaterial. n-Butylalkohol u. Äthylenglykolmonoäthylester (Cellosolve) haben sich als Lösungsmm. für Schellackharz u. -wachs besser bewährt. Ein Glasfiltertiegel mit Filtrierpapierschibe u. Asbestschicht hat sich vorteilhafter erwiesen, als eine Extraktionshülse oder eine Baumwollschicht. Vorschlag einer Methode auf genannter Basis, die einfach, rasch u. genau arbeitet. Tabellen u. Zeichnung im Original. (Bureau Standards Journ. Res. 7. 1105—13. 1931. Washington.) KÖNIG.

Newport Industries Inc., übert. von: Clyde O. Henke, South Milwaukee, V. St. A., *Herstellung von Kohlenwasserstoffen aus Abielinsäure*. 15 Teile Kolophonium werden in einem eisernen Kessel 3—4 Stdn. unter Rückfluß auf 350—375° erhitzt, bis die SZ. gleich 0 geworden ist. Die Rk. verläuft unter Gasentw. Dann wird bis

450° dest. Man erhält 10 Teile eines *KW-stoffes* von der D. 0,98—0,99 u. den Siedegrenzen 315—370°. (A. P. 1 853 353 vom 26/2. 1930, ausg. 12/4. 1932.) NOUVEL.

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Clyde O. Henke und Henry J. Weiland, South Milwaukee, V. St. A., *Herstellung von Abietinsulfonsäure*. 500 Teile des nach A. P. 1 853 353 (vorst. Ref.) erhältlichen *KW-stoffes* werden innerhalb von 2 Stdn. in 1000 Teile Monohydrat bei 10° eingetragen. Man rührt 20 Stdn. bei 0—15°, gießt das Rk.-Gemisch in 1000 Teile W., trennt die H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-Schicht ab, neutralisiert die zurückbleibende *Sulfonsäure* mit Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> oder einem anderen Alkali u. dampft zur Trockne ein. Man erhält ein in W. l., nicht hygroskop. Prod., das als *Emulgierungsmittel* verwendet wird. (A. P. 1 853 352 vom 16/10. 1929, ausg. 12/4. 1932.) NOUVEL.

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Ivan Gubelmann und Clyde O. Henke, South Milwaukee, V. St. A., *Herstellung von Abietinsulfonsäure*. Das Verf. des A. P. 1 853 352 (vorst. Ref.) wird in der Weise abgeändert, daß als Ausgangsstoff für die Sulfonierung ein *KW-stoff* verwendet wird, der durch Behandlung des nach A. P. 1 853 353 (vorvorst. Ref.) erhältlichen Prod. mit H<sub>2</sub> in Ggw. von Ni bei erhöhter Temp. unter Druck hergestellt ist. Auch in diesem Falle dienen die Alkalisalze der *Sulfonsäuren* als *Emulgierungsmittel*. (A. P. 1 853 348 vom 26/2. 1930, ausg. 12/4. 1932.) NOUVEL.

Hercules Powder Co., Wilmington, Delaware, übert. von: Irvin W. Humphrey, Dover, *Reinigen von Terpentin* durch Extraktion mit verd. A., z. B. von 68 Vol.-%. (A. P. 1 854 165 vom 22/6. 1926, ausg. 12/4. 1932.) M. F. MÜLLER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Georg Kränzlein, Arthur Voß und Arnold Brunner, Frankfurt a. M.-Höchst), *Verfahren zur Darstellung von öllöslichen neutralen Kunstharzen* nach D. R. P. 526391, dad. gek., daß man Naphthalinderivv., welche eine oder mehrere Halogenmethylgruppen enthalten, oder Gemische solcher Verbb. in der Hitze auf solche aromat. *KW-stoffe* einwirken läßt, welche mindestens eine aliphat. oder hydroaromat. Seitenkette enthalten. Hierzu vgl. das Ref. über F. P. 695476 (C. 1932. I. 3118). Nachzutragen ist folgendes: Man erhält öllösliche Harze auch durch Erhitzen von *Mono-ω-chlormethylnaphthalin* mit *Xylol* oder mit *Reten* oder mit einem Gemisch von *Kolophonium* u. *Tetralin*, ferner durch Erhitzen eines Gemisches von *Mono-* u. *Di-ω-chlormethylnaphthalin* mit *hydriertem Phenanthren*. (D. R. P. 551 169 Kl. 12o vom 31/10. 1929, ausg. 27/5. 1932. Zus. zu D. R. P. 526391; C. 1931. II. 1203.) NOUVEL.

British Celanese Ltd., London, *Herstellung von Harzen aus Resorcin und Ketonen*. 50 Teile *Resorcin* u. 100 Teile *Aceton* werden in Ggw. von 50 Tln. HCl oder 50 Tln. H<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> oder 25 Tln. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> unter Rückfluß auf 50° erhitzt. Nach 24-std. Stehen scheidet sich ein *Harz* ab, das nach dem Reinigen bei 120° schm. Es ist l. in *Aceton*, A. u. Bzl. Statt *Aceton* können *Methyläthylketon*, *Diäthylketon*, *Methylbutylketon*, *Cyclohexanon* oder *Methylcyclohexanon* verwendet werden. Die Harze dienen, gegebenenfalls mit anderen Harzen u. Plastifizierungsmitteln, als Zusatz zu *Lacken* aus *Celluloseestern*. (E. P. 368 801 vom 7/11. 1930, Aszug veröff. 7/4. 1932. A. Prior. 7/11. 1929.) NOUVEL.

Leon Lilienfeld, Wien, *Herstellung von Harzen aus Harnstoff und Aldehyden*. *Harnstoff*, *Thioharnstoff* oder *Dicyandiamid* werden mit CH<sub>2</sub>O, *Paraformaldehyd*, *Trioxymethylen*, *Hexamethylenetetramin* oder *Acrolein* in Ggw. von 2-Oxytrimethylen-1,3-sulfid u. gegebenenfalls von Halogenhydrinen sowie von bas. oder sauren Katalysatoren kondensiert. — Z. B. werden 100 Teile *Thioharnstoff*, 170 Teile 40%ig. CH<sub>2</sub>O u. 60 Teile 2-Oxytrimethylen-1,3-sulfid auf 60° erwärmt. Man kühlt ab u. läßt 20—26 Stdn. stehen. Die klare Lsg. kann unmittelbar als *Lack* verwendet oder im Vakuum zur Sirupkonsistenz eingedampft u. das *Harz* auf *Preßmischungen* verarbeitet werden. Die Härtung erfolgt bei 60°. (E. P. 368 772 vom 8/9. 1930, ausg. 7/4. 1932.) NOUVEL.

Soc. An. La Ronite, Frankreich, *Herstellung von Harnstoffformaldehydharzen*. *Harnstoff* u. CH<sub>2</sub>O werden mit Hilfe von CaCl<sub>2</sub> kondensiert. — Z. B. werden 1000 Teile *Harnstoff*, 3000 Teile 30%ig. CH<sub>2</sub>O u. 600 Teile CaCl<sub>2</sub> gemischt. Man läßt 6 Stdn. in der Kälte stehen, erhitzt 30 Min. zum Sieden, gibt eine Säure zu u. kocht weitere 4 Stdn. Dann gießt man das Rk.-Prod. in k. W. Man erhält ein hydrophobes, plast. u. in der Kälte mahlbare *Harz*. (F. P. 720 772 vom 4/11. 1930, ausg. 24/2. 1932.) NOUVEL.

Établissements Lambiotte Frères und Jean Lichtenberger, Frankreich, *Herstellung von Harnstoffformaldehydharzen*. Man läßt H<sub>2</sub>S auf Dimethylolharnstoff im

Entstehungszustände einwirken. — Z. B. sättigt man eine neutralisierte Lsg. von 1 Mol. Harnstoff u. 2 Moll.  $\text{CH}_2\text{O}$  mit  $\text{H}_2\text{S}$ . Nach 24-std. Stehen hat sich ein pulverförmiger Nd. eines S-haltigen Kondensationsprod. abgeschieden. Man kann auch die Mischung 2—3 Stdn. auf  $80^\circ$  erhitzen, weitere 2—3 Stdn. kochen u. dann eindampfen. Ist nicht genügend  $\text{H}_2\text{S}$  vorhanden, so werden keine S-haltigen Prodd. erhalten. Statt Harnstoff können Thioharnstoff, Guanidin, Dicyandiamid oder Urethan, statt  $\text{CH}_2\text{O}$  können Paraformaldehyd, Trioxy-methylen, Methylal oder Hexamethylenetetramin verwendet werden. Die erhaltenen Harze sind durchsichtig u. dienen zur Herst. von Lacken oder plast. Massen. (F. P. 722 289 vom 22/11. 1930, ausg. 15/3. 1932.) NOUVEL.

E. I. Du Pont de Nemours & Co., übert. von: Walter E. Lawson, Wilmington, V. St. A., Filme, Lacke, Überzüge u. dgl. aus Cellulosederivaten. Als Weichmachungsmittel verwendet man Acetate der Alkyläther des Diäthylenglykols vom Kp.  $140-145^\circ$ . (A. P. 1 824 961 vom 13/9. 1928, ausg. 29/9. 1931.) ENGEROFF.

Deutsche Hydrierwerke Akt.-Ges., Rodleben b. Rosslau, Anhalt, Verfahren zur Herstellung von Lacken, Filmen, plastischen Massen u. dgl. aus Celluloseäthern u. -estern, insbesondere Acetylcellulose, nach D. R. P. 535168, dad. gek., daß man an Stelle der im Hauptpat. genannten Ester die aus Ketoalkoholen u. einbas. aliphat. oder aromat. Carbonsäuren oder aus solchen durch Sauerstoff substituierten Carbonsäuren gebildeten Ester als Lösungsm., Gelatinierungs- u. Weichmachungsmittel verwendet. — Einen sehr guten, streichfähigen Lack erhält man, wenn man 3 Gewichtsteile Acetylcellulose, 15 Gewichtsteile Aceton, 6 Gewichtsteile Acetolacetat, 6 Gewichtsteile Bzl., 6 Gewichtsteile Alkohol, 1,5 Gewichtsteile Lävulinsäurebenzylester durch Verrühren in Lsg. bringt u. bis zur Klärung absetzen läßt. (D. R. P. 547 039 Kl. 22h vom 6/2. 1930, ausg. 18/3. 1932. Zus. zu D. R. P. 535 168; C. 1931. II. 3553.) ENGER.

British Celanese Ltd., London, Lacke, plastische Massen, Filme, Fäden u. dgl., bestehend aus einem Cellulosederiv. u. einem Kunstharz, das durch Kondensation eines aromat. Hydroxylalkohols (Hydroxylbenzyl-, Hydroxyltolyl-, Hydroxylxylylalkohol) mit dem Rk.-Prod. eines Aldehyds mit Glycerin erhalten wird. Dieser Mischung können ferner Natur- oder Kunstharze, Weichmachungsmittel, Pigmente u. Farbstoffe zugesetzt werden. Die Massen können auch als Zwischenschicht oder Klebstoff für Verbundglas Verwendung finden. (E. P. 365 094 vom 15/10. 1930, ausg. 11/2. 1932. A. Prior. 15/10. 1929.) ENGEROFF.

Celanese Corp. of America, Delaware, übert. von: Camille Dreyfus, London, Flüssige Überzugsmasse für die Herst. von Lacken, Filmen, Fäden, plast. Massen, Formstücken u. dgl., bestehend aus einem Cellulosederiv., bis zu  $200\%$  Accaroidharz, einem unter  $150^\circ$  sd. Lösungsm. (Aceton) u. Weichmachungsmitteln, Pigmenten, Füll- u. Farbstoffen. (A. P. 1 742 587 vom 5/4. 1924, ausg. 7/1. 1930. E. Prior. 18/5. 1923.) ENGEROFF.

Imperial Chemical Industries Ltd., England, Überzugsmasse. Cellulosecester oder -äther mit einem Feuchtigkeitsgeh. von bis zu  $50\%$  werden mit einer  $40\%$ ig. wss. Farbpaste, z. B. aus Chromgelb, Lithopone, Berlinerblau,  $\text{ZnO}$ ,  $\text{TiO}_2$  oder Ruß, angerührt u. mit Weichmachungsmitteln, Ölen u. Lösungsmm. versetzt. Das sich abscheidende W. wird entfernt u. das Ganze solange geknetet, bis sich eine plast. M. gebildet hat, die in einem Gemisch von Butylalkohol, Äthyl- u. Butylacetat gel. wird, wobei gleichzeitig noch eine alkoh. Dammarharzlg. zugegeben wird. (F. P. 687 597 vom 2/1. 1930, ausg. 11/8. 1930. E. Prior. 3/1. 1929.) ENGEROFF.

Commercial Solvents Corp., Terre Haute, Indiana, übert. von: Grover Bloomfield, Jerome Martin, und Ignace J. Krczma, Terre Haute, V. St. A., Verdünnungsmittel für Nitrocelluloselacke. Man läßt 1 Teil Butylalkohol, 2,5 Teile einer Mischung gleicher Teile A. u. Äthylacetat, 3 Teile Toluol, 4 Teile W. u. 0,6 Teile konz.  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bis zu 3 Stdn. am Rückflußkühler sieden, wobei Alkoholyse stattfindet u. Butylacetat entsteht. Von den sich bildenden 2 Schichten, der wss. u. toluolhaltigen, werden  $10-20\%$  der letzteren, die sich aus  $20\%$  Butylacetat,  $5\%$  Äthylacetat,  $5\%$  A.,  $5\%$  Butylalkohol u.  $65\%$  Toluol zusammensetzen, abdest. u. als Verdünnungsmittel verwendet. (A. P. 1 835 927 vom 12/3. 1928, ausg. 8/12. 1931.) ENGEROFF.

E. I. Du Pont de Nemours & Co., übert. von: Thomas Hunton Rogers, Wilmington, V. St. A., Verhinderung der Oxydation von Öllacken, insbesondere solchen, die Nitrocellulose u. Ricinusöl enthalten. Man gibt den Lacken mehrbas. Oxyssäuren, z. B. Wein-, Citronen- oder Apfelsäure bzw. deren Salze oder Ester, in flüchtigen Lösungsmm. zu. (A. P. 1 805 458 vom 21/8. 1922, ausg. 12/5. 1931.) ENGEROFF.

## XII. Kautschuk; Guttapercha; Balata.

**Donald W. Kitchin**, *Untersuchung der Vulkanisation von Kautschuk*. V. Dielektrizitätskonstante und Kraftfaktor von vulkanisiertem Kautschuk. (IV. vgl. C. 1929. I. 2513.) Bei verschiedenen Temp. (30—100°) u. mit verschiedenen Frequenzen (600—2 000 000 Wechsell.) werden Mischungen mit 2—32% S hinsichtlich DE. u. Kraftfaktor untersucht. (Tabellen u. Abb. im Original.) (Ind. engin. Chem. 24. 549 bis 555. Mai 1932.) ALBU.

**Harlan A. Depew**, *Reaktionen bei der Vulkanisation*. II. Reaktion zwischen Zinkseifen und Mercaptobenzthiazol. (I. vgl. C. 1932. I. 1723.) Beim Verarbeiten von ZnO mit fettsäurehaltigen Mischungen bilden sich Zinkseifen. In Mischungen mit Mercaptobenzthiazol tritt eine Gleichgewichtsbldg. mit dem Mercaptobenzthiazol ein. Die Teilchengröße des ZnO ist für die Aktivierung des Beschleunigers ohne Bedeutung. (Ind. engin. Chem. 24. 565—68. Mai 1932.) ALBU.

**M. K. Easley** und **A. C. Eide**, *Der Einfluß von Cadmiumzumischungen auf typische organische Beschleuniger während der Vulkanisation*. Cd kommt in Salzform in Mengen von ca. 0,5% als Verunreinigung des ZnO vor. Testmischungen mit reinem ZnO u. verschiedenen Zusätzen ergeben Bldg. von Verb., die teils inaktiv, teils verzögernd, teils beschleunigend wirken. (Ind. engin. Chem. 24. 568—73. Mai 1932.) ALBU.

**Norman A. Shepard** und **John N. Street**, *Einfluß der Vulkanisationstemperatur auf die Qualität von Kautschukvulkanisaten*. Die Vulkanisationstemp. hat keinen Einfluß auf die Dehnungseigg. von Di-o-tolylguanidin-Kautschukmischungen. Bei Mercaptobenzthiazol zeigt sich mit niedrigeren Temp. Erhöhung der Zugdehnung. (Ind. engin. Chem. 24. 574—79. Mai 1932.) ALBU.

**John N. Street**, *Grit im Ruß. Einfluß auf Biege widerstand von Vulkanisat*. Kanalruß enthält 0,05—1,7% Grit, der nicht mehr durch ein 325-Maschensieb geht. An Biegeverss. von mit Gritzusätzen hergestellten Teststreifen wird gezeigt, daß die Gritfraktion, die zwischen dem 200- u. 325-Maschensieb liegt, nicht einwandfreie Prodd. ergibt. (Ind. engin. Chem. 24. 559—62. Mai 1932.) ALBU.

**T. C. Morris**, *Löslichkeit organischer Zusätze in Kautschuk*. Mkr. Best. der Löslichkeit von Beschleunigern, S, Alterungsmitteln etc. in Kautschuk. (Ind. engin. Chem. 24. 584—87. Mai 1932.) ALBU.

**H. F. Wilson** und **J. N. Dean**, *Eine nephelometrische Methode zur Schnellbestimmung von Feuchtigkeit in Rohkautschuk und gereinigtem Balata*. Die Opaleszenz, die feuchte Kautschukproben zeigen, läßt sich bei 70—100° zu einer nephelometr. Schnellmethode benutzen. Der Fehler beträgt  $\pm 0,1\%$ . (Trans. Inst. Rubber Ind. 7. 349—53. Febr. 1932.) ALBU.

**Chemische Fabrik Kalk G. m. b. H.**, und **Herrmann Oehme**, Köln-Kalk, *Verfahren zur Vulkanisation von Kautschuk* unter Verwendung von ZnO, dad. gek., daß man ZnO aus einer Zn-Verb. wie ZnCO<sub>3</sub> verwendet, die nur so lange auf Glühtemp. erhitzt wurde, als das entstehende ZnO noch keine färbenden Eigg. aufweist. — Man glüht z. B. einen ZnCO<sub>3</sub>-Nd. bei höchstens 650°, bis eine Probe zeigt, daß alles CO<sub>2</sub> entfernt ist. (D. R. P. 550 884 Kl. 39b vom 18/11. 1928, ausg. 23/5. 1932. Zus. zu D. R. P. 497 477; C. 1930. II. 151.) PANKOW.

**The North British Rubber Co. Ltd.**, Edinburgh, *Vulkanisieren von Kautschuk oder ähnlichen Stoffen mit Schwefel*, dad. gek., daß man dem Vulkanisationsgemisch Verb. von stark positiven Metallen u. kernhydroxylierten Benzolkohlenwasserstoffen oder deren Deriv., besonders Alkaliphenolat, beimischt. (Ung. P. 87 064 vom 18/3. 1920, ausg. 1/5. 1931. E. Prior. 17/7. 1918.) G. KÖNIG.

**Roessler & Hasslacher Chemical Co.**, V. St. A., übert. von: **Adrien Cambron**, Montreal, Canada, *Herstellung eines Aldehydaminkondensationsproduktes*. Aliphat. Aldehyde mit 2 oder mehr C-Atomen (Acet-, Butyr-, Crotonaldehyd) werden mit aromat. Aminen (Anilin, Xylidin) in Ggw. eines sauren Katalysators (ZnCl<sub>2</sub>, AlCl<sub>3</sub>, HCl, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Dinitrochlorbenzol) kondensiert. — Z. B. werden 51,5 Teile Anilin, 50 Teile Acetaldehyd, 0,22 Teile ZnCl<sub>2</sub> u. 0,25 Teile 25%ig. HCl auf 80—85° erhitzt. Man erhält ein braunefarbetes Prod. von F. 80°. Die Verb. dienen als *Vulkanisationsbeschleuniger*; hierzu vgl. das Ref. über A. P. 1754010 (C. 1930. II. 319). (A. P. 1 858 577 vom 20/1. 1926, ausg. 17/5. 1932. D. Prior. 19/1. 1927.) NOUVEL.

**Brown Co.**, übert. von: **Roger B. Hill**, New Hampshire, *Imprägnieren von Fasern mit Kautschukmilch*. Die in der Kautschukmilch vorhandenen Stabilisierungsmittel,

wie Seifen oder Caseinate, werden durch Fe-, Ba-, Sr-Salze oder Hydroxyde, insbesondere durch Kalk, gefällt, u. die M. zum Imprägnieren zwecks Herst. von künstlichem Leder benutzt. (A. P. 1 836 595 vom 3/4. 1929, ausg. 15/12. 1931.) PANKOW.

**Brown Co.**, New Hampshire, übert. von: Roger B. Hill, New Hampshire, *Imprägnieren von Fasern mit Kautschukmilch*. Man versetzt die Kautschukmilch mit einer Metallverb., die auf die Nichtkautschukbestandteile fallend wirkt, also Fe-, Ba-, Sr-Verbb., vor allem mit Alkali- oder Erdalkalihydroxyden, insbesondere Kalk. Um eine vorzeitige Koagulation zu vermeiden, wird die Kautschukmilch mit Seifen oder Caseinaten versetzt. Mit so vorbehandelter Kautschukmilch wird dann die Fasermasse zwecks Herst. von künstlichem Leder imprägniert. (A. P. 1 837 162 vom 22/6. 1929, ausg. 15/12. 1931.) PANKOW.

**Anode Rubber Co., Ltd.**, Guernsey, *Kautschukimprägnierte Fäden*. Die Fäden werden mit Lsgg. oder Dispersionen von Kautschuk oder kautschukartigen Massen behandelt u. die Fäden nach Vulkanisation mit dem Weichkautschuküberzug auf Gewebe, Saiten, Kabel, Riemen u. dgl. verarbeitet. Leinen, Jute, Papier, Kunstseide, Seide, Wolle, Haare, Asbest u. a. können verwendet werden. (F. P. 721 866 vom 22/8. 1931, ausg. 9/3. 1932. Ung. Prior. 23/8. 1930.) PANKOW.

### XIII. Ätherische Öle; Riechstoffe.

**D. R. Koolhaas**, *Das ätherische Öl aus Eryngium foetidum L. Über das Vorkommen von Dodecen-(2)-al-(1)*. Genannte javan. Pflanze ohne Wurzel lieferte durch Dest. mit gespanntem W.-Dampf 0,02—0,04% eines äther. Öls, welches im CO<sub>2</sub>-Strom fraktioniert wurde. Die Fraktionen 83—150° (8 mm) (84% des Öls) gaben fast quantitativ ein Gemisch von 2 Semicarbazonen, FF. 158° (Hauptprod.) u. 254° (sehr wenig). Die Analyse der Mittelfraktion von Kp.<sub>3</sub> 120—125°, D.<sub>20</sub><sup>26</sup> 0,8497, n<sub>D</sub><sup>26</sup> = 1,4567, M<sub>D</sub> = 58,38 stimmte auf einen Aldehyd C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O (ber. M<sub>D</sub> = 57,16  $\bar{\bar{}}$ , E  $\Sigma_D$  = +0,67); Semicarbazon, C<sub>13</sub>H<sub>25</sub>ON<sub>3</sub>, F. 158°. Verss., den Aldehyd aus seinem Semicarbazon zu regenerieren oder die ganze Aldehydfraktion mittels der Disulfitverb. zu reinigen, waren erfolglos. Die Analyse des Semicarbazons 254° stimmte auf C<sub>11</sub>H<sub>15</sub>ON<sub>3</sub>. — Oxydation des Aldehyds in K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>-Lsg. mit 4%ig. KMnO<sub>4</sub>-Lsg. ergab als Hauptprod. Caprinsäure; Anilid, C<sub>16</sub>H<sub>25</sub>ON, F. 63°. Nach SEKA u. MÜLLER (C. 1931. I. 2058) wurde die Säure in 2-n-Nonylbenzimidazol, C<sub>16</sub>H<sub>23</sub>N<sub>2</sub>, aus PAE. Krystalle, F. 114—115°, übergeführt. Nach dem Verf. von GSELL (Chem.-Ztg. 31 [1907]. 100) lieferte die Rohsäure nur Caprinsäuremethylamid, C<sub>11</sub>H<sub>23</sub>ON, F. 54°, ein Beweis, daß sie keine Caprylsäure enthält. Geringe Mengen einer höheren Fraktion lieferten aus verd. CH<sub>3</sub>OH eine kristallisierte Säure C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O<sub>4</sub>, F. 90—94°, herrührend von dem dem Semicarbazon 254° entsprechenden Aldehyd C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O. — Oxydation des Aldehyds in alkal. Lsg. mit Luft oder Ag<sub>2</sub>O ergab als Hauptprod. Dodecen-(2)-säure-(1), C<sub>12</sub>H<sub>22</sub>O<sub>2</sub>, roh Kp.<sub>0,2</sub> 135—140°, nach Reinigung mit sd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> nach FITTIG D.<sub>20</sub><sup>26</sup> 0,9101, n<sub>D</sub><sup>26</sup> = 1,4593, M<sub>D</sub> = 59,57 (ber. 58,68), E  $\Sigma_D$  = +0,43, F. 15,8—16,8°; J-Addition nach Linstead u. MAY (C. 1928. I. 498) nur 4,5%. Amid, C<sub>12</sub>H<sub>23</sub>ON, aus CH<sub>3</sub>OH, F. 114°. 2-[n-Undecen-(1')-yl]-benzimidazol, C<sub>18</sub>H<sub>29</sub>N<sub>2</sub>, F. 105,5°. Neben genannter Säure wurde aus Fraktion 140—165° (0,2 mm) eine Säure C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O<sub>2</sub>, aus verd. CH<sub>3</sub>OH, F. 164°, erhalten, entsprechend dem Aldehyd C<sub>10</sub>H<sub>18</sub>O. — Dodecen-(2)-säure-(1) wurde zum Vergleich aus Caprinaldehyd u. Malonsäure in Pyridin synthetisiert (vgl. ZAAR, C. 1930. I. 363) u. zeigte Kp.<sub>0,2</sub> 143 bis 145°, D.<sub>20</sub><sup>26</sup> 0,9087, n<sub>D</sub><sup>26</sup> = 1,4610, gut übereinstimmend mit ZAAR, weniger gut mit KAO u. MA (C. 1931. II. 2446). Die J-Addition betrug 6—7%. Nach der Reinigung nach FITTIG: D.<sub>20</sub><sup>26</sup> 0,9107, n<sub>D</sub><sup>26</sup> = 1,4624, M<sub>D</sub> = 59,87 (ber. 58,68), F. 18,5—18,7°, J-Addition 4,5—5%. Amid u. Benzimidazolderiv. wie oben. — Die Säure lieferte mit 4%ig. KMnO<sub>4</sub>-Lsg. Caprinsäure, dagegen in verd. NaOH mit 1%ig. KMnO<sub>4</sub>-Lsg. das Na-Salz der  $\alpha,\beta$ -Dioxyaurinsäure, Blättchen, F. 191°. Daraus mit verd. HCl u. Ä. die freie Säure, C<sub>12</sub>H<sub>24</sub>O<sub>4</sub>, aus Bzl., F. 123° (korr.). — Der Hauptbestandteil obigen äther. Öls ist also Dodecen-(2)-al-(1). Dasselbe entsteht in der Pflanze vermutlich durch Kondensation von Caprinaldehyd mit Acetaldehyd. (Rec. Trav. chim. Pays-Bas 51. ([4] 13) 460—68. 15/5. 1932. Buitenzorg [Java], Botan. Garten.) LINDENBAUM.

**Siegfried Malowan**, *Chemisch-physikalische Tabellen der Balsame, ätherischen Öle und reinen Riechstoffe*. IV—VI. (III. vgl. C. 1931. II. 3407.) (Dtsch. Parfümerieztg. 17. 436 538—39. 18. 146—47. 25/4. 1932.) ELLMER.

**Alfons M. Burger**, *Der Cyclamenduft in der Parfümerie*. Besprechung der für die Kompositionen des Cyclamenduft verwendbaren natürlichen u. künstlichen Riech-

stoffe; Anregungen u. Vorschriften. (Riechstoffind. u. Kosmetik 7. 35—36. 51—52. April 1932.)

ELLMER.

**Ignaz Herold**, *Die Ester des Linalools*. Allgemeines über die Esterbildg., Vork., Eigg. u. Verwendung von *Linalylformiat*, *-acetal*, *-propionat*, *-butyrat* u. *-isobutytrat*. (Dtsch. Parfümerieztg. 18. 121—23. 10/4. 1932.)

ELLMER.

**Heine & Co. Akt.-Ges.**, Leipzig u. Gröba b. Riesa a. E., *Herstellung von Riechstoffen*. Die Zus. der den bekannten Riechstoffen zuzusetzenden *Acetessigeste*r, *Ketone*, *ungesätt. Säuren*, *Athersäuren* oder *Lactone* (vgl. F. P. 653 859; C. 1929. I. 2710) entspricht den allgemeinen Formeln:

- |   |  |
|---|--|
| 1. $\text{CH}_3\text{COC}(\text{R}_1) \cdot (\text{R}_2) \cdot \text{CO}_2\text{Alkyl}$ | 4. $(\text{R}_1)(\text{R}_2) \cdot \text{CH} \cdot \text{CO}_2\text{Alkyl}$        |
| 2. $\text{CH}_2 \cdot \text{CO} \cdot \text{CH}(\text{R}_1) \cdot (\text{R}_2)$         | 5. $\text{R}_1 \cdot \text{CH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH} \cdot \text{R}_2$ |
| 3. $(\text{R}_1)(\text{R}_2) \cdot \text{CH} \cdot \text{CO}_2\text{H}$                 | $\text{CO} \text{---} \text{O}$  |

wobei ausgenommen sind: Diallylacetessigeste

r, Bisdimethylallylacetessigester, Allylpropyl- u. Allylisopropylacetessigsäure u. deren Äthylester, Diallylessigsäure u. deren Ester, Bisdimethylallylessigsäure, Allylphenyllessigsäure, Propenylphenyllessigsäure, Diallyl- u. Bisdimethylallylacetone, sowie das von der Allylpropyllessigsäure abgeleitete Lacton. Folgende Beispiele sind angegeben: Die aus *Isobutylacetessigeste*r u.  $\text{NaNH}_2$  in Bzl. erhältliche *Na-Verb.* wird während 12 Stdn. mit trockenem *Allylchlorid* erwärmt, die Rk.-Masse in W. gegossen u. das Lösungsm. abdest. Neben wenig Vorlauf erhält man den *Isobutylallylacetessigeste*r, Kp.<sub>8</sub> 112—115°, D.<sup>15</sup> 0,938. — Beim Verseifen des *n-Butylallylacetessigeste*r mit wss. KOH, Ausäthern der unl. Bestandteile u. Ansäuern der alkal. Lsg. mit verd. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> erhält man die freie  $\alpha, \alpha$ -*n-Butylallylacetessigsäure* (I), Kp. 120—121°, D.<sup>15</sup> 0,922, die beim Erwärmen mit 60%<sub>ig</sub> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in  $\alpha, n$ -*Butyl- $\gamma$ -valerolacton*, Kp.<sub>5</sub> 102°, D.<sup>15</sup> 0,959, übergeht. — I läßt sich mit A. u. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> zum *Butylallylacetessigsäureäthylester*, Kp.<sub>8</sub> 71—85°, D.<sup>15</sup> 0,876, verestern. — Verseift man *Hexylenäthylacetessigeste*r mit alkoh. KOH, so erhält man die *Hexylen- $\alpha$ -äthylacetessigsäure* (II), Kp.<sub>7</sub> 135—140°, D.<sup>15</sup> 0,832. Die unverseifbaren Bestandteile liefern bei der Dest. im Vakuum asymm. *Hexylenäthylacetone*, Kp.<sub>7</sub> 71—76°, D.<sup>15</sup> 0,867. — Erwärmt man II mit 65%<sub>ig</sub> H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, so geht sie in  $\alpha$ -*Äthyl-n-caprylolacton*, Kp.<sub>5</sub> 130—133°, D.<sup>15</sup> 0,945, über. (Holl. P. 25 033 vom 4/5. 1928, ausg. 15/10. 1931. D. Prior. 5/5. 1927.)

SCHOTTLÄNDER.

**H. Tatu**, *L'industrie moderne des parfums*. Coll. Actualités Scientifiques et Industrielles. Paris: J. B. Bailliere et fils 1932. (168 S.) Br.: 18 fr.

## XV. Gärungsgewerbe.

**Thomas Kennedy Walker**, *Ein Rückblick auf zehn Jahre Forschung über die antiseptischen Bestandteile des Hopfens*. (Journ. Inst. Brewing 38. 198—205. April 1932. University of Manchester.)

KOLBACH.

**H. W. Harman**, *Das Spritzen des Hopfens mit Bordelaiser Brühe*. Von den auf Kupfer untersuchten engl. Hopfen der 1931er Ernte enthielten 60%<sub>ig</sub> weniger als 0,05%<sub>ig</sub>, 20%<sub>ig</sub> zwischen 0,05 u. 0,10%<sub>ig</sub> u. 20%<sub>ig</sub> zwischen 0,10 u. 0,40%<sub>ig</sub> Kupfer. Der hohe Kupfergeh. einzelner Proben wird auf unsachgemäße Anwendung der Bordelaiser Brühe zurückgeführt. Wird das Spritzen in geeigneter Weise vorgenommen, so ist der Kupfergeh. des Hopfens nicht höher als 0,05%<sub>ig</sub>. (Journ. Inst. Brewing 38. 197. April 1932.)

KOLBACH.

**W. J. Watkins**, *Die Regelung des Ausstoßvergärungsgrades*. Es werden verschiedene Maßnahmen zur Beeinflussung des Vergärungsgrades der Biero. erörtert. (Brewers Journ. 68. 182—83. 15/3. 1932.)

KOLBACH.

**Fritz Mazanec**, *Ein Beitrag zur refraktometrischen Kontrolle des Vergärungsgrades in seinem Anfangsstadium*. Vergleichende A.-Bestst. nach der Refraktometer- u. nach der Dest.-Methode ergaben für Bierwürze in den ersten Gärstadien viel zu hohe refraktometr. Werte. Eine der Ursachen wurde in der raschen Abnahme des Aminostickstoffs bei Beginn der Gärung erkannt. Als prakt. Folgerung ergibt sich, daß die refraktometr. Methode bei scheinbaren Vergärungsgraden bis zu 20%<sub>ig</sub> nicht anwendbar ist. (Brauer-Hopfen-Ztg. Gambrinus 59. 50—51. März 1932. Wien, Versuchsstation f. Gärungsgewerbe.)

KOLBACH.

**H. Guinot**, *Wärmeverbrauch bei der Herstellung von absolutem Alkohol*. Nochmalige Entgegnung an FALKENTHAL (vgl. C. 1932. I. 3005). Erklärung der Widersprüche durch Beziehung auf verschiedene App. (Ztschr. Spiritusind. 55. 101. 5/5. 1932.) GROSZFELD.

**A. Miermeister**, *Über Zusammensetzung und Herstellung griechischer Weinbrände*. Die Unters. von 10 Proben (Tabelle im Original) zeigte starke Schwankungen in der Zus.: Säuren 40—520, Ester 528—1349, Aldehyd 42—890, Furfurol 0—10 mg, höhere Alkohole 156—2272 cmm/l. Ausgiebigkeit 1: 80 bis 1: 350. Weitere Einzelheiten, auch über Art der Herst. im Original. (Chem.-Ztg. 56. 371—72. 11/5. 1932. Berlin C 25, Prouß. Landesanst. für Lebensmittel- usw. Chemie.) GROSZFELD.

**F. E. B. Moritz**, *Über die Malzanalyse mit besonderer Berücksichtigung der diastatischen Kraft*. Die in üblicher Weise durch Einw. von Malzauszug auf 1. Kartoffelstärke bestimmte diastat. Kraft eines Malzes ist der Maltosebildg. beim Maischen nicht proportional. Als prakt. brauchbares Maß für die Diastasewrkg. beim Maischen wird die „Umwandlungskraft“ des Malzes vorgeschlagen, d. h. die beim Maischen unter bestimmten Bedingungen entstehende Maltose in % der insgesamt gebildeten l. Stoffe. — Während des Darrens nimmt die diastat. Kraft des Malzes stetig ab; die Umwandlungskraft fällt aber nur in den ersten Darrestadien, um dann annähernd konstant zu bleiben. Daraus wird gefolgert, daß beim Darren wohl ein Teil der Diastase zerstört wird, daß aber gleichzeitig die Malzstärke in einer für den Abbau beim Maischen günstigen Weise verändert wird. (Journ. Inst. Brewing 38. 179—89. April 1932.) KOLBACH.

**Invention Gesellschaft für Verwaltung und Verwertung chemisch-technischer Patente G. m. b. H.**, Berlin, und **Stephan Carl Daranyi**, Berlin, *Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Aceton und Butylalkohol durch Vergärung von Kohlehydraten*. In bekannter Weise angesetzten u. in Hauptgärung gebrachten Rohstoffmaischen werden kontinuierlich oder absatzweise unter Beibehaltung der optimalen Gärtemp. von 36—37° weitere Mengen einer sterilisierten Maische, deren Kohlehydratkonzentration höher als die der Ausgangsmaische, u. zwar doppelt so hoch, ist, zugeführt, u. zwar anfangs in kleineren, ca.  $\frac{1}{8}$  bis  $\frac{1}{10}$  betragenden, dann in 3- bis 6-st. Zeitabständen in größeren, ca.  $\frac{1}{3}$  bis  $\frac{1}{6}$  der Ausgangsmaische betragenden Mengen, bis die Gesamtmenge ca. die doppelte der Ausgangsmaische beträgt. Dabei sollen der Kohlehydratgeh. der Gärfl., die Menge u. die Zulaufgeschwindigkeit bzw. die Zeitpunkte der Zugabe so geregelt werden, daß die Konz. der Maische an vergorenen u. unvergorenen Kohlehydraten die Kohlehydratkonz. in der ursprünglichen Maische übersteigt u. etwa auf das 1,4- bis 1,5-fache anwächst, aber der jeweilige Geh. an unvergorenem Kohlehydrat diese nicht übertrifft. Die Maische läßt man schließlich vergären, bis höchstens 1% an unvergorenen Kohlehydraten zurückbleibt. Ihr Geh. an Gärprodd. beträgt dann ca. 3,6 bis 4,0%, u. zwar bestehen diese aus *Butylalkohol*, *Aceton* u. A. etwa im Verhältnis 6:3:1. Als Rohstoffe werden Kartoffeln u. Mais angeführt. Die nachträglich einzuführende Maische kann aus einem anderen Rohstoff wie die Ausgangsmaische hergestellt sein. Die nach dem Abdest. der Gärprodd. aus der vergorenen Maische verbleibende Schlempe kann ferner zur Herst. sowohl einer weiteren Ausgangsmaische als auch einer neuen konzentrierten Zusatzmaische verwendet werden; falls sie reich an unvergärbaren Stoffen ist, wird sie zweckmäßig zuvor einer mechan. Klärung bzw. chem. Reinigung unterworfen. Die Impfung der Ausgangsmaische erfolgt vorteilhaft mit einer an hochkonzentrierte Maischen gewöhnten Bakterienkultur, indem beispielsweise eine Maische verwendet wird, die einer vorangegangenen Gärung in jenem Stadium entnommen worden ist, in dem die Maische das Maximum an vergorenen u. unvergorenen Kohlehydraten enthält, aber ca.  $\frac{1}{3}$  der gesamten Kohlehydrate noch nicht vergoren ist. Das Verf. wird mit Hilfe von Diagrammen näher erläutert u. die Vorr. durch eine schemat. Zeichnung veranschaulicht. (E. P. 369 126 vom 28/7. 1931, ausg. 7/4. 1932. F. P. 718 356 vom 6/6. 1931, ausg. 23/1. 1932.) R. HERBST.

## XVI. Nahrungsmittel; Genußmittel; Futtermittel.

**Earl D. Stewart**, *Trocknung von Früchten und Gemüse durch Sonne oder erhitzte Luft*. Vergleich beider Verff., Beschreibung u. Abbildung einer künstlichen Trocknungsanlage, Berechnungen über Wärmeverbrauch u. Rentabilität. (Food Industries 4. 174—76. Mai 1932.) GROSZFELD.

**Arthur Borntraeger**, *Enthalten die Tomatenfrüchte Oxal- und Glykolsäure?* (Vgl. C. 1928. I. 3123.) In verdorbenen Prodd. können durch Schimmeltätigkeit Spuren von Oxalsäure, aber nie in gesundheitsschädlicher Menge, auftreten. Glykolsäure u. analoge Säuren sind nicht vorhanden, Literaturangaben darüber irrig. (Ztschr. Unters. Lebensmittel 63. 447—48. April 1932. Portici bei Neapel.) GROSZFELD.

**J. C. Marquardt und A. C. Dahlberg**, *Pasteurisierung und Kühlung der Milch im Gefäß zwecks Erreichung höchster Aufrahmung.* Die Kühldauer der Milch im Pasteurisierungsgefäß ist von großem Einfluß auf die Aufrahmung, dagegen Bewegung beim Erhitzen oder Kühlen nur wenig. Die Abnahme des Rahmvoll. infolge zu langsame Kühlung zeigt sich besonders nach 2- u. 4-std. Aufrahmung, weniger nach 24 Stdn. Sehr schnelle Kühlung von 143 auf 40° F in 20 Min. erhält die n. Rahmfähigkeit der Milch. Kalthaltung (1 Stde.) der Milch vor Abfüllung auf Flaschen wirkte in einigen Fällen verschlechternd auf die Rahmfähigkeit, in anderen nicht oder nur wenig, je nach Art der Milch u. ihrer Vorbehandlung. (Bull. New York State agricult. Exper. Stat. 1932. Techn. Bull. 189. 16 Seiten. Febr.) GROSZFELD.

**M. E. Schulz und J. Moos**, *Über Lactatarusscheidung aus Gallerten.* Die beim Eintrocknen von Caseingallerten entstehenden eigentümlichen Figuren (Abbildungen im Original) sind durch Ca-Lactatkrystalle bedingt. Ihre verschiedenen Formen hängen von der Wachstumsgeschwindigkeit, Keimbildungsfähigkeit, dem Übersättigungsverhältnis u. vom Medium ab. (Milchwirtschaftl. Forsch. 13. 70—74. 22/4. 1932. Kiel, Pr. Vers.- u. Forschungsanst. f. Milchwirtschaft.) GROSZFELD.

—, *Gefahren zu häufiger Erneuerung des Säureweckers.* Aus 6jährigen Verss. bei 800—1400 Molkereien ergab sich, daß sorgfältige Behandlung der ortsfesten Säure („Eigensäure“) der Molkerei zu allerfeinsten sich gleichbleibender Butterqualität führte. (Milchwirtschaftl. Ztbl. 61. 106—10. April 1932.) GROSZFELD.

**J. Hökl**, *Das Bild talgiger und ranziger Butter im filtrierte ultravioletten Lichte.* Talgige Butter erscheint im ultravioletten Licht grauweißlich, violettstichig ähnlich wie Kunstfett, ranzige Butter dagegen gelblich wie n. Butter. (Ztschr. Unters. Lebensmittel 63. 444—46. April 1932. Brünn, Tierärztl. Hochsch.) GROSZFELD.

**G. Koestler**, *Über physiko-chemische Veränderungen im reifenden Emmentalerkäse.* Die Umsetzungen im Käse nach der Herst. führen zu starkem Rückgang der Elastizität u. Übergang der weißen in die durchscheinend gelbliche Färbung. Die Bldg. der primären Rinde erfolgt durch Eintrocknen der Oberfläche, darunter entsteht durch das Salzen die besonders harte u. wasserarme sekundäre Rinde. Die Salzverteilung ist anfangs durch Stauung in gewisser Tiefe ungleichmäßig, dann wandert das Salz aus der Rinde in das Innere. Der Fettgeh. bezogen auf Trockenmasse, wurde meist sehr gut ausgeglichen befunden. Auch die [H<sup>+</sup>] war durch die ganze M. in 3,5 Monaten fast gleichmäßig, in 9,5 Monaten stieg pH von 5,13—5,75. Der Weichheitsgrad (Nachgiebigkeit gegen Druck) des Käses nimmt zur Zeit der einsetzenden Lochbldg. deutlich zu, dann deutlich wieder ab. Die Zugfestigkeit (Dehnungsgrenze) der Käsemasse ist anfangs sehr groß, bleibt dann längere Zeit gleich u. nimmt später plötzlich u. stark ab. (Landwirtschl. Jahrbch. Schweiz 46. 51—58. 1932. Liebfeld-Bern.) GROSZFELD.

**G. Koestler**, *Physikalisch-chemische Betrachtungen über Käse.* (Vgl. vorst. Ref.) Als physikal. Unters.-Verf. werden vorgeschlagen: Feststellung der Dauer der Durchbohrung bzw. des Widerstandes dagegen, Best. der Druck- u. Zugelastizität, Best. der Zerreißfestigkeit. (Lait 12. 289—300. 413—31. Mai 1932.) GROSZFELD.

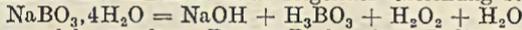
**Hans Diller**, *Über Mayonnaisekäse.* Das untersuchte Prod. war ein Margarinekäse. (Dtsch. Nahrungsmittel-Rdsch. 1932. 67—68. 7/5. Bautzen.) GROSZFELD.

**Giovanni Issoglio**, *Neuer Apparat zur Bestimmung der Plastizität von Mehl.* Die Einrichtung des App. ergibt sich zwanglos aus der Figur des Originals. Die Best. der Plastizität bzw. des Quellungsvermögens von Mehl gelingt in kürzester Zeit. (Industria chimica 7. 421—27. April 1932. Turin.) GRIMME.

**W. Kranz**, *Vereinfachte Schnellaschegehaltsbestimmung nach der Magnesiumacetatmethode.* Durch Verwendung einer alkoh. Lsg. von Magnesiumacetat nach SPALDING (C. 1930. I. 2816) kann je nach Helligkeitsgrad des Mehles bei einer Veraschungtemp. von 800° die Dauer der Best. auf 15—110 Minuten abgekürzt werden. (Mühle 69. Nr. 21. Mühlenlaboratorium 33—34. 26/5. 1932. Braunschweig.) HAEVECKER.

**Holger Joergensen**, *Über die Trennung der diastatischen Kraft und der eigentlichen Backfähigkeit bei der Ausführung von Backversuchen.* Inhaltsgleich mit C. 1931. II. 3412. (Mühle 69. Nr. 21. Mühlenlaboratorium. 34—38. 26/5. 1932. Kopenhagen, A. G. Dansk Gaerings-Industrie.) HAEVECKER.

**Ludwig Pap**, *Der Nachweis von pulverförmigen Backhilfsmitteln*. Beim Übergießen der nassen PEKAR-Probe mit 3<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. alkoh. Benzidinlsg. erscheinen bei Ggw. von Persulfat sogleich blaue Punkte, während Perborat später grünliche, in Braun übergehende Punkte zeigt. Bei Ggw. beider Substanzen taucht man die trockene Probe in 1<sup>0</sup>/<sub>10</sub> Pb(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>-Lsg. von 70°. Dann läßt man 5 Min. zur Zers. des Perborats ruhen u. taucht wiederum ein. Das gebildete Pb<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> ist dann mit Benzidin nachweisbar. Die Zers. des Perborats geht schon in der nassen PEKAR-Probe vor sich mit steigendem Katalysegeh., d. h. Ausmahlungsgrad des Mehles. Zum Nachweis der Alkaliborate u. Perborate erwärmt man das behandelte Mehl auf 100°, wobei Perborat in seinem Krystallwasser schm. u. die Alkalität nach folgender Gleichung steigt:



Gießt man auf eine solche trockene PEKAR-Probe einen Indicator (Phenolphthalein, Curcuma, Thymolblau), so reagieren die Punkte alkal. NaBO<sub>3</sub> gibt mit h. 1<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. Phenolphthaleinlsg. rote Punkte. Zur Verdünnung beigemengtes MgO kann die Rk. stören. Man bringt auf einige rote Punkte je einen Tropfen einer Lsg. von KJ, 1. Stärke u. Säure. Bei Ggw. von Borat werden die roten Punkte braunschwarz u. nehmen an Ausdehnung zu. KJO<sub>3</sub> wird im Mehl nachgewiesen durch Red. mit h. 0,2<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. NaHSO<sub>3</sub>-Lsg. u. Auftropfen von 1<sup>0</sup>/<sub>10</sub>ig. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, wobei Jod abgeschieden wird. Bromat wird in Ggw. von Persulfat u. Perborat nachgewiesen, indem man letztere durch Erwärmen im feuchten Zustand zers. u. mit angesäuertes KJ-Lsg. übergießt. Sichere Nachweise von Benzoylsuperoxyd existieren nicht, da die Substanz nur 24 Stdn. im Mehl unzersetzt vorliegt. (Mühle 69. Nr. 17. Mühlenlaboratorium 25—27. 28/4. 1932. Budapest, Techn. Hochsch.)

HAEVECKER.

**C. I. Kruisheer**, *Der Nachweis von künstlichem Invertzucker in Honig und Honigbackwaren mittels der Lävulosinmethode*. Inhaltlich ident. mit der C. 1932. I. 2398 referierten Arbeit. (Ztschr. Unters. Lebensmittel 63. 413—24. April 1932. Alkmaar, Holland, Nahrungsmittelamt.)

GROSZFELD.

**von Morgenstern**, *Die Bestimmung des Zuckers mit Fehlingscher Lösung*. Beschreibung der gewichtsanalyt. Zuckerbest. in zuckerhaltigen Nahrungsmitteln, Wägung als Cu<sub>2</sub>O, Tabelle zur Ablesung des Zuckergeh. (Braunschweig. Konservenztg. 1932. Nr. 21. 9—10. 25/5.)

GROSZFELD.

**A. Gronover und F. Türck**, *Beitrag zur Kryoskopie der Milch*. Krit. Bemerkungen zu BECKEL (vgl. C. 1931. II. 2946). Die Kennzahl BCIZ. ist für die sichere Beurteilung dem CaCl<sub>2</sub>-Serum überlegen, kann aber nicht die Gefrierpunktsbest. ersetzen, die zudem schneller ausführbar ist. (Ztschr. Unters. Lebensmittel 63. 403—07. April 1932. Karlsruhe, Techn. Hochsch.)

GROSZFELD.

**J. C. Marquardt und H. L. Durham**, *Probenahme von Milch für die Fettbestimmung in Molkeleien*. Eine gute Probe erhält man durch Umkippen (dumping) der Milch u. sofortige Probenahme; ein Rühren vor u. nach dem Umkippen ist zwecklos. In den Kannen kann eine brauchbare Probe nur nach gründlichem Umrühren erhalten werden; an der Seite der Kanne (milk weigh can) anhaftender Rahm beeinflußt die Zus. der Probe nicht wesentlich. (Bull. New York State agricult. Exper. Stat. 1932. Bull. 605. 10 Seiten. Febr.)

GROSZFELD.

**M. Jordanoff**, *Die Differenzierung der verschiedenen Butterarten auf biologischem Wege*. Während zur Unterscheidung von Kuh-, Büffel-, Schaf-, Ziegenmilch bzw. -butter die einfache Präzipitink., der Anaphylaxievers. u. die Komplementbindungsrk. versagten, wurden nach dem Absättigungsverf. spezif. Lactoseren (genannt „Laktotest“) von jahrelanger Haltbarkeit erhalten. Bei der Ausführung der Unters. empfiehlt sich mkr. Ablesung der Rk. Einzelheiten der Unters.-Technik u. Abbildungen im Original. (Ztschr. Fleisch-, Milchhyg. 42. 300—05. 1/5. 1932. Sofia, Vet.-Med. Fak.) GD.

**Otakar Laxa**, *Betrachtungen über die Prüfung der Kennzahlen von einer großen Anzahl Butterproben*. Konstruktion von Häufigkeitskurven für W.-Geh., Brechungszahl, RMZ., der Korrelation zwischen den Hauptkennzahlen, Einflüsse der Jahreszeit darauf u. auf die Differenz von JUCKENACK u. PASTERNAK. (Lait 12. 369—89. Mai 1932.)

GROSZFELD.

„A. Föld“ *Mezőgazdasági Ipari és Kereskedelmi Részvénytársaság*, Budapest, *Aufarbeiten von Getreide oder Mehl*. Das Getreide oder Mehl wird langsam geröstet, unter vorangehender Entfernung des W. unter 100°; hierauf wird die Temp. soweit gesteigert, daß nur teilweise Dextrin gebildet wird, ohne daß wesentliche Struktur-

änderungen des Gutes stattfinden. Das Prod. eignet sich als Nahrungsmittel für Kranke. (Poln. P. 13 251 vom 25/7. 1930, ausg. 25/4. 1931. Ung. Prior. 26/11. 1929.) SCHÖNF.

**Pennsylvania Salt Mfg. Co.**, übert. von: **John P. Joannu**, Philadelphia, V. St. A., *Verbesserung der Backfähigkeit und Farbe von Mehlen u. dgl.* Man versetzt das Mehl u. dgl. mit einer Mischung aus oxydierenden u. nichtoxydierenden Salzen. Die Mischung besteht z. B. aus 20 Tln.  $NH_4Cl$ , 30 Tln.  $(NH_4)_2SO_4$ , 30 Tln. *Ammoniumpersulfat* u. 20 Tln. *Ammoniumphosphat*. (A. P. 1 858 093 vom 16/4. 1930, ausg. 10/5. 1932.) SCHÜTZ.

**Otto Gregory und Felix Müller**, Deutschland, *Herstellung von Backware unter Verwendung von in Abwesenheit von Zucker mit ultraviolettem Licht bestrahlter Hefe oder bestrahltem Sauerteig*, wodurch die Aktivität derselben gesteigert wird. (F. P. 722 604 vom 20/8. 1931, ausg. 22/3. 1932.) M. F. MÜLLER.

**William Ferdinand Petersen**, Chicago, Ill., *Behandlung von Teig für die Brotbereitung*. Zwecks Beschleunigung der Gärung wird das Gemisch aus Mehl, W., Hefe etc. in einen luftdicht verschlossenen Behälter unter erhöhtem Druck vergoren, der evtl. durch die Gärungsgase selbst erzeugt wird. (E. P. 368 396 vom 10/11. 1930, ausg. 31/3. 1932.) M. F. MÜLLER.

**Melchior Pfyl**, Altdorf, Schweiz, *Verfahren zur Herstellung von Brotteig ohne Verwendung eines Vorteiges und Vorrichtung zur Ausführung des Verfahrens*. Das Verf. ist dad. gek., daß ein Teig aus Mehl, W., Salz u. Hefe bereitet wird u. der so erhaltene Teig in einen Carbonisierkessel gebracht wird, in welchem der Teig bei einer Temp. von über 15° unter  $CO_2$ -Druck gehalten wird. (Schwz. P. 151 292 vom 29/5. 1931, ausg. 1/3. 1932.) M. F. MÜLLER.

**T. Róna**, Budapest, *Konservieren von geschälten Kartoffeln*. Als Konservierungsfll. verwendet man verd. Säuren (Wein-, Citronensäure) von höchstens 1% Säuregeh. Die Temp. soll 30° nicht überschreiten. Angezeigt ist es, zur Herst. der Konservierungsfll. dest. oder entkeimtes W. zu verwenden. (Ung. P. 103 496 vom 16/12. 1930, ausg. 2/11. 1931.) G. KÖNIG.

**Pierre Gabriel Janot**, Villefranche-sur-Saône, Frankreich, *Konservieren von Früchten u. dgl.*, dad. gek., daß den Früchten eine Mischung, bestehend aus *Diastasen* oder *Pektasen* (etwa 5%) dem alkohol- u. fruchtätherhaltigen Destillationsprod. von unvergorenem Fruchtsaft (etwa 75%), das ebenso wie die Pektasen aus den gleichen Früchten wie die zu konservierenden erhalten wurde, sowie aus verd.  $H_2O_2$ -Lsg. (etwa 20%) eingespritzt wird, worauf sie in luftleer gemachten Büchsen aufbewahrt werden. (D. R. P. 551 479 Kl. 53 c vom 13/9. 1930, ausg. 1/6. 1932. F. Prior. 24/9. 1929.) SCHÜ.

**General Foods Corp.**, übert. von: **Robert Douglas**, New York, *Gewinnung von Pektin*. Man entfernt aus Früchten, z. B. Äpfeln, den Fruchtzucker u. behandelt die Pulpe mit einem Pektinlösungsmittel, entfernt dann zunächst die Stärke durch Löslichmachen mit Diastase, konzentriert die stärkefreie Lsg. u. setzt unter Umrühren konz. A. zu, um das Pektin auszufällen, worauf der pektinhaltige Nd. getrocknet wird. (A. P. 1 858 820 vom 25/8. 1925, ausg. 17/5. 1932.) SCHÜTZ.

**California Fruit Growers Exchange**, Kalifornien, *Herstellung von Pektinpräparaten*. Man versetzt organ. Lösungsm., z. B. *Acetondicarbonsäure*, die durch Erwärmen oder Zusatz von W. ein Gas, z. B.  $CO_2$  unter Zurücklassung eines wasserl. Rückstandes entwickeln, mit fein verteiltem Pektin, wodurch man das Pektin in Solform erhält. (E. P. 369 518 vom 1/9. 1931, ausg. 14/4. 1932. A. Prior. 8/9. 1930.) SCHÜTZ.

**Max Winckel**, Chemischer Leitfaden für die Untersuchungen im Nahrungsmittel- und küchenchemischen Laboratorium. Neu hrsg. von d. „Schule d. Ernährung“. Gotha: Schmidt & Thelow 1932. (87 S.) O<sub>4</sub>. b M. 1.50.

[russ.] **S. P. Schalanzew**, *Elementararbeiten über die Chemie der Nahrungsmittel*. Leningrad: Gosschimtechisdat 1932. (114 S.) Rbl. 1.25.

## XVII. Fette; Wachse; Seifen; Waschmittel.

**Mitsumara Tsujimoto**, *Über ein Haifischleberöl mit niedriger Jodzahl*. Die Einteilung von Knorpelfischölen (Elasmobranchii) nach LOVERN (C. 1931. II. 153) ist richtig, aber die Vff. vernachlässigten bei Ölen der Mittelgruppe, wie z. B. *Haifischöl*, die wichtige Tatsache, daß diese Öle wesentliche Mengen charakterist. Wachsalkohole enthalten. Das Öl von einer *Mejiro-zame*-Art, dessen allgemeine Eigg. früher (Report of the Tokio Imp. Industrial Laboratory 16 [1921]. Nr. 10) beschrieben wurden, war

durch äußerst niedrige JZ. gekennzeichnet. Die Leber enthält 59,7% eines weißen festen Fettes.  $D_{20}^{20}$  0,9059,  $n_D^{20} = 1,4680$ , SZ. 1,5, VZ. 197,7, JZ. (WIJS) 56,5, Unverseifbares 1,53%, F. der Fettsäuren 45%; Ä.-unl. Bromide der Fettsäuren 0,87%. Rk. mit  $H_2SO_4$  rötlichviolett. Die festen Fettsäuren (51,9%, F. 54—55°, F. nach Umkrystallisieren aus A. 60,5—61°) bestehen vorwiegend aus *Palmitinsäure*; die fl. Säuren hauptsächlich aus *Öl-* u. *Hypogäasäure*.  $C_{20}$ -Säuren sind, wenn überhaupt, nur in geringer Menge vorhanden. Charakterist. ist die große Menge  $C_{15}$ -Säuren. (Chem. Umschau Fette, Öle, Wachse, Harze 39. 50—52. 21/3. 1932.) SCHÖNFELD.

**L. van Itallie, W. J. van Eerde und A. Harmsma**, *Über das Fett von Varanus Salvador Leur*. Das Fett der im ostind. Archipel heim. Eidechse hatte (2 Proben) den F. 33—34, E. 20—20,5%, opt.-inakt.,  $n_D^{40} = 1,4600$  (1,4607),  $D_{15}^{40}$  0,9019 (0,9029), SZ. 1,11 (1,17), VZ. 198,2—199,2, JZ. 70,3—71,0 (77,5—79,3), Hehnerzahl 94,5—95,1 (F. unl. Fettsäuren 35—37,8°, E. der unl. Säuren 32,5—34°), RMZ. 1,4, Polenskezahl 0,75, Elaidinprobe +, Hexabromidzahl 0, Unverseifbares (nach HOLDE) unter 1%. Durch Erwärmen mit  $SnCl_2 \cdot HCl$  auf 80° wird die saure Lsg. gelb, das Öl rot, dann violettrot. Vermischen von 2 Tropfen Öl mit 10 Tropfen rauchender  $HNO_3$  ergibt tiefrote Färbung. Bei der LIEBERMANN-VOGT-Probe (mit Chlf., Acetanhydrid u.  $H_2SO_4$ ) wird das Gemisch violett, violett gelb, grün. TORTELLI-JAFFESCHE Rk.: Schwachgrün. Bei der Rk. nach DE KADT (Pharmac. Weekbl. 57 [1920]. 756) gelbbraune Färbung. Die flüchtigen Fettsäuren enthalten  $HCO_2H$ ,  $CH_2CO_2H$  u. *Caprylsäure*. Die nicht flüchtigen bestehen aus *Ölsäure*, *Palmitinsäure* u. *Stearinsäure* u. geringen Mengen einer höher ungesätt. Fettsäure. (Pharmac. Weekbl. 69. 271—76. 19/3. 1932. Leiden.) SCHÖNFELD.

**K. Braunsdorf**, *Über das Verhalten von Schweineschmalz im ultravioletten Lichte*. An selbst ausgelassenen u. einwandfreien deutschen Handelschmalzen wurde verschiedenartigste Fluorescenz, auch weißliche u. bläuliche, wenn auch (mit Ausnahme einer Probe Darmfett) nicht so starke wie bei manchen Auslandsschmalzen, beobachtet. Bei einigen Proben zeigte einfaches Filtrieren Einfluß auf das Verh. (Ztschr. Unters. Lebensmittel 63. 407—13. April 1932. Magdeburg, Unters.-Anst. d. Stadt.) GD.

**H. Thaler**, *Zum analytischen Nachweis der „Seifigkeit“ der Margarine*. Empfehlung der Unters. nach TÄUFEL u. Vf. (vgl. K. 1932. I. 3126) zur Erkennung beginnender Ketonranzigkeit. (Dtsch. Nahrungsmittel-Rdsch. 1932. 77—78. 21/5. München, Deutsche Forschungsanst. für Lebensmittelchemie.) GROSZFELD.

**Hermann Bollmann und Bruno Albert Rewald**, Hamburg, *Verfahren zur Herstellung von Ölemulsionen*. Als Emulgierungsmittel wird Lecithin, z. B. aus Sojabohnen, in Mischung mit einem Lösungsm., wie Benzylalkohol u. Glykole, verwendet. (E. P. 369 990 vom 18/12. 1930, ausg. 28/4. 1932. D. Prior. 24/5. 1930.) RICHTER.

**Michael Melamid**, Berlin-Zehlendorf, *Durchführung chemischer Reaktionen*. Man läßt von *Kieselgur* (I) oder anderen Adsorptionsmitteln (*Fullererde*) adsorbierte Stoffe, wie  $H_2SO_4$  oder  $HNO_3$ , auf die zur Rk. zu bringenden Stoffe einwirken. — Z. B. erhitzt man Bzl. mit I, welches mit  $HNO_3$  getränkt ist, einige Stunden am W.-Bad. — Man mischt I mit konz.  $H_2SO_4$  u. verrührt die M. mit *Ricinusöl*. Ebenso läßt sich *Mineralöl*, *Spindelöl*, *Mineralölrückstand* sulfonieren. — In gleicher Weise kann man organ. Stoffe chlorieren, nitrosieren, ferner mit einem Gemisch aus I u.  $H_2SO_4$  Öle, wie *Raps-*, *Fischöl* reinigen. (A. P. 1 847 778 vom 2/4. 1925, ausg. 1/3. 1932. D. Prior. 5/4. 1924.) ALTP.

**Grigori Petrow**, Moskau, *Verfahren zur Herstellung von gereinigten Sulfonsäuren aus Gemischen der rohen Naphthasulfonsäuren oder deren Salzen und rohen aromatischen Sulfofettsäuren*, dad. gek., daß die Gemische der rohen u. unreinen Naphthasulfonsäuren oder deren Salze u. ungereinigter arom. Sulfofettsäuren mit W. oder Alkalisalzlsgg. ausgewaschen werden, aus der abgetrennten Schicht der Sulfonsäuren durch Zusatz von Methyl- oder Äthylalkohol oder Acton das beigemischte Mineralöl abgetrennt wird u. nach dem Verdünnen des Sulfonsäuregemisches mit W. die Sulfonsäuren durch Ausschütteln mit einem in W. unl. Lösungsm. von den Verunreinigungen befreit werden. Dazu 2 Beispiele. Die Prodd. besitzen hohe emulgierende, fettsäurespaltende u. Wascheigg. (D. R. P. 546 914 Kl. 12o vom 19/5. 1925, ausg. 21/3. 1932.) M. F. MÜ.

**E. I. du Pont de Nemours and Co.**, Wilmington, *Verfahren zur Herstellung einer organischen Seife*, dad. gek., daß man *Sulforicinolsäure* mit *Triäthanolamin* zusammenbringt. Das erhaltene Prod. bildet ein Öl von hoher Viscosität, das, je nach der Reinheit der verwendeten Ausgangsstoffe, strohgelbe bis bräunliche Farbe aufweist. Es



nach der Alkali- oder Bisulfitmethode ohne weiteres aufschließen zu einer leicht bleichbaren, etwas weniger festen, für Zeitungs- u. Packpapier aber gut verwendbaren Cellulose. Angaben über Technik u. Kosten der Gewinnung von sogenanntem französis. Terpentinöl, Holzterpentinöl, *Essigsäure*, *Ligninpulver*, Brennmaterial u. hartem, klarem Harz als Nebenprodd. bei der Natron-, Sulfat- u. Sulfitcelluloseherst. (Papierfabrikant 30. Verein d. Zellstoff- u. Papierchemiker u. -Ingenieure. 241—46. 255—57. 1932.) KRÜGER.

**Torsten Samson**, *Gesichtspunkte für die Sulfitlaugenzirkulation*. Wird bei der Sulfitkochung nicht für gleichmäßige Laugenzirkulation gesorgt, so treten im Kocher nicht nur erhebliche Temp.-Unterschiede, sondern auch Schwankungen in der Säurekonz. ein u. man bekommt statt eines einheitlichen Stoffes ein Gemenge verschiedener gekochter Stoffe, die sich daher auch ungleichmäßig bleichen lassen. Vf. empfiehlt die Laugenzirkulation nach Patent SCHAUFFELBERGER, wobei die Zirkulationsvorrichtungen aus korrosionsfestem Material, am besten aus KRUPPSchem V 4 A-Stahl bestehen müssen. Vf. beschreibt dann eine Anlage nach dem System der AKTIEBOLAGET NORDISKA ARMATURFABRIKERN; bei Anwendung dieser Apparatur erhielt man einen sehr gleichmäßig bleichbaren Sulfitstoff in rund 10% höherer Ausbeute als bei der Arbeit mit einfachen Heizschlangen. (Papierfabrikant 30. Verein d. Zellstoff- u. Papierchemiker u. -Ingenieure. 325—29. 341—44. 29/5. 1932.) FRIEDEMANN.

**Harry Alfthan**, *Untersuchungen in der Praxis über die Rotfärbung von Sulfitzellstoff*. Unter Beibehaltung der Stoffqualität kann der Neigung des Stoffes zur Rotfärbung nicht durch Veränderung in der Zus. der Kochsäure entgegengewirkt werden; Höchsttemp. u. verschiedene Kochdauer sind ohne Einfluß. Die Rotfärbung beruht wahrscheinlich nicht auf schlechtem Auswaschen u. ist nicht durch Fe, Cu oder andere Metalle verursacht. Zwischen der Farbe der Ablauge im Augenblick des Ausblasens des Kochers u. der Rotfärbung des Stoffes besteht kein Zusammenhang. Verwendung frischen oder trockenen, geflößten oder ungeflößten Holzes ist ohne Einfluß. Die Rotfärbung steigt mit der BERGMAN-Zahl u. ist nur durch Kochen eines weicheren Stoffes zurückzuhalten. (Papierfabrikant 30. Verein d. Zellstoff- u. Papierchemiker u. -Ingenieure. 282—83. 24/4. 1932. Mänttä.) KRÜGER.

**Herbert Rauchberg**, *Die Wärmetönungen des Chloraufschlusses und der Chlorbleiche*. (Vgl. C. 1932. I. 2656.) Bei der Cl<sub>2</sub>-Gasbleiche von Zellstoff hängt die HCl-Bldg. von der Höhe der Chlorierung (Cl<sub>2</sub>-Menge auf Stoff bezogen) ab. Unters. der Einw. von Cl<sub>2</sub> 1. als Chlorwasser, 2. als Gas in die wss. Stoffemulsion eingeleitet u. 3. als Gas zum feuchten Material eingeleitet bei Fichtenholzmehl u. Sulfitzellstoff ergibt bei reichlicher Chlorierung für 1 g reagierendes Cl eine durchschnittliche Wärmetönung von 470 Calorien beim Zellstoff u. von 500 Calorien beim Holz; bei niedriger Chlorierung werden jedoch, nach der HCl-Bldg. berechnet, beträchtlich höhere Werte (bis 900 Calorien) gefunden. Prakt. gleiche Wärmetönungen bei Cl<sub>2</sub>-Gas- u. Chlorwasserbleiche. Bei der Chlorkalkbleiche beträgt die Wärmetönung auf 1 g Cl ca. 1100 Calorien. Theoret. Betrachtungen u. Folgerungen bzgl. der bei den techn. Prozessen möglichen Temp.-Erhöhungen. (Papierfabrikant 30. Verein d. Zellstoff- u. Papierchemiker u. -Ingenieure. 210—18. 27/3. 1932. Reichenberg, Dtsch. Staatsgewerbeschule.) KRÜ.

**B. Rasso** und **A. Reckeler**, *Über Acetylierung und Nitrierung von Bambuszellstoff*. Aus ind. u. japan. Bambus durch Aufschluß mit Glykol-HCl gewonnene Zellstoffe, Holz- u. Strohzellstoffe werden acetyliert (Katalysator ZnCl<sub>2</sub>) u. nitriert, u. die Ester auf Viscosität, Filmgüte u. Pentosangeh. untersucht. Die Viscosität der Celluloseacetate fällt mit steigendem Pentosangeh. des Zellstoffs; die Filme waren sämtlich recht elast. u. beim Falten gut haltbar, die Filme aus Bambus u. Stroh nahmen jedoch trotz vorheriger Bleiche der Zellstoffe eine gelbliche Färbung an. Der Pentosangeh. der Zellstoffe nimmt bei der Nitrierung ab u. zwar um so stärker, je größer der Wassergeh. der Nitrirsäure ist; mit steigendem Pentosangeh. der Nitrocellulosen sinkt deren Viscosität. Die Filme waren bei geeigneten Lösungsmm. fest u. elast., besaßen aber eine gelbliche Färbung, deren Intensität mit steigendem Pentosangeh. zunahm. (Nitrocellulose 3. 17—19. 41—45. 60—64. Febr. 1932. Leipzig, Univ.) KRÜ.

**A. Herzog**, *Lichtbrechung und Papierprüfung*. Verh. von Fasern im Mk. u. Polarisationsmikroskop. Anwendung auf die Papierprüfung, insbesondere auf die Feststellung von Lage, Form u. Größe der mineral. Ein- u. Auflagerungen bei stark beschwerten oder gestrichenen Papieren. Zahlreiche Mikrophotographien. (Papierfabrikant 30. Verein der Zellstoff- u. Papierchemiker u. -Ingenieure. 277—82. 24/4. 1932. Dresden.) KRÜGER.

**G. K. Bergman**, *Studien über Methoden zur Bestimmung des Aufschlußgrades und der Festigkeit von Zellstoff*. Vergleichende Prüfung der Methoden zur Best. des Aufschlußgrades nach ENSO, BJÖRKMAN, TINGLE u. BERGMAN ergeben, daß diese bzgl. der Übereinstimmung zwischen Parallelbestst. prakt. gleichwertig sind, bzgl. der Fähigkeit, den Aufschlußgrad abzustufen, steht dagegen die BERGMAN-Methode an 1. Stelle, gefolgt von der TINGLE-Methode, während die ENSO-Methode u. anscheinend auch die BJÖRKMAN-Methode bei höherem Cl-Verbrauch ihr Abstufungsvermögen vollständig bzw. weitgehend verlieren. — Vf. vergleicht in Finnland, England u. Amerika eingeführte App. u. Methoden zur Festigkeitsbest. u. beschreibt auf Grund der erhaltenen Resultate eine als am besten u. einfachsten betrachtete Methode, bzgl. deren Einzelheiten auf das Original verwiesen werden muß. Zur Charakterisierung des Mahlwiderstandes oder der Mahlhärte eines Stoffes wird als Konstante die unter gegebenen Bedingungen zur Erreichung von 50° S. R. erforderliche Zeit in Stunden eingeführt; bei diesem Mahlgrad zeigt die Kurve im allgemeinen einen Wendepunkt. Für entsprechende Punkte auf den Festigkeitskurven ist das Prod. aus Reißlänge u. Einreißfläche bzw. Berstfläche u. Einreißfläche für denselben Stoff unter gegebenen Vers.-Bedingungen ungefähr konstant. Das Festigkeitsprod. steigt im 1. Stadium der Mahlkurven an, bleibt dann einige Zeit ziemlich stationär u. fällt schließlich, wenn die Stofffestigkeit zu leiden beginnt. Vf. setzt die Durchschnittszahlen der gefundenen Prodd. für die Punkte der Kurve, die die Festigkeitsseigg. des gemahlten Stoffes repräsentieren, als einen neuen Ausdruck für diese ein, das „Durchschnitts-Festigkeitsprod.“ („Stoffwert“). Vergleich des Durchschnittsfestigkeitsprod. mit dem maximalen Festigkeitsprod. ergibt ein Maß für die Gleichmäßigkeit der Festigkeitsseigg. im Verlauf der Mahlung. (Papierfabrikant 30. Verein der Zellstoff- u. Papierchemiker u. -Ingenieure. 121—26. 13/3. 1932. Helsingfors.)

KRÜGER.

**Hennig**, *Über die Ausfällung und Kolloidtitration der Lignosulfonsäuren mit Fuchsin*. Fuchsin gibt mit Lignosulfonsäuren swl. Ndd.; es fällt auch die mit  $\beta$ -Naphthylamin nicht abcheidbare  $\beta$ -Lignosulfonsäure. Die gegenseitige Ausfällung von Fuchsin u. Lignosulfonsäuren ist kolloidchem. Natur u. läßt sich dazu verwenden, um die Lignosulfonsäuren durch Kolloidtitration in relativem Maß zu bestimmen. Neutrale Elektrolyte verursachen erst in sehr großer Konz. eine wesentliche Änderung des Fuchsinverbrauches, Änderung der H<sup>+</sup>-Ionenkonz. ist besonders bei Ggw. von Sulfition von größerer Wrkg., der durch SO<sub>2</sub> verursachte Fehler hängt vom pH ab. Zur Ausschaltung der durch SO<sub>2</sub>- u. pH-Schwankungen verursachten Fehler wird die Sulfitlauge nach Zusatz von H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> mit  $\frac{1}{10}$ -n. NaOH u. Methylorange auf ein pH von ca. 3,5 eingestellt. Verfolgung einiger betriebsmäßiger Kochungen mit der Kolloidtitration ergibt Kochdiagramme von der nach HÄGLUNDS Theorie des Kochverlaufs zu erwartenden Form u. Widersprüche mit den Angaben von RASSOW u. KRAFT (C. 1929. II. 2394). Die Menge des Fuchsinnd. geht mit wachsendem Fuchsinzusatz durch ein Maximum u. hängt außerdem von der Konz. der Fuchsinlg., der H<sup>+</sup>-Ionenkonz., der Temp. u. anscheinend auch vom Alter der Sulfitlauge ab; eine gravimetr. Best. der Lignosulfonsäuren mittels Fuchsin ist daher nicht möglich. Es läßt sich ein dunkelroter, schwerer l. u. ein hellroter, leichter l. Fuchsinnd. unterscheiden. Die Zus. der Fällungen mit chem. reinem Krystallviolett bestätigt das Vorliegen verschiedenartiger Lignosulfonsäuren; auch der  $\beta$ -Naphthylaminnd. ist ein Gemenge. N- u. S-Geh. der Ndd. wachsen mit steigendem Zusatz von Fuchsin; die S-reicheren, den hellroten Nd. bedingenden Lignosulfonsäuren haben kleinere Mol- oder Mizellgröße als die leicht fällbaren, S-armen. Vielleicht findet beim Sulfitzellstoffkochprozeß ein „synthetisierender Abbau“ des hochpolymeren Lignins durch Sulfonierung u. Hydrolyse statt, der zu verschiedenen großen u. verschieden stark sulfonierten Depolymerisationsprodd. führt. (Papierfabrikant 30. Verein d. Zellstoff- u. Papierchemiker u. -Ingenieure. 179—88. 27/3. 1932.) KRÜ.

**K. G. Jonas und E. Borchers**, *Jodzählbestimmung von Zellstoffen*. Die Jodzähl nach BERGMANN u. MACHEMER ist bei ungebleichten Zellstoffen als Aufschlußgradmethode zu betrachten u. bei gebleichten Zellstoffen der Kupferzahl hinsichtlich Einfachheit u. Genauigkeit unterlegen. Best. von Jodzähl, Kupferzahl, Cl-Verbrauchszahl nach SIEBER-HUMM u. Ligningeh. verschiedener techn. Cellulosen ergibt, daß die Jodzähl ebenso wie die Cl-Verbrauchszahl mit dem Ligningeh. parallel geht, jedoch mit der Kupferzahl in keiner eindeutigen Beziehung steht. Die Jodzähl nach SCHMIDT-NIELSEN geht ebenfalls der Cl-Verbrauchszahl parallel, u. beide steigen entsprechend dem Ligningeh. Die Jodzählmethode in vereinfachter Ausführungsform ist als Aufschlußgradmethode für die Betriebskontrolle der Zellstoff- u. Papierfabriken bei un-

gebleichten Stoffen brauchbar; Vorteil vor der Chlorzahl: raschere u. zuverlässigere Einstellung des Titors als bei Chlorkalklsg.; Nachteil: hoher Preis des J. (Papierfabrikant 30. Verein d. Zellstoff- u. Papier-Chemiker u. -Ingenieure 301—03. 8/5. 1932. Darmstadt, Techn. Hochsch.) KRÜGER.

—, *Bestimmung von Methoxygruppen in Holz oder Zellstoff*. Beschreibung einer versuchsweisen offiziellen Standardmethode der TECHN. ASSOC. OF THE PULP AND PAPER INDUSTRY zur *Methoxybest.* in Holz oder Zellstoff nach ZEISEL; Abb. der Apparatur, Herst. der Lsgg., Ausführung. (Paper Trade Journ. 94. Nr. 18. 44. 5/5. 1932.) KRÜGER.

H. Tatu, *Analyse der gemischten Celluloseester*. Die gemischten Celluloseester, vor allem die *Acetonitrate*, sind durch geringe Brennbarkeit u. gute Löslichkeit ausgezeichnet. Vf. bespricht in der vorliegenden Arbeit die Analyse dieser Prodd. Qualitativ wird die HNO<sub>3</sub> leicht mit Diphenylamin erkannt, die Essigsäure durch Verseifung des Esters mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. Nachweis der Essigsäure als Äthyläther oder als Kakodyloxyd. Besser ist der mkr. Nachweis als Uranyl-Na-Acetat. Die HNO<sub>3</sub> wird quantitativ im Nitrometer durch Zers. der Celluloseverb. mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Reduzieren mit Hg u. Auffangen von NO bestimmt oder man reduziert, die Säure mit DEVARASCHEM Metall (50% Cu, 45% Al u. 5% Zn) zu NH<sub>3</sub>; alle Methoden geben gute Resultate. Die quantitative Best. der Essigsäure ist insofern schwierig, als bei der alkal. Verseifung des Esters die Abspaltung der Säure unvollkommen bleibt, während bei der sauren Verseifung es sehr schwer ist, alle Säure aus dem Rk.-Gefäß abzudestillieren. BILLING u. TINSLEY haben daher vorgeschlagen (C. 1931. I. 1855), das Nitracetat mit 80%ig. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> zu zersetzen, die HNO<sub>3</sub> im Nitrometer zu bestimmen u. dann die über dem Hg stehende Fl. zwecks Best. der Essigsäure zu destillieren. Vf. hat gefunden, daß es nötig ist, eine Korrektur für das aus Hg u. HNO<sub>3</sub> entstehende NO<sub>2</sub> vorzunehmen; unter diesen Umständen u. bei Beachtung der näher bezeichneten Vorsichtsmaßregeln sind die Resultate bis 1% genau. (Rev. univ. Soies et Soies artif. 7. 115—21. 251—55. März 1932.) FRIEDEMANN.

Christian M. E. Schroeder, Rutherford, New Jersey, *Wasserdichtmachen von Textilstoffen*. Man läßt sie Stoffe zunächst durch eine h. kolloidale Suspension eines Metallhydroxyds, z. B. Al(OH)<sub>3</sub>, hindurchgehen, preßt den Überschuß an Fl. ab, trocknet u. bringt sie hierauf in eine h., ammoniakhaltige Fettsäureemulsion, der Fettsäuresalze, wie Aluminiumpalmitat oder -stearat, zugesetzt sind. (A. P. 1 829 877 vom 23/5. 1929, ausg. 3/11. 1931.) BEIERSDORF.

Anode Rubber Comp. Ltd., Ile de Guernesey, *Mit Kautschuk imprägniertes Gewebe*. Man behandelt das Gewebe entweder mit einer Lsg. von Kautschuk in organ. Lösungsm. oder mit einer wss. Kautschukdispersion. Um die Maschen von dem sie anfüllenden Kautschuk zu befreien, wäscht man dann mit W. oder bläst einen Luftstrom hindurch. (F. P. 721 010 vom 3/8. 1931, ausg. 26/2. 1932. Ung. Prior. 4/11. 1930.) BEIERSDORF.

John P. Mjorud, Petersburg, Alaska, *Imprägniermasse*. Um Gewebe wasserdicht zu machen, soll man sie mit einer M. imprägnieren, die durch Erhitzen von 1 kg Kautschuk mit 6,8 Liter Leinöl erhalten wird. (A. P. 1 855 305 vom 18/1. 1929, ausg. 26/4. 1932.) BEIERSDORF.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Martin Luther, Mannheim, und Hans Beller, Ludwigshafen a. Rh.), *Ersatz für Olein in der Textilindustrie*. Beansprucht wird die Verwendung der aus den Oxydationsprodd. von Paraffin-KW-stoffen, Wachsen u. dgl. oder daraus abgetrennten Säuren oder deren Derivv. durch W.-Abspaltung erhältlichen ungesätt. Säuren an Stelle von Olein in der Textilindustrie. (D. R. P. 550 239 Kl. 8k vom 7/8. 1928, ausg. 11/5. 1932.) BEIERS.

Du Pont Rayon Comp., New York, übert. von: Gustave Lecomte, Roussillon, Frankreich, *Geschmeidigmachen von Textilfasern*. Man behandelt die Fasern oder Fäden, insbesondere solche aus Acetylcellulose, mit einem oxydierten, halbtrocknenden pflanzlichen Öl, wie Raps- oder Baumwollsamönl, das als solches oder in Lsg. oder Emulsion verwendet werden kann. Dem Behandlungsmittel kann auch noch ein anderes Öl oder Fett zugemischt werden. (A. P. 1 856 713 vom 27/4. 1928, ausg. 3/5. 1932. Fr. Prior. 24/12. 1927.) BEIERSDORF.

British Celanese Ltd., London, *Mattieren von Textilien*, insbesondere solchen, die ganz oder z. T. aus Cellulosederivv. bestehen. Man behandelt die Gewebe mit feuchtem Dampf, kochendem W. oder h. Fl., die Seife, Quellsalze, (Ba[CNS]<sub>2</sub>, BaCl<sub>2</sub>,

ZnCl<sub>2</sub>), Essigsäure u. Mattierungsstoffe, wie BaSO<sub>4</sub>, ZnS u. dgl. enthalten, oder die durch chem. Umsetzung auf ihnen niedergeschlagen werden. Das Verf. kann mit dem Färbeprozess vereinigt werden. (E. P. 345 509 vom 31/3. 1930, ausg. 16/4. 1931. A. Prior. 12/4. 1929. Zus. zu E. P. 343 698; C. 1931. II. 3059.) ENGEROFF.

**Celanese Corp. of America**, Delaware, übert. von: **William Whitehead**, Cumberland, Maryland, *Behandlung von Textilfasern*. Um Fasern oder Fäden für die weitere Verarbeitung geeignet zu machen, soll man sie mit einem hochsd. mehrwertigen Alkohol oder einem hochsd. Äther eines mehrwertigen Alkohols behandeln. Geeignet sind z. B. *Glycerin*, *Äthylenglykol*, *Diäthylenglykol*, *Propylenglykol*, der *Monoäthyläther des Äthylenglykols* oder *Diäthylenglykols*, ferner die entsprechenden *Diäthyläther*. Da die meisten dieser Stoffe hygroskop. sind, fügt man ihnen gleich etwas W. zu, damit sich später die Konz., Viscosität etc. des Bades nicht mehr ändert. (A. P. 1 852 891 vom 23/5. 1929, ausg. 5/4. 1932.) BEIERSDORF.

**British Celanese Ltd.**, London, **Sidney Arthur Welch** und **Robert Pierce Roberts**, Spondon, *Behandlung von Textilmaterialien*. Um Fäden, Garne u. dgl., besonders solche aus Celluloseacetat oder anderen organ. Celluloseestern, für die weitere Verarbeitung, wie Weben, Wirken usw. geeignet zu machen, behandelt man sie mit hygroskop. festen Stoffen, z. B. *Natrium- oder Kaliumacetat*, in einem alkoh. Medium, wie *Äthylenglykol*, *Diäthylenglykol*, *Propylenglykol* oder *Glycerin*. Man kann der Behandlungslsg. auch noch besondere Weichmachungsmittel, wie den Monomethyläther des Äthylenglykols, Diacetonalkohol, Triacetin o. dgl. u. ein Schmieröl (Mineral- oder fettes Öl) hinzufügen. (E. P. 365 566 u. 365 621 vom 15/10. 1930, ausg. 18/2. 1932.) BEIERSDORF.

**M. A. Iljinski, D. I. Kodner** und **S. A. Nasaretow**, U. S. S. R., *Verfahren zum Beizen von animalischen Fasern mit Chromsalzen*. Die in üblicher Weise mit angesäuerten Chromsalzlgg. bei etwa 45° gebeizten Fasern werden mit W. unter Zusatz eines Redmittels, z. B. einer leicht oxydierbaren organ. Säure, wie Oxal-, Wein- oder Ameisensäure, gedämpft. (Russ. P. 23 344 vom 14/1. 1928, ausg. 31/10. 1931.) RICHTER.

**W. Steins** und **R. Steins**, Belgien, *Entfetten von Wolle* mittels eines Lösungsmittelgemisches aus Bzl. u. CHCl<sub>3</sub> evtl. unter Zusatz von Teeröl. (Belg. P. 362 483 vom 23/7. 1929, Auszug veröff. 22/1. 1930.) M. F. MÜLLER.

**Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel**, Basel, *Verfahren zur Herstellung von Cellulosederivaten*, dad. gek., daß die Verb., die entstehen durch teilweises Umsetzen der Halogene in Haloiden der Sauerstoffphosphorsäuren mit Alkoholen oder Phenolen, in Ggw. von tertiären Basen auf Cellulose zur Einw. gebracht werden. — Beispiel: 10 Teile Baumwollgarn werden in einer Lsg. von 5 bis 10 Teilen *Triphenylmethoxyphosphorchlorid* (C. 1923. III. 36) in 200—300 Teilen trockenem Pyridin während 8—20 Stdn. auf dem sd. W.-Bade behandelt u. nachher gründlich gespült. Die Faser ist äußerlich in keiner Weise verändert, hat aber 10% an Gewicht zugenommen, wird von Direktfarbstoffen nicht mehr gefärbt u. hat Affinität zu bas. Farbstoffen. (D. R. P. 550 258 Kl. 12o vom 3/6. 1930, ausg. 10/5. 1932. Schwz. Prior. 31/5. 1930.) ENGEROFF.

**Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel**, Basel, Schweiz, *Verfahren zur Herstellung von Cellulosederivaten*, dad. gek., daß solche Acidylderiv. der Cellulose, welche im Acidylrest ein bewegliches aliphat.-aromat. gebundenes Halogenatom enthalten, mit tertiären Aminen behandelt werden. — Beispiele: 1 Teil chloracetyliertes, trockenes Baumwollgarn wird in die 10-fache Menge einer 10%ig. Pyridinlsg. in Toluol eingelegt u. das Gemisch während 6—8 Stdn. auf 60—70° erhitzt. Nach beendigter Einw. wird das Prod. sorgfältig abgepreßt, gewaschen u. getrocknet. Das so erhaltene weiße Garn hat vorzügliche Affinität zu sauren oder direkt ziehenden Baumwollfarbstoffen. — 1 Teil *Chloracetylacetylcellulose*, z. B. in Form von chloracetylierter Acetatseide, wird während 7 Stdn. in der 6—10-fachen Menge einer 10%ig. Lsg. von Pyridin in Toluol auf 50—60° erhitzt. Das hellgefärbte Prod. wird, wie unter Beispiel 1 beschrieben, weiter behandelt. Die neue *Kunstseide* ist ebenso mit sauren Woll- wie mit direkt ziehenden Baumwoll- oder unl. Acetatseidefarbstoffen färbbar. (D. R. P. 550 259 Kl. 12o vom 15/7. 1930, ausg. 11/5. 1932. Schwz. Prior. 24/5. 1930.) ENGEROFF.

**Deutsche Celluloid-Fabrik**, Eilenburg (Erfinder: **Adolf Weihe**, Eilenburg), *Verfahren zur Darstellung von Cellulosemischestern*, dad. gek., daß man auf Celluloseester mit freien Hydroxylgruppen fertig gebildete oder im Rk.-Gemisch sich bildende *Diacetyl-o-salpetersäure* u. ein wasserentziehendes Mittel einwirken läßt. — Beispiel: 100 g Diacetylcellulose werden in einem Gemisch von 400 g Diacetyl-o-salpetersäure u.

200 g Eg. bei + 5 bis + 10° gel. Dann wird ein gekühltes Gemisch von 50 g Essigsäureanhydrid u. 7,50 g Eg. unter Rühren langsam hinzugefügt u. dann noch 10 Min. unter Kühlung weiter gerührt. Der gebildete Mischester wird in W. gefällt u. säurefrei gewaschen. Er wird je nach den Fällungsbedingungen in körniger oder flockiger Form erhalten. Er löst sich in Aceton, Methyläthylketon, Diacetonalkohol, einer Mischung von Bzl., Alkohol u. Aceton u. in anderen Lösungsm. (D. R. P. 550 240 Kl. 12o vom 26/3. 1929, ausg. 11/5. 1932.)

ENGEROFF.

**Kodak Ltd.**, London, übert. von: **Charles Sterling Webber** und **Cyril Jerome Staud**, Rochester, V. St. A., *Herstellung von Cellulosemischestern* mit mehr als zwei verschiedenen Säureresten. Man behandelt den Celluloseester in einem Bade, das außer einem Lösungsm. (1,4-Dioxan, Dichloräthylen oder W.) ein oder zwei Säuren enthält, deren Dissoziationskonstante größer ist als die der den Celluloseester bildenden Säure, z. B. Äpfel-, Glykol-, Ketobutter-, Ketovalerian-, Lävulin-, Toluyl-, Benzoe-, Mandelsäure u. dgl. — 20 g acetonlösliches Celluloseacetat werden 17 $\frac{1}{2}$  Std. am Rückflußkühler mit einem Gemisch von je 25 ccm Weinsäure u. 85%ig. Milchsäure auf 100° erhitzt. Nach dem Auswaschen mit Ä. u. Aceton erhält man ein wasserlösliches Prod. vom F. 232—250°. (E. P. 360 058 vom 5/8. 1930, ausg. 26/11. 1931. A. Prior. 2/8. 1929.)

ENGEROFF.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges.**, Frankfurt a. M., *Gemischte Celluloseester der Fett- und Salpetersäure*. Die Bldg. der HNO<sub>3</sub> erfolgt ganz oder z. T. durch Zugabe von Nitraten u. einem Überschuß von H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> zum Veresterungsgemisch. Einem Monoacetat, hergestellt aus 400 g Cellulose, setzt man beispielsweise 17 g NaNO<sub>3</sub> u. ein Gemisch von 25,6 g H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> u. 50 g Eg. zu. (F. P. 39 276 vom 18/11. 1930, ausg. 12/10. 1931. D. Prior. 27/12. 1929. Zus. zu F. P. 681 143; C. 1930. II. 4324.)

ENGEROFF.

**Henry Dreyfus**, London, *Verfahren zur Herstellung von Kunstseide, Filmen, Bändern u. dgl. aus Celluloseacetat* nach dem Trockenspinverf., dad. gek., daß die Spinnlsg. 4,5—7% W. enthält u. die Spinntemp. sich jeweils nach dem W.-Geh. richtet, jedoch stets so niedrig bleibt (50—80°), daß eine Fällung des Celluloseacetats nicht erfolgt. Als Ausgangsmaterial verwendet man einen Celluloseester mit 1% Feuchtigkeitgeh. Die Kunstseide zeichnet sich besonders durch ihre W.-Festigkeit u. die Fähigkeit aus, während des weiteren Verarbeitungsprozesses ihren Glanz zu behalten. (Schwz. P. 143 347 vom 3/4. 1929, ausg. 16/1. 1931. E. Prior. 5/4. 1928.)

ENG.

**British Celanese Ltd.**, London, *Herstellung von Kunstseide, Filmen u. dgl. aus Cellulosederivv.* Man gibt der Spinnlsg. 2 $\frac{1}{2}$ —10% eines Nichtlösers oder Fällmittels, z. B. Stearin- oder Ölsäure, Wachse, Olein, Petroleum, Paraffin, Bzl., Toluol oder Xylol zu. Die Stoffe werden entweder vorher getrennt gel. oder mit der Spinnlsg. zusammen erwärmt, bis sie schmelzen. Die Fäden besitzen hervorragende Geschmeidigkeit u. können leicht entglänzt werden; sie eignen sich gut für die Verarbeitung auf der Rundstrickmaschine u. zur Herst. von Bürsten u. künstlichen Pelzen. (E. P. 348 625 vom 9/11. 1929, ausg. 11/6. 1931. A. Prior. 10/11. 1928.)

ENGEROFF.

**British Celanese Ltd.**, London, *Herstellung von Kunstseide*. Man verspinnt eine Celluloseesterlsg. mit einem Geh. von 5—20% eines Fettsäureesters, insbesondere Olivenöl oder Olein, Stearin u. dgl. nach dem Trocken- oder Naßspinnverf. (E. P. 359 910 vom 24/4. 1930, ausg. 26/11. 1931. A. Prior. 24/4. 1929. Zus. zu E. P. 348 625; vgl. vorst. Ref.)

ENGEROFF.

**British Celanese Ltd.**, London, *Verfahren zur Behandlung von Kunstseide*, insbesondere aus Celluloseacetat, dad. gek., daß man die Fäden beim Austreten aus dem Spinnschacht oder während des Umspulens über Filze laufen läßt, von denen der eine mit einem leicht auswaschbaren Farbstoff u. einem Öl (Oliven-, Türkischrotöl) oder mehrwertigen Alkohol (Glycerin, Äthylenglykol) getränkt ist, der andere mit einem Aviviermittel, wie z. B. Spindel-, Klauen-, Oliven- oder Ricinusöl. Die Färbung dient lediglich als Unterscheidungsmerkmal für Titer oder Drehung des Fadens. (E. P. 350 056 vom 14/3. 1930, ausg. 2/7. 1931. A. Prior. 14/3. 1929.)

ENGEROFF.

[russ.] **F. P. Komarow**, Leitfaden zu Laboratoriumsarbeiten über die Chemie der Cellulose und des Zellstoffs. Leningrad-Moskau: Forsttechn. Inst. 1932. (104 S.) Rbl. 0.75.

## XIX. Brennstoffe; Teerdestillation; Beleuchtung; Heizung.

**M. G. Levi**, **C. Padovani** und **A. Mariotti**, *Crack- und katalytische Hydrierversuche am Öl von Ragusa in einer kontinuierlich arbeitenden Apparatur*. (Vgl. C. 1931.

II. 355.) Vff. beschreiben eingehend eine Apparatur zur kontinuierlichen Crackung u. Druckhydrierung von Ölen, die gegenüber dem bisherigen intermittierenden Betrieb den Vorteil gleichmäßiger Temp.- u. Druckeinstellung u. fortdauernder Entfernung der gebildeten niedrig sd. Prodd. aufweist. Die liegende Hydrierbombe besteht aus Edelstahl u. ist mit einem Rührwerk versehen, ihr ist unmittelbar ein Dephlegmator angeschlossen; nach Kondensation der abziehenden Prodd. u. Entfernung des nicht kondensierten Restes mit akt. Kohle wird das Gas in einem Gasometer gesammelt. — Das verwendete Öl von Ragusa mit 49,42% unter 360° u. 47,38% über 360° sd. Anteilen enthält 2,91% S, D. 0,9671. — Die Crackverss. ohne Gasumlauf in N<sub>2</sub>-Atmosphäre werden bei Drucken von 10 u. 20 at u. 460 u. 470° ausgeführt. Ein Zusatz von Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> zeigt, bis auf stärkere Entschwefelung, keine nennenswerte Wrkg. Es werden bis zu 40% unter 230° sd. Öle (27% Bzn., Kp. < 180° mit ca. 30% arom. KW-stoffen) erhalten, die Koks- u. Gasbildg. ist relativ hoch. — Bei der Druckhydrierung (200 at, 455–480°) werden als Katalysatoren verwendet: Bauxit, ZnCl<sub>2</sub>, NH<sub>4</sub>-Molybdat, MoO<sub>3</sub>, Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. CoS. Bemerkenswert ist der hohe Geh. an arom. KW-stoffen bei Verwendung von Bauxit. Als sehr wirksam im Gegensatz zu Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub> erweisen sich Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> u. Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, letzteres auch im Dauervers., noch 2% Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Zusatz zeigen deutliche Wirksamkeit. Das beste mit Co<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bei 470° u. unter 200 at Druck erhaltene Ergebnis beträgt: Gesamtdestillat 55%, Bzn. (< 180° sd.) 40%, zu 30% aus arom. KW-stoffen bestehend, bis 230° sd. Anteile 65%. Durch weitere spaltende Hydrierung der schwereren Anteile kann die Bzn.-Ausbeute noch erhöht werden. (Annali Chim. appl. 22. 157–75. April 1932. Mailand, Techn. Hochsch., Inst. f. techn. Chemie.) R. K. MÜLLER.

Julius v. Braun, Ernst Anton und Werner Keller, *Über die Säuren aus Braunkohlenschweller*. I. Mit Hilfe von N<sub>3</sub>H (vgl. C. 1931. II. 3692) wurden die aus Braunkohlenschweller oberhess. u. mitteldeutscher Kohlen gewonnenen Teercarbonsäuren zu den entsprechenden Aminen abgebaut. In oberhess. Teer wurden die aliph. Säuren C<sub>7</sub>H<sub>15</sub>CO<sub>2</sub>H bis C<sub>15</sub>H<sub>31</sub>CO<sub>2</sub>H festgestellt, wovon die Palmitinsäure in reiner Form gewonnen wurde. Im mitteldeutschen Teersäurengemisch sind die Säuren C<sub>10</sub>H<sub>21</sub>CO<sub>2</sub>H bis C<sub>23</sub>H<sub>47</sub>CO<sub>2</sub>H enthalten, von denen die Säure C<sub>23</sub>H<sub>45</sub>O<sub>2</sub> u. das n-Hexadecylamin isoliert wurden. Das letztere muß mit N<sub>3</sub>H aus der Säure C<sub>16</sub>H<sub>33</sub>CO<sub>2</sub>H entstanden sein, so daß sich der Braunkohlenteer vielleicht als Quelle für die von den Fetten nicht gelieferten Säuren mit ungerader Kohlenstoffzahl erweisen wird. (LIEBIGS Ann. 495. 291–99. 30/5. 1932. Frankfurt a. M., Univ.) BENTHIN.

C. Padovani und E. de Bartholomaeis, *Gewinnung von Kohlenwasserstoffen aus phenolischen Teeren*. II. *Katalytische Druckhydrierung*. (I. vgl. C. 1931. I. 3632.) Leichter Tief-temp.-Teer aus Valdarnobraunkohle (35% über 300° sd., 49,23% Phenole) u. schwererer Braunkohlenteer von Liliano (52% Pechrückstand über 300°, 51,9% Phenole) sowie Bzn.-Extraktionsprodd. u. Phenolfractionen aus diesen Teeren u. die Ausgangskohlen selbst werden in Ggw. von MoO<sub>3</sub> u. CoS der Druckhydrierung in einer Drehbombe oder einem Schüttelautoklaven unterworfen. — Aus den prakt. vollständig oberhalb 190° sd., ganz oder wenigstens zur Hälfte in Sodalg. l. Ölen bzw. Fractionen werden in allen Fällen mehr als 50% u. meist ganz oder nahezu von Phenol freie Öle (ca. 30–40% unter 190° sd.) erhalten; die gewonnenen Benzine haben für sich oder in Mischung mit n. Bzn. eine ausgezeichnete Antiklopfwrkg. Die aus den Phenolen bzw. Phenolfractionen hergestellten leichten Öle bestehen vielfach ganz oder fast ganz aus arom. KW-stoffen. Aus den Teeren werden neben ca. 20–25% arom. bei gutem Rk.-Verlauf nur paraffin. u. naphthen. KW-stoffe gewonnen, wobei die paraffin. meist vor den naphthen. überwiegen. Es wird gezeigt, daß durch Regelung des Konz.-Verhältnisses von H<sub>2</sub> u. Öl sich der Rk.-Verlauf in dem Sinne verschieben läßt, daß bei höherem H<sub>2</sub>-Überschuß die Bldg. von Bzl. u. gasförmigen KW-stoffen begünstigt wird, während bei geringerem H<sub>2</sub>-Überschuß die Bldg. von fl. KW-stoffen u. von höheren Bzl.-Homologen zunimmt. — Auch aus den Kohlen selbst, die in Pulverform mit dem Katalysator gemischt hydriert werden, lassen sich ca. 30 (Valdarno) bzw. 17% (Liliano) an Ölen gewinnen, die etwa zur Hälfte unter 190° sieden, wobei die erhaltenen Benzine überwiegend aus arom. KW-stoffen bestehen. (Annali Chim. appl. 22. 221–58. April 1932. Mailand, Techn. Hochsch.) R. K. MÜLLER.

A. E. Dunstan, E. N. Hague und R. V. Wheeler, *Die Wärmebehandlung von Kohlenwasserstoffen mit besonderer Berücksichtigung der gasförmigen Kohlenwasserstoffe*. II. (I. vgl. C. 1931. II. 3699.) Beim Erhitzen auf 500° wird Äthylen vorwiegend zu Butylen polymerisiert, doch erschweren Neben- u. Folgerkk. die Kontrolle der Poly-

merisation. Verss. unter erhöhtem Druck (13,6—136 at) ermöglichten eine Herabsetzung der Rk.-Temp. auf 350—600°, ohne daß neben der Polymerisation eine Bldg. von gasförmigen gesätt. KW-stoffen eintritt. Fe u. Ni begünstigen die Abscheidung von C, die aber durch Auskleiden der Autoklaven mit Al, rostfreiem Stahl oder besser mit Cu oder einem Spezialstahl (Hadfield Era 131) fast gänzlich unterdrückt werden kann. Mit Cu beginnt oberhalb 45 at bei hohen Temp. eine lebhaftere Zers. des Äthylens so daß bei etwa 80 at nur bei 380—440° gearbeitet werden kann. Mit Era 131 wird bei 80 at u. 490° nur 1% C gebildet. Optimal werden 92% des Äthylens polymerisiert. Bis 86% des Prod. sieden unter 200° u. zeigen eine Klopffestigkeit von etwa 5% des Bzl. — Die Polymerisation von Propylen erfolgt der des Äthylens analog. (Journ. Soc. chem. Ind. 51. Transact. 131—33. 29/4. 1932.) J. SCHMIDT.

**H. I. Waterman, S. C. de Jong und A. J. Tulleners**, *Beitrag zur Kenntnis der Behandlung von estnischem Schieferöl*. Kukersit wurde in einer Fischerterorte bis 500° abgeschwelt u. die Dest. unter Atmosphärendruck fraktioniert. Aus 100 kg Kukersit wurden 32 kg wasserfreies Rohöl, 47 kg aschenhaltiger Kok u. 21 kg W., Gas u. Verlust erhalten. Die 32 kg Rohöl wurden in 5,1 kg Benzin bei 220° (mit 1,8% Phenol) in 7,7 kg Gasöl bei 300° (mit 10,4% Phenol) u. 18,4 kg Rückstand über 300° (mit 14,8% Phenol) auseinanderfraktioniert. Verlust 0,8 kg. Die 18,4 kg Rückstandsöl wurden unter Anwesenheit von kolloidalem Molybdänkatalysator im rotierenden Benzin-autoklav bei 110 kg/qcm Anfangsdruck während 60 Min. bei 460° hydriert. Es wurden dabei erhalten: 7,24 kg Benzin bei 220°, 5,41 kg Gasöl bei 300° u. 4,09 kg Rückstand über 300°. Gas 1,65 kg Wasserstoffaufnahme 0,6 kg. Die bei der ersten Dest. anfallenden Benzin- u. Gasölfractionen wurden einer katalyt. Hochdruckraffination mit geringer H<sub>2</sub>-Menge unterworfen u. die überreichenden, sich leicht verflüchtenden, stark ungesätt. Ausgangsstoffe mit hohem S-Geh. wurden dadurch in wasserhelle, stabile, schwefelarme Prodd. überführt. D.<sup>20</sup> u. n<sub>D</sub><sup>20</sup> wurden niedriger, der Anilinpunkt stieg, die Endsiedegrenzen wurden aber etwas nach oben verschoben. Die Hochdruckraffination wurde bei 355° während 1 Stde. bei einem Wasserstoffanfangedruck von 85 kg/qcm ausgeführt. Das so erhaltene Bzn. hatte einen S-Geh. < 0,1% u. 0,3% Phenol, das Gasöl eine Bromzahl von 2, einen S-Geh. unter 0,1% u. 0,8% Phenol. (Journ. Inst. Petroleum Technologists 18. 183—86. März 1932. Delft, Chem.-techn. Univ.-Lab.) K. O. MÜLLER.

**C. B. Faught**, *Bemerkungen über selektive Fraktionierung*. Vf. unternahm an der Seite einer Fraktionierkolonne während der Dest. Benzinproben u. prüfte sie auf Gum- u. S-Geh. u. fand, daß, je höher der Endsiedepunkt eines Benzins getrieben wird, um so höher steigt Gum- u. S-Geh. an. Verss., den S aus Bzn. derart zu entziehen, daß man die Dämpfe durch ein geschmolzenes Na-Bett von 350—400° F. streichen ließ, waren wohl im Laboratorium sehr erfolgreich, erwiesen sich aber im Betrieb wegen der anwesenden H<sub>2</sub>O-Spuren zu gefährlich. Wurde das geschmolzene Na-Metall im Bzn.-Dampf zerstäubt, so enthielt das wohl gum- u. schwefelfreie Bzn. immer geringe Spuren Na, die sich nicht absetzten u. abtrennen ließen. (Refiner and natural Gasoline Manufacturer 11. 272—73. April 1932.) K. O. MÜLLER.

**H. D. Noll**, *Die Benutzung von Vakuumröhrenkesseln, um 7000 Barrels Schwerbenzin täglich zu redestillieren*. Um Schwerbenzin bei tiefen Temp. wirtschaftlich zu fraktionieren, erbaute Vf. bei der MAGNOLIA PETROLEUM CO. eine Vakuumanlage mit Röhrenkesseln, in der er bei einem Dampfverbrauch von nur 20—25% gegenüber der Dest. bei Atmosphärendruck ein in der Farbe sehr stabiles Bzn. erhielt. Bild, Arbeitsweise u. Ausbeuten im Original. (Oil Gas Journ. 30. Nr. 46. 66. 123. 31/3. 1932.) K. O. MÜ.

**A. W. Nash**, *Die Gewinnung von Öl aus Kohle*. Allgemeine Betrachtungen über die Gewinnung von Kraftstoffen u. Schmierölen durch direkte Hydrierung der Kohle oder deren Dest.-Prodd. Vf. bespricht noch die Voltolierung von Schmierölen u. synthet. Gewinnung von hochwertigen Schmiermitteln durch Polymerisation von Äthylengasen mit AlCl<sub>3</sub>. (Colliery Guardian and Journ. Coal Iron Trades 144. 550—51. 18/3. 1932.) K. O. MÜLLER.

**C. R. Brown und J. Willard Peterson**, *Die Aufrechterhaltung der Qualität von Turbinenölen*. Die SZ. eines Turbinenöls einer 10000 KW-Dampfturbine stieg nach einer Betriebszeit von 4 Jahren bei durchschnittlich 15-std. täglicher Betriebsdauer von 0,07 auf 0,24 u. nach weiteren 2½ Jahren auf 0,49. Mit Ausnahme eines aus dem Rahmen fallenden Wertes war der Anstieg der SZ. fast linear. Die geringe SZ. halten Vff. für nicht korrodierend für die Lagermetalle, doch da einem Anstieg der SZ. gewöhnlich eine ansteigende Schlammldg. parallel geht, erscheint es Vff. angebracht,

wenn bei einer SZ. von 0,6—0,8 ein Ölwechsel vorgenommen wird. (Power 75. 438—39. 22/3. 1932.) K. O. MÜLLER.

**Ferdinand Schulz**, *Beitrag zu den Prüfungsmethoden von Asphalt emulsionen*. Zehn verschiedene Emulsionen werden nach amerikan. u. deutschen Normen auf ihre Zerfallsfähigkeit geprüft; eine vereinfachte Methode zur Best. des Wassergeh. wird angegeben. (Petroleum 28. Nr. 21. Asphalt u. Straßenbau 2—7. 25/5. 1932. Prag.) CONSOLATI.

**Carl Neubronner**, *Neues Prüfverfahren für Kallasphalte*. Die bisher bekannten Prüfverf. für Bitumenemulsionen gestatten keine Best. des mitverwandten Emulgators bzw. Stabilisators, da meist nur auf die Feststellung der Wassermenge u. der Art des Bitumens Wert gelegt wird. Nach dem Verf. des Vf. werden stark aufsaugfähige Stoffe (Flanell, Flausch) mit der Emulsion getränkt u. bei mäßiger Temp. getrocknet. Durch wiederholte Wasserextraktion bei mittleren Temp. werden die wasserlöslichen Emulgatoren entzogen. Zuletzt wird das Bitumen mit W. bei 100° vom Stoff losgelöst, abgeschöpft u. anschließend entwässert. Die vereinigten Washwässer enthalten fast quantitativ die wasserlöslichen Emulgatoren. Sind in W. unl. Stoffe vorhanden, so werden sie durch Auflösen des Bitumens in einem geeigneten Solvens zur Abscheidung gebracht. (Chem.-Ztg. 56. 429—31. 1/6. 1932. Ulm a. D.) CONSOLATI.

**W. Maass**, *Arbeitsmethode zur Bestimmung der Hart- und Weichasphalte, Harze, paraffinfreien öligen Anteile und Paraffine im Bitumen*. Die Aufteilung erfolgt durch Fällung der Hartasphalte mit Normalbenzin, Fällung der Weichasphalte mittels A.-Ä. 1:2, Absorbierung der Asphaltharze durch Bleicherde oder fettfreie Knochenkohle u. Gewinnung der raffinierten öligen Anteile einschließlich Paraffin durch Extraktion mit Normalbenzin. Genaue Beschreibung der Methoden im Original. (Petroleum 28. Nr. 21. 1—4. 25/5. 1932. Harburg.) CONSOLATI.

**F. J. Nellensteyn und J. P. Kuipers**, *Bestimmung des Asphaltbitumengehalts in Asphaltbitumen-Teergemischen*. Vff. fassen Asphaltbitumen u. Teer als zwei Kohlenstoff-Ölsol auf, die in Bau u. Art der lyophoben Kerne übereinstimmen, sich jedoch durch verschiedene Oberflächenspannung u. verschiedene Mischbarkeit der Medien u. der Schutzkörper unterscheiden. Aus diesen Eigg. läßt sich folgende Best.-Methode ableiten: 5 g des Gemisches werden mit 100 cem einer Mischung von CS<sub>2</sub> u. Bzn. (Kp. 40 bis 60°) im Verhältnis 2:1 am Rückflußkühler gekocht, abgekühlt, filtriert u. mit derselben Mischung bis zur prakt. Farblosigkeit des Filtrats gewaschen. Durch diese Behandlung werden die Teermicellen entfernt. Der Rückstand kann zur Kontrolle getrocknet u. gewogen werden. Das Filtrat wird abdestilliert u. im Erlenmeyer zur Trockene eingedampft, CS<sub>2</sub> muß völlig entfernt sein. Dann werden 10 cem Anilin + 96%ig. A. (1:1) zugesetzt, auf dem Wasserbad erwärmt, abgekühlt u. in ein Zentrifugierrohr abgegossen. Diese Behandlung, die zur Abscheidung des Teermediums dient, wird 3—4 mal wiederholt. Die Zentrifugierrohre werden in Eis-Salzmischung stark abgekühlt u. zentrifugiert, die Fl. wird in einen Dest.-Kolben gegeben u. einige Male mit anilinfreiem A. nachgewaschen, auch das Asphaltbitumen im Erlenmeyer wird mit A. gewaschen u. dieser A. ebenfalls in den Dest.-Kolben übergeführt. Das Asphaltbitumen in den Zentrifugierrohren u. im Erlenmeyer wird mit CS<sub>2</sub> in ein gewogenes Becherglas gespült, CS<sub>2</sub> abgedampft, 1/4 Stde. auf dem Sandbad von 150° ausgeblasen u. gewogen. Das A.-Anilingemisch wird im Dest.-Kolben abdest., bis reines Anilin übergeht (ca. 180°), der Rückstand in einem kleinen Scheidetrichter dreimal mit 25 cem Bzn. (Kp. 40—60°) ausgeschüttelt. Die Bzn.-Lsg. wird abgedampft u. mit einigen cem A. behandelt, die alkoh. Lsg. zentrifugiert, abgegossen, der Rückstand mit wenig A. nachgewaschen, mit CS<sub>2</sub> in ein gewogenes Becherglas gebracht, CS<sub>2</sub> abgedampft u. bei 100° auf einem Sandbad CS<sub>2</sub>-frei ausgeblasen. Aus dem in beiden Bechergläsern gewogenen Asphaltbitumen wird der % Geh. berechnet; die Fehler liegen bis zu einem Asphaltbitumengeh. von 50% innerhalb der zulässigen Grenzen. (Chem. Weekbl. 29. 291—92. 7/5. 1932. den Haag, Rijkswegenbouwl. ab.) R. K. MÜLLER.

**Donald M. Wilson**, *Bemerkungen zur Penetrationsbestimmung von Bitumen*. Schilderung der Apparatur u. Ausführung einer Penetrationsbest. für Bitumen. (Journ. Soc. chem. Ind. 51. 203—04. 4/3. 1932.) HOSCH.

**Metallgesellschaft A. G.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: Curt Müller, Frankfurt a. M., *Verfahren zum Schwelen oder Vergasen staubförmiger oder feinkörniger Brennstoffe*, die getrennt oder zusammen mit dem Schwel- oder Vergasungsmittel in den Red.-Raum eingeführt u. in diesem während der Rk. bewegt werden, dad. gek., daß der

Brennstoff mit einer hohen Eigengeschwindigkeit in den Rk.-Raum derart eingeführt u. derart darin fortbewegt wird, daß er während der ganzen Dauer der Rk. oder während des größten Teils derselben eine hohe Relativgeschwindigkeit zu dem Schwel- oder Vergasungsmittel besitzt. — Der Brennstoff soll durch das Schwel- oder Vergasungsmittel mittels Zentrifugalkraft hindurchgeschleudert werden u. das Schwelmittel kann durch teilweise Verbrennung mit Luft oder Sauerstoff aufgeheizt werden. (D. R. P. 551 682 Kl. 10 a vom 18/2. 1928, ausg. 3/6. 1932.) DERSIN.

Lewis Cass Karrick, Salt Lake City, V. St. A., *Destillation und Vergasung kohlenstoffhaltiger Stoffe*. Ascherichte Kohlen, Ölschiefer oder Ölsand werden unter der Erde in der Weise behandelt, daß ein Stollen in die brennstoffhaltigen Schichten getrieben wird, daß Brocken des Brennmaterials von den Wänden abgesprengt werden, so daß sie den Hohlraum ausfüllen, die darauf durch Einblasen heißer Gase entgast u. schließlich durch Einführen von Luft u. Dampf vergast werden. Man gewinnt kondensierbare Öldämpfe u. brennbare Gase. (E. P. 368 326 vom 28/11. 1930, ausg. 31/3. 1932.) DERS.

Franz Herzberg, Deutschland, *Vergasung von Brennstoffen*. Kohle oder Öle werden in Staubform oder als Nebel kontinuierlich mit W.-Dampf oder ohne solchen in einer nach Art eines Koksens mittels Heizzügen von außen beheizten, mindestens 2 m weiten Kammer zuerst verkocht u. dann vergast, wobei das später erhaltene heizschwächere Gas besonders abgezogen u. zur Beheizung der Heizzüge verwendet wird. Man kann auch den Brennstoff in solcher Menge zuführen, daß ein Teil die Kammer unvergast verläßt, um nachher ohne Abkühlung in den Heizzügen verbrannt zu werden. (E. P. 367 363 vom 17/11. 1930, ausg. 17/3. 1932.) DERSIN.

International Hydrogenation Patents Co. Ltd., Liechtenstein, *Temperaturregelung bei der Druckhydrierung von Brennstoffen*. Zur Verhinderung lokaler Überhitzungen, z. B. in der Nähe von Kontaktmassen, leitet man als Kühlmittel ein Gas ein, das mindestens 75%  $H_2$  u. daneben noch  $N_2$  u.  $CH_4$  enthält. (F. P. 722 484 vom 5/9. 1931, ausg. 17/3. 1932. A. Prior. 9/9. 1930.) DERSIN.

International Hydrogenation Patents Co. Ltd., Liechtenstein, *Aufarbeitung verbrauchter Kontaktmassen der Druckhydrierung von Brennstoffen*. Zur Wiedergewinnung von Mo u. W aus den Kontaktmassen röstet man diese zunächst bei 425 bis 480°, so daß die Sulfide in Oxyde übergeführt werden u. extrahiert dann aus der M. die  $MoO_3$  mittels verd. HCl. Aus dieser Lsg. wird  $MoO_3$  durch Zusatz von  $NH_3$ , so daß die Lsg. schwach sauer bleibt, wieder ausgefällt. Das bei der HCl-Behandlung ungel.  $WO_3$  wird mit konz.  $NH_3$  aufgenommen u. durch Umfällen mit HCl gereinigt. (F. P. 722 463 vom 4/9. 1931, ausg. 17/3. 1932. A. Prior. 19/9. 1930.) DERSIN.

Robert Marie Jarry, Paris, *Aufarbeitung von Schmelteeren*. Zur Abtrennung der Phenole, Kresole, N-Verbb., Pyridinbasen u. dgl. von den KW-stoffen behandelt man die Teere oder Öle mit fl.  $NH_3$ , wodurch zwei Schichten gebildet werden, die durch Abziehen von einander getrennt werden. Die  $O_2$ - u.  $N_2$ -Verbb. zeigen eine größere Löslichkeit in fl.  $NH_3$  als die KW-stoffe. (E. P. 369 785 vom 9/5. 1931, ausg. 21/4. 1932. F. Prior. 9/5. 1930.) DERSIN.

Gesellschaft für Teerverwertung m. b. H., Otto Kruber, Alfred Schmitt, Duisburg-Meiderich, *Entschwefeln von Pyridinbasen aus Steinkohlenteer*, dad. gek., daß das Pyridin zur Entschwefelung mit Absorptionsmassen bei gewöhnlicher Temp. oder mit fein verteilten Schwermetallen bei Temp. zwischen 80 u. 100° behandelt wird. — Man verrührt z. B. mit aktiver Kohle oder man läßt die Pyridinbasen durch eine Schicht Kieselsäuregel oder Kieselgur laufen, oder verrührt unter  $H_2$ -Druck mit fein verteiltem Fe oder Mennige bei 80—90° einige Stdn.; ferner kann man bei 80° über mit Ag getränkte Füllkörper laufen lassen. (D. R. P. 551 606 Kl. 12 p vom 22/10. 1929, ausg. 2/6. 1932.) ALTPETER.

Heinrich Wiegmann und Otto Röhl, Essen, *Verfahren zur Gewinnung von Phenollauge* durch Behandlung eines phenolhaltigen Lösungsm., das einen niedrigeren Kp. hat als Phenol, mit NaOH, 1. dad. gek., daß man von dem noch phenolhaltigen Lösungsm. eine etwa 5—10% betragende Teilmenge ständig abzweigt, der Dest. unterwirft u. das nach der Dest. rückgekühlte Lösungsm. wieder dem übrigen, durch NaOH entphenolierten Lösungsm. zusetzt. — 2. dad. gek., daß man die Anreicherung der NaOH mit Phenol aus dem nicht dest. Lösungsm. nicht bis zur völligen Sättigung treibt, sondern die Lauge durch Zugabe des bei der Dest. der Lösungsm.-Teilmenge gewonnenen Phenols absättigt. Durch diese Maßnahmen wird erreicht, daß das Lösungsm. immer die zur Entphenolierung günstigste Zus. hat u. die Phenollauge in verhältnismäßig kurzer

Zeit abgesätt. wird. (D. R. P. 551 838 Kl. 12q vom 6/4. 1929, ausg. 30/5. 1932.) NOUVEL.

**Concordia Bergbau Akt.-Ges.**, Oberhausen, Rhld. (Erfinder: **Reinhard Schneider** und **Hermann Holtkamp**, Oberhausen, Rhld.), *Verfahren zur Reinigung und Entschwefelung von Phenolatlauge*, dad. gek., daß man die rohe Phenolatlauge zuerst in an sich bekannter Weise, z. B. in einer Blase, erhitzt u. daraufhin einem an sich bekannten Klärungsverf. durch Schlämmen mit feinkörnigen Stoffen, wie z. B. Sand oder Koksulver, u. nötigenfalls noch durch Filtrieren unterwirft. — Z. B. wird 1 g Phenolatlauge, welche 13,5% NaOH, 3% KW-stoffe, 0,72% S u. 3% verharzbare Bestandteile enthält, erhitzt, bis 250 ccm W. abdest. sind. Man kühlt ab, gibt 1 l W. zu, verrührt 5 Min. mit 100 g Sand, läßt absitzen u. filtriert durch Glaswolle. Die Weiterverarbeitung der Lauge erfolgt in der üblichen Weise. (D. R. P. 550 763 Kl. 12q vom 15/5. 1930, ausg. 19/5. 1932.) NOUVEL.

**Concordia Bergbau Akt.-Ges.**, Oberhausen, Rhld. (Erfinder: **Reinhard Schneider** und **Hermann Holtkamp**, Oberhausen, Rhld.), *Verfahren zur Entschwefelung und Reinigung von Phenolatlauge*, dad. gek., daß man die rohe Phenolatlauge mit der zur vollständigen Entfernung des H<sub>2</sub>S erforderlichen Menge eines Sulfit's versetzt u. dann erhitzt u. daraufhin einem an sich bekannten Klärungsverf. durch Schlämmen mit feinkörnigen Stoffen, wie z. B. Sand oder Koksulver, unterwirft, worauf man nötigenfalls noch filtriert. — Z. B. werden 2 kg Phenolatlauge, welche 0,5% S enthält, mit 20 g (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> auf 120—150° erhitzt. Dann verd. man mit W., schüttelt mit 1 kg Sand, läßt absitzen u. hebert die Lauge ab. Sie enthält nur noch 0,2% S. (D. R. P. 550 764 Kl. 12q vom 15/5. 1930, ausg. 20/5. 1932.) NOUVEL.

**Messer & Co. G. m. b. H.**, Frankfurt a. M., *Verfahren zum Zerlegen von Koks-fengas, Wassergas oder ähnlichen Brenngasen durch Tiefkühlung*, dad. gek., daß das Koks-fengas u. der gesondert zugeführte Hochdruckstickstoff, die durch die zerlegten Gase u. Ammoniak gekühlt werden, zu einem Gaszerlegungsapparat geleitet werden, in den das vorgekühlte Koks-fengas unten eintritt, durch das abziehende, im Gegenstrom dazu geführte, von einem Kühler mit fl. N<sub>2</sub> kommende k. Wasserstoff-Stickstoffgemisch indirekt gekühlt u. dann darüber durch verflüssigten Stickstoff gewaschen wird. — Ein Teil des abziehenden H<sub>2</sub>-N<sub>2</sub>-Gemisches soll durch die Kälte-austauscher der Stickstoffseite der Gaszerlegungsanlage abgeführt werden. (D. R. P. 551 536 Kl. 26c vom 4/9. 1930, ausg. 2/6. 1932.) DERSIN.

**Adolf Messer, Gasfurnace a. M.**, *Verfahren zur Zerlegung von Koks-fengas oder ähnlicher brennbarer Gasmische durch Verflüssigen seiner Bestandteile unter Verwendung von fl. N<sub>2</sub> als Kühl- u. Waschmittel*, dad. gek., daß das durch die abziehenden zerlegten Gase vorgekühlte Koks-fengas u. der gesondert zugeführte, von dem entspannten Niederdruckstickstoff vorgekühlte Hochdruckstickstoff einem Gaszerlegungs-apparat zugeführt werden, in dem oben der Hochdruckstickstoff durch ein Bad von fl. durch Entspannung eines Teiles des Hochdruckstickstoffes gewonnenem u. etwa unter Atmosphärendruck siedendem N<sub>2</sub> gekühlt, dann entspannt, verflüssigt u. stark unterkühlt zur Wäsche des Restgases verwendet wird u. daß das abziehende Wasserstoff-Stickstoffgemisch durch das gleiche Stickstoffbad gekühlt wird. — Die An-sammlung explosiver Gemische soll durch Abziehen der gewonnenen fl. Gasgemisch-bestandteile an der tiefsten Stelle der Sammelbehälter verhindert u. ihre Verdampfungswärme für die Zerlegungsvorgänge ausgenutzt werden. (D. R. P. 551 358 Kl. 26c vom 23/11. 1928, ausg. 30/5. 1932.) DERSIN.

**Metallgesellschaft A.-G.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Curt Müller** und **F. A. Oetken**, Frankfurt a. M.), *Verfahren zur Erzeugung eines Starkgases für Gas-fernversorgung aus Schwachgas, z. B. Wassergas*, wobei durch Veredelung das be-treffende Gas unter Vol.-Konz. im Heizwert hochwertiger gestaltet wird, dad. gek., daß der für den Ferntransport des Gases erforderliche Druck ganz oder teilweise der Veredelung des Gases nutzbar gemacht wird. — Das Wassergas soll zunächst der Gleichung  $\text{CO} + \text{H}_2\text{O} = \text{CO}_2 + \text{H}_2$  u. danach der Sabatierri. in Ggw. von Kataly-satoren nach den Gleichungen  $\text{CO} + 3\text{H}_2 = \text{CH}_4 + \text{H}_2\text{O}$  u.  $\text{CO}_2 + 4\text{H}_2 = \text{CH}_4 + 2\text{H}_2\text{O}$  unterworfen werden. Die Vorreinigung des Gasgemisches soll durch therm. Zers. oder durch Adsorptionsmittel, z. B. akt. Kohle, unter Anwendung des ganzen oder eines Teiles des zum Gastransport benötigten Druckes erfolgen. Die Beheizung des zu ver-edelnden Gasgemisches kann durch Teilverbrennung vorgenommen werden. (D. R. P. 550 411 Kl. 26c vom 1/12. 1927, ausg. 18/5. 1932.) DERSIN.

**Metallgesellschaft A. G.**, Frankfurt a. M. (Erfinder: Curt Müller, Frankfurt a. M.), *Verfahren zur Erzeugung von stickstoffarmem Starkgas* durch Vergasung von *Kohle* mit W.-Dampf, *Kohlensäure* u.  $O_2$  bzw. mit  $O_2$  angereicherter Luft, dad. gek., daß mit dem  $O_2$  oder der mit  $O_2$  angereicherten Luft erzeugtes Gas in das Brennstoffbett zurückgeleitet wird, in dem Maße, daß die Höhe der Feuerzone im Gaserzeuger vergrößert u. die Feuerzone selbst gleichmäßiger gestaltet wird. — Neben dem im Generator erzeugten Gas sollen aus diesem gewonnene Bestandteile, wie solche z. B. bei der Gasveredlung etwa durch Auswaschen von Kohlensäure unter Druck in Form eines Gemisches von Kohlensäure mit brennbaren Gasen gewonnen werden, in die Feuerzone zurückgeführt werden. (D. R. P. 551 761 Kl. 24 e vom 6/12. 1927, ausg. 4/6. 1932.)

DERSIN.

**Imperial Chemical Industries Ltd.**, London, **Basil Robertson Goodfellow** und **Francis Brian Grant**, England, *Herstellung von Wassergas*. Feingemahlene *Kohle* u. Dampf werden nach dem „Blase- u. Gaseprinzip“ in 2 Stufen in einem Generator umgesetzt, der aus 4 mit Füllwerk ausgemauerten Kammern besteht, von denen 2 lediglich als Regeneratoren u. 2 als Rk.-Kammern dienen. Dabei erhält man eine genügend hohe Rk.-Temp. ohne Gefahr der Materialzerstörung. (E. P. 366 066 vom 20/10. 1930 u. 8/6. 1931, ausg. 25/2. 1932.)

DERSIN.

**Leon Barrett Jones**, San Francisco, *Herstellung von Ölgas*. In einem Generator wird ein Brennstoffbett glühend geblasen u. mit den h. Gasen eine mit Mauerwerk ausgefüllte Kammer h. geblasen. In diese wird das zu spaltende Öl eingeführt, worauf das Ölgas u. der abgeschiedene C durch ein zweites, h. Brennstoffbett, das durch Dampfeinblasen bis unter Spalttemp. des Ölgases abgekühlt ist, geführt werden, wo sich der freie C absetzt, um später beim Heißblasen mit verbrannt zu werden. (E. P. 367 812 vom 15/8. 1930, ausg. 24/3. 1932.)

DERSIN.

**Coals & Chemicals Ltd.**, übers. von: **Milon J. Trumble**, V. St. A., *Destillation von Ölschiefer*. Eine Reihe von Retorten wird mit Schiefer beschickt, dann wird überhitzter Dampf in die 1. Retorte eingeblasen. Die Mischung von Dampf u. Öldämpfen wird dann auf die Temp. der Dampfphasecracking der Öldämpfe erhitzt u. dann in die nächste Dest.-Retorte der Serie eingeleitet. (A. P. 1 836 051 vom 24/11. 1924, ausg. 15/12. 1931.)

DERSIN.

**William Sidney Cripps**, Mount Victoria, und **James Stormonth**, Epping, Australien, *Gewinnung von Schieferöl*. Die Austreibung des Öls erfolgt in einer Vorr., die mit einem mit überhitztem Dampf beheizbaren Mantel versehen ist u. stufenweise beheizt werden kann; hierdurch wird eine fraktionierte Dest. ermöglicht. (Aust. P. 29 012/1930 vom 15/9. 1930, ausg. 25/9. 1931.)

ALTPETER.

**Standard Oil Co.**, Chicago, übers. von: **James H. Shepard**, V. St. A., *Heizöl*. Der bei der Behandlung von Rohölen mit  $H_2SO_4$  entstehende Säureschlamm wird abgetrennt, mit Dampf erhitzt u. dadurch in 3 Schichten von *Säureteer*, oxydierten, asphaltartigen Stoffen („liver“) u. verd. Säure zerlegt. Der Säureteer wird abgezogen, durch Dest. von l., sd. Stoffen befreit u. dann mit der „liver“ vermischt. Dieses Gemisch von Abfallstoffen soll als Heizöl verwendet werden. (A. P. 1 853 465 vom 3/3. 1930, ausg. 12/4. 1932.)

DERSIN.

**Gray Processes Corp.**, Newark, übers. von: **Edwin A. Dickinson**, V. St. A., *Raffination von Crackdestillaten*. Bei der Behandlung von Dämpfen mit polymerisierend wirkenden Stoffen soll zwecks Herabsetzung der Heftigkeit der exothermen Polymerisationsrk. ein fl. Dest. der gleichen Siedegrenzen, wie das zu reinigende Destillat, auf die Reinigungsmasse aufgebracht werden. Dadurch soll der Anstieg des Kp. des Destillats nach der Behandlung gegenüber Rohdest. verhindert werden. (A. P. 1 853 671 vom 15/8. 1928, ausg. 12/4. 1932.)

DERSIN.

**Gray Processes Corp.**, Newark, übers. von: **Thomas T. Gray**, Elizabeth, V. St. A., *Raffination von Crackdestillaten*. Die Dämpfe der KW-stoffe werden unter Druck durch eine auf ungesätt. KW-stoffe polymerisierend wirkende M. geleitet, die in einer doppelwandigen Kammer untergebracht ist, in der sich die gebildeten höher sd. Polymerisate kondensieren. Das Kondensat tritt in den Raum zwischen beiden Wänden, so daß es einen Wärmeaustausch mit den ankommenden Dämpfen erfährt u. die Bldg. von Kondensaten der raffinierten KW-stoffe auf der Reinigungsmasse verhindert wird. (A. P. 1 853 972 vom 9/8. 1926, ausg. 12/4. 1932.)

DERSIN.