

Chemisches Zentralblatt.

1933 Band II.

Nr. 25.

20. Dezember.

A. Allgemeine und physikalische Chemie.

F. W. Aston, *Das Wasserstoffisotop der Masse 2*. Zusammenfassung. (Sci. Progr. 28. 203—05. Okt. 1933. Cambridge, Trinity Coll.) LESZYNSKI.

Harold C. Urey, G. M. Murphy und F. G. Brickwedde, *Ein Name und Symbol für H²*. Da das H-Isotop mit dem At.-Gew. 2 Eig. hat, die sich vom Isotopen H = 1 in mehrfacher Hinsicht unterscheiden (F., Verh. bei der Elektrolyse, Gleichgewichtskonstante usw.) wird vorgeschlagen, die beiden Formen nach Namen u. Symbol (H¹ bzw. H²) zu unterscheiden; u. zwar wird vorgeschlagen, für das natürliche Gemisch den Namen Wasserstoff beizubehalten, ebenso für alle anderen Gemische, bei welchen das Mischungsverhältnis der Isotopen belanglos ist. Für die einzelnen Isotopen werden die Bezeichnungen „Protium“ bzw. „Deuterium“ in Vorschlag gebracht. Die Bezeichnungen der chem. Verbb. könnten in der üblichen Weise vor sich gehen; man hätte also z. B. „Protide“ u. „Deuteride“, „Protoxyl“ u. „Deuterioxyl“, „Protate“ u. „Deuterate“ usw. (J. chem. Physics 1. 512—13. Juli 1933.) DADIEU.

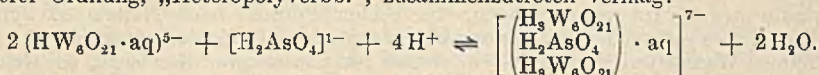
K. F. Bonhoeffer und G. W. Brown, *Über den Austausch von Wasserstoff zwischen Wasser und darin gelösten wasserstoffhaltigen Verbindungen*. Durch Elektrolyse von wss. H₂SO₄ zwischen Pb-Elektroden reichern die Vff. das Isotop H² im W. an u. zeigen durch Wägung, daß in solchen wss. Lsgg. von NH₃ u. Ammoniumsalzen ein ständiger Austausch der H-Atome zwischen H₂O u. NH₃ bzw. NH₄⁺ stattfindet. In Rohrzuckerlsgg. werden die H-Atome der OH-Gruppen des Rohrzuckers mit den H-Atomen des W. ausgetauscht. (Z. physik. Chem. Abt. B 23. 171—74. Okt. 1933. Frankfurt a. M., Phys.-chem. Inst.) ZEISE.

C. W. Oseen, *Beiträge zur Theorie der anisotropen Flüssigkeiten*. XVIII. *Über die Strukturen der cholesterinnematischen Substanzen*. (XVII. vgl. C. 1933. II. 1467.) Die cholesterinnemat. Substanzen können bei ein u. derselben Temp. in 2 ganz verschiedenen Strukturen auftreten; die eine ist der für die smekt. Substanzen charakterist. Textur weitgehend ähnlich u. zeigt die „kon. Störung“, die andere wird durch ebene Schichten mit verdrillter Textur gebildet. Als mögliche Erklärung dieser Tatsache wird folgendes diskutiert: Die Moll. ordnen sich derart in geradlinige Reihen, daß die γ_3 -Achsen der Moll. derselben Reihe alle mit der die Moll. verbindenden Geraden zusammenfallen. Diese Geraden sind alle senkrecht gegen eine Fläche gerichtet. ($\gamma_1, \gamma_2, \gamma_3 =$ „bewegliches“ Koordinatensystem im Schwerpunkt des Mol.) Über die hieraus sich ergebenden Texturen u. ihre Stabilität vgl. das Original. (Ark. Mat. Astron. fysik Ser. A. 23. Nr. 24. 5 Seiten. 1933.) SKALIKS.

C. W. Oseen, *Beiträge zur Theorie der anisotropen Flüssigkeiten*. XIX. *Die Temperaturabhängigkeit der Anisotropie bei Gegenwart äußerer Kräfte*. (XVIII. vgl. vorst. Ref.) Die früher (C. 1932. I. 1486) besprochene Frage der Temp.-Abhängigkeit der Anisotropie wird durch die Annahme erweitert, daß auf die Fl. eine äußere Kraft wirkt, welche die Moll. in bestimmter Weise zu orientieren sucht. Wenn von dem Einfluß der Mol.-Gestalt auf die Orientierung abgesehen wird, ergibt sich für die Verteilung der Moll. auf die verschiedenen Orientierungen bei hohen Temp. ein Gesetz, das als Verallgemeinerung des MAXWELL-BOLTZMANNschen Gesetzes aufgefaßt werden kann. Dieses Gesetz kann nur oberhalb einer gewissen Temp. gültig sein. Unterhalb dieser Temp. ist ein anderer Zustand stabil, bei welchem sich in die durch die äußere Kraft bestimmte Richtung eine größere Zahl von Moll. eingestellt haben, als nach dem oben erwähnten Gesetz zu erwarten wäre. Wenn die äußere Kraft genügend klein ist, gibt es einen Temp.-Bereich, in welchem beide Zustände kleinen Erschütterungen gegenüber stabil sind. Hieraus folgt, daß es eine Temp. geben muß, bei welcher 2 Phasen koexistieren können. Bei wachsender Stärke der äußeren Kraft scheint jedoch dieser Temp.-Bereich immer mehr zusammenzuschumpfen. Nach dieser Theorie sollte es also mit genügend hohen Feldern möglich sein, die beiden Zu-

stände stetig ineinander überzuführen. Bei tiefen Temp. tritt ein 3. Zustand auf, in welchem die Moll. fast überall annähernd gleichgerichtet sind. (Ark. Mat. Astron. Fysik Ser. A. 23. Nr. 25. 27 Seiten. 1933.) SKALIKS.

Gerhart Jander und Hans Witzmann, Über amphotere Oxydhydrate, ihre höhermolekularen Verbindungen und deren Lösungen. XX. Über Iso- und Heteropolywolframsäuren, insonderheit das optische Absorptionsvermögen der 1-Tellur-1-hexawolframsäure. (XIX. vgl. C. 1933. II. 2933.) Bei Erhöhung der $[H^+]$ einer wss. Alkaliwolframatlg. kondensieren sich die im alkal. Gebiet beständigen Anionen der Monowolframsäure zu den im mehr sauren Gebiet stabilen Anionen einer Isopolywolframsäure, der Hexawolframsäure: $6 (WO_4 \cdot aq)^{2-} + 7 H^+ = (HW_6O_{21} \cdot aq)^{5-} + 3 H_2O$. Diese Rk. tritt immer ein, auch wenn gleichzeitig solche sauerstoffhaltigen Säuren zugegen sind, die mit der Wolframsäure höhermolekulare Verbb. von der Art der „Heteropolysäuren“ bilden können. Die Isopolysäure ist ein vollkommen neuer, jedoch als geschlossene Einheit reagierender Baustein, der bei weiterer Erhöhung der $[H^+]$ ohne irgendwelche Aufspaltung mit anderen Säuren wie Arsen-, Phosphor-, Überjodsäure zu Verbb. höherer Ordnung, „Heteropolyverbb.“, zusammenzutreten vermag:



Als neue Stütze dieser Vorstellungen bringen Vff. Unterr. über das opt. Absorptionsvermögen von Alkaliwolframatlg. in Ggw. von Tellursäure. Monowolframsäure weist erst weit im kurzwelligen Ultraviolett eine steil ansteigende Endabsorption auf. Die Absorption der „Alkaliparawolframate“ Hexawolframate der Zus. $Alk_5(HW_6O_{21} \cdot aq)$ ist schon viel weiter ins langwelligere Ultraviolett verschoben. Die Absorptionskurve verläuft viel flacher. Dies steht in Übereinstimmung mit früheren Ergebnissen (vgl. C. 1930. I. 1268 u. 1931. I. 915), daß die Absorptionsspektren gel. Stoffe amphoterer Oxydhydrate dann nach längeren Wellen verschoben u. die Absorptionskurven flacher werden, wenn bei Veränderungen der $[H^+]$ in Richtung einer fortschreitenden Hydrolyse Aggregationsrkk. der Hydrolyseprodd. eintreten, welche Kondensationsrkk. sind. Eine weitere Verschiebung ins langwelligere Ultraviolett kann entweder von der Bldg. kleiner Mengen einer Dibexawolframsäure oder von einer verschiedenen strukturellen Anordnung der Anionen $(H_3W_6O_{21} \cdot aq)^{3-}$ u. $(HW_6O_{21} \cdot aq)^{5-}$ herrühren. In Ggw. von Tellursäure werden unter sonst gleichen Vers.-Bedingungen Alkaliwolframatlg. erhalten mit prakt. gleichem Absorptionsvermögen, d. h. der Aggregationsmechanismus der Hydrolyseprodd. ist bei Steigerung der $[H^+]$ bei Abwesenheit u. in Ggw. einer Säure, die mit Wolframsäure „Heteropolysäuren“ von der Art der 1-Tellur-1-hexawolframsäure bilden kann, der gleiche. Steigerung der $[H^+]$ führt in Ggw. von Tellursäure zu Verbb. noch höherer Ordnung, zur „Heteropolysäure“, 1-Tellur-1-hexawolframsäure unter Verbrauch von H-Ionen. Die Absorptionsspektren verschieben sich noch weiter. Konz. Lsgg. sehen schwach gelb aus. Ein Auftreten des den ROSENHEIMSchen Strukturformeln zugrunde liegenden Pyrotyp der Wolframsäure ist auch aus den opt.-absorptiomet. Unterr. nicht zu ersehen. (Z. anorg. allg. Chem. 214. 275–80. 7/10. 1933. Göttingen, Anorg. Abteil. des allgem. chem. Univ.-Labor.) E. HOFFMANN.

Gustav F. Hüttig und Franz Kölbl, Aktive Oxyde. 67. Über Aluminiumoxyde und deren Additionsprodukte mit Wasser. (65. vgl. C. 1933. II. 1828.) Amorphes γ -Aluminiumoxydhydrat, Böhmit, Bayerit u. Diaspor wurden im Tensidiometer isobar ($p_{H_2O} = 10$ mm) entwässert. Die bei der Entwässerung, Wiederbewässerung u. Wiederentwässerung erhaltenen, die Gleichgewichte kennzeichnenden Zusammenghörigkeiten von chem. Zus., W.-Dampfdruck u. Temp. werden in Diagrammen wiedergegeben. Die Beschaffenheit der Bodenkörper wird außerdem durch röntgenograph. Pulveraufnahmen festgestellt. Ein Chlorgeh. verlängert die Lebensdauer der amorphen Gele. Ihre Entwässerung führt zu einem vorwiegend amorphen γ -Aluminiumoxyd. Dieses nimmt das W. in nahezu thermodynam. reversibler Weise wieder auf. Das System ist also bei den Ent- u. Bewässerungsvorgängen nur wenig gealtert. Es ist denkbar, daß das amorphe γ -Aluminiumoxyd unter W.-Aufnahme bei bestimmten Bedingungen auch zu amorphen chem. Verbb. $Al_2O_3 \cdot 1 H_2O$ bzw. $Al_2O_3 \cdot 2 H_2O$ führt. Die Entwässerung von Böhmit führt auch bei niederen Temp. zu einem verhältnismäßig besser kristallisierten γ -Aluminiumoxyd. Dieses Präparat vermag wieder W. aufzunehmen, ohne hierbei seine Gitterbeschaffenheit wesentlich zu ändern. Die W.-Aufnahme erfolgt hier thermodynam. reversibel. Das aufgenommene W. ist in gleichartiger Weise, jedoch durch schwächere Kräfte festgehalten als bei den durch Fällung

entstandenen amorphen γ -Aluminiumoxyhydraten. Mit der Zeit tritt eine Verfestigung des aufgenommenen W. unter Bldg. von Bayerit ein. Die Entwässerung des Bayerits führt zu vorwiegend amorphem γ -Aluminiumoxyd. Bei der Wiederbewässerung bildet sich zum großen Teil wieder der Bayerit zurück, der sich mit fortschreitendem Alter immer mehr dem ursprünglichen Zustand nähert. Die durch Entwässerung entstandenen γ -Aluminiumoxyde zeigen je nach dem zu ihrer Herst. verwendeten Ausgangsprod. ein sehr verschiedenes Verh. bei der Wiederbewässerung („Rhythmus der Anordnung“, „Gedächtnis der Materie“). Das Entwässerungsprod. des Diaspors gibt bei der Wiederbewässerung ein amorphes α -Aluminiumoxydhydratgel. — Anschließend werden allgemein die thermodynam. Beziehungen zwischen den experimentell beobachteten u. den aus thermochem. Daten berechneten Gleichgewichtsdrücken in Systemen $XY_{\text{fest}} \rightleftharpoons X_{\text{fest}} + Y_{\text{gasförmig}}$, betrachtet. Die Verschiedenheiten der nach diesen beiden Methoden festgestellten Gleichgewichtsdrücke werden auf akt. Zustände im Bodenkörper zurückgeführt, welche sowohl den ganzen Aggregaten zukommen, als auch Merkmale von Zuständen an den Phasengrenzflächen sein können. Als „Anfangswert“ des Gleichgewichtsdruckes wird derjenige Druck bezeichnet, der den im ersten Moment des Zerfalls entstehenden akt. Zuständen als Gleichgewichtsdruck zukommt. In dem Maße, als die akt. Zustände infolge der Alterungserscheinungen im Bodenkörper verschwinden, geht der „Anfangswert“ über die „Zwischenwerte“ zu dem „Endwert“ des Gleichgewichtsdruckes über. Zwischen diesen Größen u. der Aktivität (= A-Mehrgeh. der akt. Phasen an freier Energie im Vergleich zu ihrem stabilen Zustand) werden mathemat. Relationen aufgestellt u. an speziellen Zahlenbeispielen erläutert. (Z. anorg. allg. Chem. 214. 289—306. 7/10. 1933. Prag, Dtsch. Techn. Hochsch., Inst. für anorg. u. analyt. Chem.)

ROSENKRANZ.

Henry S. van Klooster und **Edwin I. Stearns**, *Das binäre System Bleijodid-Kaliumjodid*. In dem System PbJ_2 -KJ wurde als einzige Verb. $KPbJ_3$ mit einem F. von 349° festgestellt. Es wurden ferner die FF. von PbJ_2 (412°) u. KJ (686°) neu bestimmt. Die beiden Eutektica des Systems sind bei 321° mit 69 Mol.-% PbJ_2 u. bei 346° mit 47,5% PbJ_2 . (J. Amer. chem. Soc. 55. 4121—23. Okt. 1933. Troy, New York, Walker Lab., Reusselser Polytechn. Inst.)

JUZA.

S. S. Makarow, *Löslichkeitsisothermen und das Eisfeld des ternären Systems Na_2CO_3 -NaCl- H_2O* . Es wurden die Löslichkeitsisothermen des Systems Na_2CO_3 -NaCl- H_2O bei $27,0$, $26,2$, $22,0$ u. $21,0^\circ$ bestimmt u. unter Verwendung der Daten von FRETZ (Philos. Trans. Roy. Soc. London Ser. A. 223 [1922]. 35) die Zustandsdiagramme des Systems für die Temp. von 0 — 60° aufgestellt. Als feste Phasen wurden dabei beobachtet: NaCl, $Na_2CO_3 \cdot H_2O$, $Na_2CO_3 \cdot 7 H_2O$ u. $Na_2CO_3 \cdot 10 H_2O$. Weiter wurde durch therm. Analyse (Abkühlungskurven) die Lage des Eisfeldes u. des NaCl- $2 H_2O$ -Feldes im Temp.-Gebiet von 0 bis $-21,4^\circ$ ermittelt, wobei sich die Anwendbarkeit dieser Methode u. der der Best. der zweiten Haltepunkte für wss. Systeme als zweckmäßig erwies. Auf dem erhaltenen Diagramm ist besonders das stark verbreiterte Feld des $Na_2CO_3 \cdot 10 H_2O$ u. das sehr kleine in Form eines schmalen Bandes sich hinziehende Feld des NaCl- $2 H_2O$ zwischen $+0,15$ u. $-21,4^\circ$ zu vermerken. Nach diesen Methoden lassen sich auch die metastabilen Formen des $Na_2CO_3 \cdot 7 H_2O$ u. des NaCl bei Temp. unter 0° gut bestimmen. Die genaue Unters. des labilen Diagramms des ternären Systems ist einer weiteren Arbeit vorbehalten. (Chem. J. Ser. A. J. allg. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. A. Shurnal obschtschei Chimii] 3. (65). 234—48. 1933. Leningrad, Akademie der Wissenschaften.)

KLEVER.

Alan Newton Campbell und **Louis Slotin**, *Die Systeme a) Ammonium-d-tartrat-Lithium-d-tartrat-Wasser und b) Ammonium-Lithium-d-tartrat-Ammonium-Lithium-l-tartrat-Wasser*. Es werden die ternären Systeme NH_4 -d-Tartrat-Li-d-Tartrat-W. u. NH_4 -Li-d-Tartrat- NH_4 -Li-l-Tartrat-W. bei 0° , 30° u. 60° untersucht. Es tritt bei allen Vers.-Temp. das Doppelsalz $Li_2(NH_4)_2(C_4H_4O_6)_2$ auf; die Stabilität dieses Salzes steigt mit der Temp. Es wurde ferner die Übergangstemp. für $Li_2C_4H_4O_6 \cdot 2 H_2O \rightarrow Li_2 \cdot C_4H_4O_6 + 2 H_2O$ zu $21,67^\circ$ bestimmt. In dem zweiten untersuchten System wurde ein wahres Racemat von der Formel $(NH_4)_2Li_2(C_4H_4O_6)_2 \cdot H_2O$ gefunden. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3961—70. Okt. 1933. Winnipeg, Canada, Departm. of Chem.)

JUZA.

A. N. Terenin, *Elementarprozesse bei chemischen Reaktionen*. Vortragsbericht. Theoret. Betrachtungen über die Elementarvorgänge u. die Zwischenstufen bei chem. Prozessen. (Chem. J. Ser. G. Fortschr. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. G. Uspechi Chimii] 2. 75—77. 1933. Leningrad.)

KLEVER.

Hugh F. Smyser und **Hugh M. Smallwood**, *Die Reaktion zwischen atomarem Wasserstoff und Kohlenstofftetrachlorid*. Vff. teilen einige Beobachtungen über die Natur der Rk.-Prodd. mit, die bei der Einw. von atomarem H auf CCl_4 entstehen. Es wurde bei der Rk. HCl gebildet, ferner auf den Wänden des Rk.-Gefäßes ein festes Prod., das in CCl_4 l. ist, u. sich ohne zu schmelzen etwas unterhalb Rotglut zers.: es enthält etwa 55% Cl. Ferner wurde eine geringe Menge eines leicht flüchtigen Kondensates festgestellt, das bei Berührung mit der Luft explodierte; diese explosive Substanz scheint Mono- oder Dichloracetylen zu sein. Primär wird wahrscheinlich CCl_3 gebildet, das sich unter der Einw. von atomarem H polymerisiert. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3498 bis 3499. Aug. 1933. Cambridge, Massachusetts, Harvard-Univ.) JUZA.

William E. Vaughan, *Die homogene thermische Polymerisation von Isopren*. (Vgl. C. 1933. I. 727.) Die homogene therm. Polymerisation des Isoprens wurde bei 286,5 bis 371° u. Drucken von 212—739 mm untersucht. Die Verss. bei tiefen Temp. ergaben einen Druckabfall, die bei relativ hohen Temp. einen Druckabfall bis zu einem Minimalwert u. dann wieder ein Ansteigen des Druckes. Es ist anzunehmen, daß während des Druckabfalles das Isopren polymerisiert; bei den Temp., bei denen der auf den Druckabfall folgende Druckanstieg beobachtet wurde, ist eine Zers. des gebildeten Polymerisationsprod. anzunehmen. Durch Extrapolation der Messungen auf den Umsetzungsgrad 0 wird die, die Polymerisation überlagernde Zers.-Rk. für die Berechnung der für die Assoziationsrk. geltenden Geschwindigkeitskonstante ausgeschaltet. Bisweilen wird ganz am Anfang der Rk. ein besonders rascher Rk.-Verlauf beobachtet, der wahrscheinlich auf die Anwesenheit sehr geringer Mengen katalyt. wirkender Peroxyde zurückzuführen ist. Die Polymerisation ist, in Übereinstimmung mit den Polymerisationen von $\text{H}_2 + \text{C}_2\text{H}_4$, $2\text{C}_2\text{H}_4$ u. $2\text{C}_4\text{H}_6$ als bimol. Assoziationsrk. aufzufassen, deren Geschwindigkeitskonstante durch die Gleichung

$$k = 2,193 (10^{10}) T^{1/2} e^{-28900/RT}$$

wiedergegeben wird. (J. Amer. chem. Soc. 55. 4109—16. Okt. 1933. Cambridge, Massachusetts, Mallinkrodt Lab., Harvard Univ.) JUZA.

A. A. Balandin, *Zur Theorie der heterogenen Katalyse*. Kurzer Vortragsbericht über die Theorien der Katalyse, insbesondere über die „Multipllett“-Theorie des VI. (Chem. J. Sor. G. Fortschr. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. G. Uspechi Chimii] 2. 69—71. 1933. Moskau.) KLEVER.

S. S. Roginski, *Zur Theorie der heterogenen Katalyse*. Zusammenfassender Vortragsbericht über die molekularen u. intermolekularen Kräfte bei der heterogenen Katalyse. (Chem. J. Ser. G. Fortschr. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. G. Uspechi Chimii] 2. 71—73. 1933. Leningrad.) KLEVER.

J. Franck, *Über den Lösungszustand des Wasserstoffes im Palladium und Hydrierungskatalyse*. Vf. berechnet für die Energie, die bei der Aufnahme eines freien Protons durch Pd frei wird, $\varphi^+ = 10,7 \pm 0,5$ Volt. Dieser Wert ist mehr als doppelt so groß wie die Abtrennungsarbeit φ_e eines Elektrons vom Metall u. fast so groß wie die Ionisierungsspannung des H-Atoms. Hierdurch wird verständlich, daß H_2 im Pd prakt. vollkommen in Protonen u. Elektronen zerfällt. Das Größenverhältnis zwischen φ^+ u. φ_e deutet Vf. in Analogie zur DEBYESchen Theorie der starken Elektrolyte durch Schwarmbildg. der Elektronen um die Protonen. Ferner deutet Vf. das große Aufnahmevermögen von Pd für H_2 dadurch, daß hier für die Absorptionswärme Q des H_2 als algebraische Summe mehrerer großer Energiebeträge ein Wert herauskommt, der gerade noch über Null liegt. Wenn Q schwach negativ ist, so hat man eine merkliche H_2 -Aufnahme erst bei höheren Temp. zu erwarten, wie sie bei Pt, Fe u. Ni auftritt. Vf. bringt dies in Zusammenhang mit den Hydrierungskatalysen. (Nachr. Ges. Wiss. Göttingen. Math.-physik. Kl. 1933. 293—96. 15. Sept. Göttingen.) ZEISE.

W. Marx, *Zur Kenntnis der Zersetzung aliphatischer Äther durch heterogene Katalyse*. Die durch das entstehende W. gehemmte u. die ungehemmte Zers. der Dämpfe aliphat. Äther an Bauxit wird bei Drucken unter 20 mm Hg u. höheren Belegungsichten untersucht; ebenso die Abreaktion adsorbierter Ätherfilme bei kleineren Belegungsichten. Die Adsorptionsverhältnisse u. die verschiedenen Stadien des Rk.-Ablaufs werden diskutiert, ferner Rk.-Ordnung, akt. Oberfläche u. Aktivierungswärme berechnet. Der Zerfall von $\text{C}_3\text{H}_7\text{OC}_2\text{H}_5$ wird als Folge-Rk. gedeutet. (Z. physik. Chem. Abt. B 23. 33—57. Okt. 1933. Karlsruhe, Phys.-chem. Inst. d. Techn. Hochschule.) ZEISE.

L. A. Ginsel und **L. S. Ornstein**, *Die optische Bestimmung der Diffusionskonstante für Natrium*. Durch Intensitätsmessungen an einer Na-Flamme ($T = 2100^\circ$

absol.) finden die Vff. für die Diffusionskonstante des Na-Atoms den Mittelwert $D = 3,24$ u. hieraus für den gaskinet. Radius $2,4 \cdot 10^{-8}$ cm. (Z. Physik **84**. 276—81. 31/7. 1933. Utrecht, Phys. Inst. d. Univ.)

ZEISEL.

William D. Urry, *Weitere Untersuchungen über die Edelgase. II. Die Diffusion von Helium durch kristalline Substanzen und der Molekularfluß durch Gesteine.* (I. vgl. C. **1933**. I. 195.) Es wurde festgestellt, daß He durch 1 mm starke Wände von Bi u. Fe-Rohren nicht diffundiert. Bei den Verss. mit Bi wurden Drucke bis zu 134 mm u. Temp. von 120° angewendet; bei den Fe-Rohren $620-700^{\circ}$ u. Drucke bis 200 mm; Vers.-Dauer betrug bis zu 15 Stdn. Wenn das Gas durch elektr. Entladung angeregt wurde, diffundierte etwas durch das Bi. Eine Absorption von He an Stahl bei Zimmer-temp. konnte nicht festgestellt werden. Es wurde ferner die Abgabe von He aus Basaltproben, die unmittelbar nach ihrer Gewinnung in Glas eingeschmolzen worden waren, untersucht. Die He-Abgabe ist sehr gering u. kann in keiner Weise mit der He-Abgabe radioakt. Mineralien verglichen werden. Ferner wurde gezeigt, daß man aus der Strömungsgeschwindigkeit des He durch verschiedene Mineralien Schlüsse auf die Struktur dieser Mineralien ziehen kann. Durch Quarzkrystalle diffundiert He nicht. (J. Amer. chem. Soc. **55**. 3242—49. Aug. 1933. Cambridge, Massachusetts, Res. Lab. of Physical Chem., Inst. of Technol.)

JUZA.

Victor Lombard und Charles Eichner, *Diffusion von Wasserstoff durch Palladium. Einfluß des Druckes, der Temperatur und des Reinheitszustandes des Metalles.* Es wurden Diffusionsmessungen mit 4 handelsüblichen Pd-Bleichen gemacht, die durch längeres Erhitzen auf 500° in ihren „n. Diffusionszustand“ versetzt waren (vgl. C. **1933**. I. 2069). Der H_2 diffundierte in ein Vakuum oder in ein Gefäß mit H_2 unter geringerem Druck. Die Ergebnisse sind nicht ganz einheitlich, daher besser im Original nachzulesen. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. **196**. 1998—99. 26/6. 1933.)

SKALIKS.

Gaetano Castelfranchi, *Physique moderne. Exposé synthétique et méthodique de la physique d'aujourd'hui et des travaux théoriques et expérimentaux des plus grands physiciens contemporains.* Paris: Le François 1933. (660 S.) Br.: 75 fr.

Jean Duval, *Le problème de chimie. Recueil de problèmes inédits avec leurs solutions. Lois générales, métalloïdes, chimie organique.* Paris: Le François 1933. (116 S.) Br.: 14 fr.

[russ.] **Iwan Alexejewitsch Kablukow**, *Die Anwendung der Phasenregel auf gesättigte Salzlösungen.* Leningrad: Goschimtechisdat 1933. (II, 168 S.) Rbl. 2.50.

A₁. Atomstruktur. Radiochemie. Photochemie.

L. F. Bates, *Physik.* (Vgl. C. **1933**. II. 1134.) Fortschrittsbericht. Die Verss. zur Erzielung tiefster Temp.; das Beispiel einer vollständigen Analogie zwischen elektr. u. mechan. Schwingungen; das Perminvarproblem. (Sci. Progr. **28**. 279—84. Okt. 1933. London, Univ. Coll.)

LESZYNSKI.

J. J. Thomson, *Über ein Modell für das elektrische Feld und das Photon.* Vers. einer neuen Äthervorstellung, wobei die Ätherkorpuskeln (granules) von fast unendlich kleiner Ausdehnung u. M. gegenüber Elektronen ($\sim 10^{10}$ -mal kleiner) angenommen werden. Der Begriff der Korpuskel (Elektron, Proton) wird mit Wirbelfäden, der Begriff des Lichtquants (Photon) mit Wirbelringen in diesem „granules-Gas“ in Zusammenhang gebracht. (Philos. Mag. J. Sci. [7] **16**. 809—45. Okt. 1933.)

KOLLATH.

James A. Darbyshire, *Inneres Potential der Metalle.* Die Brechung der Elektronen infolge eines inneren Potentials wird nachgewiesen, wenn schnelle Elektronen an den Spaltflächen von Zn u. Sb reflektiert werden. Die Verss. lassen sich nur mit sehr gut gewachsenen Einkrystallflächen durchführen. Die Werte für das innere Potential sind für Sb 12 V u. für Zn 15,5 Volt. Reflexionen mit u. ohne inneres Potential kommen gleichzeitig vor. An Bi u. Te wurde keine Brechung gefunden. (Philos. Mag. J. Sci. [7] **16**. 761—75. Okt. 1933.)

RUPP.

D. A. Richards, *Elektronenbeugung an Pt-Asbest.* Die Beugungsbilder an Pt-Asbest wurden in Abhängigkeit von der aufgetragenen Pt-Menge untersucht. Die Pt-Struktur erschien aber auch bei einem hohen Grad der Platinierung nicht. Es werden mögliche Gründe für dieses Verh. besprochen. (Philos. Mag. J. Sci. [7] **16**. 778—87. Okt. 1933.)

RUPP.

L. O. Brockway und Linus Pauling, *Elektronenbeugungsuntersuchung der Molekülstruktur von Methylazid und Kohlenstoffdioxid.* Mittels Elektronenbeugung wird für Methylazid das folgende Modell erschlossen: $H_3C-N=N=N$, wenn die an-

1,47 1,26 1,10

geschriebenen Zahlen die Abstände in Å angegeben. Der Winkel der Azidgruppe beträgt $135 \pm 15^\circ$. Das Modell ist eben. Das Modell für Kohlensuboxyd wird zu $O=C=C=C=O$ gefunden mit den Abständen $C=O$ 1,20 Å u. $C=C$ 1,30 Å. (Proc. Nat. Acad. Sci., U. S. A. 19. 860—67. Sept. 1933.) RUPP.

Jean Perrin, *Bemerkungen über das Neutron*. Vor der Entdeckung des Positrons ist das Neutron als ein Komplex von einem Proton u. einem Elektron betrachtet worden. Die Vers. über die Zertrümmerung von B u. Al durch α -Teilchen haben zu der Annahme geführt, daß das Neutron ein eigener Kernbestandteil ist im Gegensatz zum Proton, das als eine Verb. von einem Neutron u. einem Positron aufzufassen ist. Diese Annahme erklärt die Tatsache, daß die Anziehung des Positrons durch das Neutron wahrscheinlich nicht dem COULOMBSchen Gesetz folgt u. daß das Neutron keine Affinität für das negative Elektron besitzt. Die Affinität des Neutrons für das Positron ist dagegen sehr stark. Fängt das Positron 2 Neutronen ein, so entsteht ein sogenanntes Halb- α -teilchen, dessen Existenz als wahrscheinlich angenommen wird. Allgemein gilt, daß jeder Kern aus Neutronen u. Positronen besteht, die als Kernteile, wie z. B. das Proton oder das Halb- α -teilchen, miteinander verbunden sind. Trotz seiner positiven Ladung kann ein Kern weder Elektronen absorbieren noch enthalten. Für die β -Radioaktivität wird angenommen, daß das ausgesandte Elektron nicht vorher im Kern existiert, sondern daß es zu gleicher Zeit wie ein positives Elektron gebildet wird, u. zwar infolge einer inneren oder äußeren Kernenergie. Das gebildete Positron verbindet sich mit einem Neutron des Kerns, während das β -Elektron ausgesandt wird. Die Einfachheit des Neutrons verträgt sich mit der Tatsache, daß die Sterne im Laufe ihrer weiteren Umbldg. den größten Teil ihrer Anfangsmasse verlieren. Außerdem muß angenommen werden, daß, falls die M. eines Sterns aus Neutronen zusammengesetzt ist, diese Neutronen für die spontane Umwandlung in γ -Quanten verantwortlich sind. Unter Berücksichtigung der Tatsache, daß das Neutron ein magnet. Moment besitzt, kann das plötzliche Verschwinden dieses magnet. Feldes mit gleichzeitigem Auftreten von durchdringenden γ -Quanten die Verdampfung der Sterne in Licht erklären. Der umgekehrte Vorgang, das ist die Bldg. von Neutronen aus γ -Quanten, ist weniger wahrscheinlich. Außerhalb der Sterne im Vakuum ist viel Materie zerstreut, u. zwar in Form von ionisierenden Atomen u. in Form von α -Teilchen, Halb- α -teilchen, Protonen u. endlich von freien Neutronen. Die Vernichtung dieser Neutronen wird mit einigen Erscheinungen der Höhenstrahlung in Verb. gebracht. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 197. 628—31. 25/9. 1933. Paris.) G. SCHMIDT.

B. M. Sen, *Das Neutron in der Quantenmechanik*. Mit Hilfe der DIRACschen Relativitätsgleichung wird gezeigt, daß das Neutron in das Schema der wellenmechan. Theorie eingereiht werden kann. Die DIRACsche Einschränkung der Quantenzahlen auf ganze Werte beruht auf der Gleichförmigkeit der Wellenfunktion. Diese Bedingung ist in den Berechnungen des Vf. ein wenig gelockert worden. Es scheint, daß halbe Quantenzahlen tatsächlich zulässig sind. (Nature, London 132. 518. 30/9. 1933. Calcutta, Presid. Coll.) G. SCHMIDT.

I. Curie und F. Joliot, *Materielektronen und Umwandlungselektronen*. (Vgl. C. 1933. II. 1832.) Die Nebelkammeraufnahmen über die COMPTON-Elektronen der γ -Strahlen, die zusammen mit der Neutronenemission des Be auftreten, haben ergeben, daß die komplexe Strahlung aus Neutronen u. γ -Quanten die Emission von positiven Elektronen hervorruft. An Hand früherer Messungen ist die Verteilung der positiven u. negativen Elektronen, deren Energie in der Größenordnung von 10^6 eV liegt, bestimmt worden. Als Strahler ist Pb benutzt worden. Die Anzahl der positiven Elektronen in bezug auf die Anzahl der negativen Elektronen wächst mit dem At.-Gew. des Strahlers. Es werden Absorptionsmessungen der auf den Pb-Strahler fallenden Strahlung angestellt, um die Eig. der für die positive Elektronenemission maßgeblichen Strahlung festzustellen. Anschließend wird gezeigt, daß die γ -Strahlung des ThC'' mit einer Energie von $2,65 \cdot 10^6$ V positive Elektronen hervorruft, wenn sie auf Pb trifft. Das Verhältnis der positiven Elektronen zu den negativen Elektronen ist ungefähr 8% . Die Energieverteilung der positiven Elektronen erfährt einen Abfall bei 800000 eV. Die Emission der positiven Elektronen läßt sich unter der Annahme verstehen, daß ein γ -Strahl im Augenblick eines Zusammenstoßes mit einem Kern sich in ein positives u. negatives Elektron umwandelt. Bei diesem Prozeß wird eine Energie von $1,02 \cdot 10^6$ eV absorbiert, während die Restenergie den beiden Elektronen u. in einigen Fällen einem γ -Quant geringer Energie übermittelt wird. Diese Erscheinung kann die Kernabsorption der γ -Strahlen völlig erklären. Andererseits werden positive Elektronen beobachtet

bei der Umwandlung bestimmter leichter Elemente durch α -Teilchen. Diese Elemente senden auch Protonen u. Neutronen aus (A1 u. B). Es wird angenommen, daß die Emission eines Protons in bestimmten Fällen durch die eines Neutrons u. eines positiven Elektrons ersetzt werden kann. In Verb. mit dieser Annahme werden einige Beobachtungen über die evtl. Komplexität des Protons u. der M. des Neutrons angestellt. (J. Physique Radium [7] 4. 494—500. Aug. 1933. Paris.) G. SCHMIDT.

J.-D. Cockcroft, *Die Zertrümmerung von Elementen durch Protonen großer Geschwindigkeit*. Vf. gibt eine kurze zusammenfassende Beschreibung seiner Verss. über die Zertrümmerung leichter Elemente durch stark beschleunigte Protonen. Für die Umwandlung von Li gilt folgende Rk.: $\text{Li}^7 + \text{Proton} = \text{He}^4 + \text{He}^4$. Anschließend werden Absorptionskurven des Li für die kleinen Reichweiten der α -Teilchen mitgeteilt. Es liegen 2 Hauptgruppen von α -Teilchen vor, deren Energien sich auf 3 bzw. $8,6 \cdot 10^6$ V belaufen. Bei der Zertrümmerung des B ist festgestellt worden, daß bei Spannungen von 250 bis 500 KV mehr α -Teilchen erhalten werden als mit Li unter den gleichen Vers.-Bedingungen. Dieses Ergebnis stimmt mit der Annahme überein, daß der Kern des B-Isotops 11 in 3 α -Teilchen auseinanderfällt. Bei der Beschießung von Elementen der Art $4n$, $4n + 1$ u. $4n + 3$ sind ebenfalls α -Teilchen festgestellt worden. Abschließend werden einige astrophysikal. Schätzungen gegeben. Wird die Temp. eines Sternes zu $50 \cdot 10^6$ ° angenommen, so wird eine sehr große Anzahl von Zertrümmerungen stattfinden. Eine einfache Rechnung zeigt, daß bei der gegebenen Temp. Li u. B vollständig in Zeiten, die in der Größenordnung von $1 \cdot 10^6$ Jahren liegen, verschwinden müssen, wenn es keine entsprechenden Aufbauprozesse gibt. (J. Physique Radium [7] 4. 421—26. Aug. 1933. Cambridge.) G. SCHMIDT.

A. Eckardt, R. Gebauer und H. Rausch von Traubenberg, *Die bei der Lithiumzertrümmerung auftretenden Strahlungen*. Bereits früher mitgeteilte Unterss. (C. 1933. I. 3274; II. 986) über die künstliche Umwandlung des Li-Kerns durch Protonen haben eine Emission von γ -Strahlen ergeben. Mit verbesserten Hilfsmitteln wurden diese Verss. wiederholt u. eine Abschätzung der Härte der γ -Strahlen wird vorgenommen. Durch Verwendung von Fe gelingt es, den durch die Li-Strahlung hervorgerufenen Effekt allein zu messen. Durch Zwischenschalten verschieden dicker Pb-Schichten wurde als Hauptanteil eine weiche Komponente nachgewiesen, deren Intensität durch etwa 0,3 mm Pb auf die Hälfte geschwächt wurde. Bei einer maximalen Röhrenspannung von 58 KV u. einem Röhrenstrom von $1 \cdot 10^{-3}$ Amp. wurden bei 1 mm Pb etwa 3 Quanten pro Min. gezählt. In einer besonderen Meßreihe wurde die von der Röhre gelieferte Röntgenstrahlung gesondert untersucht u. ihre Härte durch Absorptionsmessungen bestimmt. Wurde Fe in den Kanalstrahl gestellt, so ergaben sich bei gleichen Absorbern u. gleichen Betriebsbedingungen etwa 14 Röntgenstrahlquanten pro Min. Die Halbwertsdicke betrug etwa 0,1 mm. Außerdem zeigte sich bei den Messungen mit Li beim Zwischenschalten von großen Absorberdicken bis zu vielen cm Pb wieder ein Ansteigen der im Zählrohr nachweisbaren Quanten. Vff. nehmen an, daß die weichen Komponenten der Strahlung auf geringe Energiedifferenzen der α -Teilchen zurückzuführen sind. (Naturwiss. 21. 694. 22/9. 1933. Kiel, Inst. f. Experimentalphysik.) G. SCHMIDT.

E. Stahel und H. Ketelaar, *Wechselwirkung von γ -Strahlen und Atomkernen*. (Vgl. C. 1933. II. 1475.) Die Absorptions- u. Streuverss. verschiedener Autoren haben gezeigt, daß neben den bereits bekannten Wechselwrgg. von γ -Strahlen u. Materie noch eine direkte Wechselwrgg. von γ -Strahlen u. Atomkernen besteht. Vff. versuchen die Art dieser Wrgg. näher zu bestimmen. Als Strahlenquelle stand 1,609 mg Ra im Gleichgewicht mit seinen Folgeprod. zur Verfügung. Werden Schichten mit hohem At.-Gew. durch γ -Strahlen angeregt, so streuen diese Schichten eine Strahlung, die härtere Komponenten als diejenigen, die von der Elektronenstreuung herrühren, umfaßt. Die gestreute Strahlung wird nach der Ionisationsmethode mit Hilfe einer Druckionisationskammer untersucht. Aus den Ergebnissen kann geschlossen werden: 1. daß die durch Po gestreute Strahlung weicher als die primäre Strahlung ist u. aus 2 monochromat. Strahlungen mit $\lambda = 17$ X-Einheiten u. 31 X-Einheiten besteht; 2. daß die Streustrahlung für Messing u. Fe noch weicher ist u. je eine Komponente besitzt, deren Wellenlänge 23 bzw. 22 X-Einheiten ist. Aus der gesamten Streustrahlung durch das Pb wird ein Kernabsorptionskoeff. von $0,17 \cdot 10^{-25}$ qcm/Elektron gefunden. Für Fe beläuft sich dieser Wert auf $0,034 \cdot 10^{-25}$. Die experimentellen sowie theoret. Unterss. der Vff. führen zu folgenden allgemeinen Schlüssen: Die Intensität der Streustrahlung durch ein sehr leichtes Element (z. B. Al) entspricht der COMPTON-Strreuung,

die sich theoret. angeben läßt. Bei den schwereren Elementen wird ein größerer Teil der einfallenden Strahlung absorbiert; es findet auch eine stärkere Streuung statt. Die Messung dieses Überschusses liefert eine Best. der Größenordnung der Kernabsorption u. der photoelektr. Absorption. Im Falle von Pb wird der Anteil der einzelnen Absorptionseffekte bestimmt. (J. Physique Radium [7] 4. 460—85. Aug. 1933. Brüssel, Ecole polytechnique.) G. SCHMIDT.

Pierre Curie und M.-P. Savel, *Über die Emission von γ -Strahlen des Actiniums und seiner Folgeprodukte*. Mit einer starken Strahlenquelle u. einer empfindlichen Meßapparatur wurden Absorptionsmessungen mit Pb-Schichten durchgeführt. Die Anzahl der pro Sek. umgewandelten Atome für jedes Folgeprod. von Ac war etwa $8 \cdot 10^9$. Als Meßinstrument diente ein HOFFMANN-Elektrometer in Verb. mit einer Ionisationskammer, letztere enthielt Ar bis zu 30 at. Die Verss. erfolgten bei Drucken von 1, 5, 10, 15, 20, 25 u. 30 at u. bei gesamten Absorberdicken von 4,6 u. 10,6 cm Pb. Der mittlere Massenabsorptionskoeff. betrug 0,076. Eine noch stärker durchdringende Strahlung wurde nicht angezeigt. Zum Vergleich wurde die Absorption der γ -Strahlen von RaC mit der gleichen Anordnung untersucht. Der mittlere Massenabsorptionskoeff. ergab sich zu 0,047. Aus den Verss. wird geschlossen, daß die durchdringendste γ -Strahlung für AcC u. seine Folgeprod. eine geringere Frequenz als die durchdringendsten γ -Strahlen von RaC besitzen. Die Strahlengruppe mit dem Absorptionskoeff. von 0,076 entspricht einer Wellenlänge von etwa 13 X-Einheiten u. einem Energiegebiet in der Größenordnung von 10^6 Volt. (J. Physique Radium [7] 4. 457—58. Aug. 1933. Paris.) G. SCHMIDT.

Irène Curie und F. Joliot, *Untersuchungen über die Ultrastrahlung auf der wissenschaftlichen Station des Jungfraujoches*. Die Unterss. der Höhenstrahlung bezwecken den Nachweis der Emission von Atomkernen, wie sie in ähnlicher Weise von der durch α -Teilchen in Be u. B hervorgerufenen, stark durchdringenden Strahlung festgestellt worden ist. Unter der Annahme, daß die Höhenstrahlung zu einem Teil aus Neutronen besteht, müssen herausgeschleuderte Kerne beobachtet werden, die stark ionisierende Bahnen besitzen. Bei den Verss. werden Schichten verschiedener Substanzen über der Meßkammer angebracht. Als Meßinstrumente dienten empfindliche Elektrometer von WULF u. POHL. Es wurden große Schwankungen des Ionisationsstromes an verschiedenen Tagen u. im Laufe eines Tages an beiden App. beobachtet. Bei den Verss. mit den verschiedenen Schichten über der Kammer wurde in allen Fällen der gleiche Ionisationsstrom gefunden, mit Ausnahme der Substanzen, die radioakt. Verunreinigungen enthielten. Geprüft wurden folgende Substanzen: Cellophan, Paraffin, Li, Be, B, Mg, CaF, Al, Si, Cu, Zn, Ag, Pb u. Bi. Aus den gesamten Verss. kann geschlossen werden, daß die Höhenstrahlung nicht überwiegend aus Neutronen besteht. Dieser Befund ist in Übereinstimmung mit früheren Ergebnissen über die Veränderung der Höhenstrahlung mit der Breite, woraus gefolgert werden muß, daß es sich um geladene Teilchen, wahrscheinlich Elektronen, handelt. (J. Physique Radium [7] 4. 492—93. Aug. 1933. Paris.) G. SCHMIDT.

Walter Kramer, *Die Absorption der durchdringenden Strahlung in Wasser und die Analyse der Absorptionsfunktion*. Vf. beschreibt Absorptionsmessungen der Höhenstrahlung im W. des Alpsees bis 230 m Tiefe. Die so gewonnene von der W.-Oberfläche bis zu dieser Tiefe reichende Absorptionsfunktion wird dann eingehend analysiert. Unter Hinzunahme der REGNERSchen Messungen am Bodensee wird diese Analyse nach einer neuen Methode durchgeführt. Die Füllung der Ionisationskammer mit CO₂ hatte eine D. von 0,0683 g/ccm. Der Druck der CO₂-Füllung lag bei den tiefsten Meßtemp. immer noch 15 at unterhalb des Sättigungsdruckes. Die gemessene Absorptionskurve setzt sich zusammen aus dem von der durchdringenden Strahlung u. dem von der radioakt. Luftstrahlung herrschenden tiefenabhängigen Teil u. der Restionisation. Die radioakt. Luftstrahlung wird schon in ganz geringer Wassertiefe vollkommen absorbiert. Die Analyse ergibt 4 Komponenten, deren Summe die gemessene Funktion im ganzen Bereich von 1,8—230 m Wassertiefe innerhalb der gemessenen Fehlergrenzen darstellt. Ferner wird aus dem Ionisationsstrom die Zahl der Impulse berechnet u. in guter Übereinstimmung mit den Zahlen gefunden, die bereits mit dem Zählrohr im Bodensee festgestellt wurden. Schließlich folgt eine Aufstellung der Energiewerte u. Wellenlängen der Komponenten, die sich auf Grund der von KLEIN u. NISHINA gegebenen Theorie der Wellenstreuung an freien Elektronen ergeben. (Z. Physik 85. 411—34. 23/9. 1933. Stuttgart, Techn. Hochschule.) G. SCHMIDT.

Ernst Lenz, *Durchdringungsvermögen und Absorptionskoeffizient der Ultrastrahlung*. Allgemein wird das Durchdringungsvermögen einer Strahlung als der reziproke Absorptionskoeff. oder als die mittlere Reichweite $R_m = 1/\mu$ definiert. Unter Berücksichtigung der Streustrahlung ergibt sich dagegen für den Zusammenhang zwischen Absorptionskoeff. u. Durchdringungsvermögen die Beziehung $R_m = 3,1/\mu$. Dadurch werden einige Widersprüche zwischen Absorptionskoeff. u. Durchdringungsvermögen der Ultrastrahlung aufgeklärt. (Z. Physik 85. 435—38. 23/9. 1933. Stuttgart, Techn. Hochschule.)

G. SCHMIDT.

P. Pfundt, *Druckabhängigkeit der Restionisation bei Ultrastrahlungsmessungen*. (Vorläufige Mitt.) Bei allen Messungen der Ultrastrahlung mit Ionisationskammern ist die genaue Kenntnis der sogenannten Restionisation von großer Bedeutung. Dieses gilt besonders für Absorptionsmessungen, bei denen hinter 200 u. mehr m W.-Schicht nur noch sehr kleine Intensitäten der Ultrastrahlung vorhanden sind. Vf. untersucht die Druckabhängigkeit der Restionisation in einer Hochdruckionisationskammer mit CO_2 . Die Messungen erstrecken sich über einen längeren Zeitraum. Die erhaltene Kurve ergibt ein klares Bild der Druckabhängigkeit. Nach dieser Kurve setzt sich die Restionisation zusammen aus der Restionisation der Kammer u. der des Elektrometers. Die Apparatur wurde im Bodensee in 235 m W.-Tiefe versenkt. Die Bodenstrahlung war durch 15 m W. abgeschirmt. Die Deutung der Kurve ist folgende: Zwischen dem Druck 0 u. etwa $\frac{1}{3}$ at steigt der Strom mit wachsendem Druck an, dann macht sich das nach der JAFFÉ'schen Theorie der Kolonnenionisation zu erwartende, mit steigendem Druck rasch größer werdende Defizit der Sättigung bemerkbar. Die Kurve nimmt daher zunächst rasch u. später etwa von 4 at an aufwärts langsamer ab. Der langsame Abfall rührt von einer β -Strahlenrestionisation her, die langsam mit steigendem Druck ebenfalls unterdrückt wird. Die Druckabhängigkeit der Restionisation muß wegen ihrer Beeinflussung durch Kammergröße, Kammerform u. Füllgas für jede Ionisationskammer gesondert experimentell bestimmt werden. (Z. Physik 85. 439—41. 23/9. 1933. Stuttgart, Techn. Hochschule.)

G. SCHMIDT.

E. Körner, *Zur Druckabhängigkeit der Restionisation*. Nach der vorst. ref. Arbeit von PFUNDT steigt der Reststrom mit zunehmendem Druck erst steil an, erreicht ein Maximum noch unterhalb 1 at, um dann in komplizierterer Weise wieder abzunehmen. Die Aufnahme von Druckionisationskurven in zylindr. Kammern, deren Innenwand mit verschiedenen radioakt. Stoffen belegt ist, liefert eine eindeutige Erklärung für den von PFUNDT festgestellten eigenartigen Verlauf der Druckabhängigkeit der Restionisation. Bei einem Wandbelag von U_3O_8 treten 2 Maxima in den Druckionisationskurven auf. Durch Abschirmung der α -Teilchen u. der weichen β -Strahlen bleibt allein das schwächere β -Maximum übrig, während umgekehrt bei einem nur α -Teilchen emittierenden Po-Wandbelag nur das stärkere α -Maximum erscheint. Form u. Lage der Maxima finden ihre Erklärung durch rechner. Überlegungen, die die Druckabhängigkeit der Kolonnenionisation nach JAFFÉ u. diejenige der in der Kammer effektiv ausgenützten Strahlung berücksichtigen. (Z. Physik 85. 442—47. 23/9. 1933. Stuttgart, Techn. Hochschule.)

G. SCHMIDT.

Josef A. Priebisch, *Druckabhängigkeit der Restionisation*. In den vorst. ref. Arbeiten von PFUNDT u. KÖRNER ist die Druckabhängigkeit der Restionisation in ziemlich großen zylindr. Ionisationskammern mit stiftförmiger Innenelektrode untersucht worden. Vf. untersucht in Ergänzung zu den bereits ausgeführten Messungen die Druckabhängigkeit natürlicher Restionisation in einem druckfest ausgearbeiteten KOLHÖRSTER'schen Strahlungsapp. aus Deltametall an den Gasen Luft u. Ar. Die Druckabhängigkeit in einem solchen App. ist etwas anders als die von den genannten Autoren aufgefunden, sie zeigt aber im wesentlichen die in der Arbeit von KÖRNER (vgl. vorst. Ref.) besprochenen charakterist. Merkmale. Die Verschiedenheit der Druckabhängigkeit bei den verwendeten Gasen ist auf Grund der verschiedenen D.D. u. Sättigungsverhältnisse zu erklären. (Z. Physik 85. 448—50. 23/9. 1933. Stuttgart, Techn. Hochschule.)

G. SCHMIDT.

N. D. Borissow, *Berechnungsmethode von Röntgenspektrogrammen*. Methode zur Ermittlung der Wellenlängen von Röntgenspektrogrammen. (Ukrain. chem. J. [ukrain.: Ukrainski chemitschni Shurnal] 7. Wiss. Teil 84—93. 1932. Ukrain. staatl. Inst. f. angew. Chem.)

KLEVER.

H. M. Evjen, *Eine neue Analyse von Slaters Kompressibilitätsdaten*. Die Analyse der SLATER'schen Kompressibilitätswerte für die Alkalihalogenide (C. 1924. II. 147) zeigt, daß den Abstoßungskräften zwischen den Ionen eine gemeinsame Kraftfunktion

zugeordnet werden kann. Da die Gitterkonstanten der Alkalihalogenide ziemlich stark differieren, hat die abgeleitete Funktion einen großen Anwendungsbereich. Es wird angenommen, daß die Abstoßungskräfte im wesentlichen nur durch diejenigen Teile der Atome bedingt sind, die in unmittelbarer Nachbarschaft liegen; d. h. die Kräfte sind weniger durch die Abstände der Atomzentren als vielmehr der Atomgrenzen gegeben. — Von allen mit SLATERS Daten verträglichen Kraftfunktionen ist die vom Vf. abgeleitete am wenigsten günstig für die Bldg. einer Sekundärstruktur. (Physic. Rev. [2] **44**. 491—500. 15/9. 1933. California Inst. of Technol.) SKALIKS.

H. M. Evjen, *Ein Beitrag zur Theorie der heteropolaren Krystalle*. Es wird gezeigt, daß das Versagen der Theorien bei der Erklärung der Stabilität der Krystalle nicht am Kraftgesetz liegen kann. Daraus ergibt sich erneut, daß die von ZWICKY postulierten „cooperative actions“ u. damit die Sekundärstruktur als notwendige Bestandteile einer jeden Theorie des festen Zustands angesehen werden müssen. Für eine bestimmte Art der Abweichung vom Idealzustand („Reststrahltypus“; das ganze negative Gitter wird in gewissen Bereichen gegen das positive verschoben) ergibt sich eine Energieänderung, die größenordnungsmäßig gleich der Schmelzwärme ist. Auch die photoelektr. Eigg. sprechen für die physikal. Realität einer solchen Verschiebung. Die Instabilität der Idealkrystalle gegen diese Änderung führt zur Ausbildg. der Sekundärstruktur, deren Existenz Vf. als Arbeitshypothese für alle Krystalle annimmt. Die Hypothese gestattet eine Erklärung des Dublettcharakters der Reststrahlen kub. Krystalle u. die Ableitung einer verbesserten Form des LINDEMANNschen Gesetzes. (Physic. Rev. [2] **44**. 501—09. 15/9. 1933.) SKALIKS.

G. Beck und P. Wenzel, *Über die Streuung und Absorption elektromagnetischer Strahlung durch eine kleine Kugel*. Es wird die Streuung u. Absorption einer Lichtwelle durch eine kleine absorbierende Kugel berechnet u. der Versuch gemacht, das Ergebnis dieser Rechnung zur Diskussion der Streuung u. Absorption durch Atome u. Atomkerne zu verwenden. (Z. Physik **84**. 335—55. 31/7. 1933. Prag, Inst. f. theoret. Physik d. Deutschen Univ.) ZEISE.

Y. Mayor, *Die Spektrallinien und ihre astronomischen Anwendungen*. I. Die Konstitution der Atome und die Spektrallinien. Allgemeinverständlich. (Nature, Paris 1933. 297—300. 1/10.) LESZYNSKI.

Chr. Füchtbauer und F. Gössler, *Verschiebung und unsymmetrische Verbreiterung von Absorptionslinien durch Fremdgase*. Unters. über die Veränderungen der Cs-Absorptionslinien 4555 Å u. 3876 Å durch reine Gase (He, Ne, A u. N₂) von 4 bis 5,5 at Druck bei Temp. von 125 bzw. 180° ergaben, daß hierdurch ein dem Druck proportionale Verschiebung der Linien sowohl nach Rot als auch nach Violett bewirkt wird u. daß der Charakter der Unsymmetrie in 2 Fällen vom Rot (für 4555 Å) zum Violett (für 3876 Å) wechselt; in einem dieser Fälle (Ne) wechselt auch die Verschiebungseinrichtung in diesem Sinne. Alle Störungen wachsen im allgemeinen nach den höheren Seriengliedern zu. (Naturwiss. **21**. 675—76. 15/9. 1933. Rostock, Physik. Inst. d. Univ.) ZEISE.

H. Schüler und H. Westmeyer, *Zum Isotopenverschiebungseffekt*. Bei Cd II werden mit Hilfe von Hyperfeinstrukturunters. die Terme $d^9 s^2 m^2 D^1_{1/2}$, 1_2 festgelegt. Bei Übergängen, an denen diese Terme beteiligt sind, treten Isotopenverschiebungen auf. Ein Vergleich der entsprechenden Verschiebungen bei Cu I, Zn II, Cd II u. Hg II zeigt, daß sich die Verschiebungsrichtung zwischen Zn II u. Cd II derart ändert, daß bei Cu I u. Zn II die schwereren Isotope den größeren, bei Cd II u. Hg II jedoch den kleineren Termwert besitzen. Ferner wird das vollständige Strukturbild der Linie λ 3261 angegeben. (Z. Physik **82**. 685—89. 30/5. 1933. Potsdam.) ZEISE.

James Curry und G. Herzberg, *Erweiterung des sichtbaren Absorptionssystems von NO₂ nach längeren Wellenlängen*. Die außergewöhnliche Kompliziertheit des sichtbaren Absorptionsbandensystems von NO₂, die eine Schwingungs- u. Rotationsanalyse bisher unmöglich gemacht hat, kann so gedeutet werden, daß gemäß dem FRANCK-CONDONschen Prinzip hauptsächlich die höheren Schwingungsstufen des oberen Zustandes angeregt sind. Die hiernach zu erwartende Fortsetzung u. Vereinfachung des Bandensystems nach längeren Wellen bei genügend dicker Absorptionsschicht ist von den Vff. tatsächlich gefunden worden; es handelt sich hierbei um nicht überlagerte Banden, die sich von etwa 8900 Å nach kürzeren Wellenlängen erstrecken u. die derzeit näher untersucht werden. (Nature, London **131**. 842. 10/6. 1933. Darmstadt, Physik. Inst. d. Techn. Hochschule.) ZEISE.

Roland Schaffert, *Die ultraroten Absorptionsspektren des NO₂ und N₂O₄*. Die

ultraroten Absorptionsspektren des Gleichgewichtes $2\text{NO}_2 \rightleftharpoons \text{N}_2\text{O}_4$ werden im fl. u. gasförmigen Zustand mit einem LEISSCHEN Prismenspektrometer aufgenommen. Im Gas werden bei 3,3, 3,89, 5,7, 6,14, 7,28, 7,85, 13,3 u. 15,6 μ u. in der Fl. bei 3,65 u. 5,7 μ Absorptionsmaxima gefunden. Durch Aufnahme des Gases bei 150° läßt sich zeigen, daß die Banden bei 3,89, 5,7, 7,85 u. 13,3 μ dem N_2O_4 u. die Banden bei 3,3, 6,14, 7,28 u. 15,6 μ dem NO_2 zugehören. (J. chem. Physics 1. 507—11. Juli 1933. Cincinnati, Univ.)

DADIEU.

T. L. de Bruin, C. J. Humphreys und William F. Meggers, *Das zweite Spektrum von Krypton*. Vff. messen die Wellenlängen u. schätzen die Intensitäten von 1050 Linien des Spektrums von Kr^+ zwischen 2080 Å im Ultraviolett u. 10660 Å im Ultrarot. 71% dieser Linien werden als Kombinationen von 128 Energietermen klassifiziert u. zum größten Teil mit Quantenzahlen u. Elektronenkonfigurationen identifiziert. Ferner werden 51 Linien zwischen 576 Å u. 965 Å als Übergänge von angeregten zu n. Zuständen gedeutet. Das n. Kr^+ besitzt eine $s^2 p^5$ -Elektronenkonfiguration, die durch einen 2P -Term dargestellt wird, dessen Aufspaltung 5371 cm^{-1} beträgt; für die untere Komponente des Grundterms wird der Absolutwert 198182 cm^{-1} abgeleitet entsprechend einem Ionisationspotential des Kr^+ von etwa 24,4 Volt. Die angeregten Zustände werden durch Dublett- u. Quartett-Terme beschrieben. (Bur. Standards J. Res. 11. 409—40. Sept. 1933. Washington, Bur. of Standards.) ZEISE.

C. M. Van Atta und L. P. Granath, *Kernspin und magnetisches Moment des Natriums aus der Hyperfeinstruktur*. Die Vff. haben die relativen Intensitäten der h -, f -, s -Komponenten der D -Linien gemessen u. den Kernspin $3/2$ gefunden. Jede D -Linie besteht aus 2 Komponenten. Die Aufspaltung entspricht nahezu der des $3^2S_{1/2}$ -Niveaus, da die Aufspaltungen der höheren Niveaus nicht mehr auflösbar sind. Der j -Wert des untersten Zustands ist $1/2$, so daß die Anzahl der auflösbaren Komponenten bei D_2 (5890 Å) u. D_1 (5896 Å) ($2j + 1$) = 2 ist, unabhängig vom Wert des Kernspins. Zu dessen Best. waren darum die Intensitätsmessungen nötig. Diese geschahen photograph. durch Vergleich mit den Intensitätsmarken einer W-Fadenlampe. Eine Korrektur für den diffusen Untergrund (FABRY-PEROT-Interferometer) wurde vorgenommen. Nach der Best. des Kernspins u. unter Benutzung der theoret. Beziehung zwischen den $3^2P_{1/2}$ - u. $3^2P_{3/2}$ -Niveaus ist es möglich, ihren Anteil an der Gesamtaufspaltung der D_2 - u. D_1 -Linien abzuschätzen. $\Delta \nu(D_2) = 0,0555 \pm 0,001 \text{ cm}^{-1}$, $\Delta \nu(D_1) = 0,0612 \pm 0,001 \text{ cm}^{-1}$, $\Delta \nu(D_1) - \Delta \nu(D_2) = 0,0057 \text{ cm}^{-1}$. Diese Differenz entspricht einer Gesamtaufspaltung von $8,3 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^{-1}$ für das $3^2P_{1/2}$ -Niveau u. $5,0 \cdot 10^{-3} \text{ cm}^{-1}$ für das $3^2P_{3/2}$ -Niveau. Die für diesen Term erhaltene Aufspaltung ist mit den Ergebnissen von HEYDENBURG u. ELLETT an der Polarisation der Resonanzstrahlung in guter Übereinstimmung. Für die Größe des magnet. Moments des Na-Kerns wird auf 2,6/1840 BOHRsche Magnetonen geschlossen. (Physic. Rev. [2] 44. 60—61. 1/7. 1933. New York, Univ., Univ. Heights, Dept. of Physics.) SCHNURMANN.

Weldon G. Brown, *Intensitätsveränderungen in einigen Fluoreszenzserien von Natrium*. Die Intensitäten der durch die Cd-Linien 4800 u. 5086 Å erzeugten Fluoreszenzserien des Na_2 werden gemessen u. mit den theoret. Werten verglichen, die sich nach der Formel von HUTCHISSON für den harmon. Oscillator ergeben. Hierbei werden die wahren Konstanten für jeden Schwingungszustand in die Formel eingesetzt, um die unharmon. Natur der Schwingungen wenigstens teilweise zu berücksichtigen. Die Übereinstimmung ist qualitativ gut u. bestätigt die Vermutung CONDONS bzgl. der Ursache der Intensitätsschwankungen in solchen Serien. (Z. Physik 82. 768—75. 30/5. 1933. Berlin, Physik. Inst. d. Univ.) ZEISE.

J. H. van Vleck und N. G. Whitelaw, *Der Quantendefekt nichteintauchender Bahnen, mit spezieller Anwendung auf Al II*. Die übliche Formel für die Energieänderung infolge Polarisation des Atomrumpfes (der Hauptursache des Quantendefekts bei nichteintauchenden Bahnen) wird so abgeändert, daß sie auch dann anwendbar ist, wenn die Absorptionsfrequenzen des äußeren Elektrons neben denen des Atomrumpfes nicht vernachlässigt werden können. Die abgeänderte Formel erfordert die Auswertung gewisser mittlerer („centroider“) Frequenzen, wofür Näherungsmethoden angegeben werden. Anwendung auf Al II, Si III u. Si IV ergibt, daß bei Al II die zu vernachlässigende Singulett-Triplettaufspaltung auf der zufälligen Kompensation der Eintauch- u. Quadrupoleffekte beruht, sowie ferner, daß die in der Literatur angegebenen absol. Termwerte für Si III sämtlich um $90 \pm 15 \text{ cm}^{-1}$ zu niedrig sind. (Physic. Rev. [2] 44. 551—69. 1/10. 1933. Wisconsin, Univ.) ZEISE.

William F. Meggers, *Die infraroten Bogenspektren von Mangan und Rhenium*.

Mit neuen Ultrarot-sensibilisierten Platten werden die langwelligen Teile der *Mangan- u. Rhenium-Bogenspektren* zwischen 7200 u. 11000 Å untersucht. Als Lichtquelle dienten metall. Mn im Cu-Bogen bzw. metall. Re im Ag-Bogen. Die Aufnahmen erfolgten mit einem großen Konkavgitter, wobei die erste Hälfte der Spektren mit 3-facher Dispersion u. Auflösung untersucht wurde. In jedem der beiden Spektren wurden viele neue Linien u. damit Spektralserien bzw. Energieniveaus im Atom ermittelt. Die Linien beider Spektren zeigen eine Hyperfeinstruktur. Die ermittelten Linien werden in Tabellenform (Wellenlänge, Intensität u. Termschema) wiedergegeben. (Bur. Standards J. Res. 10. 757—69. Juni 1933.)

DADIEU.

Heinrich Kuhn und Sven Arrhenius, *Messung der Dissoziationswärme des Cadmiummoleküls auf thermisch-optischem Wege*. Durch Messung der Abnahme der Bandenabsorption des Cd-Dampfes (Bande bei 3178 Å) mit steigender Temp. finden die Vff. für die Dissoziationsenergie des durch Polarisation (VAN DER WAALSsche Kräfte) zusammengehaltenen Mol. Cd_2 $D = 2,0 \pm 0,5$ kcal, in Übereinstimmung mit dem nach der Theorie von LONDON aus den Dispersions- f -Werten abgeschätzten Verhältnis $DCd_2 : D_{Hg_2}$ überein ($D_{Hg_2} = 1,6 \pm 0,5$ kcal). Die kontinuierliche Absorption zeigt stellenweise, wie bei Hg, einen positiven Temp.-Koeff. u. stellt somit das Spektrum eines Atompaares im Stoßzustand dar. Der Verlauf des Absorptionskoeff. in der Umgebung der Interkombinationslinie 3261 Å wird diskutiert. (Z. Physik 82. 716—22. 30/5. 1933. Göttingen, II. Physik. Inst.)

ZEISE.

Albert Smith, *Absorption von NaCl, KCl und KJ im fernen Ultraviolett*. Mit einem Konkavgitterspektrographen werden qualitative Absorptionskurven für NaCl, KCl u. KJ zwischen 190 u. 1550 Å aufgenommen. Die absorbierende dünne Salzschicht wurde direkt auf die geritzte Gitterfläche dest. Maxima zeigen die Kurven für NaCl bei 655, 535, 350 u. 890 Å, für KCl bei 705, 530, 320 u. 1120 Å, für KJ bei 825, 625 u. 510 Å (jeweils $\pm 6\%$). Die Ergebnisse weichen von den aus den Dispersionskurven theoret. extrapolierten Werten merklich ab. (Physic. Rev. [2] 44. 520—23. 1/10. 1933. Johns Hopkins Univ.)

ZEISE.

Ernst Rexer, *Additive Verfärbung von Alkalihalogenidkrystallen*. III. *Spektral-photometrische Ergebnisse*. (II. vgl. C. 1933. I. 2038.) Die in den vorangegangenen beiden Mitteilungen (I. c.) untersuchten additiven Färbungseigg. von Salzkristallen werden auf ihre spektralen Absorptionseigg. genauer untersucht. Krystallarten verschiedener Herkunft, d. h. mit verschiedenen mechan. u. chem. Baufehlern, zeigen im ungetemperten Zustande große individuelle Verschiedenheiten, im hochgetemperten Zustande dagegen merkliche Gleichartigkeit. — Die Absorptionsbande der amkr. Farbzentren zeigt in Übereinstimmung mit MOLLWO (C. 1932. I. 2137) mit steigender Temp. erhebliche Rotverschiebung. Die Absorptionsbanden der Kolloidfärbung sind bei ungetempert gefärbten Krystallen nur bis zu 450° existenzfähig u. zeigen erhebliche therm. Unbeständigkeit. Die spektrale Lage der Kolloidbanden von hochgetempert gefärbten Krystallen ist prakt. temperaturunabhängig. Die Banden sind ferner bis zu den höchsten Temp. von erheblicher therm. Beständigkeit, so daß hier nicht wie bei den ungetempert gefärbten Krystallen Alkalimetallsolteilchen vorliegen können. Neben den Kolloidbanden tritt in hochgetempert gefärbten Krystallen eine therm. noch beständigere Absorption auf, die bei kürzeren Wellenlängen als das Absorptionsmaximum der amkr. Gelbfärbung gelegen ist. — Die Entstehung der additiven Färbungen ist nur zum kleineren Teil auf die Eindiffusion von Alkalimetall-dampf in die Spalten u. Risse des Krystallinnern zurückzuführen. Ihre Ausbreitung wird im wesentlichen durch therm. ausgel. Elektronenwanderung bedingt. Die diesbezüglichen Verss. von STASIW (C. 1932. II. 3674) werden bestätigt u. erweitert. Das Tempern bewirkt Vermehrung, spezif. Veränderung u. gleichmäßigere Verteilung der Krystallbaufehler. Die nach dem Tempern stark verminderte Färbungsgeschwindigkeit der Krystalle ist auf die Vermehrung der Anlagerungsmöglichkeiten der wandernden Elektronen an Krystallbaufehler zurückzuführen. Eine restlose Deutung der additiven Färbung mit Fremdmetalldämpfen steht noch aus. (Z. Physik 86. 1—13. 17/10. 1933. Halle/Saale, Inst. f. theoret. Physik.)

SKALIKS.

G. I. Lavin, J. H. Northrop und H. S. Taylor, *Das Tieftemperaturabsorptionsspektrum von Pepsin*. Pepsin hat eine Absorptionsbande im Ultraviolett bei 2600 bis 2900 Å. Wenn Pepsin vor der Unters. gekühlt wurde, war diese Bande in mehrere enge scharfe Banden aufgel. Eiweißstoffe wie Serum- u. Eialbumin zeigten auch die Bldg. von engen Banden bei tiefen Temp.; es scheint, daß für Pepsin eine wesentlich tiefere Temp. für die Ausldg. der Banden notwendig ist. (J. Amer. chem. Soc. 55.

3497—98. Aug. 1933. Princeton, N. J., Frick Chem. Lab.; Rockefeller Inst. for Medical Research.) JUZA.

J. Horiuti, *Zur Schwingungsstruktur im Tetrachlorkohlenstoffspektrum*. Da die Summe der Grundschriftfrequenzen 315 cm^{-1} u. 457 cm^{-1} des CCl_4 , annähernd gleich einer dritten Schwingungsfrequenz (774 cm^{-1}) ist, entstehen nach FERMI Aufspaltungen im Schwingungsspektrum (sog. „Fermientartung“). Vf. berechnet diese Aufspaltungen unter Berücksichtigung des Umstandes, daß beim CCl_4 schon bei Zimmerstemp. Schwingungen angeregt sind. Jedoch ist die Übereinstimmung der Ergebnisse mit der Beobachtung nicht ganz befriedigend. (Z. Physik **84**. 380—92. 31/7. 1933. Göttingen, Physik.-chem. Inst.) ZEISE.

S. Pieńkowski, *Bemerkung über die Ramanstreuung des polarisierten Lichtes*. Das die Ramanstreuung erregende Lichtbündel F sei linear polarisiert, so daß der elektr. Vektor in der Richtung der z -Achse schwingt. Das in der Richtung u der y -Achse gestreute Ramanlicht, ist dann teilweise polarisiert, die Komponenten seien $J_{a\pi}$ u. $J_{a\sigma}$. Die Komponenten des Streulichtes in der Richtung b der z -Achse seien $J_{b\pi}$ u. $J_{b\sigma}$. Für die Depolarisation des Streulichtes gilt dann $q_a = J_{a\sigma}/J_{a\pi}$ u. $q_b = J_{b\sigma}/J_{b\pi}$. Durch Polarisationsmessungen an den Ramanlinien von Bzl. , CCl_4 u. CS_2 läßt sich zeigen, daß die PLACZEKsche Theorie den Besonderheiten der Ramanstreuung weitgehend gerecht wird. So z. B. ergibt sich, wie an Tabellen gezeigt wird, daß q_a u. q_b verschieden, $q_b \sim 1$ ist; daß $J_{a\sigma} = J_{b\sigma}$ u. $J_{b\pi}/J_{a\pi} \neq q_b$ ($q_b = \text{Depolarisation bei natürlichem Erregerlicht, } J_a = J_{a\pi} + J_{a\sigma}$) usw. (Acta phys. polon. **1**. 309—16. 1932. Warschau, Univ.) DADIEU.

Henri Volkringer, *Studium der Eigenschaften des Ramaneffektes und seine Anwendung in der anorganischen Chemie*. Zusammenfassender Vortrag. Allgemeine Charakterisierung des Ramaneffektes. Darst. der Aufnahmetechnik für feste Stoffe, Fl. u. Gase. Intensitäts- u. Polarisationsverhältnisse, Beziehungen zwischen Raman- u. Ultrarotspektrum. Wiedergabe einiger Ergebnisse an anorgan. Stoffen (Nitrate u. Komplexsalze). (Bull. Soc. chim. France [4] **53**. 445—68. Juni 1933.) DADIEU.

Hisamitu Nisi, *Weitere Studien über den Ramaneffekt in Krystallen*. (Nitrate der Alkalimetalle). Die Ramanspektren von NaNO_3 , KNO_3 , RbNO_3 , CsNO_3 werden an Einzelkrystallen, sowie in wss. Lsg. aufgenommen. In Krystallen nimmt die Höhe der inaktiven NO_3 -Schwingung bei ca. 1055 cm^{-1} nicht mit der Zunahme der Atomnummer des Kations ab, das zeigt, daß diese Frequenz nicht nur von der Atomnummer des Kations, seiner Wertigkeit u. dem Krystallwasser, sondern auch vom Krystallsystem abhängt. Auffallend ist, daß die 2-fache akt. Schwingung bei 720 cm^{-1} der NO_3 -Pyramide in den Alkalinitraten nicht aufgespalten ist. Einige neue Linien, die bei den entsprechenden Krystallpulveraufnahmen nicht gefunden wurden, werden beobachtet. In den wss. Lsgg. scheinen die Frequenzen langsam mit der Zunahme der Atomnummer abzunehmen. Zum Vergleich mit den Ramanspektren des NaNO_3 u. KNO_3 werden auch Aufnahmen von *Calcit* u. *Aragonit* gemacht. Die inakt. Frequenz der beiden Stoffe liegt überraschenderweise gleich hoch, obwohl die Entfernungen zwischen C u. O verschieden sind. Weiter verhalten sich die Intensitäten der Linien 282 u. 155 cm^{-1} gerade umgekehrt. Die Nitrate sind den Carbonaten in vieler Hinsicht ähnlich, obwohl in den Details keine Übereinstimmung besteht. Eine wss. Lsg. von $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ wird ebenfalls aufgenommen. (Vgl. auch C. **1933**. I. 1584) (Proc. physico-math. Soc. Japan [3] **15**. 114—24. März 1933 [Orig. engl.]) DADIEU.

B. Trumpy, *Das Rotationsramanspektrum von O_2 bei hohen Druck*. Eine Unters. des Rotationsramanspektrums von O_2 bei 15, 30 u. 60 at ergab, daß die Störung der Rotationszustände mit wachsendem Druck kleiner ist als nach früheren Angaben zu erwarten war; so treten die Rotationslinien bei 60 at zwar etwas verbreitert, aber noch deutlich hervor. Der bei 15 at photometr. gemessene Intensitätsverlauf stimmt auf der stokeschen u. der antistokeschen Seite innerhalb der Fehlergrenzen mit den Forderungen der Quantenmechanik überein. (Z. Physik **84**. 282—88. 31/7. 1933. Trondheim, Phys. Inst. d. Techn. Hochschule.) ZEISE.

L. Médard, *Ramaneffekt der Schwefelsäure*. Durch Vakuumdestillation, sowie langes Erwärmen mit etwas KMnO_4 auf 150° wird die 100% ig. H_2SO_4 so weit von (offenbar organ.) fluorescenten Verunreinigungen gereinigt, daß man ein untergrundfreies Ramanspektrum bekommt. Dieses unterscheidet sich vom Spektrum der 96% ig. Säure durch folgende Punkte: Die Frequenz 1050 cm^{-1} fehlt vollkommen. Die Linie 415 cm^{-1} spaltet sich deutlich in 2 Komponenten 391 u. 437 cm^{-1} . Eine neue, nicht sehr starke Linie bei 975 cm^{-1} wird beobachtet. Weitere Verss. mit verdünnteren

Säuren lassen vermuten, daß die Linie 990 cm^{-1} zum freien SO_4 -Ion, die Linie 1050 cm^{-1} zum freien H_2SO_4 -Ion u. die Linien 430 u. $565\text{--}600$ zum gebundenen SO_4 -Ion, d. h. also zum heteropolaren Mol. $[\text{SO}_4][\text{H}_2]$ gehören. Die Frequenzen 395 , 975 , 1150 bis 1180 u. 1370 cm^{-1} , die man nur in sehr konz. Säuren beobachtet, gehören zum homöopolaren Mol. $\text{SO}_2(\text{OH})_2$. Möglicherweise gehört auch die Linie 920 cm^{-1} hierher, deren Intensität mit abnehmender Konz. kleiner wird, aber doch bei der 30% ig. Säure noch vorhanden ist. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 197. 582—84. 4/9. 1933.) DADIEU.

Maurice Bourguel, *Anwendung des Ramaneffektes in der organischen Chemie*. Zusammenfassender Vortrag über den Ramaneffekt, die Aufnahmetechnik u. seine Anwendung auf die Probleme der organ. Chemie. (Bull. Soc. chim. France [4] 53. 469—505. Juni 1933.) DADIEU.

B. Gredy, *Die Acetylenbindung. Studium einer Reihe von 2-Acetylenkohlenwasserstoffen*. Um festzustellen, ob gewissen, in einer früheren Arbeit (vgl. C. 1933. II. 1149) beobachteten Regelmäßigkeiten an 2-Octin u. 2-Nonin allgemeine Gültigkeit in der Reihe $\text{CH}_3\cdot\text{C}\equiv\text{C}\cdot\text{R}$ zukommt, werden die Ramanspektren von 2-Butin, 2-Pentin, 2-Hexin u. 2-Heptin aufgenommen u. in Tabellenform wiedergegeben. Alle untersuchten KW-stoffe haben eine Doppellinie im Gebiet der dreifachen Bindung bei 2238 u. 2304 cm^{-1} , sowie 2 bemerkenswert konstante Linien bei 376 u. 1381 cm^{-1} . Die beiden letzteren gestatten eine deutliche Unterscheidung von den anderen Acetylen-KW-stoffen. Die Darst. des 2-Heptins, die in der Literatur bisher nur unvollkommen beschrieben ist, erfolgt durch Einw. von Dimethylsulfat auf Hexin mit einer Ausbeute von 70% Kp. $111,5\text{--}112,5^\circ$. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 197. 327—28. 24/7. 1933.) DADIEU.

K. W. F. Kohlrausch, F. Köppl und A. Pongratz, *Studium zum Ramaneffekt*. XXVI. Mitt. *Das Raman-Spektrum der Methyl- und Äthylester einbasischer Fettsäuren*. (XXV. vgl. C. 1933. II. 336.) Es werden die Ramanspektren von 16 Methylestern, $R\cdot\text{CO}\cdot\text{OCH}_3$ (10 n. Formen der Ester von Ameisen- bis Decylsäure, 6 isomere Formen) u. 14 Äthylestern, $R\cdot\text{CO}\cdot\text{OC}_2\text{H}_5$ (8 n. Formen der Ester von Ameisen- bis Octylsäure, 6 isomere Formen) der einbas. Fettsäuren mitgeteilt. Die n. Formen der Säuren, Methyl- u. Äthylester weisen im Intervall von $600\text{--}1200\text{ cm}^{-1}$ keine systemat. Unterschiede auf, die man dem Eintreten der CH_3 bzw. C_2H_5 -Gruppe zuschreiben könnte. Im Intervall $1000\text{--}1450$ haben die Säuren u. Ester mit n. Seitenkette die Frequenzen 1020 , 1070 , 1110 , 1170 , 1300 , 1450 cm^{-1} gemeinsam. Eine Frequenz 1410 wird für die Gruppe $\text{CO}\cdot\text{OH}$, eine Frequenz 1420 für die Gruppe $\text{CO}\cdot\text{OCH}_3$, eine Frequenz 1268 für die Gruppe $\text{CO}\cdot\text{OC}_2\text{H}_5$ als charakterist. angesehen. Die Frequenz 1410 , zusammen mit der erniedrigten CO -Frequenz 1650 in den Säuren, wird mit der WERNER-HANTZschen Formulierung der Carboxylgruppe, die Frequenz 1420 mit den in der Gruppe OCH_3 abnormalen Valenzfrequenzen 2840 u. 3030 cm^{-1} in Verbindung gebracht. (Z. physik. Chem. Abt. B 22. 359—72. Sept. 1933. Graz, Techn. Hochschule.) DADIEU.

K. W. F. Kohlrausch und A. Pongratz, *Studien zum Ramaneffekt*. XXVII. Mitt. *Die Ramanspektren von Estern der Ameisen- und Chlorameisensäure sowie von Säurechloriden*. (XXVI. vgl. vorst. Ref.) Es werden die Ramanspektren mitgeteilt von 7 Ameisensäureestern (Gruppe I: *n*-Propyl-, Isopropyl-, *n*-Butyl-, Isobutyl-, sek.-Butyl-, *n*-Amyl-, Isoamylester), 5 Chlorameisensäureestern (Gruppe II: Methyl-, Äthyl-, *n*-Propyl-, Isobutyl- u. Isoamylester), sowie 11 Säurechloriden (Gruppe III: Acetyl-, Propionyl-, *n*-Buttersäure-, Isobuttersäure-, *n*-Valeriansäure-, Isovaleriansäure-, Methyläthyllessigsäure-, Trimethyllessigsäure-, *n*-Capronsäure-, Isocapronsäure- u. Dimethyläthyllessigsäurechlorid). Für die Substanzgruppe I sind charakterist. die CO -Frequenz 1716 cm^{-1} u. die, vermutlich zum endständigen H-Atom gehörige, Deformationsfrequenz 1379 cm^{-1} ; für die Gruppe II sind charakterist. die auf 1775 erhöhte CO -Frequenz u. die bei 476 gelegene Chlorfrequenz; für die Gruppe III sind charakterist. die auf 1793 erhöhte CO -Frequenz, die auf 433 erniedrigte Chlorfrequenz u. ferner eine Frequenz bei 1400 , die vermutlich zu einer gestörten CH_2 -Deformationschwingung gehört. Die aufgezählten „charakterist.“ Frequenzen sind im allgemeinen lagenkonstant in der Reihe der homologen Substanzen. (Z. physik. Chem. Abt. B 22. 373—83. Sept. 1933. Graz, Techn. Hochschule.) DADIEU.

John W. Murray und Donald H. Andrews, *Die Ramanspektren von Ringverbindungen*. I. *Monosubstituierte Benzolverbindungen*. Eine Ramanapparatur mit sehr großer Lichtstärke wird konstruiert. Vff. verwenden eine Beleuchtungsanordnung mit 4 wassergekühlten Hg-Lampen u. einem 4-fachen ellipt. Spiegel. Ramanrohre zur kontinuierlichen Dest., sowie Zellen zur Aufnahme mit 3 Fl.-Filtern werden an-

gegeben. Als Filter-Fl. dienen: Nitrobenzol zur Entfernung des Violetts, NaNO_2 gegen Ultraviolett u. *Cu-Nitrat* gegen Rot. *n-Butan*, Chlorbenzol, Brombenzol u. Jodbenzol werden neuerdings untersucht u. dabei eine Reihe neuer Linien gefunden. Auch α -Chlorpyridin wurde aufgenommen u. sein Spektrum dem des Chlorbenzols ähnlich befunden. (J. chem. Physics 1. 406—13. Juni 1933. JOHNS HOPKINS Univ. Chem. Dep.) DADIEU.

James W. Swaine und John W. Murray, *Die Ramanspektren der Dichlorbenzole*. Im Zusammenhang mit dem Studium der Ramanspektren von Bzl.-Derivv. werden die Aufnahmen der 3 isomeren Dichlorbenzole wiederholt. Die Frequenzen werden angegeben u. im Zusammenhang mit früheren Arbeiten kurz diskutiert. (J. chem. Physics 1. 512. Juli 1933. JOHNS HOPKINS Univ. Chem. Lab.) DADIEU.

O. Miller und L. Piaux, *Raumisomerie und Ramaneffekt, Ramanspektren der cis-trans-isomeren Orthodimethylcyclohexane*. Die Ramanspektren der beiden cis-trans-isomeren *o-Dimethylcyclohexane* werden aufgenommen. Aufnahme mit u. ohne Filter; als Filter für Hg — 4047 Å diente ein GG₂-Glas von SCHOTT. Die Intensitäten der Spektren sind wie bei den meisten gesätt. Verb. sehr gering. Die beiden Isomeren zeigen tiefgehende Unterschiede im Spektrum. Gemeinsame Linien liegen bei 414, 1005, 1446 (CH_2) sowie 2854 u. 2928 cm^{-1} (CH). 2 starke Linien bei 498 u. 749 charakterisieren das trans-Isomere. Die Abwesenheit der starken Linien des einen im anderen beweisen die vollkommene Trennung der Isomeren. (C. R. heb. Seances Acad. Sci. 197. 412—14. 31/7. 1933.) DADIEU.

Carl Eckart, *Eine allgemeine Ableitung der Formel für die Beugung an einem vollkommenen Gitter*. Ein vollkommenes Gitter soll folgende Eigg. haben: 1. Es liegt in einem Kontinuum — sein Material hat keine atomaren Eigg., 2. die opt. Eigg. des Materials sind durch den Brechungsindex (der komplex sein kann) vollständig bestimmt, 3. das Gitter sei eben, 4. seine Linien seien wirklich parallel, ident. u. sollen durchweg gleichen Abstand haben, 5. unendliche Ausdehnung, 6. die Orientierung sei so, daß Einfall- u. Beugungsebene senkrecht auf den Gitterstrichen stehen. 6. ist keine wesentliche Eig. 5. bewirkt ein unbegrenztes Auflösungsvermögen. Die gewöhnliche elementare Ableitung hat gegenüber der hier gegebenen den Nachteil folgender Vernachlässigungen: a) Einfluß der Mehrfachstreuung, b) Brechung (bei durchsichtigem Material), c) Schattenwrk. von einem Gitterstrich auf seine Nachbarn, d) Oberflächenwellen, ähnlich den bei Totalreflexion an ebener Fläche entstehenden. In diesem Fall sind diese die Spektren höherer Ordnung, für die $\sin \Theta_n > 1$. — COMPTON (C. 1930. I. 1429) hat eine elementare Ableitung unter Berücksichtigung der Faktoren a, b u. c durchgeführt. Die Rechnung des Vf. bestätigt sein Ergebnis, daß diese Faktoren die Berechnung der Wellenlänge nicht beeinflussen u. dehnt es aus auf die Mitberücksichtigung des Faktors d. (Physic. Rev. [2] 44. 12—14. 1/7. 1933. Chicago, Univ.) SCHNURMANN.

S. Gradstein, *Über die Fluoreszenz des gasförmigen Formaldehyds*. Es wird gefunden, daß bei Drucken von 50—100 mm das Fluoreszenzspektrum des H_2CO bei monochromat. Anregung unabhängig davon ist, welche Absorptionsbande zur Anregung benutzt wird. Dies ist auf die Zusammenstöße während der Lebensdauer des angeregten Mol. zurückzuführen, die einen Übergang in den schwingungslosen Zustand des angeregten Elektronenzustandes bewirken. Als langwelligste fluoreszenzanregende Bande ergibt sich die erste Hauptabsorptionsbande (A), während die Analyse des Fluoreszenzspektrums es sehr wahrscheinlich macht, daß die kurzelligste Fluoreszenzbande nicht A, sondern die langwelligere Bande (a) ist, die in Absorption nur sehr schwach auftritt. Dieser merkwürdige Befund kann gedeutet werden durch die Annahme, daß es sich um einen verbotenen Elektronenübergang handelt, für den Schwingungsauswahlregeln gelten, die gerade eine solche Merkwürdigkeit des Anregungsmechanismus erwarten lassen. (Z. physik. Chem. Abt. B 22. 384—94. Sept. 1933. Amsterdam.) DAD.

A. Elektrochemie. Thermochemie.

H. Thoma und L. Heer, *Die Glimmentladung in Atmosphärendruck*. Durch Verss. wird nachgewiesen, daß die kathod. Entladungsteile der Glimmentladung in Atmosphärendruck sich gut in die Ähnlichkeitsgesetze einfügen. Auch die Unters. über die Säule zeigen, daß diese die Eigg. einer Glimmentladung in Unterdruck hat u. keine therm. Ionisation aufweist. (Z. techn. Physik 14. 385—88. 1933. Karlsruhe, Hochspann.-Inst. d. T. H.) KOLLATH.

L. C. Bannister und Ulick R. Evans, *Passivität der Metalle. V. Potential-Zeitkurven einiger Eisenlegierungen*. (IV. vgl. C. 1930. II. 3711.) Für die Potential-

messung wurde eine neue Methode ausgearbeitet, bei der die Proben der Legierungen horizontal geordnet sind, so daß die Ecken nicht mit den Fl. in Berührung kommen. Untersucht wurde das Verh. von Eisen mit u. ohne C, Cu, Ni, Cr u. Mo u. von Al nach Behandeln in KCl- oder K₂CrO₄-Lsgg. Ein Steigen des Potentials deutet auf das Auftreten schwacher Punkte, Fallen des Potentials zeigt an, daß der Angriff weitergeht. Ein hohes Endpotential beweist Immunität gegen die Korrosion, ein Mittelwert schwaches Rosten, ein niedriger Wert tiefgehende Korrosion. (J. chem. Soc. London 1930. 1361—74. Cambridge, Univ.) SCHÖNFELD.

Sidney Charles Britton und Ulick Richard Evans, Die Passivität der Metalle.

VI. Vergleich zwischen dem Durchdringungsvermögen von Anionen. Werden frisch geschmirgelte Al-Elektroden in $\frac{1}{1000}$ -mol. K₂CrO₄-Lsg. eingehängt, so fällt der bei Anlegung von 2 V durchgehende Strom rasch auf einen sehr niedrigen konstanten Wert. Ist gleichzeitig ein zweites Salz zugegen, so fließt dagegen ein beträchtlicher Strom unbegrenzt; seine Stärke hängt von der Chromatkonz. u. der Art u. Konz. des zweiten Salzes ab. In Ggw. von 0,05-mol. KCl geht der bleibende Strom mit steigender K₂CrO₄-Konz. durch ein Minimum, bei konstanter K₂CrO₄-Konz. nimmt er sowohl unterhalb als oberhalb des Minimums mit wachsender Cl'-Konz. ungefähr linear zu; in Lsgg. mit 0,05-mol. KCl u. 0,001-mol. K₂CrO₄ stieg er von 39 Milliamp. bei 18,5° auf 69 Milliamp. bei 55°, d. h. der Temp.-Koeff. ist klein. Sowohl die Strom-Zeit-Kurven als auch die Kurven: lokales Anodenpotential-Zeit zeigen zahlreiche Schwankungen, die die bekannte Tatsache beweisen, daß die Korrosion eines mit einem Schutzfilm bedeckten Metalls ein örtlich u. zeitlich diskontinuierlicher Vorgang ist. Der Einfluß der Oberflächenbeschaffenheit des Ä. auf den Verlauf der Strom-Zeitkurven wird untersucht. Messung der Ströme in Abhängigkeit vom lokalen Anodenpotential für Lsgg. mit Cl' u. CrO₄' in verschiedenen Verhältnissen ergaben, daß sich im allgemeinen mit steigender CrO₄'Konz. das Potential, wo die Stromstärke zu wachsen beginnt, in negativer Richtung verschiebt; die Ergebnisse waren jedoch nicht streng reproduzierbar. Jede Anode lieferte eine verschiedene Potential-Strom-Kurve, u. eine gegebene Anode lieferte bei steigenden u. fallenden Stromstärken verschiedene Kurven. Eine Zn-Anode in Chlorid-Chromatlg. wurde lokal angegriffen u. wies noch größere Unregelmäßigkeiten u. vollständiges Fehlen von Übereinstimmung zwischen ansteigenden u. absteigenden Werten auf. Bei einer Fe-Anode in Chloridlsg. wurde dagegen der Angriff bald allgemein; die 1. ansteigende Kurve, bei der der Angriff noch lokal war, zeigte dann abnormale Werte; war dagegen der Angriff einmal gleichförmig geworden, so fielen die bei sinkender u. wachsender EK. erhaltenen Werte auf dieselbe Kurve. — Das Durchdringungsvermögen verschiedener Anionen durch den von CrO₄' auf Al erzeugten Schutzfilm wird verglichen, indem bei Aufrechterhaltung eines konstanten Wertes für die gesamte EK. die Stärke des übrigbleibenden Stroms gemessen wird, u. Abnahme in der Reihenfolge: KCl, KBr, KJ, KF, K₂SO₄, KNO₃, Na-Phosphat gefunden. Bei Pb ist dagegen die Reihenfolge der Stromstärken: KNO₃, KCl, KBr, KJ, Na-Phosphat, K₂SO₄, indem sich die Fähigkeit der Anionen, die wl. Pb-Salze bilden, geltend macht, den Schutzfilm auszubessern. (J. chem. Soc. London 1930. 1773—84. Cambridge, Univ.) KRÜGER.

A. W. Sagulin, Über Explosionstemperaturen von Gasgemischen bei verschiedenem Druck. Es wurde der Zusammenhang zwischen dem Minimaldruck, bei dem Explosionen eintreten, u. der Temp. bei folgenden Gassystemen H₂ + Cl₂, H₂ + Br₂, CS₂ + O₂, CH₄ + O₂, C₂H₆ + O₂, C₃H₈ + O₂, C₃H₁₂ + O₂, CO + O₂, H₂ + O₂ sowie Cl₂O untersucht. In allen Fällen gilt die Gesetzmäßigkeit $\log P_{\text{min}}/T = A/T + B$, wo *A* die Konstante für die gegebene Rk. ist u. die nicht von den Vers.-Bedingungen abhängt. Die Konstante *B* hat für die Mehrzahl der Mischungen ein Minimum bei 66% eines der Komponenten u. wächst bei Verminderung des Durchmessers des Rk.-Gefäßes. Die Werte für die Konstante *A* sind für die verschiedenen Gemische in einer Tabelle zusammengestellt. Es wird weiter die Frage besprochen, welche von diesen Explosionsprozessen als reine Wärmeexplosion zu betrachten sind. (Chem. J. Ser. W. J. physik. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. W. Shurnal fisitscheskoi Chimii] 4. 92—103. 1933.) KLEVER.

J. H. Jeans, *Théorie dynamique des gaz.* Paris: Le François 1933. (510 S.) Br.: 60 fr.
Joseph Slepian, *A series of lectures on conduction of electricity in gases.* Pittsburgh: Westinghouse Electric & Manufacturing Co. 1933. (184 S.) 15¢. 4.00.

A₃. Kolloidchemie. Capillarchemie.

A. Janek, *Ein neues Verfahren zur Herstellung von Schwefelsolen*. Bei dem neuen Verf. zur Herst. koll. Schwefellsgg. geht man von einer Na₂SO₃-Lsg. u. einer Na₂S-Lsg. aus, die geringe Mengen schwefligsaures Na enthält, zers. beide Lsgg. mit H₂SO₄, läßt die Mischung beider 1 Stde. lang stehen, filtriert sie, wäscht den Nd., peptisiert ihn auf dem Filter u. verd. bestimmte Mengen des Peptisats mit dest. W. Bei der Herst. müssen Lsgg. von bestimmten Konz. verwendet u. gewisse andere Bedingungen eingehalten werden. — Vf. beschreibt einige Eig. dieser Solc. (Kolloid-Z. 64. 31—32. Juli 1933. Riga, Dispersoid. Labor. d. Univ.)

ZEISE.

M. Hume Bedford, W. H. Keller und J. L. Gabbard, *Der Einfluß der Wasserstoffkonzentration auf die Ausflockung von Aluminium- und Chromoxydsolen*. Vf. stellen fest, bei welchen Elektrolytkonz. Cr₂O₃-, Al₂O₃- u. Fe₂O₃-Sole bei verschiedenem p_H ausgeflockt werden. Es wurde der Einfluß der folgenden Elektrolyte untersucht: KBr, AlCl₃, K₂SO₄, CaSO₄, K₃Fe(CN)₆, K₄Fe(CN)₆, K₂CrO₄ u. BaCl₂. Die H⁺-Konz. wurde potentiometr. mit Hilfe einer Glaselektrode gemessen. Es ergab sich, daß die Stabilität der Cr₂O₃- u. Al₂O₃-Sole mit steigender Acidität steigt; die Stabilität der Fe₂O₃-Sole steigt im gleichen Sinn, nur bei Zusatz von Sulfat fällt sie mit steigender Acidität. FeCl₃ u. AlCl₃ haben innerhalb des untersuchten p_H-Bereiches konstante Fällungswerte gegenüber den Solen, was wahrscheinlich auf das Innehalten einer konstanten H⁺-Konz. durch Pufferwrkg. der hydrolysierten Salze zurückzuführen ist. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3953—56. Okt. 1933. Lexington, Kentucky, Chem. Lab., Univ.)

JUZA.

A. Berkowitsch, *Über das Fallgesetz ultramikroskopischer Seleneteilchen*. Vf. untersucht, ob das für den Fall eines ultramikroskop. Teilchens geltende Bewegungsgesetz $v = K \cdot b$ (v ist die Geschwindigkeit, K die treibende Kraft u. b die Beweglichkeit des Teilchens) auch dann gilt, wenn die treibende Kraft nicht das Gewicht des Teilchens ist, sondern eine zusätzliche, verhältnismäßig große Kraft auf das Teilchen ausgeübt wird. Es wurde eine hoch aufgeladene Kapazität über einen MILLIKAN-Kondensator, in dem ein geladenes Teilchen schwebt, u. über einen dem Kondensator parallel geschalteten Widerstand entladen. Das Teilchen verschob sich dabei mit großer Geschwindigkeit in Richtung des Feldes u. kam wieder zur Ruhe, sobald der Entladungsvorgang abgeklungen war. Die Auswertung der Verss. zeigt, daß bei Geschwindigkeiten bis zu 20 cm/sec noch keine Abweichungen von dem oben angeführten Kraftgesetz auch bei ungleichförmiger Bewegung zu beobachten ist. Ferner wurde untersucht, ob das STOKES-CUNNINGHAMSCHE Gesetz, das die Beweglichkeit als Funktion des Druckes angibt: $v = \text{const} \cdot a \cdot f(l/a)$ (a ist der Teilchenradius, l die mittlere freie Weglänge der Moll. in dem umgebenden Gas) auch für große Geschwindigkeiten ultramikroskop. Teilchen gültig ist. Der Druck wurde bei den Messungen zwischen 2 u. 76 cm Hg variiert. Die Verss. zeigten, daß auch dieses Gesetz in der gleichen Weise für stark beschleunigte Teilchen gilt, wie für solche, die durch die Schwerkraft allein bewegt werden. (Helv. physica Acta 6. 259—61. 1933. Zürich, Univ.)

JUZA.

H. Eppinger und W. Brandt, *Über die Beeinflussbarkeit der Diffusion I. von Salzen durch Gallerten, II. von Gasen durch Membranen*. Die Permeabilität von Gelatine für NaCl wird durch Zusätze von Coffein u. Harnsäure in kleinen Dosen erhöht, in großen verringert. Harnstoff, Strophanthin, vielleicht auch Digitalis u. Saponin erhöhen die Permeabilität. Eine ausgesprochene Verminderung der Permeabilität tritt ein durch Zusätze von A., Ä. u. Desoxycholsäure. Die Permeabilität einer Seifenlamelle für H₂ wird erhöht durch Zusätze von Lecithin u. Desoxycholsäure. Eine Verminderung der Permeabilität tritt ein durch Zusätze von Strophanthin, Coffein, Digitalis, Ä., A., Chloralhydrat, Histamin, Cholesterin, Saponin u. CaCl₂. Die 3 letzteren Stoffe scheinen in minimalen Dosen eine kleine Erhöhung der Permeabilität zu bewirken. (Biochem. Z. 249. 11—20. 1932. Köln, Univ., Medizin. Klinik Lindenburg.)

KOBEL.

G. Damköhler, *Eine statistische Ableitung der Adsorptionsisotherme binärer Gasgemische*. Die Adsorptionsisotherme binärer Gasgemische wird für den Fall monomolekularer Bedeckung einer homogenen Oberfläche unter Vernachlässigung der intermolekularen Kräfte in der Adsorptionsschicht klass.-statist. ohne spezielle Annahmen über die Bewegungen der Moll. abgeleitet. Ferner werden die in der Formel auftretenden Koeff. durch die Zustandssummen der adsorbierten u. der freien Moll. dargestellt. Hieraus ergibt sich für die Konz.-Abhängigkeit der Adsorption: eindentig bevorzugte

Adsorption der einen Komponente im ganzen Konz.-Bereich; für die *Druckabhängigkeit*: Bei konstanter Zus. der Gasphase ist die Zus. der adsorbierten Phase vom Druck unabhängig, sowie für die *Temp.-Abhängigkeit*: Wenn die Differenz der molaren Adsorptionspotentiale groß gegen RT ist, wird die Selektivität der Adsorption durch Temp.-Steigerung vermindert; ist aber jene Differenz vergleichbar mit oder kleiner als RT , so muß der Temp.-Einfluß von Fall zu Fall abgeschätzt werden; dies wird am Beispiel der Adsorption von N_2 -Ar-Gemischen durchgeführt. (Z. physik. Chem. Abt. B. 23. 58—68. Okt. 1933. Höllriegelskreuth b. München, Labor. der LINDES Eismaschinen-A.-G.) ZEISE.

G. Damköhler, *Über die Adsorption von N_2 -Ar-Gemischen*. An Silicagel werden die Adsorptionsisothermen der reinen Gase N_2 u. Ar bei 89,5 u. 111° abs., sowie ihrer Gemische bei 89,5, 111 u. 163° abs. unter Drucken von 100—700 mm Hg aufgenommen. Ferner werden einige Verss. über die Adsorption jener Gasgemische an gasfreier u. an mit CO_2 beladener Noritkohle bei 111° abs. u. 250 mm Hg ausgeführt. Alle Ergebnisse lassen sich durch die Annahme deuten, daß oberhalb des Gebietes der monomolekularen Adsorption (bei den kleineren Drucken) in der ersten Adsorptionsschicht N_2 , in den höheren Schichten aber Ar bevorzugt adsorbiert wird, wobei im ersten Falle Valenzkräfte des Adsorbens wirksam sein sollen. Vf. entwickelt anschließend allgemeine Vorstellungen über die Druck- u. Temp.-Abhängigkeit der Adsorption von Gasgemischen u. erörtert einige weitere Fälle, in denen nach anderen Autoren Adsorbierbarkeit u. Kondensierbarkeit antipar verlaufen. (Z. physik. Chem. Abt. B. 23. 69—88. Okt. 1933. Höllriegelskreuth b. München, Lab. d. LINDES Eismaschinen A.-G.) ZEISE.

H. E. Morris und **O. Maass**, *Die Diskontinuität in der Adsorption von Gasen, Dämpfen und Flüssigkeiten an festen Oberflächen bei der kritischen Temperatur unter kritischem Druck: System Propylen-Aluminium*. Vf. beschreiben einen zu Adsorptionsmessungen im krit. Gebiete geeigneten App. u. teilen die Ergebnisse ihrer Unterss. am System Propylen u. Al mit. Bei der Adsorption des Gases u. Dampfes scheint sich ein Oberflächenkomplex zu bilden, der bei niedrigen Drucken u. hohen Temp. instabil ist. Beim Übergang vom Dampf- zum Gaszustand zeigt sich keine Diskontinuität in der Adsorption u. keine Zunahme der krit. Temp. an der Al-Oberfläche. Aus der fl. Phase findet keine Adsorption statt; die Adsorptionskurve zeigt aber beim Übergang zum Dampfzustand einen ziemlich scharfen Knick, der wahrscheinlich auf der Verschiedenheit der Anziehungskräfte zwischen dem Adsorbens u. den Moll. der Fl. bzw. des Dampfes beruht. (Canad. J. Res. 9. 240—51. Sept. 1933. Montreal, Phys.-chem. Lab. d. Mc Gill-Univ.) ZEISE.

Paul Szigeti, *Über sogenannte negative Adsorption und Dampfdruckisothermen an Permutiten und Tonen*. Im 1. Teil der Arbeit wird die sog. negative Adsorption an Permutiten u. Tonen, die mit Alkali- u. Erdalkalitionen gesätt. sind, untersucht. Im 2. Teil werden an Hand der W.-Dampfisothermen gewisse Unterschiede in der inneren Struktur dieser Stoffe nachgewiesen. Unter „sog. negativer Adsorption“ versteht Vf. die Konz.-Erhöhung in der Lsg. durch jene Gele, ohne den Nachweis einer gleichzeitigen Erhöhung der Oberflächenspannung (oder eines anderen Oberflächenpotentials), die der eigentlichen negativen Adsorption nach GIBBS entsprechen würde. Vorbedingung für jene Art von Adsorption ist das vorherige Trocknen der Gele bei etwa 110°; sie ist um so größer, je stärker die Kationen hydratisiert sind (HOFMEISTERSCHE Reihenfolge), u. wird durch die W.-Menge gemessen, die der Lsg. von 100 g Gel entzogen wird; sie ist von der Temp. des Vortrocknens u. der Elektrolytkonz. abhängig. Eine derartige negative Adsorption findet auch in Rohrzucker- u. A.-Lsgg. statt; sie nimmt hier wie bei den Elektrolytlsgg. mit sinkender Konz. zu u. kann auf die beim Vortrocknen stattfindende teilweise Dehydratation der Kationen des Gels u. den umgekehrten Vorgang in der Lsg. zurückgeführt werden. Der W.-Geh. der Permutite u. Tone ist bei gleichen Dampfdrucken um so größer, je größer die Hydratation des Kations ist; dabei überwiegt in den schwach innendispersen Tonen der Einfluß der Hydratations-W.-Mengen, in den stärker innendispersen Permutiten aber der Einfluß der verschiedenen Porenvolumina. Der W.-Geh. der Permutite ist ect. par. stets größer als derjenige der Tone, entsprechend der feineren Struktur der Permutite. Die Dicke der Adsorptionsschicht u. der zeitliche Verlauf der W.-Aufnahme u. -Abgabe läßt sich bei jenen Gelen nicht berechnen. (Kolloid-Beih. 38. 99—176. 25/9. 1933. Zürich, Agrikulturchem. Lab. d. Techn. Hochsch.) ZEISE.

L. Hugouenq und **J. Loiseleur**, *Die elektive Adsorption von Metalloxyden und ihre Autoreduktion in Gegenwart von Glykogen*. Durch Zusammenbringen von Metall-

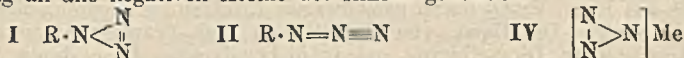
salzen mit Glykogen lassen sich „pseudokolloide“ Lsgg. von vielen Metalloxyden herstellen (Pt, Ra, Hg, Bi, Fe, Ni, Mn, Zn, Cu, Co, Mg). Bei Erwärmen reduziert das Glykogen das Oxyd u. man erhält so kolloidale Metall-Lsgg., die sich durch Dialyse reinigen lassen. (Bull. Soc. Chim. biol. 14. 1011—16. 1932.) KREBS.

B. Anorganische Chemie.

Earle R. Caley, *Die Einwirkung von Jodwasserstoffsäure auf schwer lösliche Sulfate.* (Vgl. C. 1932. II. 2616.) Vf. untersucht die Einw. von Jodwasserstoff auf die Sulfate der Erdalkalien, $\text{Cr}_2\text{H}_2(\text{SO}_4)_7$ u. PbSO_4 . Es wurden 1—7,6-n. Säuren u. Temp. bis 85° angewendet. Bei Verwendung der konstant siedenden Säure setzt die Rk. mit BaSO_4 bei 85° ein, für SrSO_4 bei 60° u. für CaSO_4 bei 50° . Vf. führt die lösende Wrkg. von HJ auf die Red. der in der Lsg. vorhandenen SO_4 -Ionen zu H_2S unter Bldg. von J u. J^- u. gleichzeitigem in Lsg. gehen von Metalljodid zurück. In ähnlicher Weise gelang es, das schwer l. $\text{Cr}_2\text{H}_2(\text{SO}_4)_7$ mit HJ in Lsg. zu bringen. PbSO_4 löst sich, vermutlich unter Bldg. von HPbJ_3 , in k. konz. HJ. In der Hitze wird PbSO_4 sehr rasch gel. Es wird auf die Wichtigkeit der beschriebenen Beobachtungen für die chem. Analyse hingewiesen. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3947—52. Okt. 1933. Princeton, New Jersey, Frick chem. Lab., Univ.) JUZA.

D. H. Howard jr und A. W. Browne, *Das Verhalten der Stickstoff-Wasserstoff-Verbindungen in flüssigem Ammoniak.* VIII. *Der Einfluß des Druckes auf die Hydrazinausbeuten bei der Pyrolyse des Ammoniaks.* (VII. vgl. C. 1933. II. 354.) Vff. untersuchen den Einfluß des Druckes (80—1870 mm) u. der Anwesenheit verschiedener anorgan. u. organ. Stoffe auf die Ausbeute an Hydrazin, die durch Erhitzen eines W-Drahtes in fl. NH_3 auf 3000° erzielt werden kann. Es ergab sich, daß die Hydrazinausbeute mit steigendem Druck fällt u. zwar nach der Gleichung $x^{0.433 \cdot y} = 5,2$. Die erhaltenen Ausbeuten variierten zwischen 0,774 g pro kWh bei dem Vers. mit 80 mm Druck u. 0,205 g bei 1870 mm. Die Anwesenheit verschiedener gel. Stoffe (NH_4Cl , K, KNH_2 , NaCl, Gelatine u. Rohrzucker) in dem fl. NH_3 hat keinen Einfluß auf die Hydrazinausbeute. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3211—14. Aug. 1933. Ithaca, N. Y., Baker Lab. of Chem., Cornell Univ.) JUZA.

A. Hantzsch, *Die Konstitution des Stickstoffwasserstoffes und der Azide.* Die Konst. des Stickstoffwasserstoffes u. seiner Derivv., die von zahlreichen Autoren teils nach I, teils nach II formuliert wurde, wird von Vf. auf Grund der Lichtabsorption der einzelnen Verb. unter Berücksichtigung des chem. Verh. entschieden. Der Vergleich der Absorption von Natriumazid, Ba-Azid u. Tetrapropylammoniumazid III mit KJ (alle in W.), ergibt fast völlige opt. Ähnlichkeit, desgleichen der Vergleich von III mit Tetrapropylammoniumjodid (beide in Chlf.), woraus die Ähnlichkeit der Konst. von Aziden mit den Alkalihaloiden resultiert. Die Ester von der allgemeinen Formel $\text{N}_3\text{C}_n\text{H}_{2n+1}$ absorbieren dagegen nicht kontinuierlich, wie die Azide, sondern stark selektiv; untersucht wurden Äthylazid in A. u. Methylazid als Dampf. — Stickstoffwasserstoff in W., Ä. u. Chlf. absorbiert nun den Estern ähnlich u. verschieden von den Salzen, woraus die Konst. der Säure bestimmt wird: da die Säure ähnlich den Estern absorbiert, ist sie gleichartig konstituiert. — Für die Ester ist von SIDGWICK (C. 1933. II. 531) Formel I nachgewiesen worden, die nach Vf. um so wahrscheinlicher ist, als der fünfwertige N nur in den Sauerstoffverb. u. Ammoniumsalzen existiert. Demnach ist N_3H gleichfalls nach I gebaut, während für die Azide folgendes gilt: die stark positiven Metalle bilden mit der Säure echte Salze; das Kation ist gleichzeitig an alle negativen Atome des Anions gebunden.

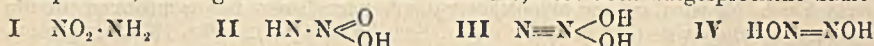


Die schwach positiven Metalle sind homöopolar, esterartig gebunden, entsprechend I, während die echten Salze nach IV, mit völlig symm. Anion gebaut sind. — Das Cyanazid absorbiert (in W. u. A.) viel stärker als alle anderen Azide u. auch als Bromcyan (gemessen in W. u. A.). Die stärkere Absorption beruht auf der Dimolarität des Cyanazids, dem also Formel C_2Ng zukommt. — Alle angeführten Konst.-Bestst. gelten streng genommen nur für die Lsgg. Ob die Moleküle im festen Zustande in hochassoziierter Form nach II gebaut sind, kann chem. nicht entschieden werden. — Absorptionskurven vgl. Original.

Versuche. N_3H wird durch Dest. der Alkalisalze mit verd. H_2SO_4 dargestellt.

Zur opt. Unters. wurde die wss. Lsg. mit etwas H_2SO_4 versetzt. — *Methylazid*, CH_3N_3 , Kp. 20°. Aus NaN_3 u. Dimethylsulfat. Dampf über $CaCl_2$ u. Natronkalk trocken. — *Dicyandiazid*, C_2N_8 . 0.53 g Bromcyan in die gekühlte Lsg. von 3,25 g NaN_3 in 15 g W. eintragen. Wenn das Bromcyan gel. ist, erfolgt Ausscheidung des Cyanazids, das mit Ä. ausgeschüttelt wird. Äth. Lsg. über Natronkalk u. Natriumsulfat trocknen. — *Tetrapropylammoniumazid*, $C_{12}H_{28}N_4$. Durch Schütteln von AgN_3 mit etwas weniger als der berechneten Menge von Tetrapropylammoniumjodid in alkoh. Lsg. bis zum Verschwinden der Jodrk. Beim Abdest. des Ä. schöne, etwas hygroskop. Krystalle. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1349—54. 13/9. 1933. Leipzig, Univ.) STRASSER.

A. Hantzsch, *Über die Konstitution der untersalpetrigen Säure und des Nitramids*. Vf. behandelt die Resultate der Arbeit von HUNTER u. PARTINGTON (C. 1933. II. 340), wonach dem *Nitramid* die Formeln I, II oder III zukämen u. die *untersalpetrige Säure* IV nicht als Geometrisch-Isomeres des Nitramids in Frage käme, zumal die chem. Rkk. nicht mit Sicherheit für Formel IV sprechen. Daß Nitramid nicht stereoisomer mit IV ist, hat Vf. schon C. 1930. II. 42 festgestellt. Es kann nicht der klass. Formel I entsprechen, da es gleich IV eine zwar schwache, aber doch ausgesprochene Säure ist,



im Gegensatz zu den wahren Säureamiden, die neutral reagieren. Auch Formel III kommt nicht in Frage, da Verbb. mit zwei OH-Gruppen an einem N-Atom nicht bekannt sind u. eine Verb. von dieser Konst. viel leichter in W. u. N_2O zerfallen müßte, als IV, während es tatsächlich gerade umgekehrt der Fall ist. Deshalb nimmt Vf. Formel II für das Nitramid an, weil es in Analogie zu den Säureamiden die tautomere Iminohydrinform darstellt (C. 1931. I. 3459) u. auch die saure Rk. des Nitramids erklärt. — In Gegensatz zum Nitramid sprechen alle Rkk. der untersalpetrigen Säure eindeutig für Formel IV. Während sich II viel beständiger als IV verhält, ist das Verhältnis bei den entsprechenden Salzen gerade umgekehrt, indem das Nitramid unter Bldg. von $HN=N(O) \cdot ONa \rightarrow NaOH + N_2O$ zers. wird. — Aus der Analogie mit den anti-Diazohydraten folgt schließlich für IV die anti-Konfiguration; zum Schluß wird vom Vf. betont, daß bei Anwendung von rein physikal. Messungsmethoden die Schlußfolgerungen nicht unabhängig von dem chem. Verh. der untersuchten Körper gezogen werden dürften. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1566—68. 11/10. 1933. Leipzig, Univ.) STRASSER.

Stewart H. Webster und **L. M. Dennis**, *Darstellung und Reinigung von Methyl- und Äthylborat*. Vff. beschreiben eine neue Darst.-Methode von Methyl- u. Äthylborat aus dem betreffenden Alkohol u. B_2O_3 . Es wurden die FF. (—29,3 für Methyl-, —84,8° für Methylborat) u. Kpp. (68,5 bzw. 111,8) neu bestimmt. Beim Erhitzen auf 65° wird Äthylborat zum Teil zers., die fraktionierte Dest. bei der Darst. muß also unterhalb dieser Temp. durchgeführt werden. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3233—35. Aug. 1933. Ithaca, New York, Departm. of Chem., Cornell Univ.) JUZA.

Wilhelm Biltz, *Über Rheniumtrioxyd und Rheniumdioxyd*. ReO_3 , dessen Darst. durch gemeinsames Erhitzen von Re u. Re_2O_7 vom Vf. angegeben worden war (vgl. C. 1932. II. 2615) kann in ähnlicher Weise auch aus ReO_2 u. Re_2O_7 gewonnen werden. DEBYE-Aufnahmen von ReO_3 -Präparaten mit langer Expositionszeit zeigten mit Sicherheit, daß in dem Elementarbereich nur eine ReO_3 -Gruppe enthalten ist, daß also ReO_3 kein Polymeres u. auch keine Verb. verschiedener Valenzstufen des Re ist. Der elektr. Widerstand des ReO_3 sinkt mit fallender Temp., hat also ein „metall.“ Verh. Suszeptibilitätsmessungen ergaben einen schwachen Paramagnetismus. — Reines wasserfreies ReO_2 wurde aus Re u. Re_2O_7 durch gemeinsames Erhitzen im zugeschmolzenen Rohr auf 600° gewonnen. Die Darst. von einheitlichen ReO_2 -Präparaten aus dem nach BRISCOE hergestellten Dioxydhydrat gelang nicht, dagegen kann durch Hydrolyse von K_2ReCl_6 u. Erhitzen des entstandenen Dioxydhydrates im Vakuum ein reines ReO_2 erhalten werden. Es wurde ferner die D. von ReO_2 (11,4), die magnet. Suszeptibilität (sehr schwacher Paramagnetismus) u. der elektr. Widerstand („metall.“) gemessen. Beim Erhitzen des ReO_2 im Vakuum auf 850° wird dieses unter Bldg. von Re u. ReO zers. Ein systemat., schrittweiser Abbau des ReO_2 auf diesem Wege, kontrolliert durch Röntgenaufnahmen der Präparate, ergab, daß zwischen ReO_2 u. Re keine Zwischenverb. existieren. — Es wurde ferner die Einw. von alkal. Ätznatronschmelzen auf ReO_3 u. ReO_2 u. von Natronlauge auf ReO untersucht. Bei diesen Vers. mußte die leichte Oxydierbarkeit der Re-Oxyde in den alkal. Schmelzen berücksichtigt werden.

Bei der Schmelze des ReO_2 mit Ätznatron wurde Na_2ReO_3 gebildet, das weiter zu Re u. NaReO_4 disproportionierte. Beim Schmelzen von ReO_3 mit NaOH geht im wesentlichen die Rk. $3 \text{ReO}_3 + 2 \text{Na}_2\text{O} = 2 \text{NaReO}_4 + \text{Na}_2\text{ReO}_3$ vor sich. Die Verss. über die Löslichkeit von ReO_3 in 10%ig. NaOH wurden bei 16 u. bei 85° vorgenommen. Vers.-Dauer 1—20 Stdn. Die Umsetzung ist hier analog der in der Schmelze. Eine Übersicht über die Oxide u. Chloride des Re u. Mn zeigt die bevorzugte Beständigkeit der höherwertigen Verbb. beim Re u. der niederwertigen beim Mn . (Z. anorg. allg. Chem. **214**. 225—38. 7/10. 1933. Hannover, Techn. Hochsch., Inst. f. anorgan. Chem.: Göttingen, Univ.) JUZA.

W. Geilmann und **Fr. W. Wrigge**, *Über Rheniums sesquioxid, Re_2O_3* . In alkal. ReCl_5 -Lsgg. wird, wie Oxydationswertbestst. zeigen, Re im Verlauf von wenigen Min. durch Einleiten von O zu Re^{VII} oxydiert. Dieser leichten Oxydierbarkeit entsprechend gelang die Darst. eines Re_2O_3 durch Versetzen einer ReCl_5 -Lsg. mit NaOH nur bei vollständigem Ausschluß von O . Erforderlich war ferner, die Fällung in der Kälte vorzunehmen. In der Hitze entstanden höherwertige Oxide, was auf eine Zers. des W . durch das Re_2O_3 zurückzuführen ist. Es wurden quantitative Verss. über diese Zers. des W . durch Re_2O_3 in Abhängigkeit von der Alkalität u. Acidität der Lsgg. durchgeführt. Die Rk. verläuft in neutralen u. schwach sauren Lsgg. langsam, in alkal. Lsgg. sehr viel rascher. Die Darst. eines W -freien Re_2O_3 gelang nicht. (Z. anorg. allg. Chem. **214**. 239—43. 7/10. 1933. Hannover, Inst. f. anorgan. Chem., Techn. Hochsch.) JUZA.

Wilhelm Geilmann, **Friedrich Wilhelm Wrigge** und **Wilhelm Biltz**, *Rheniumtetrachlorid*. Im Gegensatz zu den Angaben der Literatur, nach denen ReCl_4 existiert, ReCl_5 dagegen nicht (vgl. C. **1931**. II. 3452), wird nachgewiesen, daß bei der Chlorierung von Re zunächst überwiegend ReCl_5 entsteht. Durch Umsublimieren im Hochvakuum kann das ReCl_5 leicht analysenrein erhalten werden. Aus dem ReCl_5 entsteht durch Erhitzen im N-Strom ReCl_3 . Ein Tetrachlorid konnte im freien Zustand niemals gefunden werden. ReCl_5 ist tief braunschwarz, die Dämpfe sind dunkelbraun. Unter Atmosphärendruck läßt es sich nicht unzersetzt verflüchtigen. Auch beim Schmelzen scheint eine gewisse Zers. einzutreten. (Z. anorg. allg. Chem. **214**. 244—47. 7/10. 1933. Hannover, Inst. f. anorgan. Chemie, Techn. Hochsch.; Göttingen, Univ.) JUZA.

W. Geilmann und **Fr. W. Wrigge**, *Über einige Reaktionen der Rheniumchloride*. Es wurde die Hydrolysegeschwindigkeit von ReCl_3 bei 0 u. bei 25° durch Leitfähigkeitsmessungen untersucht. Bei 0° verläuft die Hydrolyse langsam, bei 25° hat sie nach etwa 20 Min. ihren Grenzwert erreicht. ReCl_3 wird bei 250 — 300° durch H zu Metall reduziert. Die röntgenograph. Unters. von teilweise reduzierten ReCl_3 -Proben ergab, daß neben ReCl_3 kein niederes Chlorid des Re existiert. In saurer wss. Lsg. ist ReCl_3 sehr beständig gegen O ; dagegen wird fl. ReCl_3 durch Erhitzen im Sauerstoff- oder Luftstrom rasch unter Bldg. von ReO_3Cl u. ReOCl_4 oxydiert. Das in der Literatur angegebene ReO_2Cl_3 (vgl. C. **1932**. II. 691) konnte nicht aufgefunden werden. — Es wurde ferner ausführlich die Zers. des ReCl_5 im N-Strom untersucht: sie führt ausschließlich zu ReCl_3 u. Cl . Bei der Einw. von O auf ReCl_5 werden die schon angeführten Oxychloride neben Cl gebildet. Aus ReCl_5 u. trockenem KCl entsteht bei erhöhter Temp. unter Cl -Entw. K_2ReCl_6 . Mit Laugen reagiert ReCl_5 unter Bldg. von $\text{ReO}_2 \cdot x \text{H}_2\text{O}$ u. KReO_4 ; mit Säuren treten Gemische von HReO_4 , H_2ReCl_6 u. Cl auf. Bei der therm. Zers. von Ag_2ReCl_6 wurden äquimol. Mengen von ReCl_5 u. ReCl_3 gebildet. (Z. anorg. allg. Chem. **214**. 248—59. 7/10. 1933. Hannover, Inst. f. anorgan. Chem., Techn. Hochsch.) JUZA.

W. Geilmann und **Loren C. Hurd**, *Beiträge zur analytischen Chemie des Rheniums*. X. *Über die Bestimmung des Rheniums als Dioxyd*. (IX. vgl. C. **1933**. II. 2427.) Das Dioxyd des Re wurde wiederholt für quantitative analyt. Bestst. verwendet. Vff. untersuchen, ob nicht die leichte Oxydierbarkeit des ReO_2 seine analyt. Verwendung unmöglich macht. Es wurde die Oxydation durch Luft u. O untersucht, ferner der Re -Verlust beim Auswaschen von ReO_2 infolge Oxydation zu Perrhenat, die Unvollständigkeit der Fällung des ReO_2 , die Oxydation des ReO_2 beim Trocknen unter verschiedenen Bedingungen u. der Verunreinigungsgrad der gefällten Ndd. durch mitgerissene Alkalisalze. Die in der Literatur beschriebenen analyt. Best.-Methoden, die das Dioxydhydrat verwenden, werden krit. besprochen. Es ergab sich, daß ReO_2 als Abscheidungsform des 4-wertigen Re ungeeignet ist, da Verluste infolge der leichten Oxydierbarkeit nicht zu vermeiden sind. Als Bestimmungsform ist ReO_2 auch unbrauchbar, da die ausgefällten Prodd. rasch O aufnehmen. Auch das stark ausgeprägte Adsorptionsvermögen der

Ndd. stört die Verwendung für quantitativ analyt. Zwecke. (Z. anorg. allg. Chem. 214. 260—68. 7/10. 1933. Hannover, Inst. f. anorgan. Chem., Techn. Hochsch.) JUZA.

Otto Erbacher und **Hans Käding**, *Über das chemische Verhalten des Poloniums*. Die Verss. der Vff. über das chem. Verh., die Ionenbildg. u. die Wertigkeit des Po haben ergeben, daß das in mineralaurer Lsg. vorliegende 2-wertige Kation kein Ion von der Formel PoO^{++} ist. Vielmehr ist aus dem Austausch zwischen Silberatomen u. Poloniumionen das Vorliegen eines Metallkations Po^{++} zu folgern. Unter Zugrundelegung dieses Kations ergibt die Berechnung des Normalpotentials von Po aus der Abscheidungs-spannung, die durch Aufnahme von Zersetzungsspannungskurven zweiter Art bestimmt worden ist, einen gegenüber dem Normalpotential von Ag edleren Wert. Dies steht mit der Tatsache in Übereinstimmung, daß sich Po auf Ag elektrochem. abscheidet. Durch Anführen verschiedener gegenteiliger Beispiele wird gezeigt, daß zur Aufklärung der Wertigkeit des Po die Untersuchungsmethode des Auskristallisierens mit anderen Salzen mit Vorsicht angewandt werden muß. (Z. physik. Chem. Abt. A. 165. 427—32. Aug. 1933. Berlin-Dahlem. Kaiser-Wilhelm-Inst. für Chemie.) G. SCHMIDT.

H. Gall und **H. Roth**, *Über die Hydrazinate einiger Silbersalze*. Die Verss. zur Darst. von Hydrazinaten der Ag-Salze wurden in der Absicht unternommen, die prim. Rk.-Prodd. zwischen Ag-Ion u. einem Red.-Mittel, das gleichzeitig (nach ANDRESEN) photograph. Entwickler ist, zu isolieren. Die Darst. erfordert peinlichsten Ausschluß von Feuchtigkeit u. Einhalten bestimmter Temp. Es wurde daher in geschlossener Apparatur gearbeitet, mit Pyridin als Lösungsm. für die Ag-Salze u. mit alkoh. Lsg. von N_2H_4 . Folgende Verb. wurden isoliert: $AgCNSN_2H_4$, $AgCNN_2H_4$, $AgNO_3N_2H_4$, $Ag_2SO_4 \cdot 3N_2H_4$. Sie stellen Komplexverb. dar, bei denen N_2H_4 2 Koordinationsstellen besetzt. — Die beiden erstgenannten Verb. sind trocken längere Zeit haltbar, mit W. tritt Ag-Abscheidung u. N_2 -Entw. ein. Vff. fassen die Verb. als prim. Prodd. der heterogenen Rk. von N_2H_4 mit $AgCN$ oder $AgCNS$ auf, wobei in wss. Lsg. zunächst nur Ausbildg. einer analogen Adsorptionsverb. angenommen wird. Da in photograph. Emulsionen auch NO_3^- vorkommt, welches den Red.-Vorgang spezif. beeinflussen könnte, untersuchten Vff. auch die Nitrat- u. Sulfatverb. — $AgNO_3N_2H_4$ zers. sich schon beim Betrachten u. Mk.; u. beim Vers. eine Einwaage der Verb. zur Analyse zu machen, zers. sie sich nach kurzer Zeit unter Feuererscheinung u. Detonation, nur durch Temp.-Steigerung von -20° auf Zimmertemp. Durch Druckmessung wurde festgestellt, daß die Zers. sich bei $-5,3^\circ$ bemerkbar zu machen beginnt; bei $-2,0^\circ$ beobachtet man erhebliche Drucksteigerung bei $-1,5^\circ$ Explosion. — Die Bldg. des Ag durch Wärmezufuhr allein läßt sich nur so erklären, daß die Wärmeschwingung des von Silberion-Hydrazin besetzten Gitterpunktes ausreicht, um in den Bereich des NO_3^- -Ions zu gelangen. Die dadurch mögliche Rk. induziert jede folgende, zumal gleichzeitig W.-Bldg. eintritt. Die Richtigkeit dieser Anschauung wird durch das Verh. von $Ag_2SO_4 \cdot 3N_2H_4$ bestätigt; diese Verb. zeigt qualitativ die gleichen Eigg. wie das Nitrat. Der therm. Zerfall erfolgt bei $7,7^\circ$ vollständig, aber ohne heftige Nebenerscheinungen. (Z. anorg. allg. Chem. 206. 369—77. 1932. München, Anorgan. Lab. d. Techn. Hochsch.) SKALIKS.

H. Gall und **H. Roth**, *Die Hydrazinate der Silberhalogenide*. Es werden Hydrazinate u. Phenylhydrazinate von Ag-Halogeniden im Hinblick auf die bei dem photograph. Entwicklungsprozeß gegebenen Bedingungen untersucht. Bei peinlichem Abschluß von Feuchtigkeit konnten unter Verwendung von Pyridin als Lösungsm. für $AgCl$ u. $AgBr$ u. von α -Picolin als Lösungsm. für AgJ bei der Behandlung der Lsgg. mit alkoh. Lsgg. von Hydrazin bzw. mit Phenylhydrazin die folgenden Verb. hergestellt werden: 1. $3 AgCl \cdot N_2H_4$, 2. $2 AgCl \cdot N_2H_4$, 3. $3 AgBr \cdot N_2H_4$, 4. $AgBr \cdot N_2H_4$, 5. $2 AgJ \cdot N_2H_4$, 6. $AgCl \cdot C_6H_5NHNH_2$, 7. $AgBr \cdot C_6H_5NHNH_2$. Zur Darst. von 2 u. 4 werden 1 u. 3. bei Eis-Kochsalzkühlung mit einer Lsg. von Hydrazin in Pyridin digeriert u. die Kristalle dann mit hydrazinhaltigem A. gewaschen. Es gelang nicht, zu einem Prod. mit 1 N_2H_4 :1 $AgCl$ zu kommen. Es besteht also hier keine Analogie zu den Ammoniakaten (vgl. BILTZ u. STOLLENWERK, Z. anorg. allg. Chem. 114 [1920]. 174), von denen das des $AgCl$ beständiger ist als das des $AgBr$. Ein Hydrazinat des AgJ mit wesentlich höherem Hydrazingeh. als bei 5 konnte ebenfalls nicht erhalten werden. Nach den PT-Diagrammen beginnt 2. bei $27,2^\circ$ sich therm. zu zersetzen, 4. bei $29,2^\circ$; 5 zeigt bis 57° keine Zers.-Erscheinungen. Während $AgBr$, das in H_2O suspendiert ist, mit einer Lsg. von Phenylhydrazin in Pyridin sehr langsam zu Ag reduziert wird, wirkt Phenylhydrazin, das im Gitter eingebaut ist, in wss. Lsg. sofort reduzierend. Für den Entwicklungsprozeß wird demzufolge der Schluß gezogen, daß die Adsorption

des Entwicklers topochem. an den Gitterpunkten einsetzt, an denen photochem. Ag.-Bldg. stattgefunden hat. (Vgl. vorst. Ref.) (Z. anorg. allg. Chem. **214**, 201—08. 19/9. 1933. München, Anorgan. Lab. der Techn. Hochsch.) ELSTNER.

D. Organische Chemie.

I. Strukow, Gewinnung von *Trimethylenchlorbromid*. Das Verf. von BRUYLANTS (C. 1909. I. 1860) wurde modifiziert wie folgt: $\text{CH}_2\text{OH} \cdot \text{CHOH} \cdot \text{CH}_2\text{OH} + \text{H} \cdot \text{COOH} \rightarrow \text{CH}_2 = \text{CH} \cdot \text{CH}_2\text{OH}$, mit PCl_3 in Ggw. von 30% Pyridinbasen (JUVALA, C. 1930. II. 2506) $\rightarrow \text{CH}_2 = \text{CH} \cdot \text{CH}_2\text{Cl}$, in großen Glasflaschen im direkten Sonnenlicht mit HBr sättigen $\rightarrow \text{CH}_2\text{Br} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH}_2\text{Cl}$, mit k. W. u. 5%ig. NaOH waschen, mit CaCl_2 trocknen, fraktioniert dest., Fraktion 140—142° auffangen. Ausbeute 83%, daneben bis 3% Propylenchlorbromid. Zur Darst. kleiner Mengen *Trimethylen-dibromid* eignet sich folgendes Verf.: 6 Teile HBr (65%) mit 1 Teil Allylalkohol mischen, nach 10 Min. beginnt die Absonderung einer Allylbromidschicht, diese nach 40 Stdn. abtrennen, mit W. u. mit 5%ig. NaOH waschen, mit CaCl_2 trocknen, dest.: Allylbromid, Kp. 70—71°, Ausbeute 96%, dieses weiter verarbeiten wie oben das Chlorid. (Chem.-pharmaz. Ind. [russ.: Chimiko-pharmazewtitscheskaja Promyslennost] 1933. 66—68. NICHFI, Abt. f. synth. Chem.) DEGNER.

Hermann Suida und **Rudolf Planckh**, *Hochmolekulare Isoparaffine*. Zuerst wurde versucht, aus dem von GRÜN u. Mitarbeitern (C. 1926. I. 3217) beschriebenen 16-Oxyhatriakontan (Palmitol) über das Jodid nach WURTZ zum symm. Tetrapentadecyläthan zu gelangen, aber ohne Erfolg. Ebensovwenig gelang es, 16-Jodhatriakontan mit CH_3MgBr umzusetzen. Dagegen konnten aus Palmiton u. Alkylhalogeniden nach GRIGNARD bzw. BARBIER recht glatt tertiäre Alkohole erhalten u. diese über die Jodide in verzweigte KW-stoffe übergeführt werden. So wurden 16-Methyl-, -Äthyl-, -Butyl- u. -Cetylhatriakontan dargestellt, während die Einführung der Myrycylgruppe, $\text{C}_{31}\text{H}_{63}$, nicht mehr gelang. — 16-Methyl- u. 16-Butylhatriakontan erlitten bei der Dest. unter at-Druck teilweise Zers., aber ohne Dunkelfärbung. Aus Destillat u. Rückstand wurden paraffinartige, gut kristallisierende Prodd. erhalten, die höher schmolzen (68—69° bzw. 62—63°) als die verwendeten Isoparaffine. 16-Butylhatriakontan wird durch $\text{Cl} \cdot \text{SO}_3\text{H}$ bei 80° völlig zers., während $n\text{-C}_{31}\text{H}_{63}$ nicht angegriffen wird. Auch mit SbCl_5 reagiert 16-Butylhatriakontan heftig. Diese Isoparaffine verhalten sich also, wie zu vermuten war. Auch ihre D.- u. n-Werte sind höher als bei den n. Paraffinen von gleichem Mol.-Gew., was jedoch sonst nicht immer zutrifft. — Von den bis jetzt bekannten höheren Isoparaffinen kann man 3 Gruppen unterscheiden: 1. „Endverzweigte Isoparaffine“ mit nur β - oder β, β' -ständigen CH_3 -Seitenketten; 2. „mittelverzweigte Isoparaffine einfacher Form“ mit 1 oder 2 Seitenketten an einem anderen als einem β -C-Atom; 3. „mehrfach verzweigte Isoparaffine“ mit mehreren mittel- oder endständigen CH_3 -Gruppen. Die Verb. der 1. Gruppe besitzen geringere n-Werte u. fast durchwegs geringere D.-Werte als die entsprechenden n. Paraffine; alle Verb. der 2. Gruppe haben höhere u. die Verb. der 3. Gruppe teils höhere, teils geringere Werte. — Für die Konst.-Best. aliph., gesätt. KW-stoffe scheint der molekulare Brechungskoeff. eine gewisse Bedeutung zu haben (vgl. EISENLOHR u. WÖLLISCH, C. 1920. III. 875). Für höhere Paraffine ist die Bezugstemp. von 20° nicht empfehlenswert. Vff. haben für 70° die Werte $\text{CH}_2 = +20,445$ u. $\text{H}_2 = -7,06$ errechnet. Die daraus berechneten mol. Brechungskoeff. der n. Paraffine stimmen auf ca. $\pm 0,1$ mit den gefundenen überein. Alle endverzweigten Isoparaffine haben negative, alle mittelverzweigten positive, die mehrfach verzweigten teils negative, teils positive Inkremente. Naphthene zeigen sehr bedeutende, Handelsparaffin geringe, Ceresin größere, aus Vaseline u. Asphalt gewonnene Paraffine sehr beträchtliche Inkremente. — In einer Tabelle sind die bis jetzt bekannten höheren Isoparaffine mit ihren D_{70}° , n_D^{70} -Werten u. mol. Brechungskoeff., in einer anderen Tabelle die höheren tertiären Alkohole mit ihren D_{70}° , u. n_D^{70} -Werten zusammengestellt.

Versuche. 16-Jodhatriakontan, $\text{C}_{31}\text{H}_{63}\text{J}$. Aus 16-Oxyhatriakontan mit P u. J bei 100—120° (3 Stdn.). Aus Essigester-A., F. 33—35°, D_{70}° 0,9692, n_D^{70} = 1,4596. — Methylpentadecylcarbinol, $\text{C}_{32}\text{H}_{66}\text{O}$. Palmiton in Ä. suspendiert, unter Kühlung ca. 3 Moll. CH_3MgBr -Lsg. eingetropft, 2 Stdn. gekocht usw. Aus Essigester-A., F. 40—41°, D_{70}° 0,8292, D_{76}° 0,8085, $n_D^{46,8}$ = 1,4503, $n_D^{70,5}$ = 1,4408, M_D = 151,5 (ber. 151,50), Mol.-Vol. bei 70° = 573,3, Mol.-Gew. $\times n_D^{70}$ = 672,23. — 16-Methylhatriakontan, $\text{C}_{32}\text{H}_{66}$. Voriges mit J u. P wie oben in das Jodid verwandelt, dieses mit Zn

u. HCl 4 Stdn. bei 70–80° gerührt. Aus Essigester-A., F. 32–34°, D.⁴², 0,8086, D.⁸³, 0,7824, $n_D^{40,5} = 1,4517$, $n_D^{71,5} = 1,4395$, $M_D = 150,16$ (ber. 149,98), Mol.-Vol. bei 70° = 569,76, Mol.-Gew. $\times n_D^{70} = 648,77$. — *Äthylidipentadecylcarbinol*, C₃₃H₆₈O. Analog mit C₂H₅MgBr. F. 37–38°, D.⁷⁰, 0,8135, $n_D^{70} = 1,4414$, $M_D = 156,1$ (ber. 156,12), Mol.-Gew. $\times n_D^{70} = 669,56$. — *16-Äthyltriakontan*, C₃₃H₆₈. Wie oben. Bei Raumtemp. gelbliches Öl, E. frisch 8°, nach einigen Wochen 10°, F. frisch 14°, später 18°, D.^{22,5}, 0,8214, D.⁶⁰, 0,7934, $n_D^{23} = 1,4583$, $n_D^{70} = 1,4404$, $M_D = 154,7$ (ber. 154,9), Mol.-Vol. bei 70° = 587,24, Mol.-Gew. $\times n_D^{70} = 669,08$. — *Butylidipentadecylcarbinol*, C₃₅H₇₂O. Mit C₂H₅MgBr. F. frisch 46–47°, später 47–48°, E. 43°, D.⁸⁸, 0,8219, D.⁹¹, 0,7996, $n_D^{70} = 1,4417$, $M_D = 165,2$ (ber. 165,35), Mol.-Gew. $\times n_D^{70} = 733,18$. — *16-Butyltriakontan*, C₃₅H₇₂, aus Ä.-A. bei –15° prächtige Krystalle, geschm. gelbliches Öl, E. 6°, nach 14-tägigem Stehen erstarrt, dann F. 23°, D.¹⁶, 0,8263, D.⁷⁰, 0,7913, $n_D^{19} = 1,4602$, $n_D^{70} = 1,4408$, $M_D = 163,77$ (ber. 163,83), Mol.-Gew. $\times n_D^{70} = 709,67$, $100 \times \eta_{20} = 42,04$, $100 \times \eta_{100} = 4,11$. — *Cetylidipentadecylcarbinol*, C₁₇H₃₆O. Zu Palmiton u. Mg in Ä. langsam Cetyl bromid (Kp.₁₅ 198–201°, D.²⁵, 0,9918, $n_D^{26} = 1,4592$) in Ä. getropft, nach 12-std. Stehen in N-at 7 Stdn. gekocht, Ä. abdest., 4 Stdn. auf 100° erhitzt, nach Zusatz von Ä. wie üblich zers. Nach sehr häufigem Umlösen aus Essigester-A. Krystalle, F. 46–47°, D.⁷⁷, 0,8116, $n_D^{70} = 1,4450$, $M_D = 220,6$ (ber. 220,77), Mol.-Gew. $\times n_D^{70} = 977,89$. — *16-Cethyltriakontan*, C₁₇H₃₆. Red. des Jodids mit Zn u. HCl bei 80° (4 + 6 Stdn.), dann mit Na in Ä.-A. Aus Essigester Kryställchen, F. frisch 39–40°, nach 14 Tagen bei 37–38° erweichend, F. 45,5–46°, $n_D^{66} = 1,4450$, Mol.-Gew. $\times n_D^{70} = 953,78$. (Ber. dtsch. chem. Ges. 66. 1445–54. 11/10. 1933. Wien, Techn. Hochsch.)

LINDENBAUM.

Gustav Egloff und R. E. Schaad, Polymerisation und explosive Zersetzung von Äthylen unter Druck. Die Polymerisation von Äthylen begann zwischen 325 u. 340° in einem Autoklaven in An- oder Abwesenheit eines Al-Katalysators bei 50 at Anfangsdruck. Nach 2–3-std. Weitererhitzen bei 380° bildete sich ein braunrotes Öl in 63 bis 73%ig. Ausbeute des angewandten Äthylens. Bei 430° wurde dasselbe Prod. in derselben Ausbeute erhalten, wenn das Äthylen kontinuierlich durch ein Stahlrohr geleitet wurde. Die Analyse der gasförmigen Prodd. zeigte die Anwesenheit von Methan, Äthan, Propan, n- u. Isobutan, n- u. Isopentan, Propylen, Isobutylen u. Butadiene. Die Dest. der Fraktion von 35–210° des erhaltenen Öls ergab die Anwesenheit von Paraffinen u. Olefinen mit 5–9 C-Atomen. Äthylen in Ggw. eines 4 NiO-2 Al₂O₃-CuO-Katalysators bei 49 at Anfangsdruck zers. sich explosivartig bei 330°. Der Druck stieg auf 340 at u. es bildeten sich 40 Gew.-% C u. ein Gas, das aus 40% H₂ u. 55% CH₄ bestand. Wurde Äthylen bei 58 at auf 331° ohne Katalysatoren erhitzt, so trat eine noch heftigere Explosion ein. Vff. konnten nicht feststellen, ob sich noch Spuren des Katalysators von den vorhergehenden Verss. im Autoklaven befanden, oder ob die Wände des Autoklaven von den Katalysatoren „vergiftet“ waren. Genaue Beschreibung der Verss. Tabellen u. Kurven sowie Literaturzusammenstellung. (J. Instn. Petrol. Technologists 19. 800–811. Sept. 1933.) K. O. MÜLLER.

Tchao Yin Lai, Bequemes Verfahren für die Darstellung der primären α -Acetylenalkohole. Vf. hat das von GUEST (C. 1925. II. 20) beschriebene Verf. dadurch vereinfacht u. verbessert, daß er das Formaldehydgas nicht mit N (l. c. irrtümlich „nitro Gas“) mischt. Infolge der größeren Konz. des CH₂O verläuft die Rk. viel leichter u. ist für die Gewinnung von 1 g-Mol. Alkohol in 20–30 Min. beendet. Die Ausbeute beträgt auch im ungünstigsten Fall mindestens 70%. Apparat u. Arbeitsgang werden ausführlich beschrieben. — *Äthylpropargylalkohol* oder *Pentin-(2)-ol-(1)*, C₂H₅:C:C:CH₂:OH. 0,5 g-Mol. C₂H₅MgBr in ca. 100 g Ä. mit 29 g gasförmigem Butin umsetzen (Eiskühlung), unverbrauchtes Butin in einer Waschflasche mit Ä. absorbieren, schließlich 2 Stdn. kochen. Lsg. vom Mg abdekantieren, unter Eiskühlung u. Rühren durch Erhitzen von 30 g Trioxymethylen entwickeltes CH₂O-Gas zuführen, schließlich 1 Stde. kochen. In 20%ig. H₂SO₄ gießen, wss. Schicht mit K₂CO₃ sättigen u. ausäthern, äth. Lsgg. mit K₂CO₃ waschen, trocknen u. unter 54 mm fraktionieren, wobei zuerst etwas Propylalkohol übergeht. Ausbeute 70%. Farblose Fl., Kp.₅₁ 81–82°, D.¹⁹ 0,91, $n_D^{19} = 1,4535$, $M_D = 24,97$ (ber. 24,83), acetylenartig riechend, zl. in W. — *Nonylpropargylalkohol* oder *Dodecin-(2)-ol-(1)*, C₁₂H₂₂O. Ebenso mit Undecin. Rohprod. erstarrt im Kältegemisch u. wird abgesaugt, fl. Teil i. V. dest., Destillat wieder gekühlt. Aus Lg. perlmutterglänzende Blättchen, F. 29,5–30°. Ausbeute 90%. — *Decylpropargylalkohol* oder *Tridecin-(2)-ol-(1)*, C₁₃H₂₄O. Mit Dodecin. F. 34–35°, dem vorigen sehr ähnlich. — Von bereits bekannten Alkoholen wurden dargestellt: *Amyl-*

propargylalkohol, $C_8H_{14}O$, Kp_{15} 98—99°, D_{17}^{17} 0,884, n_D^{17} = 1,4585, M_D = 38,95 (ber. 38,69). *Hexylpropargylalkohol*, $C_8H_{16}O$, Kp_{16} 118—120°, D_{17}^{17} 0,875, n_D^{17} = 1,4558, M_D = 43,50 (ber. 43,25). *Phenylpropargylalkohol*, C_9H_8O , Kp_{15} 137—138°, D_{18}^{18} 1,07, n_D^{18} = 1,5873, M_D = 41,42 (ber. 39,97). — Verss., die Darst. des Propargylalkohols selbst zu verbessern, waren erfolglos. (Bull. Soc. chim. France [4] 53. 682—87. Juli 1933.)

LINDENBAUM.

Tohao Yin Lai, *Über die Darstellung von Butin nach dem Verfahren von Lobeau und Picon*. Dieses Verf. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 156 [1913]. 1077) besteht in der Rk. von C_2H_5J mit CH_3CNa in fl. NH_3 u. liefert sehr reines Butin mit guter Ausbeute. Der l. c. angegebene App. ist jedoch mangelhaft u. gestattet, nur sehr wenig Butin auf einmal darzustellen. Vf. hat eine Apparatur konstruiert, in der es möglich ist, in einem Tage 22 g Butin mit 78% Ausbeute, berechnet auf das verwendete C_2H_5J , darzustellen. Apparatur u. Arbeitsgang werden ausführlich beschrieben. (Bull. Soc. chim. France [4] 53. 687—92. Juli 1933. Lyon, Fac. des Sciences.) LB.

Henry R. Henze und **John T. Murchison**, α -substituierte *Athyl-n-butyl-äther-n-butyläther*; α -*n*-Butoxypropionamid, α -*n*-Butoxypropionsäure, *Methyl- α -n-butoxypropionat*, *Athyl- α -n-butoxypropionat*, *n*-Propyl- α -n-butoxypropionat, *n*-Butyl- α -n-butoxypropionat, *n*-Amyl- α -n-butoxypropionat, *2*-Butoxybutanon-3, *2*-Butoxyhexanon-3, *2*-Butoxyheptanon-3, *2*-Butoxyoctanon-3. $Kp.$, $D.$, n_D^{20} u. M_D werden ferner angegeben für *Di-n-butylacetal*, α -*n*-Butoxyäthylacetal. Die Dampfdrucke werden bei mehreren Tempp. mit dem Isoteniskop bestimmt u. aus $\log p$ u. $1/T$ die Verdampfungswärmen berechnet. (J. Amer. chem. Soc. 55. 4255—59. Okt. 1933. Austin, Texas, Univ. of Texas, Dpmt. of Chem.) W. A. ROTH.

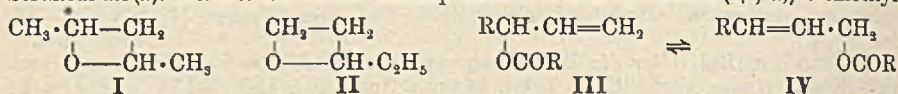
Philip G. Stevens, *Der Einfluß von verzweigten Ketten auf die optische Aktivität. Die Konfiguration von Methyl-tert.-butylcarbinol*. Nachdem in einer früheren Arbeit (C. 1932. II. 2621) Vf. gezeigt hatte, daß in *d*(+)-*Methyl-n-propylcarbinol* (I) der Ersatz der *n*-Propylgruppe durch die *Isopropylgruppe* (II) zu einer Verminderung des Drehungsvermögens führt, untersucht er weiterhin den Einfluß einer verzweigten, direkt an as. C-Atom haftenden Kette beim (+)-*Methyl-tert.-butylcarbinol* (IV). Die ster. Zusammengehörigkeit dieses Carbinols mit *d*(+)-*Methyl-n-butylcarbinol* (III) u. mit I u. II wird durch Vergleich der Drehungen der freien Carbinole, ihrer Acetate, Benzolate u. Phthalate belegt, wobei bei den vier Carbinolen die Drehungen in der angeführten Reihenfolge der Ester ansteigt. Es zeigt sich, daß auch die *Tertiärbutylgruppe* einen drehungsvermindernden Einfluß ausübt, wenn auch weniger stark als die *Isopropylgruppe*. Vf. hält es für möglich, daß die Anwesenheit des tertiären Wasserstoffatoms in der *Isopropylgruppe* die Ursache der stärkeren Drehungsverminderung ist. Überdies erscheint es nicht ausgeschlossen, daß die bei IV beobachtete Drehungsverminderung durch unvollständige Trennung von *d*- u. *l*-Form dieses Carbinols vorgetäuscht wurde. Aus der anschließend gegebenen Zusammenstellung geht noch hervor, daß die *Cyclohexylgruppe* (VI) ebenfalls einen drehungsvermindernden, die *Isobutylgruppe* (V) dagegen einen erhöhenden Einfluß ausübt:

CH_3	CH_3	CH_3	CH_3	CH_3	CH_3	CH_3	CH_3
HCOH	HCOH	HCOH	HCOH	HCOH	HCOH	HCOH	HCOH
C_3H_7-n	C_3H_7-i	C_4H_9-n	C_4H_9-t	C_4H_9-i	C_6H_{13-n}	C_6H_{11}	C_6H_5
[M] +12,1°	+4,3°	+12,0°	+7,8°	+21,1°	+12,7°	+6,1°	-52,5°
I	II	III	IV	V		VI	

Versuche. *d*-*Methylisopropylcarbinolacetat*, Kp_{758} 128,5—129°, α_D^{25} = 3,64°, aus dem Carbinol mit Essigsäureanhydrid u. Pyridin. — *d*-*Methylisopropylcarbinolbenzoat*, Kp_{2} 83—84°, α_D^{28} = 9,26°, aus dem Carbinol mit Benzoylchlorid u. Pyridin. — *d*-*Methyl-tert.-butylcarbinolacetat*, Kp_{765} 141°, α_D^{27} = 9,46°, aus *d*-*Methyl-tert.-butylcarbinol* (IV) (dieses aus *Tert.-butylmagnesiumchlorid* u. Acetaldehyd, Überführung der entstandenen beiden stereomeren Carbinole in saure Phthalsäureester, Trennung derselben mit Brucin u. Freilegung des (+)-Carbinols) mit Essigsäureanhydrid u. Pyridin. — *d*-*Methyl-tert.-butylcarbinolbenzoat*, Kp_{5} 105—105,5°, α_D^{26} = 27,92°, aus dem Carbinol mit Benzoylchlorid u. Pyridin. (J. Amer. chem. Soc. 55. 4237—40. Okt. 1933. Massachusetts.) O. SCHMIDT.

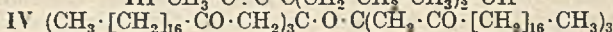
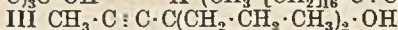
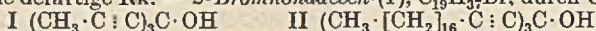
H. W. J. Hills, **J. Kenyon** und **H. Phillips**, *Tautomere Formen substituierter Allylalkohole*. Bei der Hydrolyse von (+)- α,γ -*Dimethylallylphthalat* mit verd. Alkali entsteht (+)- α,γ -*Dimethylallylalkohol*, der deutliche Temp.-Abhängigkeit der Drehung,

Linksdrehung in $\bar{\lambda}$, anomale Rotationsdispersion u. manchmal Mutarotation zeigt. Da der Parachor dieser Verb., sowie der α - oder γ -substituierten Allylalkohole nicht mit der n. Formulierung übereinstimmt, nehmen Vff. für diese Verb. ringförmige Struktur an (I). Die anomale Rotationsdispersion u. Mutarotation des (+)- α,γ -Dimethyl-



alkohols wird mit der Bldg. des neuen asymm. Zentrums erklärt, da α -substituierte Allylalkohole (II) n. Verh. zeigen. Die Tautomerisation von Carboxylestern substituierter Allyle (III u. IV), sowie die Umlagerung von Linalool in Geraniol in verd. Schwefelsäure stehen vermutlich mit der beschriebenen Tautomerisierung in Zusammenhang. Beim Ersatz des Phthalsäurerestes in (+)- α,γ -Dimethylallylphthalat durch den n-Butylrest muß WALDENsche Umkehrung angenommen werden, da dieser Äther umgekehrt dreht, wie der direkt aus (+)-Alkohol u. n-Butylbromid erhaltene Äther. Als Anzeichen einer analogen Tautomerisierung der Acrylsäuren verweisen Vff. auf den Unterschied ihrer Eigg. gegenüber den β,γ -ungesätt. Säuren u. auf den eigentümlichen Verlauf der Halogenabsorption. Der Parachor der Crotonsäure wurde wegen Assoziation zu tief gefunden. (J. Soc. chem. Ind., Chem. & Ind. 52. 660—61. 11/8. 1933. Battersea Polytechnic.) ZWECKER.

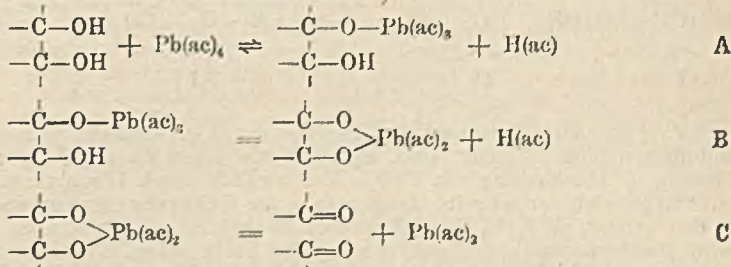
D. D. Coffman, June Chien-Yu Tsao, L. E. Schniepp und C. S. Marvel. *Trialkyläthylcarbinole*. (Vgl. OZANNE u. MARVEL, C. 1931. I. 759). Es wurde früher gezeigt, daß Carbinole $-\text{CH}_2 \cdot \text{C} : \text{C} \cdot \text{CR}_2 \cdot \text{OH}$, in denen eine primäre Alkylgruppe am dreifach gebundenem C-Atom steht, beim Vers. zur Überführung in Halogenide anomal reagieren. Dasselbe ist bei den neu dargestellten Carbinolen I, II u. III der Fall; keine dieser Verb. liefert mit PCl_3 ein Halogenid; II u. III geben mit $\text{CH}_3 \cdot \text{OH}$ u. H_2SO_4 keinen Methyläther. II wird durch H_2SO_4 in Eg. nicht in ein ungesätt. Keton umgelagert (MEYER u. SCHUSTER, Ber. dtsh. chem. Ges. 55 [1922]. 819), sondern in ein Prod. übergeführt, das durch Kondensation von 2 Moll. II u. Hydrierung der Acetylenbindungen entstanden u. wahrscheinlich als IV anzusehen ist. I u. III zeigen keine derartige Rk. — 2-Bromnonadecen-(I), $\text{C}_{19}\text{H}_{37}\text{Br}$, durch Umsetzung von Cetyl-MgBr



mit 2,3-Dibrompropen-(1) in Ae. F. 10—10,5°, $\text{Kp}_{0,5}$ 168—172°. D.²⁰ 0,9781, $n_D^{20} = 1,4670$. Als Nebenprod. *Dotriakontan*, F. 68—70°. *Cetylbromid*, Kp_1 156—160°, F. 11,5°, $n_D^{20} = 1,4625$. — *Nonadecin*-(I) $\text{C}_{19}\text{H}_{36}$, aus 2-Bromnonadecen-(1) u. NaNH_2 in sd. Xylol. F. 37—38°, $\text{Kp}_{1,5}$ 144°. *Dinonadecylquecksilber* $\text{C}_{38}\text{H}_{70}\text{Hg}$, Krystalle aus Butylalkohol, F. 96—97°. *Trinonadecylcarbinol* $\text{C}_{55}\text{H}_{106}\text{O}$ (II), aus Nonadecyl-MgBr u. Diäthylcarbonat. Krystalle aus absol. A. + Ae., F. 71—72°. Gibt mit $\text{C}_2\text{H}_5 \cdot \text{MgBr}$ die theoret. Menge Äthan. *Methyltrinonadecylmethyläther* $\text{C}_{59}\text{H}_{108}\text{O}$, durch Umsetzung von II mit $\text{C}_2\text{H}_5\text{MgBr}$ in Ae. u. Behandlung der Rk.-Lsg. mit $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$. Krystalle aus absol. A., F. 44—45°. — *Verb.* $\text{C}_{116}\text{H}_{222}\text{O}_7$ (IV?), aus II u. konz. H_2SO_4 in sd. A. oder Eg. Blaue Krystalle aus Äthylacetat, F. 56—58°. Die blaue Lsg. in Ae. wird beim Schütteln mit wss. Alkali hellbraun, beim Schütteln mit verd. H_2SO_4 wieder blau. — Bei der Umsetzung von II mit $\text{CH}_3 \cdot \text{COBr}$ in Ae. oder Bzl. bei 35° oder mit sd. 40%ig. HBr entsteht ein *Bromid*, F. 37—38° aus Bzl.-A., das nicht die erwartete Zus. ($\text{C}_{38}\text{H}_{70}\text{Br}$) zeigt u. das Br bei Einw. von molekularem Ag nicht abgibt; es reagiert mit Na-Hg oder Na-K-Legierung, gibt aber kein Metallalkyl. Durch Einw. von SOCl_2 u. Pyridin auf II in Ae. entsteht ein ebenfalls anomales *Chlorid*, F. 40—42°. — *Tripropylcarbinol* $\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$ (I), durch Umsetzung von Propinyl-MgBr (aus Propin u. $\text{C}_2\text{H}_5 \cdot \text{MgBr}$) mit Diäthylcarbonat. Gelbe Krystalle aus Bzl.-PAe., F. 134—135°. Gibt mit $\text{H}_2 + \text{PtO}_2$ in A. *Tripropylcarbinol*, Kp_{21} 89—90,5°, D.²⁰ 0,8304, $n_D^{20} = 1,4337$ (Vergleichspräparat Kp_{21} 90—93°, D.²⁰ 0,8338, $n_D^{20} = 1,43557$). Durch Einw. von PCl_3 auf I in Bzl. entsteht ein *Chlorid* $(\text{C}_{10}\text{H}_7\text{Cl})_2$, gelbe Krystalle aus A.-Ae., F. 153—154° (heftige Zers.); reagiert nicht mit Ag, gibt an Na-Hg Cl ab, liefert aber kein Metallalkyl. Bei Temp. unterhalb — 10° läßt sich I anscheinend in das monomere Chlorid überführen. — *Dipropypropylcarbinol* $\text{C}_{10}\text{H}_{18}\text{O}$ (III), aus Propinyl-MgBr u. Dipropylketon. Kp . 196—197°, D.²⁰ 0,8709, $n_D^{20} = 1,4518$. Hydrierung gibt Tripropylcarbinol. Einw. von PCl_3 , PBr_3 oder SOCl_2 führt zu undestillierbaren fl. Prodd. — *Propin*, durch Erhitzen von 1390 g Propylenbromid mit einer Lsg. von 1750 g KOH

in 2 l Butylalkohol. Reinigung durch Leiten über CaCl_2 u. P_2O_5 . (J. Amer. chem. Soc. 55. 3792—96. Sept. 1933. Urbana [Ill.], Univ. of Illinois.) OSTERTAG.

Rudolf Criegee, Ludwig Kraft und Bodo Rank, *Die Glykospaltung, ihr Mechanismus und ihre Anwendung auf chemische Probleme.* (Vgl. CRIEGEE, C. 1931. I. 2189. 1932. II. 3987. 1933. I. 763.) Als Erkundungsvorstoß in das Gebiet der Zusammenhänge zwischen *Rk.-Geschwindigkeit* u. *Molekülbau* untersuchen Vf. die *Glykospaltung*, d. h. die oxydative Spaltung von α -Glykolen mit Bleitetraacetat unter Bldg. von Aldehyden oder Ketonen. Nach ihren Vorstellungen setzt sich diese aus den 3 Folgerkk. **A**, **B** u. **C** zusammen. Von diesen Rkk. verläuft **C** momentan u. nicht umkehrbar, **A** sehr schnell aber umkehrbar, so daß die eigentliche geschwindigkeitsbestimmende Rk. in der Gleichung **B**, d. h. in der Bldg. des cycl. Zwischenprod. steckt. Nun ist aber **B** eine monomol. Rk., während der wahre Rk.-Ablauf in Eg.-Lsg. bimol. stattfindet. Diese scheinbare Schwierigkeit löst sich dadurch, daß, wie die Rechnung ergibt, für das Lösungsm. Eg. die an sich monomol. Rk. bimol. Gesetzen gehorchen muß. Hiermit hängt zusammen, daß bei der als Beispiel gewählten Rk. *trans*-Cyclohexandiol-Bleitetraacetat die Geschwindigkeiten der Spaltung in Bzl., Nitrobenzol, Dichloräthan u. Tetrachloräthan unter sich sehr ähnlich sind, die Geschwindigkeit in Eg. aber um ein Mehrtausendfaches übertreffen.

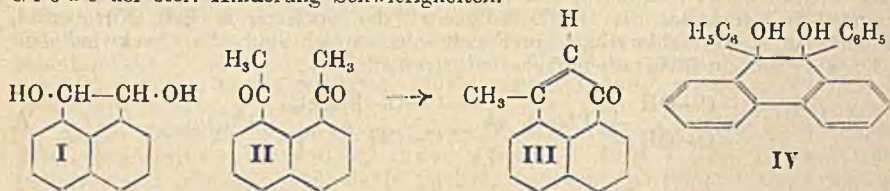


Die Geschwindigkeiten, mit denen *cis-trans*-isomere Glykole bekannter Konfiguration oxydiert werden (Tabelle), gestattet die Ableitung eines neuen Verf. zur *Konfigurationsbest. cycl. Glykole*: Dem schneller oxydierbaren Isomeren kommt die *cis*-, dem langsamer reagierenden die *trans*-Konfiguration zu. Das Verf. wurde angewandt auf die Ermittlung der Konfiguration der Acenaphthen-, Dimethyl- u. Diphenylacenaphthendiole sowie auf die Diphenyldihydrophenanthrendiole. — Der früher (C. 1932. II. 3987) aus dieser Methode gezogene Schluß, daß die Glykolgruppierung im *Cholesterin* einem 5-Ring angehören müsse, ist nach inzwischen bekannt gewordenen Tatsachen nicht zwingend.

Die Geschwindigkeiten der Glykospaltung, die sich durch jodometr. Titration des jeweils noch vorhandenen Oxydationsmittels leicht messen lassen, sind außerordentlich verschieden. Die gemessenen Konstanten verteilen sich auf einen Bereich von 1:60 Millionen. Die Oxydationsgeschwindigkeit der Glykole ist also ein äußerst fein ansprechendes Reagens auf Unterschiede in der Konst. wie in der Konfiguration der Glykolemoleküle. Von ganz besonderem Einfluß ist die räumliche Lagerung der OH-Gruppen, neben der auch der rein chem. Einfluß verschiedener Substituenten sowie deren gewöhnlich als „ster. Hinderung“ bezeichnete *m e c h a n.* Einfluß nicht ohne Wrkg. auf die Rk.-Geschwindigkeit ist. Die verschiedenen Ursachen für die so verschiedenen Rk.-Geschwindigkeiten lassen sich dadurch entwirren, daß man die Geschwindigkeiten auf Grund der bekannten ARRHENIUSschen Gleichung $k = a \cdot e^{-q/RT}$ in 2 Komponenten, die Aktivierungsenergie q u. die sogenannte Aktionskonstante a zerlegt. Bei der Glykospaltung setzt sich die Aktivierungsenergie zusammen aus 2 Teilen: 1. der „Deformationsenergie“, die nötig ist, um die OH-Gruppen des Glykols in die zum Ringschluß günstige *cis*-Lage zu „biegen“ u. 2. der „Lockerungsenergie“, die aufgewandt werden muß, um sowohl das Diol wie das Bleitetraacetat in einen reaktionsfähigen Zustand mit gelockerten Bindungen zu bringen. In einer Tabelle sind die an einer Reihe von Glykolen zunächst bei 2 Temp., 20 u. 30°, durchgeführten Messungen u. die Rechnungsergebnisse zusammengestellt. Besonderer Wert wurde auf die für die Zuverlässigkeit der Rechnungsergebnisse maßgebende Genauigkeit der ermittelten Temp.-Koeff. k_{30}/k_{20} gelegt. Die Berechnung von q u. a geschieht auf Grund der nach Einsetzen aller Konstanten erhaltenen Formeln:

$$q = 40600 \log \frac{k_{30}}{k_{20}} \quad \text{und} \quad a = k_{30} \left(\frac{k_{30}}{k_{20}} \right)^{30,5}$$

Entsprechend der Verschiedenheit der Temp.-Koeff., die zwischen den Extremwerten 1,60 u. 3,48 liegen, sind auch die Aktivierungsenergien q verschieden, sie liegen zwischen 8300 u. 22 200 cal. Unter den untersuchten cycl. Glykolen besaß erwartungsgemäß jedes trans-Isomere die größere Aktivierungsenergie. Im Unterschied der Deformationsenergie der cis- u. trans-Isomeren scheint die größere Starrheit des 5-Rings gegenüber dem 6-Ring zum Ausdruck zu kommen. Ferner scheinen die Zahlen zu lehren, daß die Starrheit beider Ringsysteme durch den Anbau von arom. Ringen zunimmt. — Aromat. Kerne in Nachbarschaft zur Glykolgruppierung setzen die Lockerungsenergie sehr stark herab. — Bei 10 von 19 gemessenen Glykolen liegen die Aktionskonstanten in der Größenordnung 10^{15} bis 10^{18} , bei den übrigen 9 jedoch tiefer. Bei letzteren liegt aber insofern „ster. Hinderung“ vor, als bei ihnen mehrere voluminöse Substituenten in der Nachbarschaft der OH-Gruppen stehen. Im einzelnen macht die Deutung der Größe der ster. Hinderung Schwierigkeiten.



Versuche. Eintragen von Bleitetraacetat in *Alkohole*, auch wenn sie im gewöhnlichen Sinn „absolut“ sind, ergibt infolge deren Wassergeh. momentane Braunfärbung u. Abscheidung von PbO_2 . Nur wirklich absol. Lösungsm. bleiben farblos oder färben sich nur hellgelb. Trägt man in der Kälte oder unter schwachem Erwärmen in den weniger als 0,1% W. enthaltenden Methylalkohol, der von der „I. G.“ geliefert wird, Bleitetraacetat ein, so geht es mit gelber Farbe in Lsg. u. nach kurzer Zeit scheiden sich citronengelbe Prismen ab von *Oxymethoxyblei (IV)-acetat*, $C_5H_{10}O_6Pb = Pb(O \cdot CO \cdot CH_3)_2(O \cdot CH_3)OH$, färbt sich an feuchter Luft sehr schnell dunkel, zeigt alle oxydierenden Rkk. des Bleitetraacetats. Entsprechend wurden erhalten aus Bleitetraacetat *Oxymethoxyblei (IV)-propionat*, $C_7H_{14}O_6Pb$, gelbe Nadeln, u. aus Bleitetrabutyrat *Oxymethoxyblei (IV)-butyrat*, $C_9H_{18}O_6Pb$, mkr. hellgelbe Prismen. — Während die gelben Verbb. in festem Zustand bei Abwesenheit von Feuchtigkeit monatelang haltbar sind, tritt in den Lsgg. von Bleitetraacetat in *Methanol* rasche u. besonders vom Licht begünstigte Oxydation zu *Formaldehyd* ein. Bei anderen Alkoholen verläuft die Oxydation noch schneller, so von *A.* zu *Acetaldehyd*, *Isopropylalkohol* zu *Aceton* u. *Benzylalkohol* zu *Benzaldehyd*. — Besser als beim Pb gelingt die Gewinnung von Alkoxyderiv. beim Tl (III). *Methoxythalliacetat*, $C_6H_5O_5Tl = Tl(O \cdot CH_3)(O \cdot CO \cdot CH_3)_2$, aus Thalliacetat in ganz absol. Methanol, farblose Nadeln, die sich an der Luft rasch braun färben. Auf Zusatz von W. entsteht eine Lsg. von $Tl(OH)_3$. — *Athoxythalliacetat*, $C_6H_{11}O_5Tl$, Nadeln. — *Isopropoxythalliacetat*, $C_7H_{13}O_5Tl$, Nadeln. — *Dimethoxymangan (III)-acetat*, $C_4H_9O_4Mn = Mn(O \cdot CH_3)_2O \cdot CO \cdot CH_3$, braun. — Alle obigen Alkoholysenprodd. liefern mit Eg. die Ausgangsacetate zurück.

Von den nach GRAEBE u. JEQUIER (Liebig's Ann. Chem. 290 [1896]. 205) durch Kochen von Acenaphthylendibromid mit W. entstehenden beiden *Acenaphthendiolen* (I) ist die höher schmelzende Form von F. 209—210°, kor., die *cis-Form*, da sie durch Bleitetraacetat fast momentan oxydiert wird. Die langsamer reagierende *trans-Form* konnte durch Oxydation mit der zur Zerstörung einer geringen Menge sie noch unverreinigenden cis-Form gerade ausreichenden Menge Bleitetraacetat ganz rein erhalten werden u. hatte dann F. 158—159°, kor. Mit Bleitetraacetat sind beide Dirole oxydierbar zu *Naphthaldialdehyd*, $C_{12}H_8O_2 + 2H_2O$, Nadeln (aus Bzl.), F. 130 bis 130,4°; Bis-p-nitrophenylhydrazon, $C_{24}H_{18}O_2N_6$, rotbraune Nadeln, Zers.-Punkt 229°. — *Acetonverbindung des cis-Acenaphthendiols*, $C_{15}H_{14}O_9$, aus dem höher schm. Diol mit Aceton + HCl u. Na_2SO_4 , Tafeln (aus PAe.), F. 75,6—76,2°. — Von den beiden isomeren *1,2-Dimethylacenaphthendiolen* ist nach den Messungsergebnissen das höher schm., Tafeln vom F. 187—189°, die *cis-Form*, das niedriger schm., Nadeln vom F. 182—183°, die *trans-Form*. Beide geben mit Bleitetraacetat in Bzl. *peri-Diacetylnaphthalin*, $C_{14}H_{12}O_2$ (II), Tafeln, F. 171—172°. Spaltet in h. Piperidin sehr leicht W. ab unter Bldg. von *3-Methylperinaphthindenon-1*, $C_{14}H_{10}O$ (III), Täfelchen, F. 156°. — Von

den beiden *1,2-Diphenylacenaphthendiolen* erwies sich das höher schm., F. 176—177°, als die schneller mit Bleitetraacetat reagierende u. somit als die *cis-Form*, während das niedriger schm., F. 155,5—156,5°, die *trans-Form* darstellt. Die *cis-Form* konnte durch Red. von *peri-Dibenzoylnaphthalin* mit Zn-Staub erhalten werden. Beide Glykole werden mit Bleitetraacetat oxydiert zu *peri-Dibenzoylnaphthalin*. — Von den beiden isomeren *Diphenyldihydrophenanthrendiolen* (IV) ist das niedrig schm. vom F. 181,5—182,5° die *trans-Form*, das höher schm., F. 201—202,5°, die *cis-Form*. Oxydation beider Diem. mit Bleitetraacetat liefert *o,o'-Dibenzoyldiphenyl*, F. 168—169° (Liebig's Ann. Chem. 507. 159—97. 30/10. 1933. Marburg, Univ.) BEHRL.

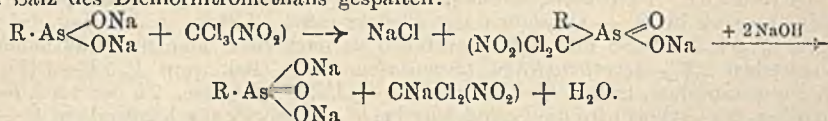
P. Karrer und Ryozi Hirohata, *Zur Oxydation von 1,2-Glykolen mit Bleitetraacetat und Perjodsäure*. Die Oxydationsmethoden von MALAPRADE (C. 1928. II. 797. I. 1755) u. CRIGEE (C. 1931. I. 2188) erweisen sich in zwei Beispielen als etwa gleichwertig u. liefern gleiche Oxydationsprodd. In wss. Lsg. verwendet man zweckmäßig Perjodsäure, während die CRIGEE'SCHE Methode den Vorteil der leichten Entfernung der Bleisalze aufweist.

Versuche. 1-Isobutyl-2-dimethyläthylenglykol. Aus Methylmagnesiumjodid u. Leucinsäureester in Ä. — Oxydation mit Bleitetraacetat. 2 Stdn. in Bzl.-Lsg. bei 60° erwärmen, gel. Pb-Salze mit H₂SO₄ ausfällen u. nach dem Trocknen fraktionieren. Es entstehen 23% Isovaleraldehyd (Semicarbazon aus Bzl. vom F. 122—123°) u. 26% Isovaleriansäure, isoliert als Calciumsalz. — Mit Perjodsäure. Zu der verd. essigsauren Lsg. des Glykols wird die Perjodsäure bei 0° zugetropft, anschließend auf 40—50° erwärmt (1 Stde.) 34% Isovaleraldehyd werden erhalten. — *1-Phenyl-2-dimethyläthylenglykol*. Aus Mandelsäureäthylester u. Methylmagnesiumjodid in Ä. Es muß 2 Stdn. gekocht werden. — Oxydation mit Bleitetraacetat. 1 Stde. in Bzl.-Lsg. bei 40—45°. Man erhält etwa die Hälfte des angewandten Glykols an Benzaldehyd u. ¹/₁₀ Benzoesäure. Mit Perjodsäure gleiche Resultate. (Helv. chim. Acta 16. 959—62. 2/10. 1933. Zürich, Univ.) ERLBACH.

R. Levallant, *Gewinnung einiger Ester der Chlorsulfonsäure und der Schwefelsäure*. I. Vf. hat früher (C. 1929. II. 2766. 1930. I. 1761) gezeigt, wie man durch Einw. von Cl oder SO₂Cl₂ auf neutrale Schwefligsäureester zu Chlorsulfonsäureestern gelangt. 3 weitere Beispiele werden beschrieben. — *Chlorsulfonsäure-n-butylester*. Durch Einw. von Cl auf Di-n-butylsulfid im Kältegemisch. Ausbeute 96%. — *Chlorsulfonsäure-[2,3-dichlorpropyl]-ester*, Cl·SO₂CH₂·CHCl·CH₂Cl. Durch Chlorieren von Di-[2,3-dichlorpropyl]-sulfid in CCl₄ (+ Spur J) unter Eiskühlung. Ausbeute 90%. Bei der Dest. geht zuerst Trichlorhydrin über. — *Chlorsulfonsäure-β-bromäthylester*, Cl·SO₂CH₂·CH₂Br. 45 g Di-[β-bromäthyl]-sulfid unter Eiskühlung mit 21 g SO₂Cl₂ versetzt, auf Raumtemp. erwärmen gelassen u. dest. Ausbeute 81%. Kp.₂₀ 103—106°, M_D = 34,32 (ber. 34,35). — II. Vf. hat früher (C. 1929. II. 2766. 1933. I. 927) gezeigt, wie man Chlorsulfonsäureester durch neutrale Schwefligsäureester oder Orthoameisensäureester in neutrale Schwefelsäureester überführen kann. Neue Beispiele werden beschrieben. — *Di-n-propylsulfat*, SO₄(C₃H₇)₂. 1. In Orthoameisensäurepropylester bei 85—95° 1 Mol. Cl·SO₃C₃H₇ eingetropft, ¹/₂ Stde. auf 100—105° erhitzt (Abdest. von C₃H₇Cl u. H·CO₂C₃H₇), Rückstand mit W. geschüttelt, mit CCl₄ oder Ä. aufgenommen usw.; Ausbeute 65—70%. 2. Di-n-propylsulfid mit Spur ZnCl₂ versetzt, bei 80—90° Cl·SO₃C₃H₇ eingetropft, ¹/₂ Stde. auf 100° erhitzt, weiter wie unter 1; Ausbeute 55—60%. Kp.₁₃ 110°. — *Orthoameisensäurepropylester*, CH(OC₃H₇)₂, zeigt Kp.₁₂ 82—84°, D.₀ 0,896, D.₁₂ 0,886, n_D¹² = 1,411, M_D = 53,29 (ber. 53,31). — *Di-n-butylsulfat*, SO₄(C₄H₉)₂. 1. Gemisch von je 1 Mol. Cl·SO₃C₄H₉ u. CH(OC₄H₉)₂ einige Stunden auf 70—80° erhitzt, weiter wie oben; Ausbeute 55%. 2. Gemisch von je 1 Mol. Cl·SO₃C₄H₉ u. SO₃(C₄H₉)₂ mit Spur ZnCl₂ 5 Stdn. auf 80° erhitzt, weiter wie oben; Ausbeute ca. 70%. Kp._{1,5} 103 bis 105°, Kp._{3,5} 117°, D.₀ 1,080, D.₁₃ 1,069, n_D¹³ = 1,425, M_D = 50,27 (ber. 50,23). — *Orthoameisensäurebutylester*, CH(OC₄H₉)₂, zeigt Kp.₁₂₋₁₃ 121—122°, D.₀ 0,888, D.₁₂ 0,873, n_D¹² = 1,422, M_D = 67,20 (ber. 67,16). — *Di-[3-chlorpropyl]-sulfat*, SO₄(CH₂·CH₂·CH₂Cl)₂. Gemisch von 47,5 g SO₃(CH₂·CH₂·CH₂Cl)₂, 38 g Cl·SO₃CH₂·CH₂·CH₂Cl u. Spur ZnCl₂ während 4 Stdn. von 110° bis auf 150° erhitzt, gebildetes Trimethylenchlorid i. V. bei 50—60° abdest., Rückstand mit W. geschüttelt, CCl₄ zugefügt usw. Ausbeute 81%. Schwach olivenartig riechende Fl., Kp._{ca.4} (korr.) 163—165°, D.₀ 1,389, D.₂₅ 1,363, n_D²⁵ = 1,460, M_D = 50,45 (ber. 50,72). (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 197. 648—51. 25/9. 1933.) LINDENBAUM.

A. J. Jakobowitsch, *Über negative Gruppen enthaltende Alkylarbonsäuren*. I. Versuche zur Darstellung von Dichlornitromethylarbonsäure. Durch Einführung von

negativen Substituenten in Alkylarsonsäuren wird deren Beständigkeit vermindert, so weit man aus den wenigen bisher bekannten Beispielen schließen kann. Solche Säuren werden durch Alkalien oder auch W. leicht unter Bldg. von H_3AsO_4 zers. Um hier weitere Kenntnisse zu erlangen, hat Vf. versucht, durch Umsatz von Na-Arsenit mit Chlorpikrin die Dichlornitromethylarsonsäure darzustellen. Dies ist jedoch nicht gelungen, da nach Ablauf einer energ. Rk. keine organ. As-Verb. isoliert werden konnte. Vf. hat sodann die Rk. zwischen Chlorpikrin u. den Na-Salzen von Aryl- u. Alkylaronsäuren untersucht. Dieselbe verläuft in alkoh.-wss. Lsg. zuerst ziemlich ruhig unter gleichmäßiger Wärmenentw. u. Abscheidung von NaCl; ist aber ca. die Hälfte des Chlorpikrins zugegeben, so tritt meist energ. Rk. unter starker Erhitzung ein, wobei die Fl. eine rubinrote, dann allmählich orangegelbe Färbung annimmt. Nach üblicher Aufarbeitung erhält man die entsprechenden Arsonsäuren mit sehr guter Ausbeute. Wahrscheinlich tritt zuerst die n. MEYERsche Rk. ein, worauf der anfängliche ruhige Rk.-Verlauf hinweist; die so gebildeten sekundären Arsonsäuren werden, weil sie negative Substituenten tragen, durch das Alkali in primäre Arsonsäuren u. ein Salz des Dichlornitromethans gespalten:



Das Dichlornitromethan wurde allerdings nicht isoliert; es dürfte in alkal. Lsg. ebenso zersetzlich sein wie Dibromnitromethan (WIELAND u. JUNG, C. 1926. I. 362). — Weitere Ausführungen vgl. Original. Auch ω -Bromacetophenon wurde mit Na-Phenylarsinat umgesetzt u. Phenylarsonsäure neben viel unverändertem Phenylarsenoxyl erhalten. Deren Bldg. kann nur durch den Zerfall des n. MEYERschen Rk.-Prod. gedeutet werden. Anscheinend können alle Arsonsäuren unter entsprechenden Bedingungen einen solchen Zerfall erleiden (bekannte Beispiele im Original).

Versuche. *Phenylarsonsäure*. Lsg. von 50 g NaOH in 450 ccm A. u. 100 ccm W. mit 45 g Phenylchlorarsin versetzt, unter Kühlung Lsg. von 32 g Chlorpikrin in 50 ccm A. eingetropft, 1 Stde. gerührt, über Nacht stehen gelassen, NaCl abgeseugt u. i. V. ohne Erwärmen eingengt. Abscheidung farbloser Krystalle, während sich die gelbe Lsg. erst stellenweise, dann völlig rubinrot färbte, u. zwar unter starker örtlicher Erwärmung. Vor gänzlicher Verfärbung abgeseugte Krystalle (Na-Salz) in W. mit Säure zers. F. 158—159°. Weitere Mengen aus dem Filtrat nach Verdampfen des A. mit W. u. Säure (dabei Entw. von Stickoxyden). Ausbeute 82%. *Chlorid*, Kp. 131°. — Mit Diphenylchlorarsin ca. 80% *Diphenylarsonsäure*, aus W., F. 173—174°. — Mit Äthylchlorarsin 78% *Äthylarsonsäure*, aus Aceton Nadeln, F. 98—99°. — Mit Methylchlorarsin 36% *Methylarsonsäure*, aus A. Plättchen. *Chlorid*, Kp. 132—133°. (J. prakt. Chem. [N. F.] 138. 159—66. 25/9. 1933. Moskau, Techn. Hochsch.) LINDENBAUM.

George H. Coleman, Marion A. Buchanan und W. L. Paxson, *Die Reaktion von Stickstofftrichlorid mit Grignardreagenzien*. (Vgl. C. 1933. II. 1502.) STRECKER (Ber. dtsh. chem. Ges. 43 [1910]. 1131) erhielt bei der Einw. von NCl_3 auf $C_2H_5 \cdot MgBr$ u. $C_6H_5 \cdot MgBr$ nur NH_3 -Salze; LE FÈVRE (C. 1932. II. 1179) erhielt aus NCl_3 u. $C_6H_5 \cdot MgBr$ nur C_6H_5Cl , aber keine Amine. Vf. fanden dagegen, daß NCl_3 sich mit $R \cdot MgX$ -Verbb. prim. u. sek. Amine, NH_3 u. N liefert. Die Aminausbauten sind geringer als bei der Rk. von NH_4Cl mit $R \cdot MgX$; die prim. Amine entstehen in weit überwiegender Menge. — Die Verbb. $R \cdot MgCl$ liefern die größten Aminausbauten; die Bromide geben ca. die Hälfte, die Jodide noch weniger Amine; z. B. gibt $C_2H_5 \cdot MgCl$ 20% $C_2H_5 \cdot NH_2$ u. 6% $(C_2H_5)_2NH$, $C_2H_5 \cdot MgBr$ gibt 16 u. 2% $C_2H_5 \cdot MgJ$ gibt 3 u. 1%. $n-C_4H_9 \cdot MgCl$ gibt 37% prim. u. 5% sek. Amin; $C_6H_5 \cdot CH_2 \cdot MgCl$ liefert 32% prim., 7% sek. u. eine Spur tert. Amin. Ähnliche Werte (20—30% prim., 2—5% sek. Amin) wurden bei den übrigen aliph. Chloriden u. bei β -Phenäthyl-MgCl gefunden. $C_6H_5 \cdot MgCl$ lieferte nur 4% Anilin u. 1% Diphenylamin. — NCl_3 läßt sich mit Hilfe von $KJ + HCl$, Na_2SO_3 , SO_2 oder $NaHSO_3$ mit befriedigender Genauigkeit bestimmen. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3669—72. Sept. 1933. Iowa City, State Univ. of Iowa.) OSTERTAG.

Anton Kailan und Naftaly Herz Friedmann, *Veresterungsgeschwindigkeiten von Alkoholen in Ameisensäure*. II. (I. vgl. C. 1929. I. 2963.) Die Vg. [= Veresterungsgeschwindigkeit] von A., *Propylalkohol* (Kp. 96,5°), *Isopropylalkohol* (Kp. 81,6°), *Butylalkohol* (Kp. 117,0°), *Isobutylalkohol* (Kp. 107,2°), *sek.-Butylalkohol* (Kp. 98,6°), *Pentanol-(2)* (Kp. 118,3°), *tert.-Amylalkohol* (Kp. 101,3°), *Isoamylalkohol* (Kp. 129,4°).

Octanol-(1) (Kp. 194,2⁰) u. *Octanol-(2)* (Kp. 177,7⁰) mit *Ameisensäure* mit einem W.-Geh. von 0,104 u. 1,017 Mol./kg bei 15⁰ wird auf kryoskop. Wege bestimmt. (Die Kp.-Angaben sind korrr. u. beziehen sich auf 742 mm). In allen Fällen erfolgt vollständige oder fast vollständige Veresterung. Bei allen Alkoholen außer *Octanol-(2)*, bei dem sich kein W.-Einfluß feststellen läßt, wird die Vg. durch W.-Zusatz verkleinert. Am stärksten ist dies bei tert.-Amylalkohol der Fall, bei dem Erhöhung des mittleren W.-Geh. von 0,19 auf 1,11 Mol./kg die Geschwindigkeitskonstante um 51% verringert; bei den prim. Alkoholen ist die Abnahme 27%, bei den sek. ohne *Octanol-(2)* 25%. Die Veresterungen werden durch HCl beschleunigt; die Konstanten werden in wasserarmer HCO₂H durch ca. 0,007 Mol./kg bei den sek. Alkoholen auf das 4,4-fache, beim tert. Amylalkohol auf das 2,7-fache erhöht; in wasserreicherer HCO₂H ist der Einfluß des HCl geringer, während bei früheren Verss. mit Eg. ein entgegengesetzter Einfluß des W. festgestellt wurde; bei Ggw. von HCl wirkt W. ca. 4-mal stärker verzögernd als bei Abwesenheit von HCl. — Die n. prim. Alkohole zeigen keine wesentlichen Unterschiede in der Vg., Verzweigung der Kette wirkt etwas verringern. Die prim. Alkohole verestern sich ca. 4-mal rascher als die sek.; letztere verestern sich in wasserarmer HCO₂H nicht rascher, in wasserreicherer nur um 60—100% rascher als tert.-Amylalkohol. — Der Temp.-Koeff. ist bei Isopropylalkohol in wasserarmer u. in wasserreicherer HCO₂H etwa gleich groß. Auf gleiche Temp. umgerechnet verestern sich die prim. u. sek. Alkohole ohne HCl in HCO₂H 15—20000, mit HCl in wasserarmer HCO₂H 8—10000, in wasserreicherer ca. 2000-mal rascher als in Eg. — *Äthylformiat*, Kp. 53,7⁰, *Propylformiat*, Kp. 80,3⁰, *Isopropylformiat*, Kp. 69⁰, *Butylformiat*, Kp. 106,2⁰, *Isobutylformiat*, Kp. 97,2⁰, *tert.-Amylformiat*, Kp. 112⁰, *Octanol-(2)-formiat*, Kp. 184⁰ (korrr. bei 742 mm). (Mh. Chem. 62. 284—316. August 1933. Wien, I. Chem. Labor. d. Univ.)

OSTERTAG.

R. Rambaud, *Einwirkung von PBr₃ auf die ungesättigten α-Oxynitrile*. Läßt man PBr₃ auf *Vinylglykolsäurenitril*, CH₂:CH·CH(OH)·CN, in absol. Ä. wirken (schwache Erwärmung, geringer Nd.) u. behandelt die äth. Lsg. mit W., so erhält man nur Spuren bromierter Prodd., dagegen reichlich *Propionsäure*. Deren Bldg. erklärt sich, wenn man annimmt, daß sich obiges Nitril in *Propionylecyanid*, CH₃·CH₂·CO·CN, umlagert, welches sodann hydrolyt. gespalten wird. Die Richtigkeit dieser Hypothese ließ sich beweisen. Wenn man obige äth. Lsg. nicht mit W. behandelt, sondern direkt dest., so erhält man über 2/3 des PBr₃ zurück u. außerdem reines *Propionylecyanid*, Kp. 109—110⁰, D.²⁰ 0,958, n_D²⁰ = 1,392, M_D = 20,63 (ber. 20,51); *p-Nitrophenylhydrazon*, F. 205 bis 206⁰. Dieses Nitril löst sich in W. in einigen Min. unter Erwärmung u. Zers.; die Lsg. enthält CN-Ionen u. gibt an Ä. Propionsäure ab. Es ist also folgende Hydrolyse eingetreten: CH₂·CH₂·CO·CN + H₂O = CH₂·CH₂·CO₂H + HCN. — Die Isomerisierung CH₂:CH·CH(OH)·CN → CH₃·CH₂·CO·CN ist eine Allylumlagerung besonderer Art, indem nicht, wie zu erwarten, das OH wandert, sondern der am gleichen C haftende H (Prototropie im Sinne von LOWRY). Das zuerst gebildete Enol CH₂:CH·C(OH)·CN ketonisiert sich sodann. Offenbar ist der H infolge seiner Lage zwischen 2 mehrfach gebundenen C-Atomen besonders beweglich. Die Schnelligkeit der Isomerisierung muß ziemlich groß sein, denn fast alles PBr₃ wird zurückgewonnen u. kann daher nur kurze Zeit mit OH-Funktionen in Berührung sein. — Ganz analog verhält sich *Propenylglykolsäurenitril*, CH₂:CH·CH·CH(OH)·CN, Kp.₁₇ 108—109⁰, D.^{19,5} 0,980, n_D^{19,5} = 1,4445, M_D = 26,32 (ber. 26,18). Mit PBr₃ wie oben liefert es *Buttersäure*. — Diese anormale Wanderung ist nicht auf die Struktur >C:CH·CH(OH)·CN beschränkt, sondern wird auch in den Fällen >C:CH·CH(OH)·CO·R u. >C:CH·CH(OH)·CO·H beobachtet, u. zwar hier unter der Wrkg. von Alkalien oder Säuren. Die Vinylglykolsäureester liefern, mit KOH verseift, etwa gleiche Mengen Vinylglykolsäure u. Propionylameisensäure. Erstere Säure selbst wird durch w. verd. HCl oder NaOH zu Ketonensäuren isomerisiert. In keinem dieser Fälle bilden sich γ-Oxysäuren. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 197. 689—91. 2/10. 1933.)

LINDENBAUM.

R. Rambaud, *Untersuchung der α-Chlorvinylessigsäurederivate*. Vf. hat früher (C. 1932. II. 2814) gezeigt, daß sich Vinylglykolsäureäthylester, CH₂:CH·CH(OH)·CO₂C₂H₅, durch SOCl₂ glatt in α-Chlorvinylessigsäureäthylester, CH₂:CH·CHCl·CO₂C₂H₅, überführen läßt. Analog wurden dargestellt: α-Chlorvinylessigsäuremethylester, Kp.₂₀ 55⁰, D.^{24,5} 1,131, n_D^{24,5} = 1,440, M_D = 31,35 (ber. 31,23); -propylester, Kp.₁₇ 75⁰, D.¹⁹ 1,046, n_D¹⁹ = 1,438, M_D = 40,78 (ber. 40,47). — Läßt man SOCl₂ auf mit absol. Ä. verd. Vinylglykolsäurenitril wirken, so erhält man bis zu 50% α-Chlorvinylacetnitril, CH₂:CH·CHCl·CN, Kp. 133—134⁰, D.²⁰ 1,073, n_D²⁰ = 1,441, M_D =

24,98 (ber. 24,90). Liefert mit methylalkob. HCl obigen Methylester (Strukturbeweis). Dagegen scheint es nicht möglich zu sein, vom Nitril zur zugehörigen Säure zu gelangen. Mit HCl in jeder Form entsteht ein gesätt. dichloriertes Amid. Alkalien hydrolysieren zwar das CN, isomerisieren aber gleichzeitig, denn das Rk.-Prod. ist α -Chlorcrotonsäure, $\text{CH}_3 \cdot \text{CH} : \text{CCl} \cdot \text{CO}_2\text{H}$, F. 99°. Es handelt sich um eine Allylwanderung des das Cl begleitenden H; ähnlichen Fall von Prototropie vgl. vorst. Ref. NH_4OH wirkt ebenso, aber weniger vollständig, unter Bldg. von α -Chlorcrotonsäureamid, F. 112°. Desgleichen erhält man α -Chlorcrotonsäure bzw. ihr Amid, wenn man sämtliche α -Chlorvinyllessigsäureester mit Alkalien bzw. NH_4OH verseift. Die Prototropie ist somit die Regel. — In obigen Chlorallylderivv. ist das Cl nicht nur wanderungsunfähig, sondern auch auffallend reaktionsträge. Es widersteht lauwarmer konz. KOH u. selbst AgOH. Dieses wirkt oxydierend, indem es 2 Moll. unter Entziehung des beweglichen H kondensiert: $2\text{CH}_2 : \text{CH} \cdot \text{CHCl} \cdot \text{CO}_2\text{R} + 2\text{AgOH} = \text{CO}_2\text{R} \cdot \text{C}_6\text{H}_4\text{Cl}_2 \cdot \text{CO}_2\text{R} + 2\text{Ag} + 2\text{H}_2\text{O}$. Die Rk.-Prodd. sind kristallisiert u. enthalten 2 Doppelbindungen; ihre Konst. steht noch nicht sicher fest. Die chlorierten Ester werden ferner durch Ag-Acetat bei 140° nicht angegriffen u. durch Na-Acetat in Äg. nur völlig zu den α -Chlorcrotonsäureestern isomerisiert. Die Prototropie vollzieht sich also auch in saurem Medium, jedoch weniger leicht. Denn wenn man obigen Methylester mit verd. HCl auf sd. W.-Bad bis zur Homogenität erhitzt u. sofort ausäthert, so erhält man tatsächlich α -Chlorvinyllessigsäure, angenehm riechende Fl., Kp_{10} 103—104°, D.²² 1,237, $n_D^{22} = 1,459$, $M_D = 26,63$ (ber. 26,61), durch Alkalien sofort zu α -Chlorcrotonsäure isomerisiert. Der Nachlauf liefert Spuren γ -Chlorcrotonsäure, F. 83°, d. h. das Prod. der echten Allylisomerisierung. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 197. 767—70. 9/10. 1933.) LINDENBAUM.

Jesse P. Greenstein, Studien über die Peptide von dreiwertigen Aminosäuren.

III. Die scheinbaren Dissoziationskonstanten, Änderungen der freien Energie und Ionisierungswärmen von Peptiden, die Arginin, Histidin, Lysin, Tyrosin, Asparagin- und Glutaminsäure enthalten, und das Verhalten von Lysinpeptiden gegen salpetrige Säure. (II. vgl. C. 1932. I. 3411.) Aus elektrometr. Titrationskurven bestimmte Vf. die scheinbaren Dissoziationskonstanten folgender 9 Peptide: Phenylalanylarginin: COOH-Gruppe $pK' = 2,69$ bei 0° (2,66 bei 25°), NH_2 -Gruppe $pK' = 8,25$ (7,57), pJ (isoelekt. Punkt) = 10,77 bei 0°; Phenylalanylglycin: COOH-Gruppe $pK' = 3,14$ (3,10), NH_2 -Gruppe $pK' = 8,38$ (7,71), $pJ = 5,76$; Tyrosylarginin: COOH-Gruppe $pK' = 2,65$ (2,65), NH_2 -Gruppe $pK' = 8,09$ (7,39), Oxyphenylgruppe $pK' = 9,76$ (9,36), Guanidin-Gruppe $pK' = 12,50$ (11,62), $pJ = 8,93$; Asparagyltyrosin: 1. COOH-Gruppe $pK' = 2,18$ (2,13), 2. COOH-Gruppe $pK' = 3,57$ (3,57), NH_2 -Gruppe $pK' = 9,60$ (8,92), Oxyphenylgruppe $pK' = 10,65$ (10,23), $pJ = 2,88$; Histidylglycin: COOH-Gruppe $pK' = 2,42$ (2,40), Imidazolgruppe $pK' = 6,30$ (5,80), NH_2 -Gruppe $pK' = 8,54$ (7,82), $pJ = 7,42$; Glycylglycin: COOH-Gruppe $pK' = 3,16$ (3,12), NH_2 -Gruppe $pK' = 8,86$ (8,17), $pJ = 6,00$; Lysylglutaminsäure: 1. COOH-Gruppe $pK' = 2,98$ (2,93), 2. COOH-Gruppe $pK' = 4,47$ (4,47), 1. NH_2 -Gruppe $pK' = 8,45$ (7,75), 2. NH_2 -Gruppe $pK' = 11,30$ (10,50), $pJ = 6,45$; Lysyllysin: COOH-Gruppe $pK' = 2,10$ (1,95), 1. NH_2 -Gruppe $pK' = 9,02$ (8,17), 2. NH_2 -Gruppe $pK' = 10,21$ (9,45), 3. NH_2 -Gruppe $pK' = 11,52$ (10,63), $pJ = 10,87$; Glycylprolin: COOH-Gruppe $pK' = 2,84$ (2,5°), NH_2 -Gruppe $pK' = 8,62$ (25°), $pJ = 5,73$ (25°). — Aus den gefundenen Konstanten werden die Ionisierungswärmen (I.-W.) nach der Formel: $-(\Delta H)' = d(R \ln K')/d(1/T) = -RT \cdot \ln K'$ berechnet. (Vgl. BRANCH u. MIYAMOTO, C. 1930. I. 3530; MIYAMOTO u. SCHMIDT, C. 1931. II. 1133.) Tabelle siehe im Original. — Die I.-W. der COOH-Gruppe ist sehr gering (0—0,8 kcal), die Werte für Amino- u. Guanidinreste liegen bei 10,0—12,0 kcal, Imidazol- u. Oxyphenylreste stehen zwischen diesen Grenzen. Die I.-W. ist anscheinend unabhängig davon, ob die betreffende Gruppe in einem Peptid oder einer Aminosäure vorliegt, obgleich die tatsächlichen Titrationswerte merklich verschieden sind u. durch die Ggw. anderer Substituenten beeinflusst werden können. — Die Änderung der freien Energie durch die Ionisierung ist für die COOH-Gruppe in den Peptiden kaum größer als in Aminosäuren; sie hat hier einen merklichen Temp.-Koeff. Dagegen ist (ΔF^0) für die NH_2 -Gruppe kleiner in den Peptiden u. temperaturunabhängig. Das thermodynam. Verh. beider Gruppen (u. auch des Imidazolrestes) kann durch eine modifizierte GIBBS-HELMHOLTZ-Gleichung dargestellt werden. — Die Schwächung der NH_2 - u. COOH-Gruppen durch die Peptidbindung kann durch die Anwesenheit von Imidazol-, Oxyphenyl- u. Guanidinresten beeinflusst werden, u. zwar abhängig von deren Stellung im Molekül. Die Häufung bas. Gruppen wie z. B. im Lysyllysin kann sogar die

Schwächung ganz aufheben u. bewirken, daß das Peptid bei stärker saurer Rk. H^+ -Ionen abgibt als Lysin selbst. — Ein Unterschied ist zu konstatieren in dem *Einfluß der Peptidbindung*. Im Glycylprolin mit der Gruppierung $-CON<$ sind die NH_2 - u. $COOH$ -Gruppe weniger geschwächt als im *Glycylglycin*, das die Peptidbindung $-CONH-$ aufweist, obgleich beide Verbb. prakt. den gleichen isoelekt. Punkt haben. — Die *Desaminierung* nach VAN SLYKE verläuft bei Lysinpeptiden (*Lysyllysin*, *Lysylglutaminsäure*, *Lysylhistidin*) etwa doppelt so schnell wie bei Lysin selbst (bei 22° 15 Min.). (J. biol. Chemistry 101. 603—21. Aug. 1933. Berkeley [Calif.], Univ.) ERLB.

F. Valentin, *Über die Konstitution der Zucker*. Ausführlicher Vortrag mit Literaturverzeichnis. (Chem. Listy Vědu Průmysl 27. 275—78. 301—03. 319—25. 342—49. 15/9. 1933.) MAUTNER.

K. Bernhauer und K. Irrgang, *Zur Kenntnis der Zuckercarbonsäuren*. III. Mitt. *Ein Beitrag zur Darstellung der Gluconsäure*. (II. vgl. C. 1932. II. 2626.) Eingehende Unters. des von PICHON (C. 1931. I. 924) beschriebenen Verf. zur Oxydation von Glucose zu Gluconsäure. (Biochem. Z. 249. 227—33. 1932. Prag, Deutsche Univ., Biochem. Abt. d. chem. Labor.) KOBEL.

K. Bernhauer und H. Tschinkel, *Zuckeroxydationen und -zersetzen*. X. Mitt. *Über die Bildung von Methylglyoxal aus Zuckerarten und verwandten Stoffen unter der Einwirkung von Wasserstoffsperoxyd*. (IX. vgl. C. 1931. I. 255.) Es wird festgestellt, daß bei der Einw. von H_2O_2 auf verschiedene Zuckerarten (insbesondere γ -Methylglucosid) in saurer Lsg. u. in Ggw. von Ferrosulfat Methylglyoxal gebildet wird, wogegen in Abwesenheit von Ferrosulfat reichliche Säureldg. (insbesondere von Ameisensäure) stattfindet. Die Bedeutung der einzelnen bei der Rk. wirksamen Komponenten wird klargestellt. (Biochem. Z. 230. 484—92. Prag, Biochem. Abt. des chem. Lab. der Deutschen Univ.) KOBEL.

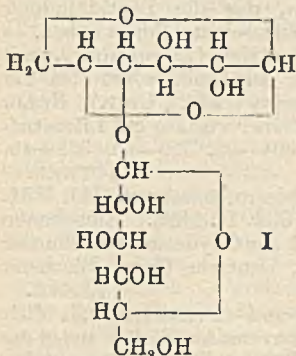
K. Bernhauer und J. Nepp, *Zuckeroxydationen und -zersetzen*. XI. Mitt. *Über die Bildung phenolartiger Körper beim Zuckerzerfall*. (X. vgl. vorst. Ref.) Bei der Überprüfung der Angaben über die Bldg. phenolartiger Substanzen aus Kohlenhydraten zeigte sich, daß dieselben nur in sehr geringfügigem Ausmaß u. nur unter ganz bestimmten Bedingungen entstehen. Es wurde ein Vergleich verschiedener Kohlenhydrate u. verwandter Substanzen hinsichtlich ihrer Eignung zur Bldg. phenolartiger Körper durchgeführt. Bei der Einw. von Kaliumformiat in der Kalischmelze auf Phenol werden Salicylsäure u. insbesondere m-Oxybenzoesäure erhalten, bei der analogen Behandlung von Brenzcatechin entsteht etwas Protocatechusäure. (Biochem. Z. 230. 493—500. Prag, Biochem. Abt. des chem. Lab. der Deutschen Univ.) KOBEL.

K. Bernhauer und J. Nepp, *Zuckeroxydationen und -zersetzen*. XII. Mitt. *Notiz zur Frage der Bildung höherer Fettsäuren beim Zuckerzerfall*. (XI. vgl. vorst. Ref.) Durch hohes Erhitzen von Lactaten mit Alkalien gelang es nicht, höhere Fettsäuren zu erhalten. (Biochem. Z. 230. 501—04. Prag, Biochem. Abt. des chem. Lab. der Deutschen Univ.) KOBEL.

K. Bernhauer und W. Stein, *Oxydationen und Zersetzungen von Zuckerarten und Abbauprodukten derselben*. 13. Mitt. *Über die Umwandlung der Essigsäure und Bernsteinsäure*. (XII. vgl. vorst. Ref.) Bei Wiederholung der Verss. von MORITZ u. WOLFENSTEIN (C. 1899. II. 777) wurden aus 50 g *Eg.* 0,2 g rohe *Bernsteinsäure* (I) erhalten. Trotz Variation der Versuchsbedingungen konnte infolge leichter weiterer Zers. von I durch *Kaliumpersulfat* eine Erhöhung der Ausbeute an I nicht erzielt werden. Als Zersetzungsprod. von I wurden festgestellt: CO_2 , $HCOOH$ u. CH_3COOH ; es besteht ein Rk.-Gleichgewicht $Eg. + I$, das stark zugunsten von *Eg.* verschoben u. kaum beeinflussbar ist. Auch gegen *Kaliumhydrosulfat*, das aus *Kaliumpersulfat* entsteht, ist I nicht beständig u. zerfällt allmählich unter Bldg. flüchtiger Säuren.

A n h a n g. Bernhauer und Nistler, *Über die Oxydation der Essigsäure mittels Wasserstoffsperoxyd*. (Vgl. C. 1930. II. 3015.) Bei Einw. von 1 Mol. H_2O_2 auf *Ca-Acetat* in wss. Lsg. wurden in Ggw. von $CaCO_3$ innerhalb 5 Tagen bei 37° ca. 14% der *Eg.* oxydiert, 4,55% der in Rk. getretenen *Eg.* waren in $HCOOH$ übergegangen, u. mit *Dimedon* wurden geringe Mengen *Form-* u. *Acetalmedon* gefällt. Gleiche Verss. mit *Ca-Pyruvinsäure* (II) u. *Ca-Lactat* (III) statt *Acetat* ergaben einen Verbrauch von 1 Mol. H_2O_2 bei II nach 9 Tagen, bei III nach 2 Tagen bei 37°. Aus 10 g II wurden erhalten: 2,2 g in Essigsäure unl. Rückstand, 0,0098 g $HCOOH$, 0,026 g *Pb-Formiat* u. 0,26 g *Ag-Acetat*, aus 10 g III: 0,1 g Mischprod. von *Acet-* u. *Formaldomedon*, 0,102 g $HCOOH$, 0,3 g *Pb-Formiat* u. 0,75 g *Ag-Acetat*. (Biochem. Z. 249. 219—22. 1932. Prag, Deutsche Univ., Biochem. Abt. d. Chem. Labor.) KOBEL.

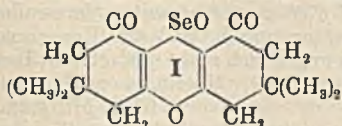
P. Karrer und J. C. Harloff, β -4-Glucosidolävoglucosan und 4-Galactosidolävoglucosan. Das C. 1932. I. 809 beschriebene Cellobioseanhydrid wird von Schneckenferment in Lävoglucosan u. Glucose gespalten; es ist demnach β -4-Glucosidolävoglucosan I. Analog entsteht aus Acetobromlactose 4-Galaktosidolävoglucosan, das ebenfalls fermentativ spaltbar ist.



Versuche. Heptaacetylcellobiosidomethylamin. Aus 200 g Acetobromglucose werden nach der früheren Vorschrift 38–40 g vom F. 206° erhalten. $[\alpha]_{\text{D}}^{18} = -10,74^\circ$ (Chf.). Als Nebenprod. entsteht eine Verb. vom F. 182°, die ein entsprechendes Hexaacetylderiv. war. Sie liefert bei weiterem Acetylieren den vorigen Körper. — Heptaacetylcellobiosidotrimethylammoniumjodid. Aus dem vorigen mit Methyljodid in CH_3OH . — β -4-Glucosidolävoglucosan, $\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{O}_{10}$. Das Ammoniumsalz wird mit $\text{Ba}(\text{OH})_2$ in wss. Lsg. auf dem W.-Bad verseift. Nach Ausfällen von J' u. Ba' wird die Lsg. im Vakuum verdampft. Farblose, hygroskop. M., $[\alpha]_{\text{D}}^{18} = -72,97^\circ$ in W. Hexaacetat, $\text{C}_{24}\text{H}_{32}\text{O}_{10}$. F. 144°, $[\alpha]_{\text{D}}^{17} = -46,24^\circ$ in Chf. Rückverseifung dieses Acetats führte auch nicht zu einem kristallisierten Prod. — Spaltung durch Ferment. Die 10%ig. wss. Lsg. wird mit Ferment aus *Helix pomatia* behandelt. Dauer 8 Tage bei 37°. Nach Vergären der Glucose u. Acetylierung wurde Triacetylglävoglucosan vom F. 110° isoliert. — Heptaacetylcellobiosidomethylamin, $\text{C}_{22}\text{H}_{41}\text{O}_{17}\text{N}$. F. aus A. 154°, $[\alpha]_{\text{D}}^{18} = -21,37^\circ$ in Bzl. — Heptaacetylcellobiosido-1-trimethylammoniumjodid, $\text{C}_{29}\text{H}_{44}\text{O}_{17}\text{N}_3\text{J}$. Färbt sich am Licht gelb. — 4-Galaktosidolävoglucosan, $\text{C}_{12}\text{H}_{20}\text{O}_{10}$. Amorphe, farblose, hygroskop. M., die FEHLINGSche Lsg. nicht reduziert. $[\alpha]_{\text{D}}^{18} = -44,65^\circ$ in W. Hexaacetat, $\text{C}_{24}\text{H}_{32}\text{O}_{10}$. F. 206° aus A., $[\alpha]_{\text{D}}^{18} = -38,89^\circ$ in Chf. — Die Fermentspaltung verlief genau wie bei der Glucosidoverb. (Helv. chim. Acta 16. 962–68. 2/10. 1933. Zürich, Univ.) ERLB.

John Ross, Der Verlauf der Addition von Natrium-Enol-Alkylmalonestern an Phenylisothiocyanat. Während Na-Malonester u. Na-Cyanessigester mit Phenylsenfö in fast 100%ig. Ausbeute die Na-Enolate der entsprechenden Thioanilide liefern (vgl. MICHAEL, J. prakt. Chem. [2] 35 [1887]. 450), geben die Na-Verb. des Methylmalonesters u. Methylcyanessigesters nur 5–15% der entsprechenden Additionsprod. Hiernach ist anzunehmen, daß die Na-Enolate der alkylierten Ester in anderer Weise mit $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{NCS}$ reagieren als die der unsubstituierten. Während bei den letzteren eine Addition unter H-Wanderung anzunehmen ist, so daß die Komponenten H u. $-\text{CX}:\text{C}(\text{ONa})\cdot\text{OC}_2\text{H}_5$ addiert werden, ist die Addition der Na-Derivv. der alkylierten Ester auf eine katalyt. Wrkg. des NaOC_2H_5 zurückzuführen (vgl. MICHAEL u. ROSS, C. 1931. I. 71. 2860). Die geringen Ausbeuten sind dadurch zu erklären, daß NaOC_2H_5 1. durch Einw. von $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{NCS}$, 2. durch Einw. des verhältnismäßig stark sauren prim. Additionsprod. neutralisiert wird, so daß die katalyt. Wrkg. unterbunden wird. — Methantricarbonsäurediäthylesterthioanilid, durch Umsetzung von Na-Malonester mit $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{NCS}$ in A.-freiem Ae. u. Ansäuern der entstandenen Na-Verb., F. 60°. Die Na-Verb. liefert mit CH_3J in Ae. bei 0° einen *S*-Methyläther $\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{O}_4\text{NS}$, Prismen aus Ae.-Lsg., F. 58°, der beim Kochen mit HCl unter Bldg. von $\text{CH}_3\cdot\text{SH}$ u. Anilin hydrolysiert wird. — Äthan- α,α,α -tricarbonsäurediäthylestermonothioanilid $\text{C}_{15}\text{H}_{19}\text{O}_4\text{NS}$, aus Na-Methylmalonester u. $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{NCS}$ in Ae. Ausbeute 12%. Gelbliche Prismen aus Ae.-Lsg., F. 92°. Daneben entsteht Phenylthiourethan, Nadeln, F. 71°. — Methylmalonsäuremonothioanilid $\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2\text{NS}$, aus Äthantricarbonsäurediäthylesterthioanilid durch Auflösen in 10%ig. KOH, 3-tägiges Aufbewahren u. Ansäuern (hierbei CO_2 -Entw.). Gelbliche Prismen, F. 118° (Zers.); gibt beim Erhitzen über den F. Thiopropionsäureanilid, Würfel, F. 67°. — Cyanmalonsäuremethylesterthioanilid $\text{C}_{11}\text{H}_{13}\text{O}_2\text{N}_2\text{S}$, durch Einw. von $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{NCS}$ auf Na-Cyanessigsäuremethylester in absol. Methanol u. nachfolgendes Ansäuern. Prismen aus Methanol + Ae., F. 135° (Zers.). Die primäre Na-Verb. liefert mit CH_3J in Methanol den *S*-Methyläther $\text{C}_{12}\text{H}_{13}\text{O}_2\text{N}_2\text{S}$, Prismen aus Ae.-Lg., F. 83°. — α -Cyanpropionsäurethioanilid $\text{C}_{10}\text{H}_{11}\text{O}_2\text{N}_2\text{S}$, bei der Einw. von $\text{C}_6\text{H}_5\cdot\text{NCS}$ auf die Na-Verb. des α -Cyanpropionsäuremethylesters in Methanol. Krystalle aus Methanol-Ae., F. 126° ohne Zers. Gibt mit sd. KOH hauptsächlich Methylmalonsäurethioanilid (s. o.). Als Nebenprod. entsteht Phenylthiocarbamid säuremethylester. F. 95°. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3672–77. Sept. 1933. London.) OSTERTAG.

Hellmuth Stamm und Kurt Gossrau, *Einwirkung von Selenioxyd und von Selenoxychlorid auf Methon*. *Methon* (1,1-Dimethyldihydroresorcin) reagiert mit SeO_2 leicht wie folgt: $2\text{C}_8\text{H}_{12}\text{O}_2 + \text{SeO}_2 = 2\text{H}_2\text{O} + \text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_4\text{Se}$. Der gebildeten Verb. geben Vff. die Konst.-Formel I u. nennen sie *Anhydrodimethonselenoxyd*. Daß I den unveränderten Methonring enthält, folgt aus der Rückbildg. von Methon durch HCl u. aus der Bldg. von 4,4-Dibrommethon bzw. 4-Nitromethon bei der Einw. von Br (in wenig CH_3OH) bzw. HNO_3 . I gibt keine FeCl_3 -Rk., ist nicht acetylierbar u. reagiert



nicht mit CH_2O . Die wss.-alkoh. Lsg. ist lackmusneutral. In Lauge löst sich I allmählich, u. es wird aus alkoh. Lsg. durch Lauge nicht gefällt (Enol?), aber die alk. Lsg. zers. sich rasch unter Se-Abscheidung. Diese tritt auch ein, wenn man die Lsgg. von I kocht, vermutlich infolge innerer

Oxydation. — Durch Einw. von Red.-Mitteln auf I wurden keine einheitlichen Prodd. erhalten. Während H_2S nicht einwirkt, wird beim Leiten von H_2Se durch eine alkoh. Lsg. von I in H -at sofort Se abgeschieden, dessen Menge der Rk. von je 1 Mol. I u. H_2Se unter Freiwerden von 1 Atom Se (aus dem H_2Se) entspricht. Das Red.-Prod. (vielleicht das Selenid) ist sehr oxydabel, denn beim Verdunsten an der Luft bildet sich I zurück. — Durch Oxydation von I mit N_2O_3 wurde eine um 1 O reichere Verb. erhalten, vermutlich das entsprechende *Selenon* (SeO_2 in Formel I). Dieses ist indifferent gegen FeCl_3 u. CH_2O , reagiert sehr schwach sauer, liefert mit Br ebenfalls 4,4-Dibrommethon u. wird in A. durch SO_2 zu I reduziert. — Die Rk. von Methon in Chlf. mit SeOCl_2 verlief nach 2 Richtungen: 1. (Hauptrk.) 1 Mol. SeOCl_2 + 2 Moll. Methon = $\text{H}_2\text{O} + \text{Se} + 2$ Moll. 4-Chlormethon; 2. 1 Mol. SeOCl_2 + 2 Moll. Methon = $\text{H}_2\text{O} + 2\text{HCl} + \text{I}$. Die Abscheidung von Se (nach 1) setzte sofort ein. Das zu erwartende Dimethonselendichlorid, $(\text{C}_8\text{H}_{11}\text{O}_2)_2\text{SeCl}_2$, erleidet offenbar sofort die der inneren Oxydation von I entsprechende innere Chlorierung unter Se-Abspaltung. — Die Rk. zwischen Methon u. SeO_2 eignet sich gut für den Nachweis von SeO_2 .

Versuche. *Anhydrodimethonselenoxyd* (I), $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_4\text{Se}$. 10 g Methon in 40 ccm h. CH_3OH lösen, 5 g SeO_2 zugeben, nach Abkühlen gelbe Nadelchen absaugen u. mit k. W. waschen. Rest aus der Mutterlauge mit W. Ausbeute mindestens 90%. Reinigung aus k. Aceton + W. In feinsten Verteilung rein gelb, größere Krystalle (durch Verdunsten einer benzol. Lsg.) dichromatfarben. Schm. beim Einbringen in Bad von 155° sofort, erstarrt wieder u. zeigt dann F. (korr.) 167° . Ist l. außer in PAe. u. W. Die Lsgg. trüben sich beim Erwärmen bald infolge Se-Abscheidung, aber diese therm. Zers. schreitet in reinen Lsgg. nur langsam fort. Versetzt man jedoch die sd. alkoh. Lsg. mit etwas konz. HCl , so scheidet sich das Se schnell u. quantitativ aus (Se-Best.). Lsg. in konz. H_2SO_4 dunkelgelb, beim Erwärmen rötlich. — *Anhydrodimethonselenon*, $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{O}_5\text{Se}$. Durch Einleiten von N_2O_3 in die Chlf.-Lsg. von I; gelblichen Nd. absaugen, mit A. waschen u. über CaCl_2 trocknen. Reinigung größerer Mengen wegen Zersetzlichkeit schwierig, kleiner Mengen aus k. Chlf. + Ä. Bei ca. 150° braun, dann Zers., lichtempfindlich, aber auch im Dunkeln langsam zersetzlich. Die Lsgg. scheiden beim Erhitzen Se aus. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1558—63. 11/10. 1933. Halle, Univ.) **LB.**

A. Dros, A. J. Tulleners und H. I. Waterman, *Die katalytische Hochdruckhydrierung von aromatischen Kohlenwasserstoffen und die katalytische Hochdruckspaltung der entsprechenden Hydrierungsprodukte*. II. *Mesitylen* und III. *Hexamethylbenzol*. (I. vgl. C. 1932. II. 517.) In Fortsetzung ihrer Arbeiten über die Hydrierung von aromat. KW-stoffen bei hohen Drucken mit auf Kieselgur niedergeschlagenem Ni als Katalysator, hydrierten Vff. zuerst *Mesitylen*, das sie nach der Methode von W. A. NOYES (J. Amer. chem. Soc. 20 [1898]. 807) hergestellt hatten. Beschreibung dieser Arbeitsweise, Reinigung des Mesitylens, Zerlegung in 3 Fraktionen (I, II u. III), physikal. u. chem. Veränderungen der Mesitylene während der Lagerung siehe Original. Bei verschiedenen Temp. u. Drucken hydrierten Vff. die reinen Mesitylene I, II u. III in einem Autoklav nochmals hintereinander u. analysierten die jeweils erhaltenen Prodd. u. Gase. Es entstanden die entsprechenden *Hexahydromesitylene*, deren physikal. u. chem. Konstanten tabellar. wiedergegeben sind. Die spaltende Hydrierung dieser Hexahydromesitylene bei hohen H_2 -Drucken u. Temp. ergab Rk.-Prodd., deren niedrige Bromzahl u. relativ niedriger Anilinpunkt u. beim Schütteln mit H_2SO_4 auf die Anwesenheit von Aromaten schließen ließ. Außerdem wurden Trimethylcyclohexan u. Naphthene identifiziert. Die Hydrierung von *Hexamethylbenzol*, das durch Überleiten von gleichen molekularen Mengen von Aceton u. Methylalkohol bei 400° in der Dampfphase über Aluminium-

oxyd erhalten wurde (App. im Original) u. dessen Verh. gegenüber H_2SO_4 besonders in Mischung mit naphthen. u. paraffin. KW-stoffen untersucht wurde, ergab unter Verwendung eines auf Kieselgur niedergeschlagenen Ni-Katalysators bei wiederholter Behandlung ein Hydrierungsprod. mit einem Kp., der 60° niedriger lag als der des Ausgangsprod. Aus dieser Erniedrigung leiten die Vff. aus den entsprechenden Kp.-Erniedrigungen von Toluol-Methylcyclohexan über Mesitylen-Trimethylcyclohexan ab, daß es sich bei dem Hydrierungsprod. um das Hexamethylcyclohexan handelt. Die spaltende Hydrierung dieses Hydrierungsprod. bei 472° u. 128 at unter Verwendung eines auf Kieselgur niedergeschlagenen Ni-Katalysators ergab, daß der Körper sehr beständig ist u. unter den angeführten Arbeitsbedingungen sich nicht spaltet. (J. Instn. Petrol. Technologists 19. 784—99. Sept. 1933. Delft, Techn.-chem. Lab. d. Univ.)

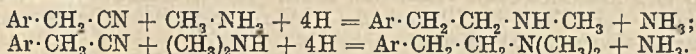
K. O. MÜLLER.

Karl Kindler und Wilhelm Peschke, Über neue und über verbesserte Wege zum Aufbau von pharmakologisch wichtigen Carbonsäuren. I. Über den Aufbau von Arylessigsäuren aus aromatischen Aldehyden und von Arylpropionsäuren aus aromatischen Carbonsäuren. Vor einiger Zeit (C. 1933. I. 2866) ist gezeigt worden, daß die Benzoate der Mandelsäurenitrile, $Ar \cdot CH(O \cdot CO \cdot C_6H_5) \cdot CN$, mit gebundenem H, z. B. durch Umsetzen mit Dihydrophellandren, unter Spaltung in Benzoesäure u. Arylacetonitrile katalyt. hydriert werden können. Die Ausbeuten waren jedoch gering. Viel bessere Resultate (durchschnittlich 70% Ausbeute) wurden mit Tetralin erhalten. Obige Benzoate können aus den aromat. Aldehyden bequem dargestellt u. die Arylacetonitrile glatt zu den Arylessigsäuren hydrolysiert werden. — Die nach WAHL u. DOLL (Bull. Soc. chim. France [4] 13 [1913]. 277) dargestellten Aroylessigester, $Ar \cdot CO \cdot CH_2 \cdot CO_2C_2H_5$, lassen sich in Ggw. von H_2SO_4 zu β -Arylpropionsäureestern, $Ar \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot CO_2C_2H_5$, katalyt. hydrieren. Als Zwischenstufen werden $Ar \cdot CH(OH) \cdot CH_2 \cdot CO_2C_2H_5$ u. $Ar \cdot CH : CH \cdot CO_2C_2H_5$ angenommen.

Versuche. Benzoat des 3,4-Dimethoxymandelsäurenitrils. Lsg. von 230 g Veratrumaldehyd u. 240 g $C_6H_5 \cdot COCl$ in 300 ccm Ä. mit Lsg. von 120 g KCN in 300 ccm W. unter Köhlen 2 Stdn. geschüttelt (Temp. ca. 20°), äth. Schicht abgetrennt, nach Zusatz von 20 g $C_6H_5 \cdot COCl$ nochmals mit 13 g KCN in 50 ccm W. geschüttelt. Äth. Lsg. mit verd. NaOH, konz. Disulfidlg. u. Soda gewaschen u. verdampft, Prod. in h. A. gel. u. mit Eis gekühlt, untere Schicht angeimpft. F. 61° . — 3,4-Dimethoxybenzylcyanid. 2 g Pd-Mohr mit 50 ccm Tetralin gekocht, bis das gebildete W. abdest. war, h. Lsg. von 100 g des vorigen in 500 ccm Tetralin zugegeben, 45 Min. lebhaft gekocht, im CO_2 -Strom erkalten gelassen, Filtrat mit verd. HCl, Soda u. W. gewaschen, getrocknet u. im Vakuum fraktioniert. Aus A., F. 68° . — 3,4-Dimethoxyphenylelessigsäure (Homoveratrumssäure). Voriges in A. mit 50%ig. KOH gekocht, bis eine Probe mit W. klar blieb, A. abdest., mit Ä. gewaschen, mit HCl gefällt. F. $99-100^\circ$. — Methyl ester. Durch Kochen mit 10%ig. methylalkoh. HCl. Kp.₁₃ 166° . — Amid. Vorigen mit 25%ig. wss. NH_4OH 40 Stdn. geschüttelt, Prod. mit W. gewaschen, mit etwas Ä.-PAe. verrieben. Krystalle, F. 145° . — Benzoat des 4-Methoxymandelsäurenitrils. Lsg. von Anisaldehyd in $C_6H_5 \cdot COCl$ in wss. KCN-Lsg. eingerührt (Temp. nicht über 30°), Prod. mit Ä. verrieben u. wie oben gewaschen. Aus CH_3OH , F. 66 bis 67° . — 4-Methoxybenzylcyanid. Wie oben. Beim Waschen mit verd. HCl schied sich ein noch unbekanntes Hydrochlorid ab. Kp.₁₆ $152-153^\circ$. — 4-Methoxyphenylelessigsäure (Homoanissäure), F. $85-86^\circ$. — Benzoat des 3,4-Methylendioxymandelsäurenitrils. Aus Piperonal. Aus A., F. 57° . — 3,4-Methylendioxyphenylelessigsäure (Homopiperonylsäure). Das rohe Nitril (Kp.₁₂ $160-185^\circ$) wurde nicht gereinigt. F. 127° . — Auch Phenylelessigsäure wurde so vom Benzaldehyd aus dargestellt. — β -Phenylpropionsäureäthylester. 2 g Pd-Mohr in 100 ccm Eg. u. 10 ccm konz. H_2SO_4 suspendiert, bei 20° u. 30 at H-Überdruck Lsg. von 45 g Benzoylessigester in 125 ccm Eg. unter Schütteln eingetroppt, Filtrat mit einer der H_2SO_4 äquivalenten Menge K_2CO_3 versetzt, Eg. im Vakuum abdest., in Ä. gel., mit Soda gewaschen usw. Kp.₁₆ $117-118^\circ$, Kp.₇₆₀ 247 bis 248° . Durch Verseifen reine Säure. — m-Methoxybenzoesäuremethyl ester. Durch vorsichtiges Erhitzen von m-Oxybenzoesäure mit $(CH_3)_2SO_4$ u. NaOH (D. 1,36) bis zur beginnenden Rk. usw. Kp.₁₀ 170° . — m-Methoxybenzoylessigsäureäthylester. Aus vorigem mit Essigester u. Na. Kp.₁₀ 181° . — β -[m-Methoxyphenyl]-propionsäureäthylester. Aus vorigem wie oben. Kp.₅ 154° . — Analog von der Salicylsäure aus: β -[o-Methoxyphenyl]-propionsäureäthylester, Kp.₁₃ $150-151^\circ$. Säure, aus Lg., F. 84 bis 85° . (Arch. Pharmaz. Ber. dtsh. pharmaz. Ges. 271. 431—39. Okt. 1933.)

LINDENBAUM.

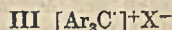
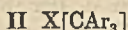
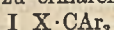
Karl Kindler und Fritz Hesse, *Über neue und über verbesserte Wege zum Aufbau von pharmakologisch wichtigen Aminen*. VII. *Über die Synthese von sekundären und tertiären Aminen durch Hydrierung von Nitrilen*. (VI. vgl. C. 1933. I. 63.) Bei der Hydrierung von Nitrilen entstehen neben den primären Aminen auch die entsprechenden sekundären u. tertiären. Es ist früher (C. 1923. III. 232. 1931. I. 1601) gezeigt worden, daß dieser Vorgang auf der intermediären Bldg. eines Aldimids, $R \cdot CH : NH$, beruht. Dieses tritt mit bereits entstandenem prim. Amin zu einer Verb. zusammen, deren Red. zu einem sek. Amin führt. Mit diesem wiederholt sich der Vorgang unter Bldg. eines tert. Amins. Man kann diese Rkk. zur prakt. Darst. von sek. oder tert. Aminen benutzen, indem man dem Nitril von vornherein ein prim. oder sek. Amin zusetzt. Dieser Weg empfiehlt sich besonders zur Synthese von pharmakolog. wichtigen N-Methyl- u. N-Dimethyl- β -aryläthylaminen, weil die erforderlichen Arylacetonitrile jetzt leicht zugänglich sind (vgl. vorst. Ref.). Die Rkk. können summar. wie folgt formuliert werden:



Vff. beschreiben die Synthesen des *Epinins*, *Hordeinins* u. *Oxyhordeinins*. — Bei der Hydrierung von Benzylcyanid unter Zusatz von $(C_2H_5)_2NH$ wurden außer dem gewünschten tert. Amin beträchtliche Mengen von Di- $[\beta$ -phenyläthyl]-amin erhalten.

Versuche. *N-Methyl- β -[3,4-dimethoxyphenyl]-äthylamin* (*Epinindimethyläther*) (vgl. IV. Mitt., C. 1932. II. 861). 2 g Pd-Mohr in 153 ccm benzol. $CH_3 \cdot NH_2$ -Lsg. (0,1 g in 100 ccm) suspendiert, bei ca. 18° u. 2 at H-Überdruck Lsg. von 17,7 g 3,4-Dimethoxybenzylcyanid in 100 ccm Bzl. unter Schütteln eingetropfelt, später Filtrat mit verd. HCl ausgezogen, daraus Amin mit KOH u. Ä. isoliert. Kp.₁₃ 160—161°. Ausbeute 73%. *Pikrat*, F. 170°. — *N-Methyl- β -[3,4-dioxyphenyl]-äthylamin* (*Epinin*). Aus vorigem wie l. c. über das *Hydrochlorid*, F. 177°. Amin, F. 179—180°. — *N-Dimethyl- β -[4-methoxyphenyl]-äthylamin* (*Hordeinmethyläther*). Wie oben mit 2 g Pd-Mohr in 75 g ca. 17%ig. methylalkoh. $(CH_3)_2NH$ -Lsg. u. 14,7 g 4-Methoxybenzylcyanid in 50 ccm CH_3OH . Aus Filtrat CH_3OH abdest., mit verd. HCl ausgezogen usw., Rohprod. in verd. H_2SO_4 unter Eiskühlung mit Nitritlsg. versetzt, mit Ä. gewaschen, stark alkalisiert u. ausgeäthert. Kp.₉ 123°. Ausbeute 73%. *Pikrat*, aus Bzl., F. 137°. — *N-Dimethyl- β -[4-oxyphenyl]-äthylamin* (*Hordein*). Voriges mit bei -10° gesätt. wss. HCl im CO_2 -gefüllten Rohr 2 Stdn. auf 150—160° erhitzt, im Vakuum verdampft, in wenig W. gel., mit Soda gefällt. F. 117,5°. — *N-Dimethyl- β -[3,4-dimethoxyphenyl]-äthylamin* (*Oxyhordeinindimethyläther*). Analog dem Hordeinmethyläther mit 3,4-Dimethoxybenzylcyanid. Kp.₁₂ 155—156°. Ausbeute 77%. *Pikrat*, aus A., F. 126° (vgl. I. Mitt., C. 1927. II. 573). — *N-Dimethyl- β -[3,4-dioxyphenyl]-äthylamin* (*Oxyhordein*). Aus vorigem mit HCl wie oben. Rohes Hydrochlorid in 10%ig. Soda gel., im Vakuum verdampft, mit Anisol extrahiert, mit PAe.-wenig Ä. gefällt. F. 156° (vgl. I. Mitt.). — *N-Dimethyl- β -phenyläthylamin*. Wie oben mit Pd in alkoh. $(CH_3)_2NH$ -Lsg. u. Benzylcyanid in A. Kp.₁₂ 85°. Ausbeute 71%. *Pikrat*, aus Bzl., F. 135—136°. Daneben 5% Di- $[\beta$ -phenyläthyl]-amin. — *N-Diäthyl- β -phenyläthylamin*. Ebenso mit $(C_2H_5)_2NH$ in CH_3OH bei 35—40°. Isolierung des Di- $[\beta$ -phenyläthyl]-amins (52%) als wl. Hydrochlorid (F. 265°); Entfernung des β -Phenyläthylamins durch Diazotieren wie oben. Kp.₁₁ 105—106°. Ausbeute 32%. *Pikrat*, F. 93° (Arch. Pharmaz. Ber. dtsh. pharmaz. Ges. 271. 439—45. Okt. 1933. Hamburg, Univ.) LINDENBAUM.

A. Hantzsch und A. Burawoy, *Zur Konstitution der Triarylmethylverbindungen*. Entgegen der Ansicht von PETRENKO-KRITSCHENKO (C. 1933. II. 1971) lehnen Vff. die Formulierung der *Triphenylmethanfarbstoffe* als esterartige Verb. I ab. Es existieren farblose, esterartige Triarylmethylverb. I u. farbige Triarylmethylsalze II, die im Verhältnis einer Valenzisomerie zueinander stehen. In den ersteren ist der Säurerest nicht ionogen, in den letzteren ionogen gebunden, wobei die farbigen Triarylmethylionen chinoid konstituiert sind. Die „Carboniumtheorien“, nach denen die Peripheriereste der Triarylmethylionen entsprechend III gleiche Funktionen besitzen sollen, vermögen weder die Farbe an u. für sich, noch die Gesetzmäßigkeiten der Absorption zu erklären.



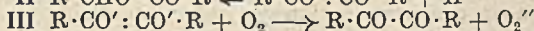
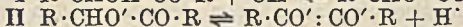
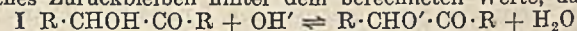
Diese Schlussfolgerungen werden gezogen unter Berücksichtigung der früheren Arbeiten der Vff. (Näheres vgl. Original). — In einer Bemerkung schließt **Burawoy** unter Aufrechterhaltung seiner Ansichten die Polemik mit DILTHEY (C. 1933. II. 669)

u. nimmt Stellung zu der Arbeit von LIFSCHITZ. (C. 1933. II. 2982.) (Ber. dtseh. ohem. Ges. 66. 1435—41. 13/9. 1933. Leipzig, Univ.) STRASSER.

Larkin Hundley Farinholz, Wilton C. Harden und Daniel Twiss, Lie Darstellung gewisser Kryptophenole. Nach einem Überblick über das physiol. Verh. der Kryptophenole im tier. Organismus u. ihre mögliche pharmakolog. Bedeutung als germicide Agenzien wird die Darst. einiger nach den folgenden Methoden beschrieben: a) nach CLAISEN (vgl. C. 1924. I. 178. 1925. I. 2447); b) nach der FRIESSCHEN Methode (Umwandlung von Phenylacylestern mittels $AlCl_3$ in Acylphenole, Red. dieser nach CLEMMENSEN). Bei Verss., mehr als eine Acylgruppe in das Phenol selbst einzuführen, stellte sich heraus, daß eine vorhandene o- oder p-Acylgruppe den Eintritt einer zweiten verhindert; dieser gelingt erst nach Red. der vorhandenen Acylgruppe zum Alkyl. Verss., p-tert. Amylphenylbenzoat bzw. den Benzyläther vom p-tert. Amylphenol in o-Benzyl-p-tert.-amylphenol überzuführen, mißlingen; c) nach der Methode von PATERNO u. MAZZARA (Gazz. chim. ital. 3 254 [1873]): Darst. von Tribenzylphenol aus Phenol u. $C_6H_5CH_2Cl$ im Überschuß. — Alle dargestellten Verb. wurden durch ihre Phenylurethane charakterisiert.

Versuche. Darst. nach der Methode CLAISEN (l. c.): 2,4-Dibenzylphenol, F. 84° (vgl. SHORT u. STEWART, C. 1929. I. 2882); Phenylurethan, F. 111—112°. — o-Benzyl-p-kresol, Kp. 147—148°; Phenylurethan, F. 144°. — 2,6-Dibenzyl-p-kresol, Kp. 205—207°; Phenylurethan, F. 129—130° (bzgl. der beiden letzten Verb., vgl. CLAISEN, l. c.). — Neu: 2-Benzyl-4-propylphenol, Kp. 186—187°; Phenylurethan, F. 92°. — 2-Benzyl-4-tert.-amylphenol, F. 46—46,5°; Phenylurethan, F. 116°. — 2,6-Dibenzyl-4-tert.-amylphenol, Kp. 225—230°; Phenylurethan, F. 146°. — Diese Kryptophenole geben mit $FeCl_3$ in alkoh. Lsg. eine grüne Farbkr. — Darst. nach der FRIESSCHEN Methode: 1. Herst. folgender Phenolester der Propionsäure (aus rohem Propionylchlorid u. dem entsprechenden Phenol): o-Propylphenylpropionat, Kp. 245°; entsprechende p-Verb., Kp. 254—256°; u. 2,4-Dipropylverb., Kp. 277—279°. 2. Umwandlung der Ester in die Ketone (mittels $AlCl_3$). Vom Phenylpropionat selbst entstanden: o- (Kp. 115°) u. p-Propionylphenol (F. 148°); von vorst. Estern: o-Propyl-p-propionylphenol (F. 77°); p-Propyl-o-propionylphenol (Kp. 270°); 2,4-Dipropyl-6-propionylphenol (Kp. 295—298°). 3. Red. der Ketone (nach CLEMMENSEN mit amalgamiertem Zn u. roher HCl): o-Propylphenol, Kp. 223—225° (Phenylurethan, F. 106°); p-Propylphenol, Kp. 230—232° (Phenylurethan, F. 128,5—129°); o,p-Dipropylphenol (aus den beiden obengenannten Isomeren vom F. 77° bzw. Kp. 270°), Kp. 263° (Phenylurethan, F. 124°); 2,4,6-Tripropylphenol, Kp. 288—289°. — Nach PATERNO u. MAZZARA wurde dargestellt: Tribenzylphenol, Kp. 272°; Phenylurethan, F. 120°. — Über die bakteriolog. u. pharmakolog. Eigg. dieser Verb. wird später berichtet. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3383—87. Aug. 1933. Baltimore, Maryland, Chem. Res. Lab., Hynson, Westcott & Dunning, Inc.) PANGRITZ.

Arnold Weißberger und Esther Dym, Über Darstellung, Racemisierung und Autoxydation der optisch-aktiven o,o'-Diäthoxybenzoin. VII. Mitt. über Oxydationsvorgänge. (VI. vgl. C. 1933. I. 1425.) In Fortsetzung der letzten Veröffentlichung wird von Vff. das nach der Methode von BÉIS dargestellte opt.-akt. o,o'-Diäthoxybenzoin untersucht. Da die Autoxydation des Benzoin nach I, II oder III verlaufen kann, wurde zunächst geprüft, in welchem Stadium der Rk. die ster. Hinderung der Autoxydationsgeschwindigkeit eintritt. Die Entscheidung kann getroffen werden durch den Vergleich der Racemisations- u. Autoxydationsgeschwindigkeiten bei einem opt.-akt. ortho-substituierten Benzoin, bei dem ster. Hinderung beobachtet wurde. Da die Mechanismen von Autoxydation u. Racemisierung bis einschließlich II gleich sind, zeigt ein gleiches Zurückbleiben hinter dem berechneten Werte, daß die Hinderung



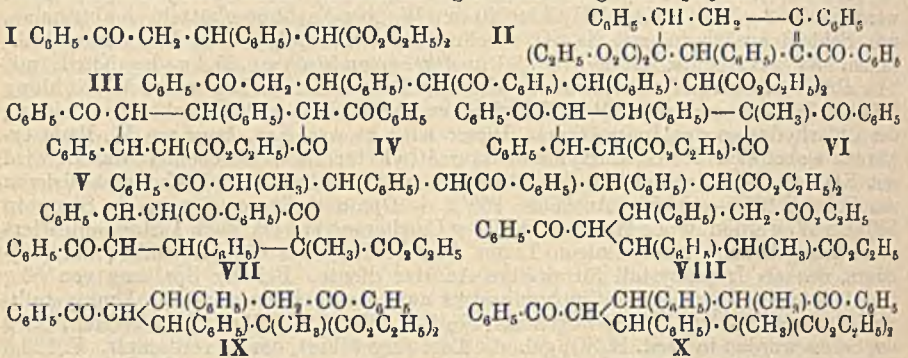
in den Phasen I oder II eintritt. Erreicht aber die Racemisierungsgeschwindigkeit den berechneten Wert, während die Autoxydationsgeschwindigkeit hinter ihm zurückbleibt, so muß die Hinderung in der Phase III auftreten. Die in Methanol bei 20° erhaltenen Konstanten der Autoxydation u. der Racemisation stimmen nun prakt. überein, während die Racemisationskonstante etwa 100-mal so groß sein müßte, wenn die ster. Hinderung nach III eintreten würde. Somit kommen hierfür I oder II in Frage: eine weitere Entscheidung kann durch elektr. Best. der Dissoziation der Acyloine getroffen werden.

Versuche. *o*-Äthoxybenzaldehyd. 61 g Salicylaldehyd mit 154 g Diäthylsulfat u. 500 ccm ZnKOH $1\frac{1}{2}$ Stdn. in einem W.-Bad von 60—70° gerührt, 80 g Diäthylsulfat u. 250 ccm 2-n. KOH u. nach $\frac{1}{2}$ Stde. wieder 20 g Diäthylsulfat u. 125 ccm 2-n. KOH zugesetzt. Mit W.-Dampf abblasen, den Aldehyd in Ä. aufnehmen. Kp_{15} 125°, 90% Ausbeute. — *o*-Äthoxymandelsäurenitril. 60 g *o*-Äthoxybenzaldehyd in 400 ccm Ä. werden mit 52 g KCN u. 44 g NH_4Cl in 220 ccm W. über Nacht geschüttelt. Ä abtrennen, was. Schicht ausäthern, mit Na_2SO_4 trocknen, Ä. verdampfen. Aus Bzl. umkrystallisieren. 83% Ausbeute. F. 86—89°. — *o*-Äthoxymandelsäure. 35,4 g des Nitrils mit 14 g absol. Ä. übergießen, in 250 ccm absol. Ä. lösen u. in die Lsg. unter W.-Kühlung bei etwa 5° etwas mehr als 1 Mol. HCl einleiten. Beim Stehen über Nacht Ausscheidung des Chlorhydrates des Iminoäthers. Dieser wird in wss. Lsg. kurz am W.-Bade erwärmt, wobei sich der *o*-Äthoxymandelsäureäthylester als Öl abscheidet; das Öl wird mit KOH in W.-A. verseift u. die Säure wie üblich isoliert. Nach Umkrystallisieren aus Bzl. F. 102,5—103,5°. Ausbeute 85%. — *Opt.-akt. Säure*. 7 g inakt. Säure in 500 ccm W. werden in der Wärme mit 10,5 g Cinchonin versetzt, nach 1 Stde. abfiltriert u. stehen gelassen. Nach einigen Tagen Ausscheidung des Cinchoninsalzes der (—)-Säure, das als Impfkristall für weitere Ansätze diente. Bei der Spaltung von 56 g inakt. Säure fielen 66 g des Cinchoninsalzes aus, die nach zweimaligem Umkrystallisieren aus etwa 30% Ä 56 g wogen u. $[\alpha]_D^{20} + 75^\circ$ in 1% alkoh. Lsg. zeigten. 55 g des Salzes wurden in verd. H_2SO_4 gel., die Lsg. ausgeäthert, der Ä. verdampft. F. 125,5 bis 126,5°. $[\alpha]_D^{20} - 144,9^\circ$ in 1% alkoh. Lsg. 78% Ausbeute. — Aus den Mutterlaugen des Cinchoninsalzes fällt nach dem Einengen das Salz der (+)-Säure als braunes Öl aus; durch Ansäuern u. Ausäthern wird die (+)-Säure nach Umkrystallisation aus W. vom F. 125,5—126,5° u. vom $[\alpha]_D^{20} + 145,5^\circ$ in 1% alkoh. Lsg. gewonnen. — *o*-Äthoxymandelsäuremethylester. Aus der Säure durch Kochen mit Methanol nebst H_2SO_4 als Katalysator. Aus Bzl. umkrystallisiert, F. 71—72°. 90,5% Ausbeute. (—)-Ester. 8 g (—)-Säure wie oben verestert. Ausbeute 94%. $Kp_{0,02}$ 84—86°, F. 30 bis 31°. $[\alpha]_D^{20} - 130^\circ$ in 1% alkoh. Lsg. (+)-Ester. Darst. analog. $[\alpha]_D^{20} + 115^\circ$ in 1% alkoh. Lsg. — *o*-Äthoxymandelsäureamid. 16 g *o*-Äthoxymandelsäuremethylester (der Äthylester reagiert kaum) werden in 70 ccm absol. Ä. gel., mit NH_3 unter Kühlung gesätt. u. 3 Tage stehen gelassen. Das nach dem Abdest. des Ä. ausgeschiedene Amid wird dreimal aus Bzl. umkrystallisiert. F. 102,5—103,5°. Ausbeute 50%. — (—)-Amid. 2,7 g (—)-Methylester in 10 ccm Ä. werden zunächst bei Zimmertemp., dann unter Kühlung jeweils $\frac{1}{2}$ Stde. mit trockenem NH_3 gesätt. Nach der Aufarbeitung des Rk.-Gemisches u. Wiederholung der Operation mit noch unverändertem Material resultieren 1,85 g (—)-Amid. F. 124,5—125,5°. Aus Bzl. umkrystallisiert $[\alpha]_D^{20} - 126^\circ$ in 1% alkoh. Lsg. — (+)-Amid. Darst. analog $[\alpha]_D^{20} + 125^\circ$ in 1% alkoh. Lsg. F. 124,5—125,5°. — *o,o'*-Diäthoxybenzoin. Zu einer aus 39,5 g *o*-Bromphenetol, 5 g Mg u. 75 ccm absol. Ä. bereiteten Grignardlsg. werden 6,5 g gepulvertes *o*-Äthoxymandelsäureamid in fünf Portionen in Abständen von 25 Min. zugegeben u. 6 Stdn. gekocht. Auf $Eis-H_2SO_4$ gießen u. rasch ausäthern. Aus der wss. Lsg. über Nacht Ausscheidung des Benzoin. In wenig Methnol gel. u. in viel W. gegossen. Krystalle, zweimal aus PAe.-Ä. umkrystallisiert. F. 68—68,5°. — (—)-*d,o,o'*-Diäthoxybenzoin. Darst. u. Reinigung wie oben. Dreimal aus PAe. umkrystallisiert. F. 58,5—59,5°. $[\alpha]_D^{20} - 30^\circ$ in 1% alkoh. Lsg., -10° in 1% aceton. Lsg. 18% Ausbeute. — (+)-*l,o,o'*-Diäthoxybenzoin. Darst. analog, $[\alpha]_D^{20} + 30^\circ$ in 1% Ä., $+10^\circ$ in Aceton. — *o*-Äthoxybenzoesäure. Aus Lg. umkrystallisiert. F. 24,5—25,5°. Autoxydations- u. Racemisationsdaten vgl. Original. (Liebigs Ann. Chem. 502. 74 bis 85. 21/4. 1933. Leipzig, Univ.)

STRASSER.

Arthur Michael und John Ross, *Der Verlauf der Addition der Natriumenolate der Malonesters und Methylmalonesters an Benzalacetophenon und Crotonsäureester*. Der theoret. Teil der Arbeit ist bereits in der C. 1932. I. 3408 referierten vorläufigen Mitteilung enthalten; wegen Einzelheiten der Polemik gegen HOLDEN u. LAPWORTH (C. 1932. I. 45) sei auf das Original verwiesen. — α -Carbäthoxy- β -phenyl- γ -benzoylbuttersäureäthylester (I), aus Malonester u. Chalkon in Ä. in Ggw. von 0,1 Mol. $NaOC_2H_5$ oder von etwas Piperidin. Nadeln aus Ä. + Lg., F. 71°. Daraus mit alkoh. KOH α -Carbäthoxy- β -phenyl- γ -benzoylbuttersäure, $C_{18}H_{16}O_5$. Höherschm. Form, Nadeln aus Ä.-Lg., F. 165° (Zers.). Niedrigerschm. Form, aus den Mutterlaugen oder durch langsame Krystallisation der höherschm. Form, F. 145°. Die höherschm. Form geht auch beim Aufbewahren an der Luft langsam in die niedrigerschm. über, ist aber im Exsiccator beständig. Nach BARAT (C. 1930. II. 1226) hat auf gleichem Wege gewonnenes I

den F. 150° u. liefert mit alkoh. KOH eine Säure vom F. 152—154°, die beim Erhitzen in ein „Lactol“ vom F. 158° übergeht. Vff. können sich die abweichenden Angaben über I nicht erklären. — Bei der Addition von 1 Mol. Na-Malonester an 2 Moll. Chalkon entstehen die Ester I (F. 71°), II (F. 235°), III (F. 197°) u. IV (F. 187°). Bei der Einw. von Malonester auf 2 Moll. Chalkon in Ggw. von wenig NaOC₂H₅ in Ä. erhält man



wenig IV u. überwiegende Mengen I. — *1,3,5-Triphenyl-2-benzoylcyclohexen-(1)-di-carbonsäure-(4,4)-diäthylester*, C₃₇H₃₁O₅ (II), als Hauptprod. aus 1 Mol. Malonester, 2 Moll. Chalkon u. 2 Moll. NaOC₂H₅. Ausbeute 70%; die Bldg. wird durch überschüss. NaOC₂H₅ u. durch verlängerte Rk.-Dauer begünstigt. Nadeln aus Chlf., F. 235°. Gibt beim Erwärmen mit alkoh. KOH α -Carbäthoxy- β -phenyl- γ -benzoylbuttersäure, F. 165°, u. ein gelbes Öl, wahrscheinlich ein polymeres oder kondensiertes Chalkon. DIECKMANN u. KRON (Ber. dtsch. chem. Ges. 41 [1908]. 1277) schreiben die Konst. II einer Verb. vom F. 197° (s. u.) zu; die Analysen u. die Bldg. der bei 197° schm. Verb. III aus IV bestätigen aber die von den Vff. angenommenen Konstst. — *1,5-Diphenyl-2,6-dibenzoylcyclohexanon-(3)-carbonsäure-(4)-äthylester*, C₃₅H₃₀O₅ (IV). Man fügt eine auf 0° abgekühlte Lsg. von 104 g Chalkon u. 40 g Malonester in 500 ccm absol. Ä. zu einer Lsg. von 0,5 Na in 8 g absol. Ä. u. 100 ccm absol. Ä., nach einigen Minuten kühlt man mit Eis, läßt 24 Stdn. stehen u. fügt das Gemisch dann zu einer eiskalten Lsg. von 4,5 g Na in 70 ccm absol. Ä. u. 100 ccm Ä., verd. mit Ä. auf 1 l, läßt wieder 24 Stdn. stehen, säuert mit Eg. an, wäscht mit Sodalg. u. engt ein. Prismen oder Nadeln, F. 235°. Gibt bei der Einw. von NaOC₂H₅ in Ä. + Essigester 60% III, 10% II u. ca. 30% unverändertes Ausgangsmaterial. — α -Carbäthoxy- β - δ -diphenyl- γ , ϵ -dibenzoylcapronsäure-äthylester, C₃₇H₃₆O₆ (III), aus 1 Mol. Na-Malonester u. 2 Moll. Chalkon (neben anderen Prodd.); als Hauptprod. durch Einw. von NaOC₂H₅ auf IV. Nadeln aus Ä.-Chlf., F. 197°, gibt keine FeCl₃-Rk. Gibt mit 2 Moll. NaOC₂H₅ in Essigester fast ausschließlich das Enolat von IV; die Methylierung des Enolats in Essigesterlsg. gibt dieselben Prodd. wie die des Enolats von IV; man erhält geringe Mengen V, VI u. VII u. sehr wenig X. α -Carbäthoxy- β - δ -diphenyl- γ , ϵ -dibenzoyl- ϵ -methylcapronsäureäthylester, C₃₈H₃₈O₆ (V), Prismen aus Chlf.-Ä., F. 237°. Gibt keine FeCl₃-Rk. Geht bei Einw. von NaOC₂H₅ in Ä. + Ä. bei gewöhnlicher Temp. in eine isomere Verb. C₃₈H₃₈O₆ (Nadeln, F. 192°) über; beim Aufbewahren u. nachfolgenden Erhitzen erhält man *1,5-Diphenyl-2-methyl-2,6-dibenzoylcyclohexanon-(3)-carbonsäure-(4)-äthylester*, C₃₉H₃₂O₅ (VI), Nadeln aus Chlf.-Ä., F. 175°; gibt in Ä. tiefrote FeCl₃-Rk. — *1,5-Diphenyl-2,6-dibenzoyl-4-methylcyclohexanon-(3)-carbonsäure-(4)-äthylester*, C₃₆H₃₂O₅ (VII), bei der Methylierung von IV. Nadeln aus Chlf.-Ä., F. 170°. Gibt keine FeCl₃-Rk. Liefert mit NaOC₂H₅ in Ä. + Ä. bei gewöhnlicher Temp. zwei Ester C₃₈H₃₈O₆ (Würfel, F. 188°, u. Nadeln, F. 210°), in denen wahrscheinlich Stereoisomere von IX vorliegen; bei nachfolgendem Erwärmen des Rk.-Gemisches erhält man den Ester C₃₁H₃₃O₅ (VIII; Nadeln aus Ä.-Chlf., F. 154°), Äthylbenzoat, Benzoesäure u. Stereoisomere von XI. — α -Carbäthoxy- α , ϵ -dimethyl- β , δ -diphenyl- γ , ϵ -dibenzoylcapronsäureäthylester, C₃₉H₄₀O₆ (X), bei der Methylierung von IV. Nadeln, F. 210°. Wird durch alkoh. NaOC₂H₅ nur langsam angegriffen. — α -Carbäthoxy- β -phenyl- γ -benzoyl- α -methylbuttersäureäthylester, C₂₃H₂₆O₅ (XII), aus Methylmalonester

u. 1 Mol. Chalkon in Ä. bei Ggw. von 0,1 Mol. NaOC_2H_5 oder von etwas Piperidin. Nadeln aus Ä.-Lsg., F. 95°. Gibt mit alkoh. KOH Chalkon (?) u. Methylmalonsäure, mit Na in Ä. Methylmalonester u. einen nicht destillierbaren Sirup, mit NaOC_2H_5 in Ä. Methylmalonester u. Chalkon; Benzoylessigester u. α -Methylzimtsäureester treten nicht oder nur in Spuren auf. *Phenylhydrazon*, $\text{C}_{20}\text{H}_{19}\text{O}_3\text{N}_2$, Nadeln, F. 130°. — Bei der Addition von 1 Mol. Methylmalonester an 2 Moll. Chalkon in Ggw. von wenig NaOC_2H_5 in Ä. erhält man neben I Spuren von Benzoylessigester u. Zimtsäureester. Einw. von Na-Methylmalonester auf Chalkon u. von I auf Chalkon in Ggw. von NaOC_2H_5 , siehe Original. (J. Amer. chem. Soc. 55. 1632—46. April 1933. Cambridge [Mass.], Harvard Univ.) OSTERTAG.

E. C. Kleiderer und Roger Adams, Stereochemie der Diphenyle. 31. Darstellung und Eigenschaften von 2,2',6,6'-Tetrafluor-5,5'-dichlordiphenyl-3,3'-dicarbonsäure. (30. vgl. C. 1933. II. 705.) Es gelang nicht, 2,2,6,6'-Tetrafluor-5,5'-dichlordiphenyl-3,3'-dicarbonsäure (I) opt. zu spalten. — 2-Amino-3-methyl-5-chlor-6-nitrobenzol, $\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_2\text{N}_2\text{Cl}$ (II), aus 2-Amino-3-methyl-5-chlorbenzol mit $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$, orangefarbene Nadeln (aus 40%ig. A.), F. 123—124°, korr.; Acetat, $\text{C}_9\text{H}_9\text{O}_2\text{N}_2\text{Cl}_2$, weiße Nadeln (aus W.), F. 140—141°, korr. (REVERDIN u. CRÉPIEUX, Ber. dtsh. chem. Ges. 33 [1900]. 2507, geben F. 262° an!). Die Struktur von II wird bewiesen durch Überführung seiner Diazoverb. in 3-Methyl-5-chlor-6-nitrobenzol, das sich mit SnCl_2 u. HCl reduzieren ließ zu 3-Methyl-5-chlor-6-aminobenzol; Acetat, F. 114—115°. — 3-Methyl-5-chlor-6-nitrobenzol-2-diazoniumborfluorid, $\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_2\text{N}_3\text{Cl}\cdot\text{BF}_4$, aus II, Zers.-Punkt 153°, korr. Erhitzen im Vakuum auf 170° ergibt 2-Fluor-3-methyl-5-chlor-6-nitrobenzol, $\text{C}_7\text{H}_7\text{O}_2\text{NClF}$; F. 18 bis 19°; Kp_{760} 247°; $n_D^{25} = 1,5416$; $D_4^{25} = 1,411$. Daraus mit SnCl_2 , HCl u. Eg. 2-Fluor-3-methyl-5-chlor-6-aminobenzol, $\text{C}_7\text{H}_7\text{NClF}$ (III), Platten, F. 55—56°, korr.; Acetat, $\text{C}_9\text{H}_9\text{ONClF}$, F. 138—139°, korr. Daraus mit Hg-Acetat in CH_3OH 1-Acetoxymercuri-2-fluor-3-methyl-5-chlor-6-aminobenzol, $\text{C}_7\text{H}_6\text{NClF}(\text{HgOCOCH}_3)$, Nadeln, F. 216—218°, Zers., korr. — 1-Jodmercuri-2-fluor-3-methyl-5-chlor-6-aminobenzol, $\text{C}_7\text{H}_6\text{NClF}(\text{HgJ})$, F. 275—279°, Zers., korr. — 1-Jod-2-fluor-3-methyl-5-chlor-6-aminobenzol, $\text{C}_7\text{H}_6\text{NClJF}$, gelbe Nadeln, F. 67—68°, korr.; Acetat, $\text{C}_9\text{H}_8\text{ONClJF}$, F. 203—204° korr. — 1-Brom-2-fluor-3-methyl-5-chlor-6-aminobenzol, aus III mit Br in Eg., F. 61—62°, korr. — 1-Jod-2-fluor-3-methyl-5-chlorbenzol-6-diazoniumborfluorid, $\text{C}_7\text{H}_6\text{N}_2\text{ClJF}_5\text{B}$, Zers.-Punkt 218°, korr. — 1-Jod-2,6-difluor-3-methyl-5-chlorbenzol, Kp. 244—246° , korr. Daraus mit aktiviertem Cu bei 200°. 2,2',6,6'-Tetrafluor-3,3'-dimethyl-5,5'-dichlordiphenyl, $\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{Cl}_2\text{F}_4$, F. 137—138°, korr. Daraus mit wss. HNO_3 bei 160° (20 Stdn.) I, $\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{O}_4\text{Cl}_2\text{F}_4$, Nadeln (aus 50%ig. A.), F. 295—298°, korr. — 1-Acetoxymercuri-2-fluor-3,5-dimethyl-6-aminobenzol, $\text{C}_8\text{H}_8\text{NF}(\text{HgOCOCH}_3)$, aus 2-Fluor-3,5-dimethyl-6-aminobenzol mit Hg-Acetat in CH_3OH ; Nadeln, F. 207—208°, Zers., korr. — 1-Jodmercuri-2-fluor-3,5-dimethyl-6-aminobenzol, $\text{C}_8\text{H}_8\text{NF}(\text{HgJ})$, F. 235—240°, Zers., korr. — 1-Jod-2-fluor-3,5-dimethyl-6-aminobenzol, $\text{C}_8\text{H}_8\text{NJF}$, F. 53—54°. — 1-Jod-2-fluor-3,5-dimethylbenzol-6-diazoniumborfluorid, Zers.-Punkt 235°, korr. — 1-Jod-2,6-difluor-3,5-dimethylbenzol, $\text{C}_8\text{H}_7\text{JF}_2$, F. 42—43°, korr. — 1-Jod-2,6-difluorbenzol-3,5-dicarbonsäure, $\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_4\text{JF}_2$, F. 223—226°. — 2,2',6,6'-Tetrafluor-3,3',5,5'-tetramethyldiphenyl, $\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{F}_4$, F. 149—150°, korr. — Behandlung der Kupferbronze des Handels mit einer 2%ig. Lsg. von J in Aceton (5—10 Min.), Filtrieren, Behandeln mit verd. HCl in Aceton, Filtrieren, Waschen mit Aceton u. Trocknen im Vakuum gab gleichförmigere Resultate u. oft auch schnellere Rk. bei der ULLMANN-Kondensation. (J. Amer. chem. Soc. 55. 4219—25. Okt. 1933.)

BEHRLE.

A. M. Van Arendonk, M. E. Cuperly und Roger Adams, Stereochemie der Diphenyle. 32. Darstellung und Eigenschaften von einigen 2,2',6,6'-Tetramethoxydiphenylen. (31. vgl. vorst. Ref.) 2-Jodresorcindimethyläther, die vom Resorcin ausgehende, über 2-Nitroresorcin, dessen Dimethyläther u. 2-Aminoresorcindimethyläther verlaufende Darst. wurde in mehreren Punkten verbessert, F. 102—103°. Daraus durch Erhitzen mit Cu-Bronze 2,2',6,6'-Tetramethoxydiphenyl, $\text{C}_{18}\text{H}_{16}\text{O}_4$ (I), F. 175—176°. Behandeln mit CH_3COCl in CS_2 in Ggw. von wassersfreiem FeCl_3 ergibt 2,2',6,6'-Tetramethoxy-3,3'-diacetyldiphenyl, $\text{C}_{20}\text{H}_{22}\text{O}_6$ (II), F. 113—115°. Oxydation in CH_3OH mit 20%ig. NaOH u. überschüssigem Hypochlorit führt zu 2,2',6,6'-Tetramethoxydiphenyl-3,3'-dicarbonsäure, $\text{C}_{18}\text{H}_{16}\text{O}_8$, F. 231—232°, kristallisiert aus W. mit 1 H_2O , aus Essigester mit 1 $\text{CH}_3\text{CO}_2\text{C}_2\text{H}_5$, konnte opt. nicht gespalten werden, die Salze zeigten keine Mutarotation. — 2,2',6,6'-Tetramethoxy-3,3'-dichlordiphenyl-5,5'-dicarbonsäure, $\text{C}_{18}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{Cl}_2$, durch Einleiten von Cl in eine Lsg. von II in Eg. in Ggw. von J u. darauffolgende Oxydation des Prod., F. 202—203°. — 2,2',6,6'-Tetramethoxy-3,3'-dinitrodiphenyl,

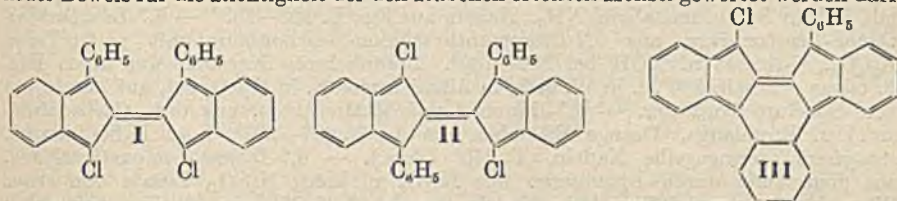
$C_{16}H_{18}O_8N_2$, aus I mit Acetanhydrid u. konz. HNO_3 , F. 174°. Daraus mit H_2 u. Pt.-Oxyd 2,2',6,6'-Tetramethoxy-3,3'-diaminodiphenyl, $C_{16}H_{20}O_4N_2$, F. 159—160°. Das Salz mit d-Camphersulfonsäure, $C_{36}H_{52}O_{12}N_2S_2$, zeigte bei 0° so schnelle Mutarotation, daß keine genauen Werte abgelesen werden konnten, deshalb wurde die Mutarotation bei -17° bestimmt: $[\alpha]_D^{17} = +85^\circ$ (0,04 g Substanz zu 10 ccm in Methanol) \rightarrow +32,5° (in weniger als 2 Min.; Enddrehung). — 2,2',6,6'-Tetraacetoxydiphenyl, $C_{20}H_{18}O_8$, aus I durch Spaltung mit HBr u. Acetylierung mit Acetanhydrid, Nadcln (aus A.), F. 190°. — 2,2',6,6'-Tetramethoxy-3,3',5,5'-tetranitrodiphenyl, $C_{16}H_{14}O_{12}N_4$, aus I mit rauchender HNO_3 , F. 194—195°. — 2,2',6,6'-Tetramethoxy-3,3',5,5'-tetraacetyldiphenyl, $C_{24}H_{26}O_8$, durch 2-std. Kochen von I mit Acetanhydrid in Ggw. von $AlBr_3$, F. 340 bis 350° (Zers.). (J. Amer. chem. Soc. 55. 4225—30. Okt. 1933.) BEHRLE.

A. M. Van Arendonk, B. C. Becker und Roger Adams, *Stereochemie der Diphenyle*. 33. 2,3'-Dinitro-2',6'-dimethoxydiphenyl-6-carbonsäure und 2-Nitro-2'-fluor-6'-methoxydiphenyl-6-carbonsäure. (32. vgl. vorst. Ref.) 2-Nitro-2',6'-dimethoxydiphenyl-6-carbonsäure, $C_{15}H_{13}O_6N$ (I), durch Erhitzen von 2-Jodresorcinimidethylether u. 3-Nitro-2-jodbenzoesäuremethylester in Ggw. von Cu u. Kochen der mit 95%_{ig}. A. aus dem Rk.-Prod. extrahierten Verb. mit wäss. NaOH, gelbe Krystalle (aus Eg.), F. 248—249°; opt. Spaltung über Alkaloidsalze ließ sich nicht bewerkstelligen. — 2,3'-Dinitro-2',6'-dimethoxydiphenyl-6-carbonsäure, $C_{15}H_{12}O_6N_2$, aus I mit konz. HNO_3 u. Acetanhydrid, weiße Krystalle (aus Eg.), F. 192—193°. Die opt. Spaltung gelang über das Brucinsalz, $C_{38}H_{38}O_{12}N_4$. d-Säure, F. 174—175°, $[\alpha]_D^{25} = +123,9^\circ$ (in A.); l-Säure, F. 175 bis 176°, $[\alpha]_D^{25} = -109,2^\circ$ (in A.). Die d-Säure zeigte bei mehrstd. Kochen in A. keine Anzeichen von Racemisation; $[\alpha]_D^{20} = +185,5^\circ$ in Eg. war nach 8-std. Kochen auf +32,4° gesunken. — 2-Nitro-2'-fluor-6'-methoxydiphenyl-6-carbonsäure, $C_{14}H_{10}O_5NF$, aus 1-Fluor-2-jod-3-methoxybenzol u. 1-Nitro-2-brombenzold-3-carbonsäuremethylester wie oben, F. 173—174°. Die opt. Spaltung erfolgte über das Brucinsalz, $C_{14}H_{10}O_5NF$, $C_{22}H_{26}O_4N_2$. d-Säure, F. 157°, $[\alpha]_D^{25} = +61,6^\circ$ (in Chlf.); l-Säure, F. 157°, $[\alpha]_D^{25} = -65,6^\circ$ (in Chlf.). Racemisierung der l-Säure: Die Halbwertszeit in sd. A. war 86 Min., in sd. Chlf. 72 Min.; in sd. Eg. war die Rotation in weniger als 20 Min. auf 0°. (J. Amer. chem. Soc. 55. 4230—34. Okt. 1933. Urbana, Univ. of Illinois.) BEHRLE.

J. Hoch, *Allgemeines Verfahren zur Darstellung der Di- und Triarylacetonitrile $ArAr'CH-CN$ und $ArAr'Ar''C-CN$* . Vf. hat vor kurzem (C. 1933. II. 705) schon angedeutet, daß sich α -Brombenzylcyanid mit Bzl. in Ggw. von $AlCl_3$ zu Diphenylacetonitril kondensiert. Er hat dieses Verf. verallgemeinert u. bei folgender Arbeitsweise gute Ausbeuten erhalten: 1 Mol. Nitril auf 105—110° erhitzen, allmählich 1,1 Mol. Br zugeben, bis zur beendeten HBr-Entw. erhitzten, nach Abkühlen die arom. Komponente zugeben, u. zwar 6 Moll. Bzl. ohne CS_2 , sonst 1,5 Mol. u. das 3—4-fache Gewicht CS_2 . Sodann allmählich 1 Mol. $AlCl_3$ eintragen, schwach erwärmen, auf Eis u. HCl gießen usw. Es bildet sich ziemlich viel Harz, welches aber in Bzl. u. CS_2 wl. ist. — Aus α -Brombenzylcyanid mit Bzl., Toluol, p-Xylol, Anisol u. Naphthalin: 75% Diphenylacetonitril, F. 76°; 59% Phenyl-p-tolylacetonitril, F. 62°; 55—60% Phenyl-[2,5-dimethylphenyl]-acetonitril, F. 52°; 35% Phenyl-[p-methoxyphenyl]-acetonitril, F. 127°; 67% Phenyl- α -naphthylacetonitril, F. 98°. Aus α -Brom-p-methylbenzylcyanid mit Toluol u. p-Xylol: 62% Di-p-tolylacetonitril, Kp.₁₈ 212°; 62% p-Tolyl-[2,5-dimethylphenyl]-acetonitril, Kp.₁₈ 212°. Aus α -Naphthylbromacetonitril mit Bzl.: 35% Phenyl- α -naphthylacetonitril, F. 90° (unrein). Aus β -Naphthylbromacetonitril mit p-Xylol: 40% [2,5-Dimethylphenyl]- β -naphthylacetonitril, F. 106°. — Aus α -Brombenzylcyanid mit Toluol u. Anisol wurden auch kleine Mengen der o-Isomeren erhalten: Phenyl-o-tolylacetonitril, Kp.₂₂ 200—201° (nicht frei vom p-Isomeren); Phenyl-[o-methoxyphenyl]-acetonitril, F. 77°. — In den Fällen α -Brombenzylcyanid u. α -Brom-p-methylbenzylcyanid mit Toluol wurden außerdem wenig Phenyl-di-p-tolylacetonitril, F. 134°, bzw. Tri-p-tolylacetonitril, F. 191°, isoliert. Die Bldg. dieser Verb. ist auf die Ggw. der dibromierten Nitrile zurückzuführen. — Daraufhin hat Vf. 1 Mol. Benzylcyanid mit 2 Moll. Br auf 120° erhitzt, 10 Moll. Bzl. oder (2,5 Moll. Toluol + 5 Teile CS_2), dann 1,1 Mol. $AlCl_3$ zugegeben usw. Erhalten: 15% Triphenylacetonitril, F. 128°, u. 33% Phenyl-di-p-tolylacetonitril, F. 134°. — Ferner lassen sich die Diarylacetonitrile bei 105° leicht bromieren u. weiter mit arom. Komponenten kondensieren. Aus rohem Diphenylbromacetonitril mit Bzl. u. Toluol: 60% Triphenylacetonitril, F. 128°, u. 62% Diphenyl-p-tolylacetonitril, F. 111°. Aus Phenyl-p-tolylbromacetonitril mit p-Xylol: 45% Phenyl-p-tolyl-[2,5-dimethylphenyl]-acetonitril, F. 143°. Aus Phenyl-[2,5-dimethylphenyl]-bromacetonitril mit Anisol: 45% Phenyl-[2,5-dimethylphenyl]-[p-methoxy-

phenyl]-acetonitril, F. 164°. — Durch Verseifung obiger Nitrile mit konz. alkoh. KOH wurden glatt erhalten: *Diphenyllessigsäure*, F. 159°; *Phenyl-p-tolyllessigsäure*, F. 116°; *Phenyl-[2,5-dimethylphenyl]-essigsäure*, F. 125°; *Phenyl-[p-methoxyphenyl]-essigsäure*, F. 103°; *Phenyl- α -naphthyllessigsäure*, F. 144°; *Di-p-tolyllessigsäure*, F. 142°; *p-Tolyl-[2,5-dimethylphenyl]-essigsäure*, F. 132°; *[2,5-Dimethylphenyl]- β -naphthyllessigsäure*, F. 167°. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 197. 770—72. 9/10. 1933.) LINDENBAUM.

Charles Dufraisse, Raymond Buret und Raymond Girard, *Untersuchungen über die dissoziierbaren organischen Oxyde*. XIV. Eine violette chlorierte Verbindung aus der Reihe des 1,1'-Phenylenrubens. (Vgl. C. 1933. II. 376 u. früher.) Die chromophore Wrkg. der Dibenzodifulvengruppe der Rubene wird beträchtlich erhöht, wenn man in 1,1' oder 3,3' einen weiteren Benzolring angliedert. Denn das von DUFRAISSE u. BADOCHÉ (C. 1932. I. 65) dargestellte 3,3'-Diphenyl-1,1'-phenylenruben ist violett, wogegen das 1,3,3'-Triphenylruben nur gelb ist. Vff. haben ein weiteres Beispiel dieser Art verwicklicht. Das vor kurzem (C. 1933. I. 941) dargestellte Dichlorodiphenylruben, welches Formel I oder die stereoisomere Formel II besitzt, verliert beim Erhitzen 1 Mol. HCl u. geht in Verb. III über, welche sich von 3,3'-Diphenyl-1,1'-phenylenruben durch Austausch eines C_6H_5 gegen Cl unterscheidet. III ist ebenfalls intensiv violett, u. sein Absorptionsspektrum deckt sich fast mit dem des 3,3'-Diphenyl-1,1'-phenylenrubens, so daß die analoge Konst. beider Verbb. keinem Zweifel unterliegt. Ferner zeigt sich von neuem, daß C_6H_5 u. Cl in ihrer chromophoren Wrkg. annähernd übereinstimmen. Hervorzuheben ist die gänzliche Verschiedenheit der Wege, auf denen 3,3'-Diphenyl-1,1'-phenylenruben u. III gewonnen worden sind (vgl. l. c. u. früher), was als neuer Beweis für die Richtigkeit der den Rubenen erteilten Konst. gewertet werden darf.



Versuche. 3-Chlor-3'-phenyl-1,1'-phenylenruben (III), $C_{30}H_{17}Cl$. 1. Durch Erhitzen von I (II) im Vakuum auf ca. 200°; die HCl-Abspaltung wurde quantitativ verfolgt. 2. Einfacher direkt aus der Verb. $C_{30}H_{20}Cl_2$ (l. c.); im Vakuum in ein Bad von ca. 280° tauchen, nach Schmelzen aus dem Bad herausnehmen u. nicht über 1 Stde. auf ca. 230° erhitzen, harzige M. mit Ä. anreiben u. waschen. Aus Bzl. fast schwarze Krystalle von verschiedener Form, F. (bloc) 274°. Lsgg. tief violett. Diese entfärben sich an Licht u. Luft schnell, aber das Autoxydationsprod. ist, abweichend von denen der einfachen Rubene, nicht dissoziierbar. Absorptionskurven im Original. (Bull. Soc. chim. France [4] 53. 782—88. Juli 1933. Paris, École de Phys. et Chim. Ind.) LB.

Enderlin, *Untersuchungen über die dissoziierbaren organischen Oxyde: über ein zweites Isomeres des Oxytetraphenylrubens*. (Vgl. vorst. Ref. u. früher.) Neue Nomenklatur vgl. DUFRAISSE (C. 1933. I. 1777). — DUFRAISSE u. BADOCHÉ (C. 1930. II. 1983) haben gezeigt, wie man das dissoziierbare Oxytetraphenylruben (I; l. c. „Oxyrubren“) in ein nicht dissoziierbares Isooxytetraphenylruben (II; l. c. „Isooxyrubren“) umwandeln kann. Vf. hat ein zweites Isooxytetraphenylruben (III) erhalten, welches sich immer bildet, wenn man eine benzol. Lsg. von I mit einer starken Säure, z. B. 50%ig. H_2SO_4 , HCl usw., schüttelt. Es zeigt nach Reinigung aus Bzl. F. (bloc) gegen 205° (Zers.), besitzt nach Analyse u. Kryoskopie die Formel $C_{42}H_{28}O_2$, C_6H_5 , entwickelt mit Grignardreagens eine 1 beweglichen H-Atom entsprechende Gasmenge u. zers. sich am Licht schon in der Kälte, schneller in der Wärme. Dagegen gibt es beim Erhitzen keine Spur O ab u. liefert kein Tetraphenylruben (Rubren), sondern undefinierte Zers.-Prodd. Die Dissoziierbarkeit, die wesentlichste Eig. von I, ist also bei III verschwunden. In seiner Unbeständigkeit nähert sich III dem I, entfernt sich aber weit vom II, welches unzers. destillierbar ist. Während ferner II zu Tetraphenylruben reduziert werden kann, geht III, wenn man es mit Zn in Eg. kocht, fast quantitativ in das von DUFRAISSE u. Vf. (C. 1932. I. 1901) beschriebene 9,11-Diphenyl-9,12,10,11-diphenyl-9,11-dihydronaphthalen über. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 197. 691—93. 2/10. 1933.) LINDENBAUM.

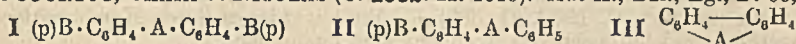
Kurt Brass und Charles Lauer, *Die o-dihalogениerten Benzanthrone und ihre Umwandlung durch Natriumsulfid*. Vff. teilen Verss. zur Darst. von als Küpenfarb-

stoffen geeigneten Thianthrenderiv. des Benzanthrone mit. Derartige Verb. sind bisher nicht bekannt; bei den bisher in der Patentliteratur beschriebenen S-Deriv. des Benzanthrone handelt es sich ausschließlich um Sulfide u. Mercaptane. Die für die Darst. von Thianthrenen nötigen Dihalogenbenzanthrone müssen synthet. dargestellt werden, weil die Konst. aller bisher beschriebenen Halogenbenzanthrone unsicher ist. Vf. erhielten aus 2,3- u. aus 1,2-Dibromanthrachinon 2 Dibrombenzanthrone, die durch Oxydation zu den entsprechenden Anthrachinoncarbonsäuren als 6,7- u. 7,8-Dibrom-1,9-benzanthron (I u. II) erkannt wurden. Die Konst. der Carbonsäuren wurde durch HOFFMANNschen Abbau der Amide, Ersatz von NH_2 durch OH u. Überführung der Dibromoxyanthrachinone in die Trioxyanthrachinone ermittelt. Bei der Umsetzung von I u. II mit Na_2S entstanden unter den verschiedensten Bedingungen keine Thianthrene, sondern ausschließlich Dibromdibenzanthronylsulfide. Das Prod. aus II läßt sich mit einiger Wahrscheinlichkeit als 7,7'-Dibromdibenzanthronyl-(8,8')-sulfid formulieren. Auch Verss. mit den nach D. R. P. 193 959 hergestellten Bzl.-Dihalogenbenzanthronen führten nur zu Sulfiden (vgl. D. R. P. 443 022, 451 959), aber nicht zu Thianthrenen. Da es auch nicht gelang, die Halogenbenzanthronylsulfide durch Elimination der beiden Halogenatome in Thiopenderiv. überzuführen, liegt die Vermutung nahe, daß die Benzanthronringe in verschiedenen Ebenen liegen, sodaß der Thianthrenring nicht entstehen kann. — 6,7-Dibrom-1,9-benzanthron (I), aus 2,3-Dibromanthrachinon mit konz. H_2SO_4 , Anilin u. Glycerin bei 150—155°. Gelbe Blättchen aus Dichlorbenzol, F. 271—272°, l. in H_2SO_4 gelbstichig rot. Gibt mit CrO_3 in Eg. 6,7-Dibromanthrachinon-1-carbonsäure, Nadeln aus Eg., F. 298—299°, l. in H_2SO_4 u. in NaOH gelb. Butylester, Nadeln, F. 148—149°. Amid, durch Umsetzen mit PCl_5 in Bzl. u. mit alkoh. NH_3 , Nadeln aus Eg., F. 292—293°. — 6,7-Dioxyanthrachinon-1-carbonsäure, aus 6,7-Dibromanthrachinon-1-carbonsäure mit je 10 Teilen K_2CO_3 , K-Acetat u. KOH bei 150—180°. Bräunlichrote Krystalle aus konz. HCl, F. etwas oberhalb 320°, l. in W. gelb, in Alkalien violett, in H_2SO_4 rot, auf Zusatz von von Borsäure bordeaux. — 6,7-Dibrom-1-aminoanthrachinon, aus dem Carbonsäureamid u. Bromlauge. Orange Blättchen aus A., F. 291—292°, l. in H_2SO_4 orange. Acetylverb., orangegelbe Nadeln, F. 240° (Zers.). — 6,7-Dibrom-1-oxyanthrachinon, aus dem Amin durch Diazotieren mit KNO_2 u. konz. H_2SO_4 , Zusatz von etwas W. u. Erhitzen auf 160°. Gelbe Nadeln aus Eg., F. 320°, l. in Alkalien weinrot, in H_2SO_4 gelb, auf Zusatz von Borsäure weinrot. Gibt mit $\text{Ca}(\text{OH})_2$, W. u. etwas Cu bei 200° 1,6,7-Trioxyanthrachinon, braune Nadeln durch Sublimation, l. in Alkalien gelblichbraun, in H_2SO_4 braun, mit Borsäure bräunlichrot. — 7,8-Dibrom-1,9-benzanthron (II), aus 1,2-Dibromanthrachinon analog I. Gelbe Blättchen aus Chlorbenzol, F. 217—218°, l. in Eg. blautichig rot. Durch Oxydation 7,8-Dibromanthrachinon-1-carbonsäure, hellgelbe Nadeln aus Eg., F. 320°, l. in NaOH u. H_2SO_4 gelb. Butylester, gelbe Blättchen, F. 310°. Amid, gelbe Blättchen, F. 300°. Aus diesem mit NaOBr 7,8-Dibrom-1-aminoanthrachinon, rote Blättchen aus A., F. 229—230°, l. in H_2SO_4 gelblich orange. Acetylverb., gelbe Nadeln, F. 219—220°. 1,7,8-Trioxyanthrachinon, aus 7,8-Dibrom-1-aminoanthrachinon über die Oxyverb. Rötlichgelbe Blättchen aus Eg., F. 231°, l. in Alkali violett, in H_2SO_4 rot, mit H_3BO_3 violett. Triacetylverb., gelbe Nadeln aus Eg., F. 217—218°. — 6,6' (oder 7,7')-Dibromdibenzanthronyl-(7,7'- oder 6,6')-sulfid, aus I u. Na_2S bei 250—255°. Braune Flocken aus Nitrobenzol, F. 320°, l. in H_2SO_4 violett, unl. in Alkalien u. Sulfiden. Wird durch $\text{AlCl}_3 + \text{NaCl}$ bei 160—200°, durch CuCl_2 oder Cu-Pulver in sd. Naphthalin oder Nitrobenzol u. durch HNO_3 (D. 1,4 oder 1,48) nicht verändert. — 7,7'-Dibromdibenzanthronyl-(8,8')-sulfid, aus II u. Na_2S bei 270—275°. Braunes Pulver aus Nitrobenzol, schm. nicht bis 320°, l. in H_2SO_4 blautichig violett. Gibt mit SbCl_5 eine schwarzviolette Mol.-Verb.; liefert mit HNO_3 (D. 1,4) ein Sulfozyd, bräunlichgelbe Flocken aus Nitrobenzol, schm. nicht bis 320°. — Bz.-Dibrom-1,1'-dibenzanthronylsulfid aus Bz.-Dibrombenzanthron vom F. 254—255° (D. R. P. 193 959) u. Na_2S . L. in H_2SO_4 grün. Gibt mit SbCl_5 eine grünlichviolette Mol.-Verb. Bz.-Dichlor-1,1'-dibenzanthronylsulfid, aus Bz.-Dichlorbenzanthron vom F. 266° (D. R. P. 193 959). Braunes Pulver aus Nitrobenzol, schm. nicht bis 320°, l. in H_2SO_4 grün. Bz.-Dichlor-1,1'-dibenzanthronylsulfid, aus Bz.-Dichlorbenzanthron vom F. 217—218° (D. R. P. 193 959). Braun aus Nitrobenzol, schm. nicht bis 320°, l. in H_2SO_4 blauviolett. (Chim. et Ind. 29. Sond.-Nr. 6 bis. 876—82. Juni 1933.)

OSTERTAG.

M. Chaix, Beitrag zur Kenntnis der Ultraviolettabsorption von Substanzen mit zwei Benzolkernen. Vf. hat die Ultraviolettabsorption von Verb. der Typen I, II u. III

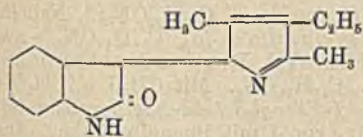
untersucht, u. zwar mit A = CH₂, CO, S, S·S, SO, SO₂, Se, SeO, Se·Se u. B = H, CH₃, Br. Alle Bestst. wurden in A. mit 0,0005-molaren Lsgg. ausgeführt. Die Verbh. wurden so lange gereinigt, bis die Spektren, FF., Kpp. oder Indices konstant blieben. Darst. der meisten Verbh. nach bekannten Verff. — *Phenyl-p-tolylsulfoxyd*, C₁₃H₁₂OS. Aus p-Tolylsulfinsäurechlorid, Bzl. u. AlCl₃. Aus PAe., F. 73°. Die von GILMAN u. Mitarbeitern (C. 1926. II. 2896) unter gleichem Namen beschriebene Verb. von F. 124° war zweifellos das Sulfon. — *Phenyl-p-tolylsulfon*. Aus vorigem in Eg.-Acetanhydrid mit Perhydrol. Aus A. oder Bzl., F. (korr.) 126,5°. — *Diphenylsulfid*. Nach COURTOT, CHAIX u. NICOLAS (C. 1932. II. 1019). Aus A., Bzl., Lg., F. 99,5°. —



Diphenylsulfoxyd. 40 g des vorigen mit 80 g Na₂Cr₂O₇ in 300 g Eg. 5 Stdn. auf 70—75° erwärmen, in W. gießen. Aus Bzl. u. A., F. (korr.) 186°. — *Diphenylsulfon*. 1. Aus Diphenyl-2-sulfochlorid (COURTOT u. CHAIX, C. 1931. II. 1566) in CS₂ mit AlCl₃. 2. Besser 30 g Diphenylsulfid in Gemisch von 300 ccm Eg., 100 ccm 50%ig. H₂SO₄ u. 40 g Na₂Cr₂O₇ eintragen (Selbsterwärmung auf 55—60°), in W. gießen. 3. 7 g Diphenylsulfid in 180 g Acetanhydrid mit 10 g 30%ig. H₂O₂ versetzen, nach 24 Stdn. in W. gießen. — Die Unters. der Absorptionsspektren (Kurven im Original) hat ergeben: Die Bldg. des Fünfringes läßt zahlreiche Banden erscheinen u. wirkt deutlich bathochrom. Für die Verbh. I mit B = H können die Chromophore A nach abnehmender Wrkg. in folgende Reihe geordnet werden: Se·Se, CO, S·S, Se, S, SO, SeO, SO₂, CH₂. Für die Verbh. III gilt nicht dieselbe Reihenfolge, denn Diphenylsulfoxyd u. Diphenylsulfon sind gefärbter als Diphenylsulfid. Die Cyclisierung verursacht somit tiefe Veränderungen in der molekularen Struktur. Die Einführung von CH₂-Gruppen in p zu A übt einen schwachen Einfluß aus. Die Spektren des Diphenyl- u. Di-p-tolylsulfids einerseits, des Phenyl-p-tolyl- u. Di-p-tolylsulfoxyds andererseits sind sehr ähnlich; letztere sind jedoch von dem des Diphenylsulfoxyds verschieden. Br wirkt bathochrom. Die Gruppe Se·Se ist ein kräftiger Chromophor; dagegen ist das Sulfoxyd gefärbter als das Selenoxyd. (Bull. Soc. chim. France [4] 53. 700—11. Juli 1933. Nancy, Fac. des Sciences.)

LINDENBAUM.

Pietro Pratesi. Über Isatinkondensationsprodukte der Pyrrole (Pyrrolblau). Vf. untersucht die Konst. von Farbstoffen, welche durch Kondensation von Isatinen mit Pyrolen gebildet werden u. von LIEBERMANN u. HÄSE (1906) als Pyrrolblau B bezeichnet wurden. Die Prodd. bilden sich aus 1 Mol. des Isatins u. 1 Mol. des Pyrrols unter Austritt von 1 Mol. W. N-substituierte Pyrrole zeigen die Kondensation mit Isatin nicht. Der Pyrrolkern muß sich in die Pyroleninform umlagern können. Ferner muß eine α-Stellung im Pyrrol unbesetzt sein, um die Kondensation eintreten zu lassen. Im Isatin wird die Kondensation an der β-ständigen CO-Gruppe angenommen in Analogie mit Verss. von BAEYER (Ber. dtsh. chem. Ges. 18 [1885]. 2638) u. H. FISCHER u. GOLDBERGER (Diss. GOLDBERGER, Wien 1920). Für den Farbstoff aus Isatin u.



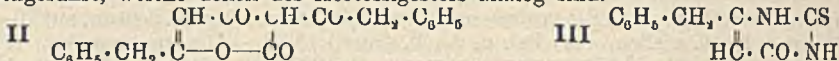
Kryptopyrrol wird daraus nebenstehende Konst. abgeleitet. Für den Farbstoff aus Opsopyrrol steht noch eine zweite Möglichkeit der Konst. offen, nämlich Dimerisation des einfachen Kondensationsprod. unter H-Verschiebung (vgl. Indophenin nach SCHLENK [C. 1924. I. 183] bzw. HELLER [C. 1933. I. 2407]). Diese Mög-

lichkeit wird ausgeschlossen durch Unters. der Lichtabsorption im Sichtbaren u. Ultraviolett, welche vollkommene Übereinstimmung der verschiedenen Farbstoffe ergeben hat. Kurven im Original. Die Farbstoffnatur hängt von der Bindung zwischen Isatin u. dem Pyrolenkern ab. Die Farbstoffe können durch Zn u. Eg. zu farblosen Verbh. reduziert werden, sind aber nicht verkipbar. Abbauprod. der Farbstoffe konnten nicht erhalten werden. — 2,6 g Isatin u. 1,7 g 2,3-Dimethylpyrrol in Eg. gel., einige Minuten zum Sieden erhitzt. Nach eintägigem Stehen ist der Farbstoff auskrystallisiert. 0,4 g. Reinigung mit sd. Eg. u. mit A.; gelbgrüne Kryställchen mit metall. Glanz. Unl. in A., Ä., Bzl., etwas l. in Eg., Pyridin. Analog die übrigen Kondensationsprodd., *Kryptopyrrolblau*, C₁₆H₁₆ON₂ u. *Opsopyrrolblau*, C₁₆H₁₄ON₂. (Liebig's Ann. Chem. 504. 258—66. 26/7. 1933. München, Org.-chem. Inst. d. Techn. Hochschule.)

MEINEL.

Adolf Sonn und Wolfgang Litten, Über den γ-Phenylacetessigester. ATTWOOD, STEVENSON u. THORPE (C. 1923. III. 1318) wollen durch Kondensation von Phenyl-

essigester u. Essigester den γ -Phenylacetessigester (I), $C_6H_5 \cdot CH_2 \cdot CO \cdot CH_2 \cdot CO \cdot C_2H_5$, erhalten haben. In Wirklichkeit hat aber der von BECKH (1898) u. später von SCHEIBLER u. Mitarbeitern (C. 1930. II. 726) dargestellte α -Phenylacetessigester vorgelegen. Vff. haben I aus α -Phenylacetessigester, $C_6H_5 \cdot CH_2 \cdot CO \cdot CH(CO \cdot CH_3) \cdot CO \cdot C_2H_5$, durch Abspaltung des Acetylts mit stark verd. NH_4OH erhalten. Bei der Dest. von I bildet sich etwas *Dehydrophenylacetsäure* (II). Durch Bromtitrierung wurden der Enolgeh. des fl. „Gleichgewichtsesters“ zu rund 20%, ferner das Gleichgewicht in CH_3OH (17,2% Enol), A. (22%), Chlf. (18,9%) u. Ä. (44,2%) bestimmt. Danach ist I erheblich stärker enolisiert als Acetessigester, aber weniger als α -Phenylacetessigester (vgl. MICHALEK u. POST, C. 1932. II. 366). — Mit I wurden mehrere Kondensationsrkk. durchgeführt, welche denen des Acetessigesters analog sind.



Versuche. γ -Phenylacetessigsäureäthylester (I), $C_{12}H_{14}O_3$. Phenylacetessigester mit 1 Mol. 0,5%ig. NH_4OH 1 Stde. geschüttelt, ausgeäthert, Ä.-Lsg. mit $CaCO_3$ u. W. gewaschen, im Vakuum dest. Ausbeute 40%, Kp. 153—155°. Mit $FeCl_3$ in CH_3OH tief rot, mit $C(NO_2)_4$ unverd. rotorangen, in CH_3OH schwach gelbgrün. In Ä. mit wss. Cu-Acetatlg. das *Cu-Salz*, aus Bzl. hellblaue Krystalle, F. 176 bis 178°. — *Semicarbazon*, $C_{13}H_{17}O_2N_3$, aus verd. CH_3OH Nadelchen, F. 113—116°. — *Anil*, $C_{13}H_{19}O_2N$, aus ca. 75%ig. CH_3OH Nadeln, F. 96—98,5°. Nach einiger Zeit tritt Geruch nach Benzylcyanid auf. H_2SO_4 -Lsg. schwach braun, mit Dichromat tief blau, dann braun. — *3-Benzylpyrazolon-(5)*, $C_{10}H_{10}ON_2$. Aus I in Ä. mit N_2H_4 -Hydrat. Aus 25%ig. CH_3OH Nadeln, F. 197—198°, sll. in Alkali u. HCl. Mit $FeCl_3$ in CH_3OH tief rot, mit Nitrit grün. — *1-Phenyl-3-benzylpyrazolon-(5)*. Aus I u. Phenylhydrazin bei 140° oder nach METZNER (1897) aus Phenylacetylmalonester u. Phenylhydrazin in Eg. — *1-Phenyl-2-methyl-3-benzylpyrazolon-(5)*, $C_{17}H_{16}ON_2$. 1. Voriges mit CH_3J u. CH_3OH im Rohr 5 Stdn. auf 100—110° erhitzt, in Chlf. gel., mit 5%ig. Lauge gewaschen. 2. Besser voriges in wenig CH_3OH mit 1 Mol. CH_3ONa u. 1,1 Mol. $(CH_3)_2SO_4$ auf 60—70° erwärmt, W. u. KOH zugefügt, mit Chlf. extrahiert. Aus verd. A. Plättchen, F. 105—106°. In Chlf. mit HCl-Gas das *Hydrochlorid*, $C_{17}H_{17}ON_2Cl$, aus Chlf. Prismen, ab 165° sinternd, F. 175—181° (Gasentw.), durch W. hydrolysiert. Mit HNO_2 grünes Nitrosoderiv. — *4-Nitroderiv.*, $C_{17}H_{15}O_3N_3$. Durch kurzes Erwärmen mit konz. HNO_3 u. Fällen mit W. Aus wenig Chlf. + Ä., dann 50%ig. CH_3OH gelbliche Rosetten, F. 193—195°. — *1-Phenyl-2-methyl-3-benzyl-3,4-dibrompyrazolidon-(5)*, $C_{17}H_{16}ON_2Br_2$. Aus vorvorigem in Chlf. mit Br; dann Ä. zugesetzt. Krystallin, F. 204—206°. — *1-Phenyl-2-methyl-3-benzyl-4-brompyrazolon-(5)*, $C_{17}H_{15}ON_2Br$. Durch Erhitzen des vorigen mit W. Aus 50%ig. CH_3OH Nadelchen, F. 116—117°. — *1-Phenyl-2-methyl-3-benzyl-4-(dimethylamino)-pyrazolon-(5)*, $C_{19}H_{21}ON_3$. Voriges mit $(CH_3)_2NH$ u. etwas CH_3OH im Rohr 10 Stdn. auf 110—115° erhitzt, Filtrat alkalisiert u. mit Chlf. extrahiert. Aus 25%ig. CH_3OH Plättchen, F. 111—113°. Mit wss. $FeCl_3$ blauviolett, in verd. A. mit Nitrit u. HCl vorübergehend blau. *Hydrochlorid*, $C_{19}H_{22}ON_3Cl$, Nadeln, ab 150° sinternd, F. 168—171°. — *1-Phenyl-4-benzylpyrazolon-(5)*, $C_{16}H_{14}ON_2$. Aus α -Formyl- β -phenylpropionsäureester u. Phenylhydrazin (vgl. RUPE u. HECKENDORN, C. 1927. I. 897). F. 146—147°. — *2-Methylderiv.*, $C_{11}H_{10}ON_2$. Mit CH_3J u. CH_3OH wie oben. Aus 25%ig. CH_3OH , F. 77,5—79°. — *1-Phenyl-3,4-dibenzylpyrazolon-(5)*, $C_{22}H_{20}ON_2$. Aus dem nicht isolierten α -Benzylderiv. von I mit Phenylhydrazin. Aus 75%ig. A. Plättchen, F. 139—141°, unl. in Alkali u. verd. HCl. Mit Dichromat- H_2SO_4 braungelb, mit $C(NO_2)_4$ in Ä. gelbbraun, in CH_3OH grüngelb.

Diphenacetylbernsteinsäureäthylester, $[C_6H_5 \cdot CH_2 \cdot CO \cdot CH \cdot CO_2C_2H_5]_2$. I in A. mit

1 Atom Na umgesetzt, äth. J-Lsg. bis zur bleibenden Färbung zugefügt, mit W. u. etwas Thiosulfat geschüttelt. Aus verd. CH_3OH Nadeln, F. 119—120°, unl. in $NaOH$. Mit $FeCl_3$ keine Färbung. — *4-Benzyl-5,7-dioxyumarin*, $C_{16}H_{12}O_4$. Gemisch von I, Phloroglucin u. konz. H_2SO_4 über Nacht stehen gelassen, auf Eis gegossen. Aus 75%ig. CH_3OH Nadeln, beim Erhitzen braun, ab 260° Zers., unl. in HCl. Alkal. Lsg. grün. Mit $FeCl_3$ grün. Mit Dichromat- H_2SO_4 braunrot. — *4-Benzyl-7-oxycumarin*, $C_{16}H_{12}O_3$. Ebenso mit Resorcin. Aus CH_3OH Nadeln, F. 214—215°. Alkal. Lsg. fluoresciert blau. Mit H_2SO_4 u. $FeCl_3$ keine Färbung. Mit Dichromat- H_2SO_4 dunkelrot. — *2-Mercapto-4-oxyl-6-benzylpyrimidin* oder *6-Benzyl-2-thiouracil* (III), $C_{11}H_{10}ON_2S$. I, Thioharnstoff, etwas NH_4 -Rhodanid u. einige Tropfen konz. HCl stehen gelassen, im Vakuum getrocknet, mit alkoh. KOH erhitzt, Filtrat mit W. verd., mit HCl gefällt. Aus absol.

A. Nadeln, F. 216—219°. Gibt mit Metallsalzen Ndd. — 2-Benzyl-4-phenylpyrrol-3-carbonsäureäthylester, $C_{20}H_{19}O_2N$. I mit ω -Aminoacetophenonhydrochlorid in 90%ig. A. 2 Stdn. auf W.-Bad, $\frac{1}{2}$ Stde. über der Flamme gekocht, Rohprod. mit Ä. von unl. 2,5-Diphenylpyrazin getrennt. Aus verd. A. Plättchen, F. 94—95°, unl. in verd. HCl. H_2SO_4 -Lsg. gelb. Fichtenspanrk. sehr schwach. — Freie Säure, $C_{18}H_{15}O_2N$. Mit sd. alkoh. KOH. Aus verd. CH_3OH Prismen, ab 193° dunkel, F. 200—203° (Zers.). Mit Dichromat- H_2SO_4 tief rotbraun, mit $C(NO_2)_4$ in Ä. gelblich. Säure u. Ester geben mit Isatin u. konz. H_2SO_4 tief rote Lsg., auf Zusatz von W. tief violettblauen Nd. — 2-Benzyl-4-phenylpyrrol. Vorige mit Cu-Pulver auf ca. 200° erhitzt, mit A. ausgekocht, mit W. gefällt, mit NaOH gewaschen. Aus verd. CH_3OH bräunliche Krystalle, F. 91 bis 93°. Mit Dichromat- H_2SO_4 braunrot. Fichtenspanrk. rötlich. Mit Isatin u. H_2SO_4 rotviolett Prod. — 6-Benzyl-3-phenacetyl-2,4-dioxo-3,4-dihydro- α -pyran (Dehydrophenylacetsäure) (II), $C_{20}H_{16}O_4$. Rückstand bei der Dest. von I. Aus CH_3OH schwach gelbliche Blättchen, F. 127—128°.

[4-Methylantipyryl-(3)]-äthylmalonsäureäthylester, $C_{21}H_{28}O_5N_2$. Aus 1-Phenyl-2,4-dimethyl-3-[brommethyl]-pyrazolon-(5) (D. R. P. 206 637) u. Na-Äthylmalonester in sd. Bzl. oder Xylol. Aus verd. A. Nadeln, F. 115—117°, unl. in verd. HCl u. Alkali. Mit $FeCl_3$ schwach braun. — [4-Methylantipyryl-(3)]-C-äthylbarbitursäure, $C_{18}H_{20}O_4N_4$. Vorigen mit Harnstoff u. C_2H_5ONa (im H-Strom getrocknet) auf ca. 120° erhitzt, in W. gel., mit Säure gefällt. F. > 250°, unl. in verd., l. in konz. HCl u. Alkali. Mit $FeCl_3$ rot, mit $C(NO_2)_4$ gelb. — Antipyrinperbromid. Aus Antipyrin u. Br in Chlf.; dann Ä. zugefügt. Hellgelbe Krystalle, F. 159—161°, unl. in Chlf. Macht aus KJ sofort J frei. Geht mit h. W. in 4-Bromantipyrin (F. 117°) über. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1512—20. 11/10. 1933.)

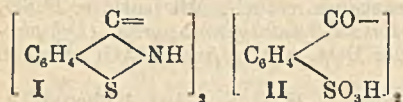
LINDENBAUM.

Adolf Sonn und Wolfgang Litten, Über die Alkylierung von Pyrazolonen. KNORR (1896) hat gefunden, daß beim Erhitzen von Antipyrin mit CH_3J auf ca. 130° C-Alkylierung unter Bldg. von 4-Methylantipyrin u. 1-Phenyl-3-methyl-4,4-dimethylpyrazolon-(5) eintritt. Vff. haben festgestellt, daß auch die locker gebundenen Alkyl- u. Benzylreste in die 4-Stellung treten, während bei Verss. mit C_2H_5Hal u. seinen Homologen aus den harzigen Prodd. keine 4-Derivv. isoliert werden konnten. Aus „techn. Pyrazolon“ u. $n-C_3H_7Br$ wurde nur das *N*-Propylderiv. erhalten. Dagegen lieferten „techn. Pyrazolon“ u. Antipyrin mit Allylbromid im Rohr bei 120° 1-Phenyl-3-methyl-4,4-diallylpyrazolon-(5), Antipyrin anscheinend auch sehr wenig 1-Phenyl-3-methyl-4-allylpyrazolon-(5). Das 2,4-Diallylderiv. wurde nicht beobachtet. — Antipyrin liefert, mit 2 Moll. Benzylchlorid zum Sieden oder im Rohr auf 180° erhitzt, ein 1-Phenyl-3-methyläthylbenzylpyrazolon-(5), $C_{24}H_{22}ON_2$, in Ä. unl., F. 139—140° (A), bei 180° daneben noch etwas 1-Phenyl-3-methyl-4-benzylpyrazolon-(5). Ebenso reagierte „techn. Pyrazolon“ bei 180°. Wurde aber dieses Gemisch zum Sieden erhitzt, so entstand unter starker HCl-Entw. ein isomeres 1-Phenyl-3-methyläthylbenzylpyrazolon-(5), $C_{24}H_{22}ON_2$, in Ä. sil., aus verd. CH_3OH Plättchen, F. 89—91° (B). A u. B wurden nebeneinander erhalten, als 1-Phenyl-3-methyl-4-benzylpyrazolon-(5) mit Benzylchlorid u. C_2H_5ONa auf dem W.-Bad erwärmt wurde. Bei demselben Vers. haben v. AUWERS u. DERSCH (C. 1928. II. 146) nur A erhalten. Bei keinem Vers. wurde das 2,4-Dibenzylderiv. (F. 152°) aufgefunden. Die beiden Isomeren können somit nur das 4,4-Dibenzylpyrazolon u. das 4-Benzyl-5-[benzyloxy]-pyrazol sein. Vff. glauben, daß B das erstere u. A das letztere ist. Denn B lieferte mit Na u. sd. Äthylalkohol neben dem 4-Benzylpyrazolon ein Prod., welches mit $FeCl_3$ die Farbrk. der Oxypyrazoline gab (vgl. l. c.). Dagegen sprechen die Farbrkk. mit $FeCl_3$ u. $C(NO_2)_4$ u. das Verh. gegen Br dafür, daß A die andere Struktur besitzt. — Für den Rk.-Verlauf der direkten C-Alkylierung des Antipyrins sind verschiedene Erklärungen möglich (vgl. Original).

Versuche. Das Alkylierungsprod. wurde mit Ä. ausgezogen, Lsg. verdampft, Prod. in Chlf. aufgenommen, alkalis. Teile mit 5%ig. NaOH entfernt. — 1-Phenyl-2-propyl-3-methylpyrazolon-(5), $C_{13}H_{16}ON_2$. Aus „techn. Pyrazolon“ u. 2 Moll. C_3H_7Br im Rohr bei 130—135° (6 Stdn.). Kp.₂₂ 220—240°, allmählich fest, aus Xylol Prismen, F. 90—91°, ll. in verd. HCl, unl. in Alkali. Mit $FeCl_3$ rot, mit HNO_3 gelbgrün, mit Dichromat- H_2SO_4 ebenso. Pikrat, $C_{19}H_{19}O_8N_5$, F. 155—158°. — 1-Phenyl-2-benzyl-3,4-dimethylpyrazolon-(5), $C_{18}H_{18}ON_2$. Durch Kochen von 1-Phenyl-3,4-dimethylpyrazolon-(5) mit 2,5 Moll. Benzylchlorid bis zur beendeten HCl-Entw. Aus 50%ig. CH_3OH , F. 128,5—130°, unl. in $NaOH$, ll. in konz. HCl. — 1-Phenyl-2-benzyl-5-methylpyrazolon-(3), $C_{17}H_{18}ON_2$. Ebenso aus 1-Phenyl-5-methylpyrazolon-(3) bei 120° oder 180°. Aus 25%ig. CH_3OH Plättchen, F. 103—104°. Hydrochlorid, $C_{17}H_{17}ON_2Cl$, aus

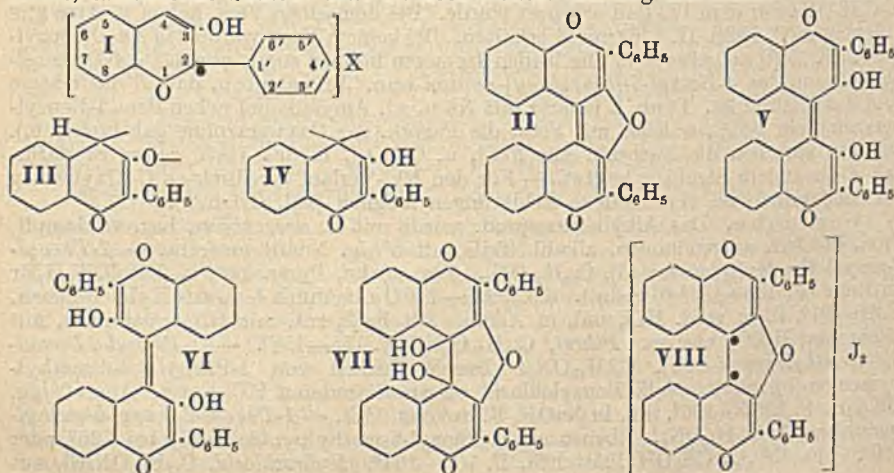
Chlf.-Ä., F. 155—158°. *Pikrat*, F. 106—109°. — *1-Phenyl-2-benzylpyrazolon-(5)*, $C_{16}H_{14}ON_2$. Aus 1-Phenylpyrazolon-(5) bei 120° (12 Stdn.). Aus W. oder verd. CH_3OH Nadeln, F. 125—126°, l. in konz. HCl. Mit $FeCl_3$ blutrot. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1582—88. 11/10. 1933. Königsberg, Univ.) LINDENBAUM.

R. Stollé und M. Merkle, *Über 3,3'-Bis-[dihydrobenzisothiazolylen-(1,2)]*. Vff. haben die Einw. von HNO_2 auf 3-Aminobenzisothiazol-(1,2) wiederholt (vgl. C. 1926. I. 667) u. die Verb. I erhalten. Diese würde 2 H mehr als das 3,3'-Bis- α,β -benzisothiazolylen (F. 100°) von REISSERT (C. 1928. II. 2019) enthalten; Vff. nehmen jedoch an, daß die beiden Verb. ident. sind. — 3-Aminobenzisothiazol-(1,2). Benzisothiazol-(1,2)-3-carbonsäureamid (l. c.) mit Lsg. von Br in 7,5%ig. KOH 5 Stdn. erhitzt, h.



vom Öl getrennt, nach Erkalten Nd. abfiltriert, Lsg. mit dem Öl nochmals erhitzt. — 3,3'-Bis-[dihydrobenzisothiazolylen-(1,2)] (I), $C_{14}H_{10}N_2S_2$. Voriges in 25%ig. H_2SO_4 gel., unter Eiskühlung gesätt. $NaNO_2$ -Lsg. (1 Mol.) eingetroppt, gewaschen Nd. 6 Stdn. mit Sodalsg. geschüttelt. Aus Ä. Nadelchen, F. 104°, l. in NaOH, unl. in Soda u. NH_4OH . In Ä. mit 1%ig. alkoh. $AgNO_3$ -Lsg. u. alkoh. NH_3 das *Ag-Salz*, $C_{14}H_8N_2S_2Ag_2$. — Aus obigem sodaalkal. Filtrat wurden mit Säure Dithiosalicylsäure u. etwas saures NH_4 -Salz der o-Sulfobenzoesäure isoliert. — Durch Oxydation von I mit rauchender HNO_3 wurde o-Sulfobenzoesäure (F. 69°) u. mit roter rauchender HNO_3 eine Säure erhalten, deren NH_4 -Salz (F. 238°) annähernd der Formel II entsprach. (J. prakt. Chem. [N. F.] 138. 221—24. 25/9. 1933. Heidelberg, Univ.) LINDENBAUM.

W. Dilthey und W. Höschel, *Diflavylenoxyde*. (Über *Pyreniumsalze*. XXI.) (XX. vgl. C. 1933. II. 2010.) Wird 3-Oxyflavoniumperchlorat (I) mit Acetanhydrid u. Na-Acetat gekocht, so geht die gelbe Salzfarbe in Rot über, u. es scheiden sich bald rote Krystalle ab, welche den $HClO_4$ -Rest nicht mehr enthalten. Nach Mol.-Gew., Analysen u. Eigg. liegt das *Diflavylenoxyd* II vor. Für den Rk.-Mechanismus wesentlich ist, daß einfache Flaveniumsalze (H in Stellung 3) u. 3-Methoxyflaveniumsalze die Rk. nicht geben, wohl aber 3-Oxyflaveniumsalze, die noch weitere OH-Gruppen enthalten. Die Rk. wird leicht verständlich, wenn man annimmt, daß sich das H des 3-ständigen OH mit dem negativen Rest als HX ablöst. Das so gebildete Diradikal III dürfte sich in IV umlagern, welches sich zum Diflavylen dimerisiert; sodann tritt H_2O aus unter Bldg. von II. Diese Erklärung gewinnt dadurch an Wahrscheinlichkeit, daß es gelang, eine Verb. von der Zus. V (cis) oder VI (trans) zu fassen. Daß dieselbe schon durch Erwärmen mit Eg. in II übergeht, würde für Formel V sprechen. Dem steht aber entgegen, daß sie mit konz. Säuren gelbe, II dagegen rote Halochromie zeigt. Letztere tritt selbst beim Erwärmen der Verb. in Eg. mit H_2SO_4 oder $HClO_4$ nicht auf, dagegen alsbald nach Zusatz von Na-Acetat. Demnach käme der Verb. Formel VI zu; Eg. oder Acetanhydrid wandeln VI in V u. weiter in II um, nicht dagegen starke, salzbildende Säuren. Hier ist noch weitere Klärung erforderlich. — Die tief



rote Farbe der Diflavlenoxyde wird koordinationschem. mit Auseinanderbrechen der Äthylenlücke $R_2C=CR_2 \rightarrow R_2C < > CR_2$ u. Auftreten von koordinativ doppelt ungesätt. (zweibindigem) C erklärt, welcher auch im unpolaren Zustand ein kräftiger Chromophor sein müßte. Dementsprechend sind die Diflavlenoxyde recht reaktionsfähig. Sie verändern sich in Lsg. an Licht u. Luft ziemlich rasch. Beim Umkrystallisieren von II aus Acetanhydrid treten erhebliche Verluste ein, u. aus der Mutterlauge läßt sich das durch Luftoxydation entstandene Glykol VII isolieren. II liefert auch mit Halogenen Addukte von salzartigem Charakter, welche aber wenig beständig sind. Das *Dijodid* besitzt vielleicht Formel VIII.

Versuche. *4,4-Diflavlen-3,3-oxyd* (II), $C_{30}H_{18}O_3$. 5 g Perchlorat I, 5 g wasserfreies Na-Acetat u. 20 g Acetanhydrid $\frac{1}{2}$ Stde. gekocht, nach Erkalten Nd. mit CH_3OH , W., wieder CH_3OH gewaschen. Aus Acetanhydrid dunkelbraune, aus Chlf. + CH_3OH prächtig rote, grünlich schimmernde Nadeln, F. 252—260° (Zers.), ll. in Chlf., Toluol, Pyridin, Chlorbenzol, sonst wl. Die Lsgg. sind gelbstichig rot mit leuchtend gelber Fluoresconz u. bei Lichtausschluß haltbar, werden aber am Sonnenlicht schnell hellgelb mit blaugrüner Fluoresconz. Lsg. in konz. H_2SO_4 zuerst violettstichig rot, dann schnell orangefarben infolge Oxydation zu VII. In Chlorbenzol mit J ein schwarzgrünes, krystallines *Dijodid* (VIII ?), $C_{30}H_{18}O_3J_2$. Ebenso mit Br ein dunkelbraunes Bromid, beim Erwärmen wieder gel., beim Erkalten gelber Nd. — II wurde auch durch Kochen des Perchlorats I mit wasserfreier Ameisensäure u. Na-Formiat oder in A. mit Na-Acetat (8 Stdn.) erhalten. — *3,3-Dioxy-4,4-diflavlen* (VI ?), $C_{30}H_{20}O_4 + \frac{1}{2} C_6H_6$. Perchlorat I mit Na-Acetat in A. ca. 1 Stde. gekocht, Filtrat stark eingengt, Nd. mit A., W., A. gewaschen. Aus Bzl. gelb, F. 192—193°. Lsg. in Chlf. oder Toluol gelb, am Sonnenlicht blau, im Dunkeln langsam wieder gelb, aber nicht öfters wiederholbar. — *4,4-Diflavlen-3,3-oxyd-4,4-glykol* (VII), $C_{30}H_{20}O_5$. Beim Umkrystallisieren von II aus Acetanhydrid abfallende Mutterlauge mit W. versetzt u. stehen gelassen, Nd. mit konz. HCl 4 Stdn. gekocht, vom Harz h. filtriert, dieses weiter mit HCl ausgekocht, aus den Lsgg. gefallenen gelben Nd. aus A.-W. umgel., mit Bzn. gekocht. Aus $CH_3OH + W.$, F. 201—202° (Zers.). H_2SO_4 -Lsg. orangefarben. — *3,4'-Dioxyflaveniumchlorid*. Durch Sättigen von Salicylaldehyd u. $\omega,4$ -Diacetoxyacetophenon in Eg. mit HCl. — *4,4-Di-[4'-acetoxyflavlen]-3,3-oxyd*, $C_{34}H_{22}O_7$. Aus vorigem u. Na-Acetat in Acetanhydrid wie oben. Aus Acetanhydrid dunkelrote Krystalle, F. 278 bis 283°. H_2SO_4 -Lsg. braunrot. — *3,7,4'-Trioxyflaveniumchlorid*. Wie oben mit β -Resorcyaldehyd. — *4,4-Di-[7,4'-diacetoxyflavlen]-3,3-oxyd*, $C_{38}H_{26}O_{11}$. Aus vorigem. Aus Acetanhydrid dunkelrote, mikrokristalline Nadeln, besser aus Chlf. + CH_3OH , F. 226 bis 254°. H_2SO_4 -Lsg. gelbstichig grün. — *3,3',4'-Trioxyflaveniumchlorid*. Aus Salicylaldehyd u. $\omega,3,4$ -Triacetoxyacetophenon. — *4,4-Di-[3',4'-diacetoxyflavlen]-3,3-oxyd*, $C_{38}H_{26}O_{11}$. Aus vorigem. Aus Acetanhydrid, besser Chlf. + CH_3OH rote Krystalle, F. 235—240°. H_2SO_4 -Lsg. schwarzbraun. — *3,7,3',4'-Tetraoxyflaveniumchlorid*. Wie oben mit β -Resorcyaldehyd. — *4,4-Di-[7,3',4'-triacetoxyflavlen]-3,3-oxyd*, $C_{42}H_{30}O_{15}$. Aus vorigem. Aus Acetanhydrid dunkelrote Krystalle, ab 200° sinternd, erst gegen 260° geschm. H_2SO_4 -Lsg. gelblichgrün. (J. prakt. Chem. [N. F.] 138. 145—58. 25/9. 1933. Bonn, Univ.)

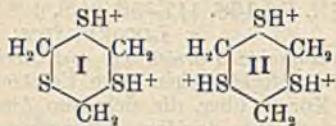
LINDENBAUM.

Wilhelm Dirscherl und Heinrich Thron, Vereinfachte Darstellung von Acridonen und 9-Chloracridinen. Diphenylamin-o-carbonsäurechloride gehen beim Erhitzen (trocken oder in Lsg.) auf etwa 100° in chlorhaltige Körper über, die sich vom Ausgangsmaterial in Löslichkeit u. F. unterscheiden u. als salzsaure Acridone angesprochen werden. Bei noch höherem Erhitzen (trocken oder in indifferenten Lösungsmm.) entstehen unter Abgabe von Chlorwasserstoff Acridone. Diese zeigen sich also zur Salzbdg. befähigt. Die schwach bas. Natur der Acridone konnte durch ihre Überführung in Hydrochloride mit konz. Salzsäure in wss., alkoh. u. essigsaurer Lsg. erwiesen werden. Erhitzt man nach Überführung der Diphenylamin-o-carbonsäuren in ihre Chloride diese noch einige Zeit mit den Phosphorchloriden (hauptsächlich Oxychlorid), so erhält man sogleich die entsprechenden 9-Chloracridine. Diese letzteren entstehen aus dem Acridon mit dem gebildeten Phosphoroxychlorid. — *Acridon*, Diphenylamin-o-carbonsäurechlorid auf 80° i. V. erwärmt. Das entstandene salzsaure Acridon mit alkoh. Kalilauge oder durch Erhitzen auf 180° i. V. in Acridon übergeführt. *Salzsaures Acridon*, beim Erwärmen von Acridon mit 25%ig. Salzsäure. F. 355°. Bleibt beim Erwärmen auf 60° gewichtskonstant. — *9-Chloracridin*, durch 2-std. Erhitzen von Diphenylamin-o-carbonsäure mit Phosphorpentachlorid in benzol. Lsg. am Rückflußkühler. — *4'-Äthoxydiphenylamin-2-carbonsäurechlorid*, gelbe Nadeln. F. 88°.

2-Äthoxyacridon, gelbes Pulver aus A., F. 258—259°. — 2-Äthoxy-9-chloracridin, analog dem 9-Chloracridin oder aus 2-Äthoxyacridon mit Phosphoroxychlorid. Aus Bzl. in gelben Blättchen, F. 147—148°. — 4'-Methyldiphenylamin-6-carbonsäurechlorid, gelbe Nadeln, F. 66°. — 2-Methylacridon, F. 335°. — 2-Methyl-9-chloracridin, aus Toluol in gelben Nadeln, F. 121—122°. — 4'-Äthoxy-4-nitrodiphenylamin-2-carbonsäure, nach ULLMANN (Liebigs Ann. Chem. 355 [1907]. 325), F. 196°. Chlorid, grünelbe Nadeln, F. 118—120°. — 2-Äthoxy-7-nitroacridon, F. 365°. — 2-Äthoxy-7-nitro-9-chloracridin, olivfarbige Nadeln, F. 196°. (Liebigs Ann. Chem. 504. 297—304. 26/7. 1933. Mannheim, C. F. BOEHRINGER u. Söhne G. m. b. H.) MEINEL.

W. Borsche, F. Runge und W. Trautner, *Über 2-Methoxyacridin und 2,3 (?) -Dimethoxyacridin*. Vff. haben das von DIRSCHERL u. THRON (vgl. vorst. Ref.) angegebene Verf. zur intramolekularen Kondensation verschiedener Diphenylamin-o-carbonsäuren zu Acridinen u. 9-Chloracridinen mittels Phosphorpentachlorid bereits seit 1921 angewandt. (Dieselbe Rk. mit Phosphoroxychlorid MAGIDSON u. GRIGOROWSKI, C. 1933. II. 387, u. LESNIANSKI, C. 1929. I. 3105.) Vff. haben aus 3,4-Dimethoxydiphenylamin-2'-carbonsäure o-Dimethoxyacridon bzw. o-Dimethoxy-9-chloracridin dargestellt (F. RUNGE, Dissert., Göttingen 1922), dessen Bldg. nach dem Verf. von GRAEBE u. LAGODZINSKI, Ber. dtsch. chem. Ges. 25 [1892]. 1734) wegen der entalkylierenden Wrkg. der Schwefelsäure nicht befriedigend gelungen war. — 4-Methoxydiphenylamin-2'-carbonsäure, $C_{14}H_{13}O_3N$, aus o-Chlorbenzoesäure u. p-Anisidin mit Kaliumcarbonat u. Cu-Bronze in Tetralin durch $\frac{1}{2}$ -std. gelindes Sieden. Nadeln (aus Alkohol), F. 186°. — 2-Methoxyacridon, $C_{11}H_{11}O_2N$, aus Oxyacridon durch Methylieren. Gelbes Pulver, F. 263°. — 2-Methoxyacridin, aus der vorigen Verb. durch Red. mit Na in sd. A. u. Oxydation des erhaltenen gelben Pulvers mit Kaliumbichromat. Zers. des gebildeten Chromats mit Ammoniakwasser, F. 103°. — 3,4-Dimethoxydiphenylamin-2'-carbonsäure. Blättchen aus Chloroform, F. 180—181°. — 2,3-Dimethoxyacridon, aus A. in braunen Kryställchen. — 2,3-Dimethoxy-9-chloracridin, F. 187°. — 2,3-Dimethoxyacridin. Weiße Nadelchen, F. 107°. Krystallisiert mit 1 Mol. W. — 2,3-Dioxyacridinchlorhydrat, aus Dimethoxyacridin mit rauchender Jodwasserstoffsäure in Eg. erhält man Dioxyacridinjodhydrat; durch Schütteln der alkoh. Lsg. mit Chlorsilber das Chlorhydrat. Gelbe Nadeln aus salzsäurehaltigem A., F. 235° unter Zers. (Ber. dtsch. chem. Ges. 66. 1315—18. 13/9. 1933.) MEINEL.

O. Hinsberg, *Über γ -Trimethylentrisulfidperchlorat*. (Vgl. C. 1931. II. 3333 u. früher.) Trimethylentrisulfid (F. 216°) liefert — ähnlich den bisher untersuchten einfachen Sulfiden — mit $HClO_4$ das Perchlorat eines bas. Sulfids von der Zus. $(C_3H_6S_3)_3$, $(HClO_4)_2$. Dieses zeigt alle Eigg. eines echten Salzes; es setzt sich in wss. Lsg. sofort mit Na-Pikrat oder KJ um, u. die Mol.-Gew.-Best. in W. zeigt starken Zerfall in Ionen an. Der bas. Anteil steht noch in naher Beziehung mit dem Ausgangssulfid, denn durch Oxydation des Perchlorats mit H_2O_2 entsteht das bekannte Trimethylentrisulfon. Die Verschiedenheit der beiden Trisulfide muß durch das Vorliegen von S-Isomerie erklärt werden. Das neue Isomere ist äußerst labil u. scheint nur als Kation (I oder II) existenzfähig zu sein. Die Lsg. des Perchlorats in k. W. reagiert neutral u. gibt keine Mercaptanrk.; nach 3-minütigem Sieden ist sie stark sauer u. gibt mit Na-Acetat u. Pb-Acetat Gelbfärbung. Der Ring ist demnach unter W.-Aufnahme gesprengt worden; die Rk. verläuft jedoch komplex (Bldg.



von CH_3-SH). Durch Kochen mit Eg. oder Acetanhydrid u. Na-Acetat entsteht, wieder unter Spaltung, eine Verb. von der wahrscheinlichen Formel $S(CH_2 \cdot S \cdot CO \cdot CH_3)_2$ (III). Eine schwach w. wss. Lsg. des Perchlorats gibt mit Lauge oder NH_4OH amorphe, unbeständige Ndd., offenbar Zers.-Prodd., da sie durch H_2O_2 oder $KMnO_4$ nicht zu obigem Trisulfon, sondern zu H_2SO_4 u. in W. ll. Sulfonen oxydiert werden. Mit alkoh. Lauge liefert das Perchlorat eine krystallisierte Verb., welche aber auch nicht mehr zum Trisulfon oxydiert wird. — Es sind gegenwärtig 3 Formen des Trimethylentrisulfids bekannt: α -Form, F. 216°; β -Form, F. 247°; γ -Form, von der sich obiges Perchlorat ableitet.

Versuche. γ -Trimethylentrisulfidperchlorat, $(C_3H_6S_3)_3$, $(HClO_4)_2$. 25 g Trisulfid mit 70 cm 70% ig. $HClO_4$ 5 Stdn. auf W.-Bad erhitzt (Abscheidung von reichlich S), Lsg. in W. gegossen. Aus Aceton oder verd. $HClO_4$ (1:3) Prismen, Zers. 138°, zl. in k. W. u. w. CH_3OH , kaum l. in Bzl. Ausbeute nur 12 g. — γ -Trimethylentrisulfid-pikrat, $C_3H_6S_3$, $C_6H_5O_7N_3$, H_2O . Voriges in h. CH_3OH gel., in w. Lsg. von Na-Pikrat

gegossen u. kurz gekocht. Aus CH_3OH gelbe Nadeln, Zers. 134° . — *Trimethylen-trisulfon*, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_6\text{S}_3$, 2 g Perchlorat mit 8 ccm 30% ig. H_2O_2 , 10 ccm Eg. u. 10 ccm Acetanhydrid 15 Stdn. auf W.-Bad erhitzt, Nd. mit W. gewaschen u. nochmals 10 Stdn. mit gleicher Mischung erhitzt oder mit KMnO_4 u. verd. H_2SO_4 nachoxydiert. Prod. mit K_2CO_3 -Lsg. erwärmt, wl. K-Salz in h. W. mit HCl zerlegt. Farbloses, krystallines Pulver. — *Di-[acetylmercapto]-dimethylsulfid (III)*, $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}_2\text{S}_2$. Perchlorat u. Na-Acetat in Eg. oder Acetanhydrid 6 Min. gekocht, mit Bzl.-PAe. (1:2) ausgeschüttelt, Extrakt verdampft, Prod. wiederholt mit PAe. extrahiert. Aus PAe. oder verd. CH_3OH eigenartig riechende Krystalle, F. 37° . Gibt erst nach Kochen mit methylalkoh. KOH Mercaptanrk. — Perchlorat mit methylalkoh. KOH kurz gekocht u. mit W. gefällt. Aus CH_3OH u. Eg. Blättchen, F. 93° , beständig gegen h. Acetanhydrid. ferner Zn-Staub u. Säure. (J. prakt. Chem. [N. F.] **138**. 207—13. 25/9. 1933.) LB.

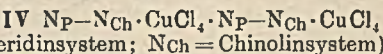
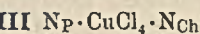
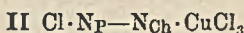
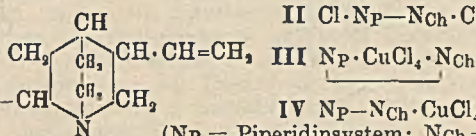
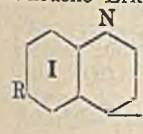
O. Hinsberg, *Über das Trimethylen-trisulfid vom Schmelzpunkt 247°* . Auf die Mitt. von CHATTAWAY u. KELLETT (C. 1931. II. 1006 unten) erwidert Vf.: Die Umwandlung des *Trimethylen-trisulfids* (F. 216°) in das von F. 247° durch HJ oder H_2SnCl_4 kann auf reiner Säurewrkg. beruhen. Das Trisulfid 216° ist resistent gegen Hydro-sulfit oder Zn-Staub u. Säure. Die Analyse des Trisulfids 247° stimmt gut auf $\text{C}_3\text{H}_6\text{S}_3$. Obige Autoren geben keine Analyse an. Vf. sieht die Verb. 247° nach wie vor als eine S-isomere Form der Verb. 216° an. (J. prakt. Chem. [N. F.] **138**. 214. 25/9. 1933. Freiburg i. Br., Univ.)

LINDENBAUM.

J. V. Dubský, *Zur Kenntnis der Diketopiperazine*. XIV. (Unter Mitarbeit von J. Trtílek.) (XIII. vgl. C. 1922. I. 281.) Vf. hat die Belichtungsvers. von CIAMICIAN u. SILBER wiederholt. Lsgg. von 105 g Aldehydammoniak in 1500 ccm 3% ig. HCN wurden in zugesehm. Kolben fast 2 Jahre belichtet. Von 6 Ansätzen waren nur 2 hellgelb geblieben, die anderen schon nach einigen Stdn. braungelb bzw. braunschwarz geworden. Die Lsgg. wurden an der Luft verdunstet u. die Rückstände mit absol. A. verrieben. Die hellgelben Ansätze lieferten in A. unl. weiße Prodd., welche sich als unreines α, α' -*Iminodipropionsäuremonoamid* erwiesen, verunreinigt mit etwas Diamid u. Alanin. Dasselbe wurde in kleinen Portionen im Vakuumsublimationsapp. von KEMPF bei 13 — 15 mm u. 240 — 250° sublimiert, das Sublimat mit h. CH_3OH behandelt, wobei Alanin ungel. blieb. Aus der Lsg. fiel α, α' -*Iminodipropionimid* aus, Nadelchen, F. 188° (vgl. Ber. dtsh. chem. Ges. **49** [1916]. 1045). Lieferte in h. A. mit alkoh. AgNO_3 2 Ag-Salze, das eine voluminös ausfallend, Zus. $\text{C}_6\text{H}_9\text{O}_2\text{N}_2\text{Ag}$, Zers. 173 — 175° , lichtempfindlich, das andere aus der Mutterlauge in weißen Nadelchen, Zus. $\text{C}_6\text{H}_9\text{O}_2\text{N}_2\text{Ag}$, HNO_3 , Zers. 192 — 196° , lichtbeständiger. (Ber. dtsh. chem. Ges. **66**. 1497—98. 11/10. 1933. Brünn, MASARYK-Univ.)

LINDENBAUM.

Aaron Cohen, *Alkaloid-Kupferchloridverbindungen. Die spezifische Fällung von die Vinylgruppe enthaltenden Cinchonaalkaloiden durch Kupferchlorid*. Zur Trennung von Alkaloiden der allgemeinen Formel I von ihren Dihydroderiv. benutzt Vf. CuCl_2 in konz. HCl. Er erhält bei den ungesätt. Verbb. farbige Ndd. von der Zus.: Ch , 2HCl CuCl_2 (Ch = Alkaloid). — Diese Alkaloid- CuCl_2 -Verbb. werden durch Umkrystallisation aus konz. HCl gereinigt u. durch H_2O wieder zerlegt. — Die Unters. an einfachen Chinolinderiv. ergab für die Alkaloid- CuCl_2 -Verbb. die Formulierungen II—IV. Für das unterschiedliche Verh. der ungesätt. u. gesätt. Verbb. führt Vf. verschiedene Erklärungen an.



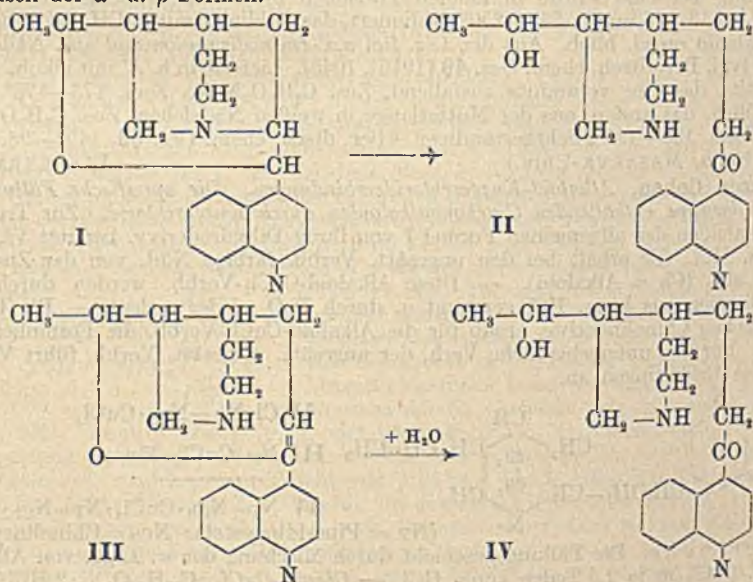
(NP = Piperidinsystem; NCh = Chinolinsystem)

Versuche. Die Fällung geschieht durch Mischung der w. Lsgg. von Alkaloid-Base u. CuCl_2 in je 2,5 Teilen konz. HCl. — *Chinin-CuCl₂*, $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_2\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl} \cdot \text{CuCl}_2$, rote Nadeln, F. 210° . — *Chinidin-CuCl₂*, $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{O}_2\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl} \cdot \text{CuCl}_2$, orange Blättchen, F. 208 — 209° . — *Cinchonin-CuCl₂*, $\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{O}_2\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl} \cdot \text{CuCl}_2 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$, grüne Nadeln, F. 130 — 132° . — *Cinchonidin-CuCl₂*, $\text{C}_{19}\text{H}_{22}\text{O}_2\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl} \cdot \text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, gelblichgrüne, hexagonale Platten, F. 128 — 129° . — *Chinen-CuCl₂*, $\text{C}_{20}\text{H}_{22}\text{ON}_2 \cdot 2\text{HCl} \cdot \text{CuCl}_2$, gelblich-grüne Nadeln, Zers. 125 — 130° . — *Cinchen-CuCl₂*, $\text{C}_{19}\text{H}_{20}\text{ON}_2 \cdot 2\text{HCl} \cdot \text{CuCl}_2$, orangegelbe Nadeln, Zers. 185 — 187° . — *Dihydrochininen-CuCl₂*, $\text{C}_{20}\text{H}_{24}\text{ON}_2 \cdot 2\text{HCl} \cdot \text{CuCl}_2$, gelbe Nadeln, Zers. 195° . — *5-Nitro-6-methoxychinolin-CuCl₂*, $\text{C}_{20}\text{H}_{16}\text{O}_6\text{N}_4 \cdot 2\text{HCl}$.

246*

$\text{CuCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$, orange Nadeln, wasserfreie Form, grüngoldene Nadeln, Zers. 187—189°. — *Chinaldin*- CuCl_2 , $\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl} \cdot \text{CuCl}_2$, orange Tafeln, F. 175—178°. *Chinoln*- CuCl_2 , $\text{C}_9\text{H}_7\text{N}$, HCl , CuCl_2 , braune Nadeln, Zers. 185°. — Äquimolekulare Verb. von *6-Methoxychinolin* CuCl_2Cl u. CuCl_2Cl_2 , $\text{C}_{10}\text{H}_{10}\text{ON} \cdot \text{HCl}$, $\text{CuCl}_2 + \text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{O}_2\text{N}_2 \cdot 2\text{HCl}$, CuCl_2 , braune Nadeln, F. 157—159°. — Vf. gibt weiter verschiedene Trennungen von Alkaloidgemischen an (vgl. Original). (J. chem. Soc. London 1933. 996—1000. Aug. Hamstead, National Institut for Medical Research.) SIEDEL.

Tadeusz Dubas, Adam Konopnicki und Jerzy Suszko, *Über den stufenweisen Abbau von α -Isocinchonin (Cinchonin) zu Toxinderivaten*. Nach Unters. von RABE u. BÖTTCHER (Ber. dtsh. chem. Ges. 50. [1917]. 127) ist α -Isocinchonin (I) ein innerer Aether (Oxyd) u. läßt sich zu Oxydihydrocinchotoxin (II) spalten. Vf. ist die gleiche Umsetzung bei β -Isocinchonin u. β -Isochinidin nicht gelungen. Dagegen haben die Unters. bei α -Isochinidin (vgl. DOMAŃSKI u. SUSZKO, C. 1933. I. 3569) gezeigt, daß die Enolätherform ein Zwischenprod. darstellt, u. sich zu Oxyketon hydrolysieren läßt. Aus dem sauren Sulfat von I hat SKRAUP (Mh. Chem. 21 [1900]. 535. 24 [1903]. 311) ein Prod. erhalten, dem er die Struktur eines Ketons gab. Vf. haben das Prod. als Iminobase mit Enoläthercharakter durch Acetylieren, Nitrosieren u. Unfähigkeit, ein Phenylhydrazon zu bilden, identifiziert. Der Enoläther entsteht nur beim Ausschluß von Feuchtigkeit; einmal hergestellt ist er sogar gegen verd. Alkali beim Kochen beständig. Gegen Säuren sind Enolbasen, wie α -Isocinchonicin (III) u. seine N-Alkylderiv. sehr empfindlich, indem sie in die entsprechenden Oxytoxine (IV) übergehen. Aus III entsteht II, das RABE u. BÖTTCHER aus I mit verd. Eg. oder H_3PO_4 erhalten haben. I ist gegen starke Säuren beständiger als gegen schwache, dagegen seine Enoläther gegen starke Säuren empfindlicher. Mit Brom geben die Enoläther Monobromderiv., die sich zu Monobromoxydihydrotoxinen hydrolysieren lassen. Toxine selbst geben mit Brom anders gebaute Prodd. I ist chem. verwandt mit α -Isochinidin u. gehört zur gleichen ster. Reihe. Das gleiche gilt für β -Deriv. Diese vier Alkaloide besitzen eine O-Brücke; der Unterschied liegt in der hydrolyt. Spaltbarkeit bei den Enolbasen der α - u. β -Formen.



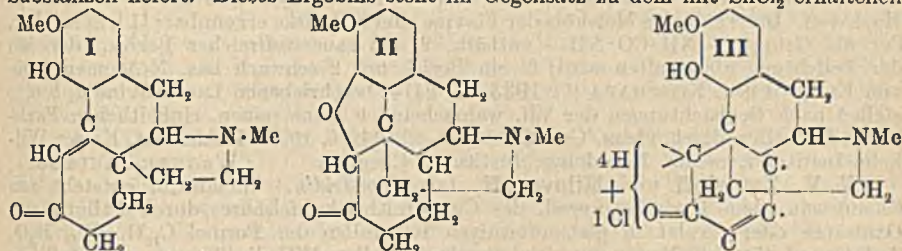
Versuche: *N*-Oxyd v. α -Isocinchonin, $\text{CH}_3\text{—CH—C}_7\text{H}_{11}(\text{N:O})\text{—CH—C}_9\text{H}_8\text{N}$.

2 g I in 6 ccm 30% H_2O_2 15 Min. bei 100° erwärmen, W. zusetzen, aus Aceton umkrystallisieren. F. 152—153°, $[\alpha]_{\text{D}}^{20} = +19^\circ$ in A. α -Isocinchonicin (III), $\text{CH}_3\text{—CH—C}_9\text{H}_8(\text{:NH})\text{—CH}_2\text{—CH=C—C}_9\text{H}_8\text{N}$. Aus saurem wasserfreiem Sulfat von I durch mehrstd. Erhitzen im Vakuum bei 140°, gereinigt über Jodid, aus verd.

A. odor. Lg. F. 98—100°. *N*-Acetyl- α -isocinchonin, $C_{21}H_{24}N_2O_2$, F. 164—165°. *N*-Nitroso- α -isocinchonin, $C_{19}H_{21}N_2O_2$. 1 g III in 30 ccm 2% HCl, eisgekühlt, 10% NaNO₂ zugeben, Öl, später kristallisiert, F. 128—130°. *Brom- α -isocinchonin*, $C_{19}H_{21}N_2OBr$. Aus 1 g III durch Brom in Eg., Öl, allmählich fest. F. 57—58°. *N*-Methyl- α -isocinchonin (V). Aus III in der Kälte mit CH₃J in Ae. oder in der Wärme mit CH₃J u. Alkali. Über Jodid gereinigt, F. 81—82°; als HJ-Salz F. 218—220°. *N*-Dimethyl- α -isocinchoninjodid. Aus V u. CH₃J, F. 229°. *Brom-N-methyl- α -isocinchonin*, $C_{20}H_{23}N_2OBr$. Bromierung von V liefert das entsprechende Bromderiv., F. 60°. α -Oxydihydrocinchotoxin II. 1 g I mit 20 ccm 20% H₃PO₄ in CO₂-Atm. bei 100° etwa 100 Stdn. erhitzt, mit NaOH versetzt, ausgeäthert, aus Essigester, F. 124°, $[\alpha]_D^{18} = -26,5^\circ$ in A. *Brom- α -oxydihydrocinchotoxin*, $C_{10}H_{23}N_2O_2Br$. F. 241°. *N*-Methyl- α -oxydihydrocinchotoxin. Aus II in üblicher Weise methyliert; Methyljodid, Additionsprod., $C_{21}H_{25}N_2O_2J$, F. 130°. *p*-Nitrophenylhydrazon des *N*-Methyl- α -oxy-dihydrocinchotoxin Öl, dann orangefarb., F. 85—90°. *Pikrat*, F. 211°. (Roczniki Chem. 13. 464—72. 1933. Organ.-chem. Labor. d. Univ. Posen.)

WERTYPROCH.

Robert S. Cahn, *Metathebainon*. Vf. stellt fest, daß die Hydrierung der durch Behandlung von *Thebain* mit k. konz. HCl erhaltenen „roten Lsg.“ (vgl. SCHÖPF u. HIRSCH, C. 1931. II. 2879) in Ggw. von Palladium-Holzkohle in 85% Ausbeute *Metathebainon* (I), eine geringe Menge von Dihydrokodeinon II u. andere nichtphenol. Substanzen liefert. Dieses Ergebnis steht im Gegensatz zu dem mit SnCl₂ erhaltenen



u. erfordert die Annahme eines Gleichgewichtes zwischen III u. IV, Verb., deren direkte u. von *Thebain* unabhängige Bldg. von SCHÖPF in Betracht gezogen wird.

Versuche. 20 g *Thebain* werden in 200 ccm konz. HCl bei 0° gel., 2 g Pd-Schwarz zugegeben u. bei gewöhnlicher Temp. mit 1550 ccm H₂ hydriert (ca. 2 Stdn.). Die filtrierte orangefarbene Lsg. wird auf 750 ccm verd., mit NaOH alkal. gemacht, angesäuert, wieder alkal. gemacht u. 4-mal mit Chlf. extrahiert. Die Chloroformlsg. wird mit 2—3% NaOH ausgeschüttelt, dann

getrocknet u. eingeengt. 1,9 g Basen, Anreiben mit Essigester führt zur Kristallisation von *Dihydrokodeinon*, F. 190—192°, aus Essigester u. A. — *Oxim*: Zer.-P. 264°, aus Chlf.-A. Der alkal. Extrakt wird angesäuert, mit NaHCO₃ alkal. gemacht u. mit Chlf. ausgezogen. Beim Eindampfen hinterbleibt *Metathebainon* als Harz, das beim Reiben mit CH₃OH kristallisiert; Ausbeute 18,2 g, F. 120—120,5°, aus CH₃OH; $C_{17}H_{18}O_2N(OMe)MeOH$. — Anhydridform: F. 90°; dicke, 6-seitige Platten aus H₂O. *Pikrat*: Zers.-P. 245° (unkorr.). — 4 g *Thebain* in 20 ccm HCl + 200 ccm H₂ mit Palladium-Holzkohle geschüttelt, 1,1 g *Metathebainon*, umkristallisiert. F. 118 bis 119°. Daneben ölige, nichtphenol. Basen, die mit Essigester teilweise zur Kristallisation gebracht worden sind. (J. chem. Soc. London 1933. 1038—40. August. Bangor, Univ. College of N. Wales.)

SIEDEL.

K. W. Merz, *Über das Cichorin und die Konstitution des Asculins und Scopolins*. (Vgl. C. 1933. I. 436.) Vf. weist hin auf die Unters. von HEAD u. ROBERTSON (C. 1931. I. 1116), MACBETH (C. 1931. II. 722), SEKA u. KALLIR (C. 1931. I. 2763. 3355). (Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. 271. 449. Okt. 1933.) LINDENBAUM.

Hans Kaiser, *Die neuesten Forschungsergebnisse über die Digitalisglycoside*. Kurze Übersicht über die Unters. über *Lanadigin* (vgl. MOHS, C. 1933. II. 1878) u. das *Lanadiginpräparat Pandigal* sowie über *Digilanid* (vgl. STOLL u. KREIS, C. 1933.

II. 1878). (Süddtsch. Apotheker-Ztg. 73. 627—29. 20/10. 1933. Stuttgart, Katharinen-hospital.)

BEHRLE.

Richard Kuhn und **Theodor Wagner-Jauregg**, *Über die aus Eiklar und Milch isolierten Flavine*. Ovoflavin (C. 1933. I. 2413, 3724) u. Lactoflavin (C. 1933. II. 1363) liefern in Pyridinlsg. mit Essigsäureanhydrid orangefarbige, chloroformlösliche Tetraacetylverbb., die bei 240° bzw. 242° unter Zers. schmelzen u. deren Gemische keine F.-Erniedrigung zeigen. Summenformel: C₂₄H₂₈N₄O₁₀ oder C₂₅H₂₈N₄O₁₀. Die Absorptionsspektren der beiden Acetate zeigen nur unbedeutende Unterschiede (vier Maxima, bei 445, 374, 276 u. 222 mμ). Möglicherweise sind Ovo- u. Lactoflavin ident. Die Mol.-Gew.-Best. der Acetate in Chlf. oder Aceton nach BARGER-RAST ergibt 500 ± 60. Sie lassen sich aus der Chlf.-Lsg. nicht durch verd. Na₂CO₃, wohl aber durch verd. NaOH ausschütteln; dabei erfolgt Verseifung. Die Vitamin B₂-Wirksamkeit des Lactoflavins bleibt bei der Reinigung über das Acetat erhalten. Die ZEREWITINOFF-Best. mit Ovoflavin zeigt bei 21° 5,3, bei 95° 7,0 akt. H-Atome an. Bei Belichtung in alkal. Lsg. entsteht aus Ovoflavin eine chloroformlöslicher Farbstoff (Lumiflavin), der vermutlich mit dem von WARBURG u. CHRISTIAN (vgl. C. 1933. I. 1456) aus der prosth. Gruppe eines gelben Oxydationsfermentes isolierten Flavin C₁₃H₁₂N₄O₂ ident. ist. Bei der Lichttrk. erfolgt die Abspaltung eines sauerstoffreichen, stickstoffreichen Teiles C₄H₈O₄, der wahrscheinlich kein Zuckerrest ist. Durch salpetrige Säure werden Ovo- u. Lactoflavin nicht angegriffen. Bei der alkal. Hydrolyse liefert Lactoflavin Harnstoff. Innerhalb des Moleküls der Flavine sind 3 Bezirke erkennbar: 1. ein solcher, der die Gruppe —NH·CO·NH— enthält, 2. ein sauerstoffreicher Bezirk, der bei der Belichtung abgespalten wird, 3. ein Bezirk mit 2 schwach bas. N-Atomen. Die von ELLINGER u. KOSCHARA (C. 1933. II. 2414) beschriebenen Lactoflavine a, b u. c stellen nach Beobachtungen der Vff. wahrscheinlich keine reinen, einheitlichen Farbstoffe dar. (Ber. dtsh. chem. Ges. 66. 1577—82. 11/10. 1933. Heidelberg, Kaiser Wilhelm-Institut f. mediz. Forschung; Institut f. Chemie.)

WAGNER-JAUREGG.

V. V. Zavjaloff und **Milovanoff**, *Das Chondridin*. Chondridin entsteht aus Chondrosin (dem Hydrolysenprod. der Chondroitinschwefelsäure) durch Fällung mit Oxalsäure oder Oxalat in plattenförmigen Krystallen der Formel C₁₂H₁₉NO₁₀·H₂O. Auf Grund theoret. Erwägungen (s. Original) stellen Vff. die Theorie auf, daß die Bldg. von Chondridin aus Chondrisin nichts anderes ist als die Umlagerung der Chitosat-CaO-Verb. des Lutidincarbonesters in den Lutidincarbonester der Chitose unter gleichzeitiger Ca-Abspaltung. (Arch. Farmacol. sperim. Sci. affini 48. 45—53. Sofia.) GR.

E. Biochemie.

E₁. Enzymchemie.

Josef Böck und **Hans Popper**, *Fermentbestimmungen und Kohlehydratuntersuchungen im Kammerwasser des Auges*. I. *Fermentgehalt des Kammerwassers und Schrankendichte*. Das n. Kammerwasser des Kaninchenauges enthält diastat. Ferment, entsprechend einem Zuckerwert von 20—150 mg-%. Im n. Kaninchenblut ist der Zuckerwert 1300 mg-%. Nach Punktion des Kammerwassers steigt der Geh. an diastat. Ferment nach 4 Stdn. stark an. Die Diastasevermehrung verhält sich ähnlich wie die Zunahme des Eiweißgeh. — Beim Menschen sind die Verhältnisse etwas anders. — Man kann die Best. der Diastase im Kammerwasser zur Prüfung der Dichte der Blut-Kammerwasserschranke benutzen. (Z. ges. exp. Med. 90. 319—30. 22/9. 1933. Wien, I. Augenklinik u. Pathol. anat. Inst.)

F. MÜLLER.

S. Belfanti und **C. Arnaudi**, *Pankreaslecithase, die das Lysocithin bildet*. Wss. Extrakt von Pankreas, am besten vom Pferd. Fällung der wirksamen Substanz mit A. Der getrocknete Extrakt ist in W. l., frei von reduzierenden Zuckern, gibt mit Phosphorwolframsäure u. Metallsalzen nur eine sehr leichte Trübung. Die Spaltung von Lecithinen aus verschiedenen Organen oder aus Eiern wird durch Zugabe von roten Blutkörperchen u. deren Hämolyse bestimmt. Das Temp.-Optimum liegt bei 37°, bei 58—60° wird das Ferment zerstört. Die optimale [H⁺] liegt bei 6,8—7,0; der hämolyt. Titer einer Lecithin-Fermentlsg. blieb 2 Monate bei 0° u. bei 45° konstant. (Arch. ital. Biol. 88 [N. S.] 28. 157—65. 1933. Mailand, Serotherap. Inst.)

Helena Borchardt und **Hans Pringsheim**, *Über die Aktivierung von Pankreasamylase durch Glutathion*. (Vgl. C. 1932. II. 2471.) Die relativ schwache Aktivierbarkeit der Pankreasamylase durch Hefeautolysat, Glutathion sowie KCN führte zur Annahme einer Entgiftungserscheinung. Die Beobachtung, daß Pyrophosphat wir-

kungslos war, ist kein Einwand dagegen, da auch bei anderen Fermenten gezeigt wurde, daß die Entgiftung durch Komplexbildner von der Art des Schwermetalls abhängig ist. Der Haupteinwand gegen die Entgiftungsannahme, die Wrkg. von oxydiertem Glutathion als „Komplement der Amylase“, wurde dadurch entkräftet, daß die Vergiftung der Pankreasamylase mit Cu⁺⁺ durch oxydiertes Glutathion aufgehoben werden konnte. Die von KOSACK beschriebene starke Aktivierung der Pankreasamylase durch Hämin (C. 1931. II. 1437) konnte weder an Amylaseelutionen, noch an Pankreatinlg. beobachtet werden. (Biochem. Z. 259. 134—37. 1933. Berlin, Univ., Chem. Inst.) KOBEL.

Walter Deutsch und Rudolf Laser, *Experimentelle Studien über den Nucleinstoffwechsel. XIX. Verhalten einer Nucleosidase aus Rinderknochenmark zu einem Spaltprodukt der Thymusnucleinsäure.* (XVIII. vgl. C. 1930. I. 2264.) Zur Gewinnung von Nucleosidase wurde rotes Knochenmark als Ausgangsmaterial benutzt. Die Extrakte erwiesen sich wirksam für Adenosin, noch wirksamer aber für das Pyrimidinnucleosid aus der Thymusnucleinsäure. Von bindenden Angaben über die Kinetik muß noch abgesehen werden, da das Ferment nur in Form des Rohextraktes gewonnen wurde. Der Rk.-Verlauf der Knochenmark-Nucleosidase scheint ein linearer zu sein; das Optimum der aktuellen Rk. liegt bei $pH = 6,5$. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 186. 1—10. Düsseldorf, Akad.) SCHÖNFELD.

Walter Deutsch, *Experimentelle Studien über den Nucleinstoffwechsel. XX. Über die Wirkungssteigerung von Lebernucleotidase.* (XIX. vgl. vorst. Ref.). Der früher (C. 1928. I. 1428) angewandte $NH_3 \cdot NH_4Cl$ -Puffer wurde durch einen NH_4 -Acetatpuffer ersetzt (n. NH_3 : n. NH_4 -Acetat = 3:1). Dem Rk.-Gemisch wurde Mg-Acetat zugesetzt, um die entstehende H_3PO_4 als Bodenkörper abzufangen. Dadurch konnte eine Steigerung der Fermentwirksamkeit um 56,2% erzielt werden. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 186. 11—12. Düsseldorf.) SCHÖNFELD.

S. J. Thannhauser und Marianne Angermann, *Experimentelle Studien über den Nucleinstoffwechsel. XXI. Über die fermentative Aufspaltung der Thymusnucleinsäure mit Lebernucleotidase zur Darstellung von Purin- und Pyrimidinkohlehydratkomplexen.* (Vorl. Mitt.) (XX. vgl. vorst. Ref.) Die Aufspaltung der tier. Nucleinsäure mit Säuren u. Alkalien liefert die bas. Bestandteile der Nucleinsäure, Purine u. Pyrimidine, läßt aber keinen Schluß über das in der Thymusnucleinsäure enthaltene Kohlehydrat zu. Die in vorst. Mitt. angegebene Methode kann zur Herst. von höher molekularen Spaltprodd. der Thymusnucleinsäure verwendet werden. Jedoch wird durch die Lebernucleotidase („Leberenzym“) nicht nur H_3PO_4 ab-, sondern auch ein erheblicher Teil der Purin-Kohlehydratkomplexe aufgespalten, so daß im Spaltgemisch freie Purine auftreten. Isoliert wurde Adenin, Hypoxanthin, Guanin, in überwiegender Menge Xanthin. Es wurden aber außerdem 2 Substanzen isoliert, von denen die eine noch das Purin mit dem Kohlehydratkomplex vereint enthält. Die Substanz krystallisiert in Nadeln u. dürfte als Adenin-Kohlehydratkomplex anzusprechen sein. In größerer Ausbeute als diese wurde ein Pyrimidin-Kohlehydratkomplex isoliert (als mikrokrystallin. Pulver), der nach der Säurehydrolyse aus Thymin u. einem Kohlehydratkomplex besteht. Der Komplex ist einer Aufspaltung mit verd. Säure nicht zugänglich. Über die Natur des Kohlehydratkomplexes der Thymusnucleinsäure können noch keinerlei Vermutungen angestellt werden. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 186. 13—25.) SCHÖNFELD.

S. J. Thannhauser und Marianne Angermann, *Experimentelle Studien über den Nucleinstoffwechsel. XXII. Über die fermentative Aufspaltung der Thymusnucleinsäure mit Lebernucleotidase.* Das Thyminnucleosid. (XXI. vgl. vorst. Ref.) Bei der fermentativen Aufspaltung der Thymusnucleinsäure mit Lebernucleotidase wurde u. a. ein Öl isoliert, das N u. gebundenen P enthält u. starke Orcinrk. gab. Nach langem Stehen krystallisierte ein Öl, eine P-freie Substanz (Nadeln, F. 185°). Die Substanz hat die Zus. $C_{10}H_{14}O_2N_2$ u. ist mit Thyminnucleosid ident. $[\alpha]_D^{24} = +37,5^\circ$. Bei trockenem Erhitzen sublimiert Thymin, F. 320°. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 189. 174—76. Düsseldorf.) SCHÖNFELD.

M. Jenke, R. Laser und R. Linde, *Experimentelle Studien über den Nucleinstoffwechsel. XXIII. Der Einfluß der Muskeltätigkeit auf die endogene Harnsäureausscheidung.* (XXII. vgl. vorst. Ref.) Der mit der Muskeltätigkeit verknüpfte chem. Prozeß, soweit derselbe sich purinhaltiger Stoffe bedient, führt zum größten Teil nicht zum Abbau dieser Stoffe, sondern verläuft in reversiblen Rkk., wie EMBDEN bereits am isolierten Frostmuskel gezeigt hat. Große Marschleistung hat keinen Einfluß auf die endogene Harnsäureausscheidung. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 189. 162—64. Düsseldorf.) SCHÖNFELD.

Franz Bielschowsky, *Experimentelle Studien über den Nucleinstoffwechsel*. XXIV. Über die fermentative Aufspaltung der Hefenucleinsäure mit Lebernucleotidase zur Darstellung von Purin- und Pyrimidinkohlehydratkomplexen. (XXIII. vgl. vorst. Ref.) Bei der fermentativen Aufspaltung der Thymusnucleinsäure wurden (vgl. vorst. Ref.) ein Adenin- u. Thyminnucleosid krystallin erhalten. Ferner zeigte es sich, daß die Aufspaltung bei der tier. Nucleinsäure am Purinnucleosid nicht halt macht, sondern die Purinkohlehydratbindung sprengt; es wurden größere Mengen Guanin, Xanthin, Adenin u. Hypoxanthin isoliert. Im Gegensatz hierzu führt die fermentative Hydrolyse bei Hefenucleinsäure nicht zur Abspaltung nennenswerter Mengen freier Purine. Die Abspaltung der H_3PO_4 führt bei der tier. u. pflanzlichen Nucleinsäure zu etwa gleichen Endwerten (70% bei der Hefenucleinsäure), aber die bei Thymusnucleinsäure zuweilen ermittelten Spaltwerte um 90% u. mehr wurden bei Hefenucleinsäure nicht erhalten. Aus dem Spaltgemisch der Hefenucleinsäure konnten die 3 Nucleoside *Guanosin*, *Inosin* u. *Uridin* isoliert werden. Inosin u. Uridin sind als Desamidierungsprod. des Adenosins u. Cytidins anzusehen. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 190. 15—20. Düsseldorf.)

SCHÖNFELD.

Marianne Angermann und Franz Bielschowsky, *Experimentelle Studien über den Nucleinstoffwechsel*. XXV. Zur Frage der Spezifität der von Z. Dische angegebenen Farbreaktionen mit Diphenylamin und Carbazol auf die Purin- und Pyrimidinnucleoside der Thymusnucleinsäure. (XXIV. vgl. vorst. Ref.) Die Blaufärbung, die Thymusnucleinsäure mit Diphenylamin nach DISCHE (C. 1930. I. 1507) gibt, dürfte für das in der Thymusnucleinsäure enthaltene Kohlehydrat charakterist. sein; ob sie spezif. ist, läßt sich nicht sagen. Nach der Carbazolrk. gibt Thyminosin eine mehr braune als rote Farbe, Thymusnucleinsäure gibt eine tiefrote Färbung; die Rotfärbung ist demnach nicht auf den Pyrimidinzucker zu beziehen. Der Vorteil der Diphenylaminrk. von DISCHE liegt darin, daß sie im Gegensatz zur Orcinrk. die Unterscheidung zwischen der Hefe- u. Thymusnucleinsäure u. deren Abbauprod. ermöglicht. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 191. 123—25. Düsseldorf, Akad.)

SCHÖNFELD.

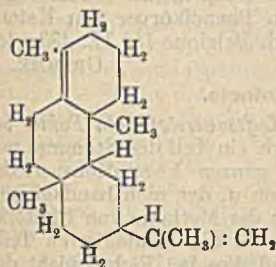
E., Pflanzenchemie.

M.-Th. François und S. Droit, *Über die Zusammensetzung des Öles der indischen Pinie, Jatropha Curcas L.* Wie eine kurze histor. Übersicht zeigt, ist die Zus. des Öls dieser zu den Euphorbiaceen gehörenden trop. u. subtrop. Pflanze noch nicht sicher bekannt. Ein industrielles Öl portugies. Herkunft zeigte $D_{15}^{15} = 0,9205$, $n_D^{15} = 1,4728$, $\eta_{35} = 0,375$, $\eta_{100} = 0,0677$, E. — 13°, Verbrennungswärme 9169 g-cal, SZ. 4,2, VZ. 190, JZ. 93, AZ. 9,6. Von Vff. selbst aus Samen verschiedener Herkunft mit k. PaE. oder A. extrahierte Öle zeigten fast übereinstimmend $D_{15}^{15} = 0,9168$ — $0,9198$, $n_D^{15} = 1,4720$ bis $1,4733$, $\eta_{35} = 0,277$ — $0,360$, $\eta_{100} = 0,0568$ — $0,0675$, E. — 13 bis — 15°, Verbrennungswärme 9240—9480 g-cal, SZ. 0,4—0,6, VZ. 176—180, JZ. 97—98, AZ. 4—8. — Werden diese Öle einige Tage auf — 20° gekühlt u. dann wieder auf 0° erwärmt, so lassen sich ca. 5% eines krystallinen Prod. (Sphärolite) zur Abscheidung bringen (Photogramme im Original), welches aus Aceton umkrystallisiert werden kann. F. 30°, SZ. 0,6, VZ. 189, JZ. 61. Durch Verseifung, Überführung der Seifen in die Pb-Salze usw. wurde festgestellt, daß wahrscheinlich ein *Stearodiolein* vorliegt. — Durch Schütteln mit Eg. oder A. können dem Öl geringe Mengen entzogen werden, viscose, charakterist. riechende Fl. Es wurde mit A. 6-mal extrahiert. Die Extraktstoffe zeigten ziemlich hohe AZZ. (67—23), abnehmende SZZ. (1,23—0,15), zunehmende VZZ. (141—175), langsam zunehmende JZZ. (95—102). Die weitere Unters. hat ergeben, daß die alkoh. Auszüge den größeren Teil des Unverseifbaren enthalten (ca. 0,1% des Öls). — Das Unverseifbare war mehr oder weniger tief gelb, amorph, scharf u. ekelhaft riechend. Zur Reinigung wurde die Lsg. in PaE. aus einem hohen Glas langsam verdunsten gelassen, wobei sich die Verunreinigungen an den Wänden absetzten u. am Boden weiße, seidige Nadeln auskrystallisierten. Letztere gaben die Farbkk. der Sterine u. zeigten F. 135—136°, Acetylderiv., F. 127°. Zweifelloso handelt es sich um ein *Sitosterin*. Obige Verunreinigungen waren ein braunrotes Harz. — Der in A. unl. Teil des Öls wurde verseift. Das erhaltene Fettsäuregemisch (89,5%) zeigte Neutr.-Z. u. VZ. 198, Mol.-Gew. 283, JZ. 102, AZ. 0. Die Trennung der festen (gesätt.) u. fl. (ungesätt.) Säuren erfolgte durch Lösen in Aceton u. Kühlen in Eis-NaCl. Zahlreiche Krystallisationen des festen Anteils aus Aceton ergaben *Stearin*- (wenig), *Palmitin*- u. *Myristin*-säure. Die fl. Säuren wurden mittels der Bromide zerlegt; es zeigte sich, daß sie aus ca. 78% Öl- u. 22% *Linolsäure* bestehen. Eine Alkoholsäure, welche frühere Autoren

gefunden haben wollen, ist nicht vorhanden. Dementsprechend sind die Gesamtfettsäuren opt.-inakt. u. besitzen keine AZ. Die Unters. der Äthylester u. die pyrogene Zers. des Öls selbst u. der Natronseifen bestätigten die Abwesenheit einer Oxysäure. (Bull. Soc. chim. France [4] 53. 728—41. Juli 1933.)

LINDENBAUM.

George B. Beath, *Das ätherische Öl von Podocarpus totara*. (Vgl. Aitken, C. 1930. I. 1865.) Zwei Sorten von Blättern u. Zweigen (im Sommer u. im Winter gesammelt) lieferten durch Dampfdest. 0,14 u. 0,16% hellgrüner Öle, welche, vor Oxydation geschützt, in dünner Schicht Kryställchen abschieden. D_{20}^{20} 0,9022 u. 0,8890; $n_D^{20} = 1,4929$ u. 1,4936; $[\alpha]_D^{16} = +17,35$ u. $+27,20^\circ$. 11 Vol.-% waren in 80%ig. A. l. Nach der Acetylierung Geh. an Alkoholen 5,6% (als $C_{10}H_{18}O$) oder 8,0% (als $C_{15}H_{26}O$). Säuregeh. 0,12% (als $CH_3 \cdot CO_2H$). Geh. an Aldehyden oder Ketonen unter 1%. Die Öle wurden durch Dest. zerlegt in 43 u. 52% Terpene, 28 u. 19% Sesquiterpene, 29 u. 29% Diterpene. Letztere Fraktionen (nicht überdest.) krystallisierten auf Zusatz obiger Kryställchen völlig. — Die Terpene enthielten α - u. β -Pinen. Aus den Sesquiterpenen wurde eine Hauptfraktion Kp.₄₇ 160—170° abgetrennt, welche *Cadinen* (Hydrochlorid, F. 116—118°) enthielt. — Die Diterpenfraktionen zeigten, aus absol. A. gereinigt, F. 55°, $[\alpha]_D = +44,7^\circ$ in Chlf., nach Analyse u. Mol.-Gew.-Best. stimmend auf $C_{20}H_{32}$ u. ident. mit dem von FINLAY u. MC DOWALL (J. Soc. chem. Ind., Chem. & Ind. 44 [1925]. 42) aus Rimu (Dacrydium cupressinum) isolierten Diterpen. Vf. bezeichnet es als *Rimuene*. Es ging bei 48-std. Kochen mit 90%ig. Ameisensäure in ein Isomeres über, aus absol. A. Nadeln, F. 107°, ident. mit dem durch Isomerisierung des *Dacrens* erhaltenen *Isodacren* (AITKEN, C. 1928. II. 2197; BLACKIE, C. 1930. I. 2553). — Nach CARRIE (C. 1933. I. 3805) ist *Rimuene* ungesätt. Vf. hat folgende Derivv. dargestellt: *Hydrochlorid*, $C_{20}H_{33}Cl$, F. 63°; *Nitroschlorid*, $C_{20}H_{32}ONCl$, F. 86—88° (Zers.); *Tetrabromid*, $C_{20}H_{32}Br_4$, hellgelb, F. 55—60° (nicht ganz rein). Es sind also wenigstens 2 Doppelbindungen von verschiedener Rk.-Fähigkeit vorhanden. Dies wurde durch einen quantitativen Hydrierungsvers. bestätigt; die eine Doppelbindung war schon nach 1 Stde., die andere erst nach über 14 Tagen gesätt. Letztere ist wahrscheinlich tetra-substituiert, u. das Mol. ist tricycl. — Die Ozonisierung des *Rimuene* in CCl_4 mit nachfolgender Dampfdest.



ergab CH_2O , nicht flüchtige Säuren u. ein wachsartiges Prod. Die quantitative CH_2O -Best. zeigte, daß das Mol. ein CH_2 -Gruppe enthält. Die Dehydrierung mit S ergab ein goldgelbes *Pikrat*, F. 127°, u. dieses einen weißen, krystallinen KW-stoff von F. 86 bis 87° u. Zus. $C_{18}H_{18}$, verschieden vom *Reten*, aber ident. mit *Isoreten*, dessen Konf. noch unbekannt ist. — Auf Grund dieser Ergebnisse u. unter der Annahme, daß das Mol. des *Rimuene* aus Isopreneinheiten zusammengesetzt ist, gelangt Vf. zu dem Schluß, daß *Rimuene* ein hydriertes Phenanthrenderiv. von vielleicht nebenst. Konst. ist. Bei der Dehydrierung würden die beiden tertiär gebundenen CH_3 -Gruppen abgespalten. *Isoreten* würde 1-Methyl-6-isopropylphenanthren sein. (J. Soc. chem. Ind., Chem. & Ind. 52. Trans. 338—40. 13/10. 1933. Dunedin [Neu-Seeland], Otago-Univ.) LB.

Gabriel Bertrand und **Georges Brooks**, *Über den Latex des Kambodschalackbaumes*. Der Kambodschalack (*Moreak*) stammt von *Melanorrhoea laccifera*. Die von Vf. untersuchte Probe war dick, tief bräunlichgrau, obere Schicht (an der Luft) schwarzrot, unangenehm riechend, im übrigen den Lacken aus der Familie *Rhus* u. dem *Burmalack* ähnlich. Der Latex wurde mit 4—5 Voll. A. verd., wodurch ein Gummi, Salze, Rindenreste u. etwas schwarzes Oxydationsprod. gefällt wurden. Es wurde zentrifugiert, Nd. mit A. gewaschen, dann mit W. verrührt, wodurch Gummi u. Salze wieder gel. wurden, von neuem zentrifugiert, filtrierte Lsg. mit A. versetzt, gefällter Gummi abzentrifugiert u. über H_2SO_4 getrocknet. Da dieser Gummi alle Eigg. der *Laccase* aufwies, wird er auch einfach so bezeichnet. Ausbeute 2,5% des Latex. Rindenreste u. schwarzes Prod. = 5—6%. — Obige erste alkoh.-wss. Lsg. wurde auf W.-Bad im Vakuum eingengt, Rückstand mit wenig W. u. Ä. aufgenommen, wss. Schicht (enthaltend etwas Glykose u. Salze) abgetrennt. Die äth. Schicht hinterließ bei der Dest. ein Öl, 55—60% vom Gewicht des Latex, an der Luft u. durch Wärme ebenso veränderlich wie die Öle der Familie *Rhus*. Es wurde unter 0,5 mm im CO_2 -Strom dest., wobei zwischen 242 u. 250° ca. 45% als schwach citronengelbe Fl. von D_{20}^{20} 0,9874, $n_D^{20} = 1,5277$ übergingen. Diesen Bestandteil des Latex nennen Vf. *Moreakol*.

Erstarrt in evakuierten Röhren u. im k. Raum völlig zu einer weißen, krystallinen M. von F. 28° u. färbt sich an der Luft, besonders im geschmolzenen Zustand, bald mahagoinrot, dann braunrot. Moreakol enthält 2 phenol. OH-Gruppen, denn es liefert mit Acetanhydrid ein *Diacetylderiv.*, schwach gelbliche, luftbeständige, nicht erstarrende Fl., Kp._{0,2-0,3} 233—240°, D₂₀²³ 0,9957, n_D²³ = 1,4958; keine Färbung mit alkoh. FeCl₃. Besitzt nach der Acetylbest. die Formel C₂₂H₃₄(O CO CH₃)₂. — Durch katalyt. Hydrierung des Moreakols mit Pt wurde *Tetrahydro-moreakol* erhalten, Kp.₁₂₋₁₄ 280—290°, beim Abkühlen krystallisierend, aus Xylol, dann Pae. Blättchen, F. (bloc) 95,3°. Daraus mit Acetanhydrid ein *Diacetylderiv.*, C₂₂H₃₈(O CO CH₃)₂, aus CH₃OH perlmutterglänzende Blättchen, F. (korr.) 70,5°. — Nach diesen Ergebnissen ist der Latex des Kambodschalackbaumes den Latexen der Lackbäume aus der Familie Rhus sehr ähnlich, aber der ölarartige, phenol. Bestandteil ist verschieden. Denn Moreakol enthält 1 CH₂ mehr als das Laccol (vgl. C. 1933. II. 1531) u. dürfte daher die Formel C₆H₃(OH)₂(C₁₇H₃₁) oder C₆H₂(OH)₂(CH₂)₂(C₁₅H₂₉) besitzen. Da die lineare Kette mit C₁₇ in Naturstoffen bisher nicht angetroffen worden ist, ist die 2. Formel wahrscheinlicher. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 197. 661—65. 2/10. 1933.) LINDENBAUM.

M. Wattiez, *Beitrag zur biochemischen Untersuchung von Salix repens L. (Salicaceae)*. Auf Grund neuerer Arbeiten bringt Vf. den Nachweis, daß das „Salireposid“ (vgl. C. 1931. II. 1710) der *Benzoesäureester eines neuen Heterosids* ist. Dieses Heterosid bildet zu Rosetten zusammengelagerte Nadeln, l. in 65 Teilen W., in A. u. sd. wasserhaltigem Essigäther. Mol.-Gew. ca. 300, F. 172—173°. Bei saurer Hydrolyse zerfällt es in 59,71% β-Glucose u. 39,77% eines schwarzen, unl. Körpers mit red. Eigg. Bei fermentativer Hydrolyse bilden sich β-Glucose u. ein Phenolkörper von Ketoncharakter der Bruttoformel C₇H₇O₃. (Bull. Acad. roy. Méd. Belgique [5] 12. 433—46. 1932.) GRIMME.

E₃. Pflanzenphysiologie. Bakteriologie.

Carl G. Schwalbe und Karl Erik Neumann, *Der Luftsauerstoff, ein Faktor bei der Holzbildung*. Bei je einer Fichte, Kiefer u. Buche wurde ein Teil des Stammes mit Paraffinpapier bandagiert u. die Bäume während der ganzen Vegetationsperiode, Mai-Oktober, so belassen. Der Ligningeh. der bandagierten u. der nichtbandagierten Stammstücke wurde dann durch Best. des Methoxyls nach der Methode von FELLEBERG kontrolliert. Es zeigte sich, daß bei Kiefer u. Buche die bandagierten Teile einen deutlichen Mindergeh. an Lignin aufweisen, während dies bei Fichte nicht der Fall ist. Der Grund dafür scheint darin zu liegen, daß die gerbstoffhaltige Rinde der Fichte den Zutritt von O zur Kambialschicht verhindert, während bei der gerbstoffarmen Rinde von Kiefer u. Buche Sauerstoff durchgelassen wird. Gerade das Verh. der Fichte aber läßt vermuten, daß die zur Bldg. von Lignin u. Pektinen nötigen Pentosen schon im Frühjahrssaft vorgebildet sind; zur analyt. Erfassung dieser Pentosen u. Pektine reichen die derzeitigen Analysemethoden nicht aus. (Cellulosechem. 14. 133—34. 15/10. 1933.) FRIEDEMANN.

Domenico Ruffilli, *Untersuchungen über das spezifische Gewicht von Bakterien*. Nach einem von SCHLESINGER experimentell u. rechner. ausgebildeten Verf. wird das Vol. von Bakterien u. damit D. bestimmt. Testobjekte waren ein *Colistamm* (Nr. 88), ein *Luftcoccus* F 6 u. Bakterien u. Sporen von *Bac. subtilis*. Prinzip der Best. ist die Tatsache, daß die Lsg. einer Substanz im Dispersionsmittel stärker ist als in einer Suspension, deren Teilchen die zugesetzte Substanz nicht aufnehmen. Als derartige Substanz wurde das käufliche *Hämoglobin* gefunden, das hochmolekular, chem. indifferent u. in Lsg. quantitativ (colorimetr.) gut bestimmbar ist. Nach Ausschaltung der durch eine Adsorption möglichen Fehlerquellen wurde der Gang der Best. so gestaltet, daß festgestellt wird, 1. D. der Bakterienaufschwemmung in Hämoglobinsalzlsg., 2. Gewicht derselben, 3. Gewicht der durch Zentrifugieren gewonnenen Fl., 4. D. der abgegossenen Fl. Schließlich wird durch colorimetr. Vergleich der ursprünglichen hämoglobinhaltigen Fl. mit den im Sediment vorliegenden Hämoglobinresten, die auf gleiches Vol. gebracht werden, der Anteil der Bakterien am Gesamtv. des Sediments ermittelt. Daraus kann D. der Bakterien errechnet werden nach der Formel: $S_B = d + (D - d)/v_B$, in welcher D die D. der Bakterienaufschwemmung in Hämoglobinslg., d die D. der Hämoglobinslg. nach Entfernung der Bakterien u. v_B den Vol.-Anteil der Bakterien pro ccm bedeutet. D. des *Luftcoccus* betrug 1,129, des *Colibacillus* 1,094, des *Heubacillus* 1,105, der Heubazillensporen 1,115. Bei Erhöhung der D. des Suspensionsmittels durch Zusatz von Rohrzucker nimmt die D. der Bakterien

entsprechend dem osmot. Wasserentzug zu. (Biochem. Z. 263. 63—74. 21/7. 1933. Frankfurt/Main, Koll.-Inst.)

SCHNITZER.

Walter D. Claus, *Verstärkte abtötende Wirkung von x-Strahlen auf Colibazillen in Gegenwart anorganischer Salze*. Die Abtötungswrkg. von Röntgenbestrahlung auf dünne Schichten von Colibazillen wurde in Ggw. von KBr , $Sr(NO_3)_2$, $Ba(NO_3)_2$ u. $Pb(NO_3)_2$ u. zwar in der Konz. $10^{-1,04}$ -mol. geprüft. Die verstärkende Wrkg. zeigte sich beim Pb-Salz. Bei einem Vergleich von KBr u. $Pb(NO_3)_2$ tritt die verstärkende Wrkg. bei starken Konz., d. h. bei hohen Adsorptionskoeff. auf, die jedoch für die beiden Stoffe verschieden sind. Für die Berechnung der absol. Strahlungsmenge, die auf jedes Bakterium pro Minute entfällt, wird die Ableitung gegeben. Aus den Beobachtungen ergibt sich, daß dieser Wert (α) eine Funktion des Adsorptionskoeff. ist. Der Wert α wächst umgekehrt proportional der Wellenlänge. Vielleicht beruht der Kombinationseffekt mit Schwermetallsalzen auf der Heterogenität der Strahlungen. In den vorliegenden Verss. sind kurze Wellen zusammen mit Sensibilisatoren besonders wirksam für Abtötungszwecke. (J. exp. Medicine 57. 335—47. 1933. Berkeley, Univ. of California.)

SCHNITZER.

K. Kohn und **F. Gruschka**, *Experimentelle Untersuchung über die Oligodynamie von Metallen*. Aus Verss., bei denen Hg, Ag u. Cu für sich allein, nicht aber in Verb. mit einem Stück Al bzw. C sterilisierende Wrkg. gegenüber Staphylokokken u. Typhusbazillen zeigen, schließen Vff., daß die oligodynam. Wrkg. durch Metallionen ausgeübt wird, die auch in analyt. nicht nachweisbarer Menge die Mikroorganismen vergiften. (Chim. et Ind. 29. Sond.-Nr. 6 bis. 604—05. Juni 1933.)

R. K. MÜLLER.

Friedrich L. Hahn, *Zur Kenntnis der oligodynamischen Silberwirkung*. Die Verss. von EGG u. JUNG (C. 1930. I. 1347) stehen in Übereinstimmung mit der von ihnen gezogenen Schlußfolgerung, daß bei n. Ag-Salzen die Konz. der Ag-Ionen maßgeblich ist für die Stärke des baktericiden Effektes. Entgegen der Annahme von EGG u. JUNG läßt sich nachweisen, daß in cyanidhaltigen Lsgg. nicht die Konz. der Ag-Ionen allein die baktericide Wrkg. bestimmt; sie müßte sonst viel eher durch Cyanid aufzuheben sein. Maßgeblich für die baktericide Wrkg. komplexer Ag-Lsgg. ist eine Anfangskonz. an Ag-Ionen, die zur Einleitung einer merklichen Adsorption ausreicht; die so begonnene Rk. wird dann durch Zerfall des Komplexes weitergeführt. (Biochem. Z. 251. 101—04. 1932. Frankfurt a. M., Chem. Inst. d. Univ.)

KOBEL.

E. Glinka-Tschernorutzky, *Über den Stickstoffumsatz bei Bac. mycoides*. VI. Mitt. *Über Ausnutzung verschiedener Stickstoffquellen durch den Bac. mycoides*. (IV. vgl. C. 1931. I. 299.) Züchtung des *Bac. mycoides* auf Salzlsg. mit 1% Glucose als C-Quelle. Von den als N-Quelle hinzugefügten Ammoniumsalzen führte nur *Ammoniumphosphat* zu befriedigendem Wachstum. Wird dagegen der Nährlsg. noch 0,1% K_2HCO_4 zugefügt, so werden alle geprüften Ammoniumsalze befriedigend ausgenutzt. Von Aminosäuren wurde *Glykokoll*, *Alanin*, *Asparaginsäure*, *Glutaminsäure*, *Prolin* u. *Oxyprolin* gut ausgenutzt, weniger gut *Serin*, *Histidin* u. *Arginin*, kaum *Valin*, *Leucin*; überhaupt kein Wachstum fand statt in Ggw. von *Cystin*, *Phenylalanin* u. *Tyrosin*. Die N-Best. der in verschiedenen Nährböden gewachsenen Bakterien ergab, daß ein Gemisch von Aminosäuren einen ebenso guten Ertrag gibt wie Pepton (WITTE). (Biochem. Z. 263. 144—48. 21/7. 1933. Leningrad, I. med. Inst.)

SCHNITZER.

Alden K. Boor und **C. Phillip Miller jr.**, *„Nucleoprotein“ und eiweißfreie Substanz aus dem Gonococcus*. I. *Darstellung*. Aufschluß der Gonokokken mit NaOH, Ausfällung des Nucleoproteins mit Essigsäure. Lsg. mit NaOH u. Fällung mit Essigsäure. Lsg. mit NaOH u. Fällung mit Essigsäure wird wiederholt, schließlich die Lsg. gegen W. dialysiert u. im Luftstrom getrocknet. Eiweißrkk. positiv. Nach der l. Essigsäurefällung wird aus der überstehenden Fl. nach Einengung durch Kochen vom Koagulat abfiltriert u. mit A. gefällt. Wiederholte Lsg. u. Fällung, schließlich Trocknung. Die erhaltene Substanz gibt positive MOLISCH-Rk. u. ist wahrscheinlich ein *Polysaccharid*. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 28. 1046—48. Chicago, Univ.)

SCHNITZER.

Alden K. Boor und **C. Phillip Miller jr.**, *„Nucleoprotein“ und eiweißfreie Substanz aus dem Gonococcus*. II. *Immunitätsreaktionen mit Antigonokokkenserum*. (I. vgl. vorst. Ref.) Antigonokokkenserum wurden bei Kaninchen mit Gonokokkenkultur u. mit der Eiweißfraktion dargestellt. Das *Polysaccharid* wirkte nicht antigen. Die Sera gaben starke Präzipitinkk. mit dem Nucleoprotein u. dem *Polysaccharid*. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 28. 1048—49. Chicago, Univ.)

SCHNITZER.

Alden K. Boor und C. Phillip Miller jr., „Nucleoprotein“ und eiweißfreie Substanz aus dem *Gonococcus*. III. Immunitätsreaktionen mit Antimeningokokken- und Antipneumokokkenserum. (II. vgl. vorst. Ref.) Das Nucleoprotein ebenso wie das Polysaccharid gaben starke Präzipitnrk. mit Antimeningokokkenserum, aber auch mit Pneumokokkenserum aller 3 Typen. Die isolierten Körper reagieren also unspezif., wohl infolge Denaturierung durch die NaOH-Behandlung. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 28. 1050—60. Chicago, Univ.) SCHNITZER.

Kamel Mikhail Daoud und Arthur R. Ling, Studien über Glykogen. Teil III. Die Natur der Kohlenhydratbestandteile der Hefezellmembran. (II. vgl. C. 1932. I. 961.) Die Kohlenhydratbestandteile der Hefezellmembran sind Glykogen u. Mannan, die teilweise mit Phosphorsäure u. Kieselsäure verestert u. dadurch unl. gemacht sind. Diese beiden veresterten Polysaccharide bilden die Skelettstruktur der Zelle. Da Glykogen u. Mannan auch die hauptsächlichsten — wahrscheinlich die einzigen — höheren Reservkohlenhydrate des Plasmas sind, bestätigt der neue Befund die Beobachtung BECKERS, daß Hefezellmembranen in sehr konzentrierter Würze verdickt werden. — Erhitzt man Hefezellen mit 2%ig. NaOH-Lsg. unter Atmosphärendruck, so werden die Fett- u. Proteinbestandteile der Membran gel., u. die Zellwände werden durchlässig für die gel. Anteile des Protoplasmas. Die Kohlenhydrate der Zellwände werden durch diese Behandlung nicht gel. Dadurch behalten die Zellen ihre natürliche Größe, auch wenn sie leer sind. Die Löslichkeit der Kohlenhydrate der Membran wird aber beeinflußt durch Erhitzen mit W. unter Druck u. noch stärker durch Erhitzen mit 2%ig. NaOH-Lsg. unter Druck. (J. Soc. chem. Ind., Chem. & Ind. 50. Trans. 379—82. Birmingham, Univ., British School of Malting and Brewing and Department of the Biochem. of Fermentation.) KOBEL.

T. Chrzaszcz und M. Zakomorny, Biochemische Umbildung des Zuckers durch Schimmelpilze. Die Umbildung der Fumarsäure, Anhäufung der Ameisensäure und der Chemismus der Oxalsäurebildung. Unterss. über das Verh. von Schimmelpilzen der Gattung *Penicillium* u. *Aspergillus* gegenüber der Fumarsäure (I). Das Ca-Salz von I kann als ganz gute Kohlenstoffquelle für Schimmelpilze dienen. I unterliegt unter dem Einfluß von Schimmelpilzen einer Umbildung hauptsächlich zu Ameisen- u. Kohlen-säure, welche die Pilze in großer Menge anhäufen. In geringerer Menge bilden sich Oxal- u. Glyoxal-, mitunter auch Citronen- u. l-Äpfelsäure. Quantität u. Qualität der gebildeten u. angehäuften Säuren hängen von der Pilzart ab. Ameisensäure liegt in der geraden Linie der Umbildung von I zu CO₂ über Glyoxalsäure. Diese Umbildung findet statt, wenn I die einzige C-Quelle ist. Oxalsäure (II) entsteht nach Ameisensäure, u. zwar: Fumar. → Glyoxal. → Ameisen. → Oxal. → Kohlen-säure. Die Anhäufung von II erfolgt unter für die Pilzentw. erschwerten oder ungünstigen Bedingungen außerdem bei gewissen Verschiebungen der geraden enzymat. Wirkungslinie. II unterliegt schwer der direkten Oxydation, wird dagegen leicht zur physiol. Entw. der Schimmelpilze verbraucht. (Biochem. Z. 259. 156—67. 1933. Poznań, Univ., Inst. für landwirtschaftl. Technologie.) KOBEL.

K. Schreder, R. Brunner und R. Hampe, *Pseudomonas Lindneri*-Kluyver (*Termobakterium mobile* Lindner). II. Mitt. Seine aerobe und anaerobe Gärung mit besonderer Berücksichtigung seiner Bildung von Säuren und anderen Gärungsprodukten. (Vgl. C. 1933. II. 3147.) An Hand weiterer Verss. u. der aufgefundenen Gärungsprodd. wird festgestellt, daß beim *Termobakterium* ein ähnlich wirkender *Zymasekomplex* vorhanden ist wie bei der Hefe. Jedoch ist die Zahl u. die Menge der Nebenprodd. bei der Tm-Gärung geringer als bei der Hefegärung. U. a. wurde Methylalkohol nicht gefunden. (Wschr. Brauerei 50. 243—45. 5/8. 1933.) SCHINDLER.

Brunyoghe, Manuel de bactériologie. 3e éd. Paris: J.-B. Baillièrre et fils 1933. (635 S.) Br.: 75 fr.

E₄. Tierchemie.

Masami Oku, Über die natürlichen Farbstoffe der Rohseidenfaser aus inländischem Cocon. V. Nachweis von Violaxanthin in dem gelben Cocon. (IV. vgl. C. 1933. I. 3327.) In der tieforangefarbenen Mutterlauge vom Lutein wurde Violaxanthin, C₄₀H₅₆O₄, nachgewiesen. Eine kleine Menge wurde krystallin. isoliert, eine größere in verharzter Form durch Farbbrk. verglichen mit Lutein, C₄₀H₅₆O₂, u. Fucoxanthin, C₄₀H₅₆O₆, identifiziert. (Bull. agric. chem. Soc. Japan 9. 91—92. April/Juni 1933. Ayabe-mati, Kyoto-hu, Japan, Gunze Raw Silk Mfg. Co. Ltd.) GROSZFELD.

Dorothy Jordan-Lloyd und Robert Henry Marriott, *Die Verteilung des Schwefels in Ziegenhaar*. Bei Ziegenhaar kann die Rinde vom Mark durch Behandlung mit 4-n. NaOH abgetrennt werden. Während das Mark einen S-Geh. von nur 0,23% aufweist, der auf geringe Reste von nicht entfernter Rinde zurückgeführt wird, besitzt die Rinde 3,6% S. Aus diesen Zahlen wird auf ein Cystin-Aminosäureverhältnis im Keratin von 1 : 5 geschlossen. (Biochemical J. 27. 911—14. 1933. Labor. Brit. Leather Manufacturers, Res. Assoc.) MAHN.

Henry Francis Holden, *Fraktionierung australischer Schlangengifte*. II. Die Gifte der Tigerschlange (*Notechis scutatus*), der schwarzen Tigerschlange (*Notechis scutatus var. niger*) und der schwarzen Schlange (*Pseudechis porphyriacus*). (I. vgl. KELLAWY, C. 1930. I. 3684.) Durch Ultrafiltration unter hohem Druck u. besonders durch die Adsorptionsverf. gelingt es, Thrombin von Neurotoxin u. hämolyt. wirksamen Giften zu trennen u. zu konz. (Austral. J. exp. Biol. med. Sci. 11. 1—7. 16/3. 1933. Melbourne, W. a. E. Hall Inst.) OPPENHEIMER.

E₅. Tierphysiologie.

Robert T. Frank, Morris A. Goldberger und Frank Spielman, *Verwertung und Ausscheidung des weiblichen Geschlechtshormons*. Nach intravenöser oder subcutaner Injektion von 2000 ME. Östrin konnte beim Kaninchen nach 1 Stde. nur 1 ME. in 4 ccm Serum festgestellt werden, die späteren Teste waren ganz negativ. — Nach 24 Stdn. war in den Organen eines Kaninchens, das 3000 ME. injiziert erhalten hatte, außer in der Leber kein Östrin mehr nachzuweisen; in der Leber waren 2 Einheiten, im Blute noch nicht einmal diese Menge nachweisbar. — Im Harn von Makaken war etwa $\frac{1}{5}$ der injizierten Menge (1500 ME.) aufzufinden. Die Hormonausscheidung im Harn bei einer n. menstruierenden Frau, die dreimal im Monat je 1500 ME. erhalten, war gegenüber der Norm nicht nachweisbar verändert. — Die Angabe von SMITH u. SMITH (C. 1932. I. 404), daß die Injektion von Progestin die Ausscheidung des Östrins steigert, konnte nicht bestätigt werden. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 29. 1229—31. 1932. New York, Mount Sinai Hosp. Gynecol. Service and the Lab.) WADEHN.

I. Abelin und A. Schönenberger, *Analyse der Dijodtyrosin- und Diätwirkung bei der experimentellen Hyperthyreose*. (Vgl. C. 1933. II. 2284. 1698. 1201.) Schilddrüsenlose Ratten durch Thyroxin oder Thyreoidapulver thyreotox. gemacht, zeigen nach *Dijodtyrosinzufuhr* auch Anstieg des Körpergewichtes, Abnahme der nervösen Übererregtheit, der Pulsfrequenz, des Grundumsatzes. Eine Entgiftung des Hormonüberschusses erfolgt also auch außerhalb der Schilddrüse, sofern der Organismus *Dijodtyrosin* oder ähnliche Stoffe zur Verfügung stellt. — Wie das *Schilddrüsenhormon* besitzt *Dijodtyrosin* eine typ. Nachwrgk. — Ihm ähnlich wirken die *Dijodtyrosin* enthaltenden säurelöslichen Hydrolyseprod. der Schilddrüse. — Die Leber der Ratte verliert ihr A-Vitamin schwerer als die des Meerschweinchens. Bei vitaminreicher Kost vermag die Rattenleber sogar trotz starker Hyperthyreoidisierung A-Vitamin zu speichern. — Eine antithyreoidale Nahrung muß demnach prophylakt. u. zwecks Abwehr der Schädigungen den Geh. der Leber an A-Vitamin erhöhen. (Z. ges. exp. Med. 90. 489—501. 22/9. 1933. Bern, Physiol. Inst.) F. MÜLLER.

George M. Curtis, Chester B. Davis und Francis J. Phillips, *Die Bedeutung des Jodgehalts des menschlichen Blutes*. J-Best.: Blut oder Urin werden mit KOH im Ni-Tiegel verascht, bei einer sorgfältig beachteten optimalen Temp. (nicht angegeben), Rückstand mit W. extrahiert, zur Trockne gebracht, Rückstand mit 95% A. extrahiert, A. abgedampft, Rückstand in W. gel., auf richtiges pH eingestellt, mit Cl-W. oxydiert ($J' \rightarrow JO_3'$), überschüssiges Cl abgedampft u. KJ zugefügt. Mit $\frac{1}{1000}$ -n. $Na_2S_2O_3$ wird das freigemachte J bestimmt. Die Methode ist zu diffizil, um in n. Laboratoriumsbetrieb brauchbar zu sein. — Normaler Blut-J-Geh. (Chicago): 12 γ pro 100 ccm; Erhöhung bei Menstruation u. im Beginn der Schwangerschaft, ebenso bei Genuß von „jodiertem Salz“. — Bei exophthalm. Kropf fanden Vf. 27,1 γ /100 ccm (16,9—40,1 γ). Es konnte keine direkte Beziehung zwischen der Erhöhung des Blut-J-Spiegels u. dem erhöhten Grundumsatz gefunden werden. Zufuhr von J-Salzen kann zum 600 γ /100 ccm führen. Nach Thyreodectomie erfolgt sofort ein Sturz des J-Geh., wenn sie richtig ausgeführt wurde; wenn nicht, dann erfolgte die Abnahme nicht entsprechend. — Bei induzierter Hyperthyreodämie (Gabe von Schilddrüse) steigt der Blut-J-Geh. sofort an u. hört mit Beendigung der Verabreichung sofort auf. — Patienten mit nichttox. Kropf zeigten hohen n., mit Hypothyreodismus subnormalen Blut-J-Geh., in letzterem Fall durch Schilddrüsengaben sofort ansteigend. — Urin-

J-Ausscheidung pro Tag ist 25—75 γ u. Fall u. Anstieg korrespondiert mit dem Blut-J-Spiegel. (J. Amer. med. Ass. 101. 901—05. 16/9. 1933. Univ. of Chicago, Dep. of Surgery and Ohio State Univ.)

REUTER.

H. Bohn und F. Hahn, Untersuchungen zum Mechanismus des blassen Hochdrucks. VII. Über das wahre und falsche Kreatin und Kreatinin des Blutes. Die Erniedrigung des Blutkreatinspiegels beim blassen Hochdruck. Die Kreatinbestimmungsmethoden, die auf einer Erhitzung des Serums im Autoklaven beruhen, geben 4 bis 5-fach zu hohe Werte, da bei diesen hohen Tempp. Pseudokreatinine entstehen, die mitbestimmt werden. Richtige Werte erhält man, wenn die Umsetzung bei 37° während 24 Stdn. vollzogen wird. Normalerweise beträgt der Kreatinspiegel des Blutes 0,5 bis 0,8 mg-%. Beim roten Hochdruck ist der Kreatinspiegel etwas erhöht, beim blassen Hochdruck erheblich vermindert u. beim blassen Hochdruck u. Niereninsuffizienz ist wahres Kreatin nicht mehr in meßbarer Menge im Blut vorhanden. — Es gelang nicht, aus Serum von 1 l Blut die geringste Menge Kreatininipikrat zu erhalten; gegenüber Natronlauge u. Erhitzen verhält sich die im Blut vorhandene als „Kreatinin“ bezeichnete Substanz anders als Kreatinin. Wahres Kreatinin ist normalerweise nicht in meßbarer Weise im Blute vorhanden. Bei Urämie tritt Kreatinin gelegentlich in großer Menge im Blut auf. (Z. klin. Med. 125. 458—74. 23/10. 1933. Frankfurt a. M., Med. Univ. Klin.)

WADEHN.

David L. Drabkin und C. Stanley Waggoner, Hämoglobinerhaltung und -bildung bei synthetischer Diät, sowie Modifikationen der Äthylxanthat- und Biazzo-Methode der Kupferanalyse. I. Unterss. über die Möglichkeit der Erhaltung des n. Hämoglobinspiegels bei Hunden u. Ratten bei KARR-COWGILL (J. biol. Chemistry 44 [1920]. 255) in Kombination mit CuSO₄. Auf Grund der Resultate wird die Spezifität des Cu für die Hämoglobinldg. angezweifelt. Hinweis auf Ungenauigkeiten der K-Äthylxanthat- u. BIAZZO-Methode der Cu-Best. (J. biol. Chemistry 89. 51—75. Philadelphia, Univ. Pennsylvania.)

SCHÖNFELD.

David L. Drabkin und H. K. Miller, Hämoglobinbildung. II. Heilung der durch Milchernährung entstandenen Anämie durch Zufuhr von Aminosäuren. Die bei Ratten durch eine eisenarme, reine Milchdiät entstehende Anämie kann durch Zufütterung einiger Aminosäuren behoben werden; die geringfügige Fe-Menge, die die Aminosäuren stets enthalten, kann nicht die Ursache der Heilung der Anämie sein; Cu war in den zugefütterten Aminosäuren nicht nachweisbar. — Besonders wirksam waren Arginin, Glutaminsäure; sie bewirkten eine fortdauernde, kontinuierlich fortschreitende Besserung. Tryptophan, Pyrrolidincarbonsäure, asparaginsäures Na sowie ein Prolingemisch verursachten eine vorübergehende Besserung. Alanin, Alaninhydrochlorid, Histidinhydrochlorid sowie HCl-Zufuhr an sich waren wirkungslos. Es wird angenommen, daß diese Aminosäuren bei der Bldg. des Pyrrolkerns des Hämoglobins von Bedeutung sind. (J. biol. Chemistry 90. 531. Philadelphia, Univ. of Pennsylvania, Dep. of Physiol. Chem., School of Med.)

H. WOLFF.

David L. Drabkin und H. K. Miller, Hämoglobinbildung. III. Besserung der durch Milchernährung verursachten Anämie durch Zufütterung von Aminosäuren und verwandten Verbindungen. Bei Ratten, die durch Milchernährung anäm. geworden waren, bewirkte Zufütterung von Bernsteinsäure u. Succinimid einen Anstieg des Hämoglobins; Zufütterung von Leucin, Cystin, Glycin, α -Aminovaleriansäure u. Glutarsäure war wirkungslos. — Gekochte Milch wirkt in gleicher Weise anämisierend wie rohe Milch. Zufuhr geringer Eisenmengen verzögert den Eintritt der Anämie, ist aber bei schon bestehender Anämie wirkungslos. Glutaminsäures Na steigert auch bei Abwesenheit von Eisen die Resistenz gegen die anämisierende Wrkg. der Kuhmilch. (J. biol. Chemistry 93. 39—47. Philadelphia, Univ. of Pennsylvania, Dep. of Physiol. Chem.)

H. WOLFF.

Kinzo Simidu, Über die Sauerstoffzehrung von anämischem Blut. Die asept. entnommenen Erythrocyten des Kaninchens verbrauchen nach Waschung mit Ringerlsg. extra corpus bei 38° bekanntlich nennenswert O₂. Diese O₂-Zehrung ist größer im anäm. Blut mit Hämoglobingeh. von 32—40%. — Die Zehrung ist genau gleich groß nach Hämolyse. (Beobachtungsdauer 5 Stdn., Kontrolle auf abs. Asepsis.) — Das Plasma oder Serum enthielt kein Cystin oder Cystein, dagegen die Erythrocyten. Nach Aderlaß oder Phenylhydrazin sind Cystin u. Cystein im anäm. Blut recht beträchtlich vermehrt. (Enteiweißung mit Trichloressigsäure, dann Jodtitration nach OKUDA.) — Die O₂-Zehrung im n. wie im anäm. Blut läßt sich durch die Ggw. von Glutathion, d. h.

von S-haltigen Gruppen, befriedigend erklären. (Japan. J. med. Sci. II. Biochemistry 1. 267—81. 1932. Fukuoka, Kynshu Imp. Univ., Physiol. Inst. [Orig.: engl.] F. MÜ.

L. Cerza, *Über die therapeutische Wirksamkeit des Kupfers bei Anämie im Kindesalter*. Bei 24 Fällen von Anämie verschiedenen Ursprungs bei Säuglingen konnte Vf. durch Injektionen von 1—4 mg CuSO₄ täglich eine rasche Besserung des Blutbildes u. des Hb-Spiegels erzielen, unabhängig von einer etwa gleichzeitigen Fe-Medikation. (Pediatria 41. 129—42. 1933. Neapel, Univ., Kinderklin.) GEHRKE.

Theodor Wedekind, *Fibrinogenbildung und Blutgerinnung*. Vf. stellte durch Verss. fest, daß *Fibrinogen* im Blute entstehen kann u. wahrscheinlich nicht im akt. Mesenchym gebildet wird. Der Zusatz gewisser kolloidaler Substanzen, wie Kongorot, zum Blut kann eine Vermehrung bzw. Neubldg. des Fibrinogens hervorrufen, wohl durch Änderung der Oberflächenspannung seiner Vorstufen. Diese Substanzen können durch Verkürzung der Blutgerinnungszeit eine beschleunigte Blutstillung bei Blutungen bedingen. Das *Kongorot* kann demnach als ein kausal wirkendes Hämostyptikum betrachtet werden. (Klin. Wschr. 12. 103—05. 1933. Köln, Univ., Medizin. Klinik.) FRANK.

Béla Zemplén, *Cuprokollargol, Elektrokollargol und Blutglykolyse*. Zusatz von Cuprokollargol verzögert im Reagensglase die Blutgerinnung, während Elektrokollargol unter gleichen Versuchsbedingungen die Blutgerinnung beschleunigt. In jedem Falle tritt die Gerinnung parallel mit der Glykolyse ein, wobei Zucker vermindert wird, Milchsäure zunimmt. Die beiden kolloidalen Metallsgg. üben ihre Wrkg. auf die Gerinnung wohl auf dem Umweg über Hemmung bzw. Förderung der Glykolyse aus. (Z. ges. exp. Med. 88. 92—95. 22/4. 1933. Budapest, II. Med. Klin.) SCHNITZER.

Bansi, *Die Aufgaben des Blutes im Ernährungsvorgang*. Zusammenfassende Übersicht. (Z. Volksernähr. Diätkost 8. 146—48. 1933.) SCHWAIBOLD.

H. C. Sherman, *Ein Jahrhundert des Fortschrittes in der Chemie der Ernährung*. Übersichtsbericht. (Sci. Monthly 37. 442—47. Nov. 1933. Columbia Univ.) SCHWAIB.

Peter P. T. Sah und **Shang Yuan Hsiung**, *Untersuchungen über chinesische Citrusfrüchte*. II. *Analyse des essbaren Anteils von Fu Chü (chinesische Tangerine)*. (I. vgl. C. 1933. II. 568.) Angaben über W.-Geh., Trockensubstanz, SZ., reduzierenden Zucker, Gesamtzucker, Proteine. Während Fermentierung wird sowohl A. als auch organ. Säure gebildet. Auf Grund des Anstiegens der SZ. bei der Fermentierung wird angenommen, daß Vitamin bei diesem Prozeß nicht zerstört wird. (J. Chin. Chem. Soc. 1. 96—99. Aug. 1933. Tsing Hua Univ., Lab. Organ. Chem.) SCHWAIBOLD.

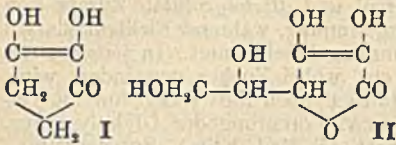
William H. Adolph und **Pao-Chun Whang**, *Las Jod in der Nahrung an der Küste von Mittel-China*. (Vgl. C. 1931. I. 958.) In der Gegend von Shanghai enthielt Kohl am meisten Jod unter den Gemüsen. Unter den Meerespflanzen, die alle reichlich Jod enthalten, hatten Laminarien den höchsten Geh. (0,024% in der Trockensubstanz). Rohes Seesalz enthielt ein mehrfaches an Jod als gereinigtes Seesalz. Die mittlere Jodaufnahme in der genannten Gegend, die kropffrei erscheint, beträgt 32—66 γ täglich. Salz oder Nahrung, die aus dem Meer stammt, spielt bei dieser Zufuhr nur eine untergeordnete Rolle. (Chin. J. Physiol. 6. 345—52. 1932. Peiping, Univ., Dep. Chem. [Orig.: engl.]) SCHWAIBOLD.

May L. Whitsitt, *Der Vitamin B (B₁) und G (B₂)-Gehalt von Baumwollsaamenprodukten*. Bei Prüfung auf Grund von Rattenwachstum ist Baumwollsaamenmehl eine reiche Quelle für Vitamin B (B₁) u. eine gute für G (B₂), wenn auch reicher an ersterem. Baumwollsaatöl enthält kein Vitamin B (B₁) oder G (B₂). Die Samenschalen sind ebenso reich an Vitamin G (B₂) wie das Mehl, enthalten aber keine nachweisbaren Mengen B (B₁). Bei Fütterung einer zu kleinen Menge Baumwollsaatmehl als Schutz gegen Polyneuritis zusammen mit Baumwollsaamenschalenauszug u. Vitamin B (B₁)-freier Diät findet man eine viel weniger rasche Gewichtsabnahme u. viel längere Lebensdauer als bei der gleichen Nahrung ohne Schalenauszug. Dabei leiden die Tiere beider Gruppen an Polyneuritis. Hieraus folgt, daß die Schalen einen dritten Faktor des Vitamin-B-Komplexes enthalten müssen. (Ind. Engng. Chem. 25. 1169—71. Okt. 1933. Dallas, Tex., Southern Methodist Univ.) GROSZFELD.

V. Demole, *Vitamin C und Ascorbinsäure*. In Verss. an Meerschweinchen wurde die Heilwrkg. von verschiedenen Präparaten festgestellt: 1. einer wl. Spitzenfraktion, die durch 5-maliges Umkrystallisieren von Ascorbinsäure aus Methylalkohol erhalten worden war, 2. mehrfach umkrystallisiertes ascorbinsaures Natrium, 3. das reversible Oxydationsprod. der Ascorbinsäure (Dehydroascorbinsäure), 4. die aus dem Dehydroprod. regenerierte Ascorbinsäure. Alle diese Präparate waren prophylakt. u. kurativ

wirksam in Dosen von etwa 1 mg täglich. Präparat 1 war nicht weniger wirksam als nur 1—2-mal umkrystallisierte Ascorbinsäure oder ascorbinsaures Natrium. Dehydroascorbinsäure schien etwas weniger wirksam als die übrigen Präparate. Mit H₂S behandelte Citronensaft war ebenso wirksam wie der unbehandelte. Ein Präparat von Methylornarcotin hatte keine antiskorbut. Wrkg. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 217. 83—88. 1933. Basel, Hoffmann-La Roche, Pharmakol. Labor.) SCHWABOLD.

T. Reichstein und R. Oppenauer, *Reduktinsäure, ein stark reduzierendes Abbauprodukt aus Kohlehydraten*. Die abnorm hohe Red.-Kraft von Legg., die durch Säureeinw. auf Kohlenhydrate erhalten sind (vgl. EHRlich u. SCRUBERT, C. 1929. II. 2670), ist auf die Ggw. einer Verb. C₆H₈O₃ zurückführbar, die Vf. *Reduktinsäure* nennen. Sie ähnelt in allen chem. Rkk. der Ascorbinsäure zum Verwechseln, ist aber physiol. unwirksam. Sie ist ident. mit einer von THERFELDER (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 11 [1887]. 406) aus Glucuronsäure u. von HEUSER u. SCHERER (C. 1923. I. 1489) aus Xylan erhaltenen Verb. — Die Oxydation mit Kaliumpermanganat gibt reichlich *Bernsteinsäure*. Hieraus u. aus der opt. Inaktivität ist mit großer Wahrscheinlichkeit auf die Formel I eines *Cyclopenten-(2)-diol-(2,3)-ons-(1)* zu schließen. Die weitgehende Analogie mit Ascorbinsäure II (vgl. HIRST, C. 1933. I. 3732) spricht für die Annahme; I u. II stehen im gleichen Verhältnis zueinander wie Acetylaceton u. Acetessigester. — Der Rk.-Mechanismus ist noch unklar. Vf. weisen auf die Bldg. von Furfurol aus Glucuron- u. Galakturonsäure

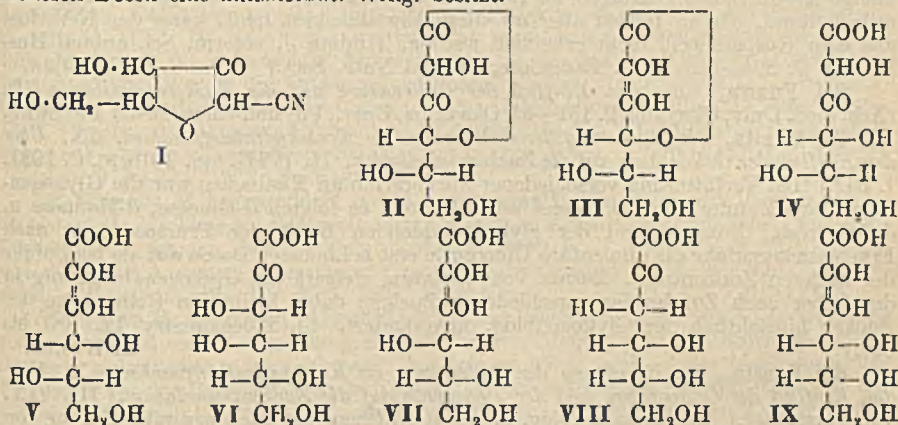


hin, auf welcher Rk. 1 Mol. W. mehr abgespalten wird.

Versuche. Reduktinsäure. Die Darst. erfolgt am besten aus „Tetragalakturonsäure a“, die mit der fünffachen Menge 5%ig. H₂SO₄ 1½ Stdn. auf 150° erhitzt wird. Die h. filtrierte Lsg. wird mit Baryt gefällt u. verdampft. Der Rückstand wird in A. mit Ä. gefällt, das Filtrat verdampft u. mit Aceton verrieben. Gelbliche Krystalle vom F. 213—213,5° (korr.) unter Zers. Ll. in W., A. u. CH₃OH, l. in Ä., Essigester, Aceton, fast unl. in Bzl. u. Bzn. Die wss. Lsg. ist schwach kongosauer. Das *Bleisalz* ist in W. wl. — 4 weitere Vorschriften aus anderen Ausgangsmaterialien. — *Furfurolbildung*. Reduktinsäure wird mit 12%ig. HCl dest. Im Destillat Furfurolrk. — *Oxydation mit Permanganat*. In alk. Lsg. bei Zimmertemp. Isoliert wird *Bernsteinsäure*. — *Reversible Oxydation*. Die mit Jod oxydierte wss. Lsg. liefert nach Behandlung mit H₂S 60% der angewandten Reduktinsäure zurück. — *Monomethyläther*, C₆H₈O₃. In methylalkoh. Lsg. mit Diazomethan. Farblose Nadeln aus Bzl. vom F. 138° (korr.). Verbraucht kein Jod. — *Dimethyläther*, C₇H₁₀O₃. Farbloses Öl vom Kp₁₂ 120°. Ll. in organ. Lösungsmm. (außer PAe.) u. W. — *Einwirkung von Phenylhydrazin*. Bei Raumtemp. scheiden sich aus essigsaurer Lsg. orangefarbene Blättchen ab, aus Butylalkohol umgel. braunrote Nadeln vom F. 247,5—248,5°. Zus. ist noch unsicher. — *Natriumsalz*, C₆H₈O₃Na. Aus alkoh. Lsg. von Reduktinsäure mit Na-Äthylat. Farblose Krystalle aus W. + A. (Helv. chim. Acta 16. 988—98. 2/10. 1933. Zürich, Techn. Hochschule.) ERLBACH.

T. Reichstein, A. Grüssner und R. Oppenauer, *Synthese der d- und l-Ascorbinsäure (C-Vitamin)*. (Vgl. auch C. 1933. II. 2418.) Gegen die von HAWORTH (C. 1933. II. 1208) bzgl. des hypothet. Zwischenprod. I (vgl. C. 1933. II. 409) geäußerten Bedenken machen Vf. geltend, daß die hier neu entstehende Endiolgruppierung genügend neuartige u. nicht ohne weiteres aus der Formel ablesbare Eigg. zeigt, um die Annahme zu rechtfertigen, daß hier ein Anhydroring bestehen bleiben kann, der bei einfachen Zuckern gel. wird. Vf. schließen sich jedoch der von HAWORTH (l. c.) vorgeschlagenen Formulierung an. Auf Grund der großen Ähnlichkeit von *Ascorbinsäure* mit *Reduktinsäure* (vgl. vorst. Ref.), für die eine Formel mit freier COOH-Gruppe nicht in Betracht kommt, u. anderer Tatsachen scheint die HIRSTSche Formel (C. 1933. I. 3732) der beste Ausdruck für Ascorbinsäure zu sein. Die Synthese kann keinen Beweis für die Lage der Anhydrobrücke liefern, sie ist sowohl mit der Formel von MICHEEL, als auch mit der von HIRST zu vereinbaren; nur auf Grund des Abbaus geben Vf. letzterer den Vorzug. Der krystallisierten Säure kommt die Formel III zu, in wss. Lsg. dürfte sich ein Gleichgewicht mit II, vielleicht auch mit IV u. V einstellen. — Die *2-Ketogalactonsäure* VI von KITASATO u. NEUBERG (C. 1929. II. 859) müßte, wenn sie sich enolisiert, in d-Ascorbinsäure übergehen (Hydratform VII), die *d-2-Ketogluconsäure* VIII (OHLE, C. 1930. I. 3768) in ein Isomeres der Ascorbinsäure IX. Diese Übergänge voll-

ziehen sich in neutraler oder saurer Lsg. nicht, somit besteht kein Gleichgewicht zwischen der 2-Keto- u. 3-Ketoreihe; nur die letztere enolisiert sich freiwillig. Bei Vers., die Enolisierung von VI durch alkal. Mittel zu erreichen, um so zur Ascorbinsäure zu gelangen, entstanden geringe Mengen reduzierender Substanz, die nicht weiter aufgearbeitet werden. Dagegen ist es OHLE (Angew. Chem. 46 [1933]. 399) bei Estern von VIII gelungen, diese Rk. besser durchzuführen. Der Schluß, daß der natürlichen Ascorbinsäure d-Konfiguration zukommt (vgl. OHLE, l. c.) ist sicherlich abzulehnen, da er sowohl mit den Abbauverss., als auch mit der konfigurativ eindeutig verlaufenden Synthese unvereinbar ist. Ist die Identität der nach Alkalibehandlung gewonnenen Osazone (oder Diphenylhydrazone) von IX u. von l-Ascorbinsäure (II, III bzw. IV, V) richtig, so folgt daraus, daß bei dieser Rk. das Asymmetriezentrum am C₃ zerstört, oder in einem Falle umgelagert wird; es bleibt nur noch das Asymmetriezentrum am C₁, das in IX u. IV, V ident. ist. — Vff. erhielten einen Körper aus l-Arabinose + HCN (1-3-Ketoerythrohexonsäureanhydrid), der mit dem opt. Antipoden der d-Glucosaccharonsäure ident. sein muß. Auch das Isomere aus d-Arabinose, sowie höhere u. niedrigere Homologe sind in Arbeit. Nach Vff. sind Rkk. derartiger Verb. in alkal. Medium nur mit großer Vorsicht für Schlußfolgerungen zu verwenden. — Die synthet. l-Ascorbinsäure ist am Meerschweinchen ebenso wirksam, wie die natürliche. Die d-Form besitzt keine deutliche Wrkg., selbst wenn 4-mal größere Dosen als bei der l-Form verfüttert wurden. Doch ist nicht ausgeschlossen, daß die d-Form in wesentlich höheren Dosen eine antiskorbut. Wrkg. besitzt.



Versuche. d-Xyloson, durch Spaltung des entsprechenden Phenylsazons mit Benzaldehyd. 20 g d-Xyloson (F. 160—161,5° korr.) in 2 l h. W. aufgeschwemmt, wurden mit 400 ccm A., 32 ccm Benzaldehyd u. 20 ccm Eg. unter heftigem Umrühren gekocht, unter Rühren erkalten gelassen, 5-mal mit Ae. ausgeschüttelt, Lsg. im Vakuum auf ca. 1 l eingengt u. mit Blutkohle aufgehellt. Das Filtrat zur Trockne eingedampft u. im Hochvakuum bei 60—70° getrocknet, stellt eine schaumige M. dar, klar l. in W. Darst. aus Xylose mit H₂O₂ in Ggw. von FeSO₄ nach MORRELL u. CROFTS (J. chem. Soc. London 83 [1907]. 1285) ist einfacher. Abtrennung von unverändertem Zucker durch Behandlung mit Pb-Acetat in alkoh. Lsg., wobei die Osone weitgehend als Pb-Salze niedergeschlagen werden. Das aus dem Pb-Salz mit H₂SO₄ freigemachte Osone ist für die Weiterverarbeitung genügend rein. — d-Ascorbinsäure, C₆H₈O₆; HCN-Anlagerungsgeschwindigkeit an das Osone ist etwa von derselben Größenordnung, wie bei gewöhnlichen Zuckern; geringe Mengen alkal. wirkender Zusätze wirken katalyt. Die für aliph. α-Dicarbonylverb. langsame Anlagerung deutet darauf hin, daß beide CO-Gruppen weitgehend lactolisiert sind. D a r s t.: 1,9 g rohes d-Xyloson in 19 ccm mit N₂ ausgekochtem u. im N₂-Strom auf 0° abgekühltem, dest. W. gel., wurden mit 1 ccm wasserfreier HCN + 38 mg KCN versetzt, unter N₂ eingeschmolzen, 6 Tage bei 20° (bzw. 2 Tage bei 36—40°) stehen gelassen, mit 2,3 ccm konz. HCl versetzt u. bei 40° so lange CO₂ durchgeleitet, bis HCN vertrieben war, wieder zugeschmolzen u. 4 Tage auf 55° erwärmt. Die folgenden Operationen wurden unter CO₂ ausgeführt. Die abgekühlte, filtrierte Lsg. wurde unter Zusatz von 1 ccm Butylalkohol zur Trockne verdampft, der Rückstand mit absol. A. aufgenommen u. die Lsg. mit frisch dest. Ä.

versetzt. Die entstehende Fällung wurde so lange mit A. u. Ä. behandelt, bis sie nur noch geringe Mengen reduzierender Substanz enthielt, die Ä.-A.-Lsg. zur Trockne eingedampft u. im Hochvakuum auf 60° erwärmt, um die flüchtigen Verunreinigungen (besonders HCl) zu entfernen. Weitere Reinigung über das Pb-Salz; *d*-Ascorbinsäure bildet weiße oder schwach gelbliche Krystalle, F. 187—189°, korr. (Zers.), $[\alpha]_D^{23} = -48,3^\circ$ (Methanol). Mit natürlicher Ascorbinsäure Misch-F. 165°. Mit besserer Ausbeute verläuft die Reinigung über das *Brucinsalz*, C₂₉H₃₄O₁₀N₂, aus W. auf Ä.-Zusatz, F. 209°, korr. $[\alpha]_D^{23} = \text{ca. } -80^\circ$ (W.). — *l*-Ascorbinsäure analog aus *l*-Xyloson; gelbstichig weiße Krystallblättchen, F. 187—189°, korr. (Zers.), $[\alpha]_D^{23} = +48^\circ$ (CH₃OH). *d*-Zuckerlactonsäure, aus Essigester, F. 85—90°, enthält 1 Mol. Krystallwasser. — *l*-Gulonsäurelacton, F. 185—187°, korr. (geringe Zers.); — *d*-Galakturonsäure, als Hydrat der α -Form aus W. mkr. Nadelchen, F. 110—112°. — *l*-Gulonsäureamid, F. 124,5 bis 125,5°, korr. (Helv. chim. Acta 16. 1019—33. 2/10. 1933. Zürich. Eidg. Techn. Hochschule.)

CORTE.

Friedrich Müller. *Die Entwicklung der Stoffwechsellhre und die Münchener Schule.* Festrede, gehalten am 28. Oktober 1933, anlässlich der Hundertjahrfeier des Münchener Ärztlichen Vereins. (Münch. med. Wschr. 80. 1656—65. 27/10. 1933. München.) Fk.

F. J. Warth und N. C. Das Gupta, *Ein Versuch, um den Einfluß der Hippursäureausscheidung auf die Stickstoffbilanz festzustellen.* Beim Ochsen wird die N-Bilanz deutlich durch die Hippursäureausscheidung beeinflusst. Wenn eine ausreichende Menge eiweißreichen Beifutters zu Heu oder Stroh gegeben wurde, war dieser Einfluß unbedeutend. Da in Indien aber oft diese Eiweißbeikost fehlt, kann der N-Verlust aus dem Körpereiß recht erheblich werden. (Indian J. veterin. Sci. animal Husbandry 2. 294—300. 1932. Bangalore, Animal Nutr. Sect.) F. MÜLLER.

Sei Fuzita, *Über den Einfluß der Gallensäure auf die Zuckerassimilation (I).* (Arb. med. Univ. Okayama 2. 151—64. Okayama, Univ., Physiol.-chem. Inst.) PFLÜCKE.

Sei Fuzita, *Die Bedeutung der Gallensäure im Kohlehydratstoffwechsel. IX. Über den Einfluß der Gallensäure auf die Zuckerassimilation. II.* (VIII. vgl. TSUJIC, C. 1931. I. 642.) Bei Verfütterung verschiedener Zuckerarten an Kaninchen war die Glykogenbildung nach Zufuhr von *d*-Fructose am stärksten, es folgten *d*-Glucose, *d*-Mannose u. *d*-Galactose. Entsprechend der glykogenbildenden Kraft der Fructose tritt nach Fruchtzuckerzufuhr die alimentäre Glucosurie erst bei höheren Dosen auf als bei Zufuhr der anderen Zuckerarten. Zusatz von Cholsäure steigert die Glykogenablagerung in der Leber nach Zufuhr der verschiedenen Zucker; dabei bleibt die Reihenfolge der Zucker hinsichtlich der Glykogenbildung unverändert. (J. Biochemistry 12. 383 bis 391.) H. WOLFF.

Sei Fuzita, *Die Bedeutung der Gallensäure im Kohlehydratstoffwechsel. X. Über den Einfluß der Gallensäure und der Phosphate auf die Zuckerassimilation. III.* (IX. vgl. vorst. Ref.) Die Glykogenbildung in der Kaninchenleber nach peroraler Zufuhr von Fructose wird durch Zusatz von sek. Natriumphosphat (0,5 g pro kg Körpergewicht) gefördert, durch Zusatz von Cholsäure weiter gesteigert, nach Zufuhr von Glucose, Mannose u. Galaktose bewirkt der Zusatz von Natriumphosphat (in gleicher Menge) mit u. ohne Cholsäure eine Hemmung der Glykogenbildung; auch die an sich die Glykogenbildung fördernde Wrkg. der Cholsäure bei Zufuhr dieser letzteren Zucker wird durch Phosphatzusatz aufgehoben. Es wird angenommen, daß die Cholsäure durch Steigerung des Nucleinstoffwechsels Phosphat freimacht, so daß Cholsäurezusatz dem Phosphatzusatz gleichzusetzen wäre. Durch die Phosphatmenge wird die aktuelle Rk. bedingt; diese spielt bei der Glykogenbildung eine wichtige Rolle u. hat bei den verschiedenen Zuckern ein verschiedenes Optimum, wodurch das verschiedene Verh. der einzelnen Zucker erklärt wird. (J. Biochemistry 13. 219—36. Okayama, Physiol.-chem. Inst.) H. WOLFF.

Ziro Uraki, *Bedeutung der Gallensäure im Kohlehydratstoffwechsel. XI. Über den Einfluß der Gallensäure auf die Synthese und Spaltung der Hexosephosphorsäure in der Leber, der Niere und im Muskel.* (X. vgl. vorst. Ref.) Zusatz von Cholsäure fördert die Phosphorylierung der Fructose durch Phosphatase in Leber, Niere u. Muskel. NaCl hemmt den Syntheseprozess. Vermehrung des p_H im Puffer mit u. ohne Cholsäurezusatz fördert die Phosphorylierung; es wird angenommen, daß die Wrkg. der Cholsäure entweder auf Umwandlung des Zuckers in eine reaktionsfähige Form oder auf Verschiebung der aktuellen Rk. des Mediums beruht. Auf die Spaltung der Fructosediphosphorsäure u. Fructosemonophosphorsäure in Leber, Niere u. Muskel wirkt Cholsäurezusatz hemmend ein; aus der

verschieden starken Hemmungswrkg. der Cholsäure bei Anwendung von Fructosemonophosphorsäure u. Fructosediphosphorsäure einerseits, von Nieren- oder Leber- u. Muskelgewebe andererseits wird geschlossen, daß normalerweise in der Leber u. im Muskel die synthet. Vorgänge, in der Niere der Spaltungsvorgang (mit Bldg. der anorgan. Harnphosphate) im Vordergrund stehen. (J. Biochemistry 14. 123—44. Okayama, Physiol.-chem. Inst.) H. WOLFF.

Toshio Miki, *Bedeutung der Gallensäure im Kohlehydratstoffwechsel. XII. Glykogenbildung der Leber durch Gallensäure und das vegetative Nervensystem.* (XI. vgl. vorst. Ref.) (J. Biochemistry 15. 167—79. 1932. Okayama, Univ., Physiol.-chem. Inst.) SIMON.

Kanzi Fuziwaru, *Bedeutung der Gallensäure im Kohlehydratstoffwechsel. XIII. Glykogenbildung der Leber durch Gallensäure und innersekretorische Hormone.* (XII. vgl. vorst. Ref.) (J. Biochemistry 15. 181—92. 1932. Okayama, Univ., Physiol.-chem. Inst.) SIMON.

Barbara Elizabeth Holmes, *Stoffwechsel von Gewebekulturen. V. Wirkung von Radium auf den Stoffwechsel von Kulturen von embryonalem Nierengewebe.* (IV. vgl. C. 1931. II. 2031.) Durch Radium-Bestrahlung (300 mg Radium 14 Stdn. in 0,5 cm Entfernung) wird der Kohlehydratverbrauch von Kulturen embryonalen Nierengewebes um 40 bis 50% gehemmt, während Eiweißabbau u. die Flächenvergrößerung nicht beeinflusst wurde. (Biochemical J. 27. 391—96. 1933. Cambridge, Biochem. Lab.) KREBS.

I. Zadek, *Tierexperimentelle Ergebnisse mit dem zur Behandlung der Leukämie verwendeten Radiothorium. II. (Reinjektionen, Kombinationen mit Röntgenstrahlen.)* (I. vgl. C. 1932. II. 1802.) Bei wiederholter parenteraler Einverleibung von Rd Th kumuliert sich die verabfolgte Strahlenquantität zu den noch im Tierkörper vorhandenen, vor allem in den Organen des Blutstoffwechsels fixierten Rd Th- bzw. Th X-Intensitäten, so daß durch Überschreiten der Toleranzgrenze subakute oder chron. Th X-Vergiftungen zustande kommen. Kombinierte Rd Th-Röntgenstrahlenanwendung hat abnorme, kumulierte Strahlenwrkgg. zur Folge. (Folia haematol. 48. 210 bis 230. 279—302. 1932. Neukölln-Berlin.) GRIMME.

R. Glocker, H. Langendorff und M. Langendorff, *Gibt es eine obere Dosisgrenze für die biologische Wirkung der Röntgenstrahlen? Verss. an Axolotliern, bei denen sehr hohe Dosen in sehr kurzen Zeiten erteilt werden konnten (z. B. 600000 r in 10 Minuten), widerlegen die Annahme einer oberen Grenze für die effektive Größe der biol. Röntgendosis.* (Naturwiss. 21. 316. 28/4. 1933. Stuttgart.) LESZYNSKI.

Hamilton H. Anderson, Alfred C. Reed und George A. Emerson, *Die Giftigkeit von α -Dinitrophenol.* Beschreibung eines Falles von Allergie gegen α -Dinitrophenol (I), der mit „qualitativer Idiosynkrasie“ bezeichnet wird, nach oraler Aufnahme von 39,3 mg I pro kg innerhalb von 14 Tagen. Die Symptome sind nicht dieselben, wie sie bei Aufnahme kleiner Mengen aufzutreten pflegen, entsprechend den Wrkgg. großer. (J. Amer. med. Ass. 101. 1053—55. 31/9. 1933. Lab. von A. C. REED and Pharmacol. Lab., Univ of California Med. School.) REUTER.

Walter Brandt, *Die biologischen Grundlagen der Salicylwirkung (Rheumyl) auf die Haut.* Verss. an Kaninchen, denen einzelne Stellen der Haut mit SrS enthaart worden waren. Nach Einreibung dieser Stellen mit einem Salicylpräparat (Rheumyl) konnte in dem Harn der Tiere das Auftreten der Hauptmenge der Salicylsäure nach 8 Stdn. beobachtet werden. Der verschiedene Resorptionsgrad der Salicylsäure bzw. ihrer Ester bei den verschiedenen Handelspräparaten erfordert bei jedem einzelnen Präparat besondere therapeut. Vorschriften. (Med. Klinik 29. 1523—24. 3/11. 1933. Köln, Anthropolog. Inst.) FRANK.

Charles Shookhoff und D. Leonard Lieberman, *Überempfindlichkeit gegen Acetylsalicylsäure unter den Erscheinungen der Angina pectoris mit und ohne Urticaria.* Bericht über 3 Fälle, die auf jede Zuführung von Acetylsalicylsäure mit Anfällen von Angina pectoris, z. T. auch mit Urticaria, reagierten. Die Herzstörungen waren elektrokardiograph. nachweisbar u. konnten durch Adrenalin günstig beeinflusst werden. (J. Allergy 4. 506—12. Sept. 1933. Brooklyn, Jewish Hosp.) SCHNITZER.

Grumme, *Barbitursäure und Rheum.* Barbitursäure u. Rheum beeinflussen sich gegenseitig. Die abführende Wrkg. des Rhabarbers wird geringer, die herzscheidende Wrkg. der Barbitursäure verstärkt. (Med. Welt 7. 1574—75. 4/11. 1933. Fohrde.) FK.

Aaron Brown, *Glycerinhaltige Pollenextrakte zur Behandlung von Heufieber.* Klin. Verss. mit ragweed-Pollen. Die mit 50% Glycerin versetzten Extrakte, die als besonderen Vorzug die Keimfreiheit, die Haltbarkeit sowie eine günstige langsame

Resorption haben, sind zur Behandlung des Heufiebers sehr geeignet, zur Diagnostik sind aber die rein wss. Extrakte besser. Die Reizwrgk. ist geringfügig. (J. Allergy 4. 468—72. Sept. 1933. New York.)
SCHNITZER.

Eis, Evipan-Natriumrausch und Avertinnarkose, eine ideale gegenseitige Ergänzung. Mit *Evipan-Natrium* wurden fast durchweg günstige Erfolge erzielt, es konnten nur ganz vereinzelt Versager beobachtet werden. (Dtsch. med. Wschr. 59. 684—86. 1933. Bonn, St. Marien-Hospital.)
FRANK.

S. E. Birdsall, Soneryl-Na als Basisnarkotikum. Bericht über 150 Fälle. *Soneryl-Na* (das Na-Salz der *Butyläthylbarbitursäure*) bewährte sich bei oraler Zufuhr in Gaben von 0,6 bis 0,9 g als brauchbares Basisnarkotikum; in 10% der Fälle wurden Unruhezustände nach Beendigung der Narkose beobachtet. (Brit. med. J. 1933. I. 871—72. 1933.)
H. WOLFF.

Josef Fröhlich, Veramon und seine Verwendung als Analgetikum. Klin. Bericht. (Wien. med. Wschr. 83. 399—400. 1933.)
FRANK.

Albert Aurnhammer, Über „Priolat“, ein neues, zuverlässig wirksames Expektorans. *Priolat* (Herst. PHARMAKOCHEM. LABORATORIUM IMMENSTADT, Allgäu) enthält die Extrakte aus *Rad. primulae verae*, *Rad. violae odoratae* u. *Herba Thymi*, nach einem besonderen Verf. aus den gepulverten Drogen hergestellt. Das Präparat erwies sich als gutes Expektorans u. Hustenmittel in der Kinderpraxis. (Münch. med. Wschr. 80. 813. 1933. Augsburg, Städt. Kinderheilstalt.)
FRANK.

Murray L. Rich, Eine ungewöhnliche Reaktion auf Neoarsphenamin. In einem Fall folgte akute thrombocytopenale Purpura einer Neoarsphenamin-(I)-Injektion. Ein nach 3 Stdn. gemachter Blutausschrieb zeigte außer der Thrombocytopenie zahlreiche degenerierte neutrophile Zellen, auch ergaben sich Anzeichen für eine Knochenmarkstimulation. Die Symptome verschwanden wieder sehr rasch. (J. Amer. med. Ass. 101. 1223—24. 14/10. 1933. Univ. of Cincinnati, Coll. of Med.)
REUTER.

Walter Joseph, Klinische Erfahrungen mit dem Wismutpräparat Spirobismol bei Laes. Nach 10 jährigen Beobachtungen kann Vf. feststellen, daß die Wa.Rk. bei der Laesbehandlung mit *Spirobismol* allein oder in Verb. mit *Salvarsan* in der überwiegenden Mehrzahl der Fälle negativ geworden u. geblieben ist. (Med. Welt 7. 1575. 4/11. 1933. Berlin.)
FRANK.

R. Pfeiler, Über ein neues Jodpräparat, das Sonojod. Das in Dragéeform hergestellte J-Präparat *Sonojod* (Dr. GEORG HALPERN) enthält pro Dragée 0,03 g freies J u. 0,013 g KJ. Das Präparat erwies sich als gut wirkendes Medikament bei atherosklerot. u.luet. Erkrankungen des Gehirns. (Wien. med. Wschr. 83. 1098. 23/9. 1933. Wien-Lainz, Versorgungskrankh.)
FRANK.

A. O. Schally, Über die Germaninbehandlung bei der Thrombosekrankheit. Die von STUBER u. LANG nach *Germanininjektion* beobachtete Rechtsverschiebung des Bluteiweißbildes konnte in Verss. an Normalen u. Thrombosekranken nicht gefunden werden, es überwog im Gegenteil eine Linksverschiebung. Klin. Erfolge bei der Thrombosekrankheit wurden nicht beobachtet. (Vgl. C. 1931. I. 1307.) (Münch. med. Wschr. 80. 1508—09. 29/9. 1933. Prag, Dtsch. Univ.-Klinik.)
FRANK.

G. Schrader, Experimentelle Untersuchungen zur Pathologie der gewerblichen Arsenwasserstoffvergiftung. Bei tödlich verlaufenen gewerblichen *AsH₃*-Vergiftungen stand im Vordergrund der Erscheinungen zunächst der Blutzerfall, dem sich je nach der Dauer des Verlaufes u. der Schwere der Intoxikation erhebliche degenerative Veränderungen an Niere, Leber u. Herz anschlossen. Es gelang Vf., in Verss. an Meerschweinchen eine akute bis subakute *AsH₃*-Vergiftung hervorzurufen. Während in leichteren Vergiftungsfällen eine restlose Ausheilung eintrat, wurden bei einer Anzahl von Vers.-Tieren noch nach mehreren Tagen bis zu 4 Wochen zum Teil erhebliche Veränderungen gefunden, die in der Hauptsache Leber u. Herz betrafen u. für das Vork. von Dauerschäden sprechen. Hiernach erscheint auch bei der gewerblichen *AsH₃*-Vergiftung die Annahme gerechtfertigt, daß in manchen Fällen doch eine Dauerschädigung, wenigstens des Herzens, vorkommen kann u. evtl. versicherungsrechtlich zu bewerten ist. (Dtsch. Z. ges. gerichtl. Med. 21. 342—58. 22/6. 1933. Bonn, Univ.-Inst. f. gerichtl. u. soziale Medizin.)
FRANK.

v. Dassel, Ein Fall chronischer Arsenwasserstoffvergiftung. Beschreibung eines Falles chron. *AsH₃*-Vergiftung infolge fehlerhafter Entwässerungsanlage. Die Mängel der Entwässerungsanlage u. ihre Beseitigung werden erläutert. (Zbl. Gewerbhyg. Unfallverhütg. 20. (N. F.) 10. 107—9. Mai/Juni 1933. Berlin.)
FRANK.

A. Schretzenmayr, *Über den Mechanismus der Bleivergiftung. Beobachtung einer akuten Bleivergiftung.* Akute, schwere Pb-Vergiftung einer 22 jähr. Patientin, die als Abortivum eine Messerspitze Bleiglätte zu sich genommen hatte. Am nächsten Tage schwerste Darmkoliken u. Schwäche fast der gesamten Muskulatur. Symptomatolog. erwähnenswert ist die bisher nicht beobachtete Pb-Imbibition der erkrankten Tonsille u. die wohl durch Pb bedingte graublaue Verfärbung der Skleren. Durch intravenöse Zufuhr von Calciumgluconatlg. (*Calcium SANDOZ*) konnte die akute Pb-Vergiftung in eine chron. umgewandelt werden, das Pb wurde aus dem Blut in die Depots gedrängt u. dadurch wenigstens vorübergehend unschädlich gemacht. Ausgang in Heilung. (Dtsch. med. Wschr. 59. 1601—03. 20/10. 1933. Rostock, Univ., Mediz. Poliklinik.) FRANK.

E. Bass, *Die Beziehungen des klinischen Bildes der Bleivergiftung zum Bleigehalt in Blut und Urin.* Vf. weist an Hand seines umfangreichen Materials auf die große prakt. Bedeutung quantitativer Pb-Unterss. in Blut u. Urin für die Diagnose der Pb-Vergiftung hin, wobei aber bei der endgültigen Entscheidung eine Überbewertung der Analysenwerte, besonders der Grenzwerte, unbdingt vermieden werden muß. Eine möglichst eingehende klin. Beobachtung ist nach wie vor unentbehrlich. Zum Pb-Nachweis besonders geeignet ist die mikrochem. Methode von P. SCHMIDT u. F. WEY-RAUCH. (Dtsch. med. Wschr. 59. 1665—68. 3/11. 1933. Göttingen, Univ.) FRANK.

Erwin Klein und Alfred Selinger, *Magenerkrankung und gewerbliche Bleivergiftung.* Es wurden Magenunterss. bei 195 Pb-Arbeitern, die entweder Pb-krank waren oder bei denen Pb-Krankheit vermutet wurde, durchgeführt. Der gefundene hohe Prozentsatz an Magenveränderungen macht einen ätiolog. Zusammenhang derselben mit der Pb-Arbeit wahrscheinlich. (Wien. med. Wschr. 83. 1240—42. 28/10. 1933. Wien, Krankenh. Wieden.) FRANK.

Charles F. Mc Khann und Edward C. Vogt, *Bleivergiftung bei Kindern.* Aus der Anamnese, phys. Anzeichen, Labor.-Daten u. Röntgendiagnose kann die Diagnose auf Plumbismus schon in einem frühen Stadium der Intoxikation gestellt werden. (J. Amer. med. Ass. 101. 1131—35. 7/10. 1933. Boston, Harvard Med. School, Dep. of Pediatrics.) REUTER.

A. Rabbeno, *Pharmakologische und toxikologische Untersuchungen über die Chromverbindungen.* V. Mitt. (Vgl. C. 1933. II. 2023.) Zu den Faktoren der Vergiftung durch Alkalimono- u. -bichromat bei Kaninchen ist die Hypoglykämie zu rechnen, die auf eine tiefgehende Änderung im Kohlenhydratstoffwechsel hinweist. (Boll. Soc. Eustachiana 31. 129—42. 1933. Camerino, Univ.) HELLRIEGEL.

H. Schloßmann, *Zinkchloridverätzung infolge Verwechslung mit Glycerin.* Einem 56-jähr. Patienten war versehentlich zur Behebung einer Verstopfung statt Glycerin eine 50%ig. *ZnCl₂-Lsg.* rektal eingespritzt worden. Hochgradige Entzündung des Mastdarms u. Verätzungen. (Sammlg. v. Vergiftungsfällen Abt. A. 3. 283—84. 1932. Düsseldorf.) FRANK.

M. Flamm, *Zur Kenntnis der Montaninvergiftung.* Vergiftungsfall bei einem in einer Brauerei beschäftigten 22jähr. Manne, der versehentlich einen Schluck *Montanin* zu sich genommen hatte. Tod nach 4 Tagen unter starken Krampfständen. *Montanin* ist ein Nebenprod. aus der keram. Industrie, enthält etwa 30% Kieselfluorwasserstoffsäure u. stellt eine farb- u. geruchlose Fl. dar. (Dtsch. Z. ges. gerichtl. Med. 22. 21—27. 22/9. 1933. München.) FRANK.

H. Dimmel, *Zur Klinik der chronischen Benzolvergiftung.* Vf. berichtet über 60 Fälle von *Bzl.-Vergiftungen* aller Grade. Häufig wurde als wichtiges Frühsymptom eine Lymphopenie gefunden, manchmal auch Leukocytose; bei torpid verlaufenden Erkrankungen scheint Lymphocytose zu bestehen. Eosinophilie ist ein günstiges Symptom. *Bzl.-Vergiftungen* ziehen sich lange hin, charakterist. sind period. Schwankungen der Leukocytenzahl. Noch viele Monate nach der Vergiftung sind Blutschäden nachweisbar. Angabe therapeut. Maßnahmen. (Arch. Gewerbepathol. Gewerbeyg. 4. 414—24. 1933. Wiener-Neustadt, Krankenh.) FRANK.

A. Esser und A. Kühn, *Die tödlichen Nicotinvergiftungen und ihre Zunahme seit Einführung nicotinhaltiger Schädlingsbekämpfungsmittel* (Dtsch. Z. ges. gerichtl. Med. 21. 305—24. 22/6. 1933. Bonn, Univ., Instit. f. gerichtl. u. soziale Medizin.) FRANK.

James M. Faulkner, *Nicotinvergiftung durch Resorption durch die Haut.* Die Vergiftung entstand dadurch, daß die betreffende Person sich auf einen Stuhl setzte, auf dessen Sitz eine 40% *Nicotin* enthaltende Fl. zur Schädlingsbekämpfung ver-

schüttet worden war. Ausgang in Heilung. (J. Amer. med. Ass. 100. 1664—66. 1933. Boston, Thorndike Memorial Laborat.) H. WOLFF.

G. Schrader, *Strychninvergiftung*. Vergiftungsfall durch *salpetersaures Strychnin*. (Sammlg. v. Vergiftungsfällen Abt. B. 4. 19—22. 1933. Bonn, Univ., Inst. f. gerichtl. u. soziale Medizin.) FRANK.

C. Hegler, *Medizinale Akonitvergiftung durch Akonit-Dispert*. 23-jährige Frau nahm versehentlich 5 mg reines kristallisiertes *Akonitin* in Form von 25 Akonitdisperttabletten. Schwere Krankheitserscheinungen des Herzens. Ausgang in Heilung. (Sammlg. v. Vergiftungsfällen Abt. A. 4. 41—44. 1933. Hamburg-St. Georg, Allgem. Krankenh.) FRANK.

R. Flinker, *Atropinabstinzerscheinungen*. 2 Fälle von Parkinsonismus, von denen der eine täglich 18,7 mg, der andere 13,5 mg *Atropin* erhalten hatte. Nach plötzlichem Weglassen des Alkaloids bei beiden schwere Ausfallserscheinungen, die erst nach Zufuhr der gewohnten Atropindosis vollständig schwanden. (Sammlg. v. Vergiftungsfällen Abt. A. 4. 47—48. 1933. Sernowitz, Krankenh. f. Geistes- u. Nervenkrankh.) FRANK.

Rudolf Engel, *Anwendung von Coramin in großen Mengen bei Veronalvergiftung*. Veronalvergiftung durch 20 Tabletten à 0,5 g u. folgende 80std. Bewußtlosigkeit konnte durch große Dosen *Coramin* geheilt werden. (Med. Welt 7. 741—42. 1933. Heidelberg, Med. Klinik.) FRANK.

Frank Dickens und František Šimer, *Der Stoffwechsel von normalem und Tumorgewebe*. IV. *Der respiratorische Quotient in bicarbonathaltigem Medium*. (III. vgl. C. 1932. I. 1275.) (Biochemical J. 25. 985—93. London, Middlesex Hosp. Courtauld Inst. of Biochem.) KREBS.

Frank Dickens und František Šimer, *Der Stoffwechsel von normalem und Tumorgewebe*. V. *Notiz über die Kohlensäureretention des Serums: Ihre Verwendung bei der Messung der Gewebsglykolyse*. (Biochemical J. 26. 90—98. 1932. London, Middlesex Hosp., Inst. of Biochem.) KREBS.

Frank Dickens und Guy Drummond Greville, *Der Stoffwechsel von normalem und Tumorgewebe*. VI. *Die Umwandlung von Fructose und Glucose in Milchsäure durch embryonale Gewebe*. (Biochemical J. 26. 1251—69. 1932. London, Middlesex Hosp.) KREBS.

Frank Dickens und Guy Drummond Greville, *Der Stoffwechsel von normalem und Tumorgewebe*. VII. *Die anaerobe Umwandlung von Fructose in Milchsäure durch Tumor und reife normale Gewebe*. (Biochemical J. 26. 1546—56. 1932. London, Middlesex Hosp.) KREBS.

Frank Dickens und Guy Drummond Greville, *Der Stoffwechsel von normalem und Tumorgewebe*. VIII. *Atmung in fructose- und in zuckerfreiem Medium*. Der Oxydationsstoffwechsel von überlebendem n. Kaninchen- bzw. Rattengewebe (Gehirnrinde, Retina, Hoden, Leber, Niere, Milz), von embryonalem (Rattendottersack, Hühner-, Ratten- u. Kaninchenembryonen) u. Tumorgewebe (JENSEN-Rattensarkom) wurde verglichen bei Ggw. u. Fehlen von Zucker studiert. Die nervösen Gewebe zeigten stark erniedrigte Atmung bei Glucosemangel. Wurden Milz u. Niere durch Glucosezusatz wenig beeinflusst, so zeigte Hodengewebe eine starke Abhängigkeit. Bei Glucosemangel fiel die Atmung von embryonalem Gewebe. Dagegen war die Atmung von Sarkomgewebe bei Fehlen von Glucose nicht vermindert; der R.-Q. war etwas gefallen. Anschließend wurde der Oxydationsstoffwechsel der gleichen Gewebe mit Fructose als Substrat untersucht. Alle Gewebe oxydierten diesen Zucker in einem größeren oder kleineren Maße. Sarkomgewebe hatte in beiden Zuckern den gleichen R.-Q.; die starke Säureprod. in Ggw. der beiden Zucker fand auch bei O-Anwesenheit statt. (Biochemical J. 27. 832—41. 1933. London W 1, Courtauld Inst. Biochem., Middlesex Hosp.) MAHN.

Max Reiss, Hermann Druckrey und Adolf Hochwald, *Beiträge zur hormonalen Steuerung des Tumorzustands und seines Stoffwechsels*. Das JENSEN-Sarkom wächst bei der älteren Ratte abhängig von der Jahreszeit. — Entfernung der Hypophyse bewirkt bei 60—120 g schweren Ratten, bei denen sonst das Sarkom unabhängig von der Jahreszeit rapide wächst, Stillstand des Wachstums bis zu völliger Rückbildg. Zufuhr des Wachstumshormons führt zu neuerlichem Wachsen. — Hypophysenentfernung bewirkt Absinken des O₂-Verbrauchs, Zufuhr von Wachstumshormon Wiederanstieg. — Es besteht gegenüber der Beeinflussung des Tumorzustands ein Antagonismus zwischen Wachstumshormon u. Vorderlappensexualhormon. Das gleiche

gilt für den Energieumsatz des Tumorgewebes. — Die Keimdrüsen sind dafür nicht notwendig. Andererseits hemmen sie das Tumorstadium, vermindern den O_2 -Verbrauch, steigern die anaerobe Glykolyse. — Steigerung des Tumorstadiums geht einher mit relativ hohem O_2 -Verbrauch, regressive Veränderungen mit Verminderung des O_2 -Verbrauchs, gleich ob jene durch exogene oder hormonale Einflüsse hervorgerufen wurden. — Das Hormongleichgewicht bestimmt den Ablauf der Tumorkrankheit. (Z. ges. exp. Med. 90. 408—20. 22/9. 1933. Prag, Deutsche Univ., Pathol. Inst.) F. MÜ.

H. Burrows, Ein Spindelzellentumor beim Huhn nach Injektion von 1:2:5:6-Dibenzanthracen, in Fett gelöst. Nach viermaliger Injektion von 12 mg 1:2:5:6-Dibenzanthracen in den Brustmuskel entstand im Laufe von 10 Monaten ein Spindelzellen-Tumor mit Metastasen. (Vgl. auch C. 1933. I. 635.) (Amer. J. Cancer 17. 1—6. 1933. London, Cancer Hosp.)

KREBS.

B. Wotschal, Chemotherapie der Tuberkulose. Übersicht. Beachtung verdienen die Au- u. Cu-Verbb. bei Hauttuberkulose. Weiter untersucht werden sollten die Mn- u. Cd-Salze u. die Azinfarbstoffe, besonders die heterocycl. mit 1 oder mehr N-Atomen im Ring. (Chem.-pharmaz. Ind. [russ.: Chimiko-pharmazewtitscheskaja Promyslennost] 1932. 424—28. NICHFI, Wiss. Informationsbüro.)

DEGNER.

P. Jordanoff, Therapie der entzündlichen Lungenaffektion mit Transpulmin, einem Chinin-Campherpräparat. Transpulmin bewährte sich als hervorragendes Mittel gegen Lungenaffektionen verschiedenster Art der Haustiere. (Dtsch. tierärztl. Wschr. 41. 692—93. 4/11. 1933. Erfurt.)

FRANK.

Maude Blanche Muse, Materia medica, pharmacology and therapeutics. Philadelphia: Saunders 1933. (627 S.) 12°. 2.75.

A. L. C. Palies, Emotie, bloedsuiker en hersenstan. Een experimenteel onderzoek naar den invloed van de emotie op het bloed suikergehalte. Assen: Van Gorcum & Comp. 1933. (82 S.) 8°. fl. 2.90.

F. Pharmazie. Desinfektion.

A. Katalcherman, Pektin und Casein als Ersatz für Gummi arabicum in Arzneiformen. Mehrere Kolloide wurden auf ihre Eignung als Ersatz für arab. Gummi untersucht. Pektin u. Casein wurden als die bestgeeigneten befunden. Beide eignen sich sehr gut als Emulgatoren u. finden auch beim Dragieren von Pillen mit Vorteil Verwendung. Beide werden am besten in trockener Form aufbewahrt, da besonders Casein in Lsg. einen guten Nährboden für Bakterien bildet. Es wurden vergleichende Viscositätsbest. (OSTWALD-Viscosimeter; 20°) ausgeführt; Tabelle im Original. (Chem.-pharmaz. Ind. [russ.: Chimiko-pharmazewtitscheskaja Promyslennost] 1933. 68—72. NICHFI, Lab. f. fertige Arzneiformen.)

DEGNER.

E. Niemann, Untersuchungen über die Möglichkeit der Verwendung der Blüten von *Colchicum autumnale* an Stelle des Samen *Colchici*. Verf. zur Colchicinbest. in Blüten u. Blättern: 10 g fein gepulverte Droge in 250-Erlenmeyer mit 200 ccm A. (70%) 2 Stdn. am Rückflußkühler erwärmen, k. Fl. auf 200 g auffüllen, abnutschen, in 100 g (= 5 g Droge) Colchicinbest. wie D. A.-B. 6 in Tinctura Colchici mit der Modifikation, daß mit 3 × 30 (statt 1 × 50) ccm Chlf. ausgeschüttelt wird. — Die Eigg. des so gewonnenen Alkaloides gleichen völlig denen des Samen-Colchicins. — Colchicingeh. der Blüten: 0,816—0,805%, in den Blättern nur Spuren. Colchicingeh. des Fluidextraktes (Ph.-Helv.-IV.-Verf.) aus Blüten: 0,806%, der Tinktur aus Blüten (Ph.-Helv.-IV.- u. D. A.-B. 6-Verf.): 0,080—0,084%; das bei den Samen wegen des Fettgeh. erforderliche umständliche Perkolationsverf. kann also ohne Verlust durch das einfachere Macerationsverf. ersetzt werden. — Ein weiterer Vorteil ist die Möglichkeit, aus den Blüten ein gleichmäßiges u. dispenserbares, auf Colchicingeh. ein gestelltes Pulver zu erhalten. — Verh. im U-Licht: Tinkturen schmutzgrün, sehr schwache Fluorescenz, Blüten-Colchicin u. Colchicin „Merck“ (1%/g. Lsgg. in Chlf.) schmutzig-hellgrün. — Opt. Verh.: Linksdrehung bei allen 3. — Extraktgeh. der Blüten: 53,25%. (Pharmac. Acta Helvetiae 8. 92—107. 10/6. 1933.)

DEGNER.

Zdeněk Rektoufík, Studie über das flüssige Chinaextrakt. Der Einfluß des Extraktionsgrades der Chinarinde wird mit Hilfe der quantitativen Best.-Methode für Chinaalkaloide nach FREDRICH-S-MANNHEIM (Arch. Pharmaz. Ber. dtsch. pharmaz. Ges. 253 [1915]. 117) u. nach der brit. Pharmakopöe studiert. Beide Methoden geben für das Extrakt gleiche, für die Chinarinde gibt die brit. Methode höhere Werte. Die

bisherigen Extraktionsvorschriften geben nur eine 40—55⁰/_{ig}. Ausbeute, doch wird dieser Mangel auch durch die neuesten Vorschriften nicht behoben. (Časopis českoslov. Lékárnictva 13. 249—58. 20/9. 1933. Prag, Karls-Univ.) MAUTNER.

G. Köhler, *Vorschlag zur Herstellung von Oleum Hyperici verum*. Vf. hat Bedenken gegen das Verf. von LANG (C. 1933. I. 457) zur Bereitung von Johanniskrautöl u. schlägt folgendes Verf. vor: die zerstampften Blütenstände mit 2 Teilen A. (90⁰/_o) ausziehen, abpressen, die erhaltene Tinktur mit Erdnußöl mischen, mit Na₂SO₄ trocknen, A. im Vakuum abdest. Vorteile: Verhütung des Ranzigwerdens, schnellere u. ergiebigere Extraktion, Möglichkeit der Herst. beliebiger Mengen der unbegrenzt haltbaren Tinktur zur Blütezeit, aus der bei Bedarf das Öl bereitet werden kann. (Standesztg. dtsh. Apotheker, Apotheker-Ztg. 48. Nr. 80. Dtsch. Apotheke 2. 176. 7/10. 1933. Harburg-W'burg, Ratsapotheke.) DEGNER.

Gehrmann, *Zur Frage der Herstellung von Oleum Hyperici*. Nur bei Darst. aus den Blütenständen, also unter Mitverarbeitung einiger Blätter, fluoresciert das Öl in „schmutzigen“ Farben; werden dagegen nur Blüten u. deren Knospen verwendet, so ist die Fluorescenz nie schmutzig grünlich bis braun. Selbstherst. erscheint unbedingt notwendig. (Standesztg. dtsh. Apotheker, Apotheker-Ztg. 48. Nr. 80. Dtsch. Apotheke 2. 176. Frankfurt a. d. Oder.) DEGNER.

A. Stepanow und A. Kusin, *Darstellung löslicher Stärke auf fermentativem Wege*. Erfolgreiche Laboratoriumsvers. zur Darst. von l. Stärke durch Einw. von *Malz-amylase* bei 10° (zwecks Unterdrückung der *Dextrin-* u. *Maltose*blgd.) ließen sich nicht in die Fabrikationspraxis übertragen, da die notwendige schnelle Filtration der Lsgg. bei größeren Mengen mißlang. Es gelang auch durch Einw. eines 30—50 Min. lang auf 75—80° erwärmten Malzauszuges auf Stärkelsgg. eine an Dextrinen relativ arme l. Stärke zu erhalten. Allein erst ein Enzympräparat, das durch Fällung mit (NH₄)₂SO₄, Wiederauflösen u. Fällen mit A. aus Malzauszug gewonnen worden war, lieferte eine brauchbare l. Stärke auch im techn. Vers. Eine 3⁰/_{ig}. Lsg. von Kartoffelstärke wurde bei 60° 15 Min. lang der Einw. von 0,4⁰/_o Ferment unterworfen, dann möglichst schnell zum Sieden erhitzt, nach 3 Min. Kochen unter Druck durch Sand filtriert, die k. Lsg. mit 75⁰/_o (dem Vol. nach) 96⁰/_{ig}. A. gefällt, mit A. verrieben u. im Vakuum getrocknet. 1—2 Tage später wird in W. gel., zentrifugiert u. wieder mit A. gefällt. Ausbeute 18,5⁰/_o. Das Prod. entspricht den Anforderungen des D.A.B. 4. Darüber hinaus gaben 100 cem einer 0,005⁰/_{ig}. Lsg. dieser l. Stärke mit 3,5 cem 1¹⁰/_{-n}. Jodlsg. eine rein grüne (blau + gelb) Färbung im Gegensatz zu einer gleichen Lsg. von KAHLEBAUM-Stärke, die eine braunrote Färbung zeigte. (Chem.-pharmaz.Ind.[russ.: Chimiko-pharmazewitsheskaja Promyschlenost] 1932. 321—25.) BERSIN.

F. Zernik, *Neue Pharmaceutica in Deutschland. Hyperaemie-Sulfural* (Chem. WERKE Rudolstadt): Acetylsalicylsäure, Phenacetin, Saponin. Gegen Rheuma, Neuralgie usw. Auch als Salbe: „neue Salicyl-Olein-Schwefelsäure-Verb.“, Kiefernadelöl, Capsaicin u. „Balsamus oleosum mixtum“. — *Sojabasan* (PRANA-HAUS, Pfullingen, Württemberg): wohlgeschmeckendes, entbittertes Sojabohnenmehl, Reisswasser, Nährzucker, Maisstärke, Zucker, etwas Olivenöl u. Kalk. Zur diätet. Behandlung acidot. Zustände, bei Infektionen der Harnwege von Kindern. Alkalisiert den Urin stark. (Manufactur. Chemist pharmac. Cosmetic Perfum. Trade J. 4. 240 bis 241. Aug. 1933.) HARMS.

—, *Neue Heilmittel. Campolon* (C. 1931. II. 1315) wird neuerdings auch in 5 cem-Ampullen geliefert. Zur Depotbehandlung der perniciosen Anämie. — *Valvanol* (ANHALT. SERUMINSTITUT, Dessau): Desinfektionsmittel mit besonders günstigem Verhältnis von Bactericidie zu Toxizität aus Chlorkresol, Chlorphenol, Chlorxylenol u. Chlorthymol in neutraler seifig-alkoh. parfümierter Grundlage. (Südttsch. Apotheker-Ztg. 73. 445. 4/8. 1933.) HARMS.

—, *Neue Arzneimittel, Spezialitäten und Geheimmittel. Anaesthalgin* „Dr. Sander“ (CHEM. FAB. DR. H. SANDER u. CO. A. G., Wesermünde-O.): p-Aminobenzoesäure-äthylester pulv. subt. Lokalanästhetikum. — *Corluten* (GEHE u. CO., A. G., Dresden-N6) nach Prof. Dr. RÜBSAMEN: 50⁰/_{ig}. wss. klin. ausgewertetes Extrakt aus tier. Corpora lutea in Ampullen u. Tabletten. Gegen gynäkolog. Blutungen auf endokriner Grundlage. — *Ramolpräparate* (LABOR. OSIP, Poysdorf, N.-Ö.): Emulsionen mit 50⁰/_o Ölgeh. (Pharmaz. Mh. 14. 178—81. Aug. 1933.) HARMS.

—, *Neue Arzneimittel, Spezialitäten und Vorschriften. Pertussis-Mischvaccine* (I. G. FARBENINDUSTRIE A.-G., Leverkusen a. Rh.): je cem 5000 Millionen abgetöteter BORDET-GENGOU-Bazillen; 400 Millionen Bac. influenzae, je 300 Millionen

Staphylococcus aureus, *Staph. albus*, *Streptococcus*, *Pneumococcus* u. *Micrococcus catarrhalis*. Zur Prophylaxe u. Therapie des Keuchstuhens. — *Pohowi-Fluid* (CHEM. FABR. F. W. WIRTZ U. CO., Wuppertal-Elberfeld): Pfefferminzöl. (Pharmaz. Zentralhalle Deutschland 74. 494–95. 10/8. 1933.) HARMS.

W. Peyer, K. Kuntze, G. Ullrich und F. Gstirner, *Über Badepräparate*. XII. (XI. vgl. C. 1933. I. 2431.) *Goda-Kohlensäurebad* (GODA A.-G., Breslau): NaHCO_3 -Pulver u. saure Tabletten (Säuregeh. berechnet auf H_2SO_4 : 33,25), die neben K^+ , Ca^{++} , SO_4^{--} organ. Säure enthalten. Zus. sehr gut. — *Doba-Kohlensäurebad* (GEBR. DOLLFUSZ. Chemnitz): Pulver I: Na_2SO_4 (soll wohl heißen NaHSO_4 ; Ref.), Weinsäure; Pulver II: NaHCO_3 mit wenig Na_2CO_3 , umgerechnet: 97,87%. Zus. zweckmäßig. — *Novopin-Kohlensäurebad mit Fichtennadelessenz* (NOVOPIN-FABRIK, PHARMACOSMA-G. M. B. H., Berlin-Johannisthal): Fl. mit 29,80% Trockenrückstand: $[\text{KAl}(\text{SO}_4)_2]$, daneben flüchtige organ. Säuren, auf HCl berechnet: 7,9%. Pulver: 81,91% NaHCO_3 (z. T. als Carbonat); 18,09% Alkalichlorid. Aromasalz: Na_2CO_3 mit Riechstoffen. Zus. zweckmäßig. — *Aromatisches Sauerstoffbad mit Fichtennadel* (GODA A.-G., Breslau): hochwertiges Perborat (10,16% O), von dessen O-Geh. in 20 Min. 91,64% entwickelt waren. Organ. Katalysator. „Eines der besten O_2 -Bäder.“ — *Elektrobio*, Sauerstoffbad mit Fichtennadel (E. KUNZE, Hannover): hochwertiges Perborat (10,24% O). Nutzeffekt nach 20 Min. 89,4%. Vorwiegend anorgan. Katalysator. Kein Fichtennadel-riechstoff. O_2 -Entw. zu ungleichmäßig. — *Fichtennadel-Bademilch* (PROF. DR. H. FRÖHLICH U. SOHN, Eisenach): ca. 14,0% äth. Öl. *Fichtennadel-Balsam* (Herst. ders.): ca. 16,0% äth. Öle, *Fichtennadelbad* „Extra stark“: ca. 12,0% äth. Öl, mangelhaft emulgiert. Die Öle waren rein. — *Doba-Fichtennadelbad* (GEBR. DOLLFUSZ. Chemnitz): sehr verd., sonst reines Extrakt (18,85 statt n. ca. 65% Trockenrückstand). — *Fichtennadel-Bademilch* (WELEDA A.-G., München): ca. 13,0% äth. Öl. — *Aromatisches Fichtennadelbad* (GODA A.-G., Breslau): grobes Pulver (Na_2CO_3 u. organ. Körper) mit ca. 4,5% äth. Öl. Sehr gutes Prod. — *Reichenhaller Gebirgs-Latschenkiefern-Trockenextrakt* (DR. SCHÜLERS LABOR., Reichenhall): Kunstprod. aus NaCl (Mineralstoffe 82,75%) u. ca. 10% Trockenextrakt. Äth. Öl ca. 14,5%. — *Fichtennadel-Extraktpulver* (MAX SCHWARZ, Berlin-Neutempelhof): grobes Pulver, Mineralstoff 90,97%, meist NaCl, mit etwas Trockenextrakt, Riechstoffen u. Anilinfarbstoff. Äth. Öl ca. 2,5%. — *Leitholfs Kolloid-Schwefelbad, geruchlos* (HUGO LEITHOLF A.-G., Krefeld): ca. 50% kolloider S. — *Leitholfs Kolloid-Schwefel-Teer-Bad* (Herst. ders.): ca. 50% kolloider S u. ca. 10% Buchenteer. Beide recht zu empfehlen. — *Leitholfs Sulfatbad*: etwas kolloider S u. die hauptsächlichsten Anionen u. Kationen der Aachener Quellen in doppelter Konz. — *Schwefelbad* (PROF. DR. FRÖHLICH U. SOHN, Eisenach): nicht D. A.-B. 6-gerechtes (freier S; 0,425% unl. Rückstand, erheblicher Fe-Geh.) Kalium sulfurat. pro balneo. — S-Bestst. an Bädern mit Klopferschem u. Helfenberger Schwefelbad-Sulfobad ergaben, daß nach 20-minütigem Baden einer Vers.-Person 20 bis 30% des S verschwunden (resorbiert?) waren. — *Krankenheiler Jodquelle* (KRANKENHEILER JODQUELLEN A.-G., Bad Tölz): 5,605% ig. Lsg. von NaCl, NaBr, NaJ, Na_2CO_3 , MgCl_2 . Einwandfrei. — *Siechenheil, Jod- u. Schwefelbad* (KIRSTEIN u. CO., Hamburg 26): grobes, nach Bornylacetat (ca. 1,0%) reichendes Pulver. Mg, SO_4 , J, K, Cl, Br, Na, CO_3 . NaCl 93,5%. S nur als Sulfat. Anilinfarbstoff. — *Leidenbrecher* (Jod-Schwefelbad nach Analyse der Tölzer Bernhardsquelle) (CHEM. FABR. HEINRICH LAPPE G. M. B. H., Düsseldorf): feines Pulver aus 87,6% NaCl, ferner K, CO_3 , SO_4 , J u. ca. 1% Riechstoffe. J in beiden nur in Spuren. Beide nicht apothekenwürdig. — *Elektrobio, Elektrolytisches Badesalz mit Borax* (E. KUNZE, Hannover): Gemisch von NaHCO_3 , Borax, Fluorescein u. Bornylacetat. — *Osmotisches Lecithinbad* (CHEM. FABR. MILKAL G. M. B. H., Altona-Hamburg): Grundsubstanz Türkischrotöl, mit 2,5% Lecithin u. ca. 11,5% äth. Öl. — *Dr. Scholls Badesalz* (DEUTSCHE SCHOLLWERKE G. M. B. H., Frankfurt a. M.): Gemisch von NaHCO_3 , Borax u. Seife. In 10 g 21,6 mg O. — *Prunus-Bad* (WELEDA A.-G., München): rote, nach Pflaumen riechende Fl. mit 1,876% freier Säure als Äpfelsäure berechnet. Wenig Gerbstoff, kein Anilinfarbstoff. — *Rosmarin-Bademilch* (Herst. ders.): dünne Emulsion mit ca. 13,0% äth. Öl (nach Rosmarinöl riechend). (Standesztg. dtsh. Apotheker, Apotheker-Ztg. 48. 963–67. 19/8. 1933. Breslau.) HARMS.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Röntgenologisches Verfahren*, dad. gek., daß man jodmethansulfonsaure Salze bzw. Lsgg. von diesen verwendet, um Hohlsysteme im Körper röntgenograph. sichtbar zu machen. (Hierzu vgl. A. P.

1868602; C. 1932. II. 2683.) (N. P. 51 578 vom 5/6. 1931, ausg. 10/10. 1932. D. Prior. 10/6. 1930.)

DREWS.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Röntgenologisches Verfahren*. In Abänderung des Verf. des N. P. 51578 verwendet man die Salze bzw. die Lsgg. der Salze solcher Jodmethansulfonsäuren, die mit aliphat. oder alicycl. Radikalen substituiert sind. Man verwendet z. B. eine Lsg. von 20 g des Na-Salzes der 1-Jod-äthan-1-sulfonsäure in 100 cem W., die im Verlauf von 1—2 Min. in den durch passende Diät vorbereiteten menschlichen Körper intravenös injiziert wird. (N. P. 51 579 vom 29/6. 1931, ausg. 10/10. 1932. D. Prior. 8/7. 1930. Zus. zu N. P. 51 578; vgl. vorst. Ref.)

DREWS.

Carl August Rojahn, Halle, Saale, *Verfahren zur Darstellung von Salzen der Salicylsäure* gemäß Patent 561 523, dad. gek., daß man Salicylsäure oder ihre Jodsubstitutionsprodd. in an sich bekannter Weise hier mit Mono- oder Diäthanolamin oder mit einem Gemisch der beiden oder der drei Äthanolamine in der Kälte umsetzt. — Das Monoäthanolaminsalicylat schm. bei 92°, das Diäthanolaminsalicylat ist ein dickes Öl. Beide sind ll. in W., A. u. alkoh. CHCl_3 , wl. in reinem CHCl_3 , unl. in Ä. Das Monoäthanolamindijodsalylat hat den F. 193°, das Diäthanolamindijodsalylat den F. 72°. Die Prodd. dienen als *Antirheumatica*. (D. R. P. 582 148 Kl. 12 q vom 28/11. 1931, ausg. 9/8. 1933. Zus. zu D. R. P. 561 523; C. 1933. I. 3968.)

NOUVEL.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Alfred Fehrle, Bad Soden, Taunus, Karl Streitwolf, Frankfurt a. M., und Walter Herrmann, Frankfurt a. M.-Höchst), *Herstellung halibarer wässriger Lösungen von stickstoffhaltigen organischen Verbindungen*, dad. gek., daß man Verbb. vom Typ $(R_2)(R_1)C(R_3)R_4N(R_5)(R_6)$, worin R_1 = Aryl mit oder ohne Substituenten bedeutet, die von R_2 u. R_3 benötigten beiden C-Valenzen von O oder H u. der OH-Gruppe abgesätt. sind, R_4 eine C-Kette, die an einem ihrer Glieder N trägt u. R_5 u. R_6 H, Alkyl oder H u. Alkyl bedeuten, bei Ggw. von W. mit CO_2 behandelt. — Als Basen sind genannt: 3,4-Dioxyphenyl- α -oxyäthyl- β -methylamin, Phenyl- α -oxypropyl- β -methylamin u. 3,4-Dioxyphenyl- α -oxoäthyl- β -methylamin. Die Lsgg. sind gut verträglich; beim Eindampfen spalten sie CO_2 ab. (D. R. P. 582 505 Kl. 12 q vom 14/10. 1927, ausg. 22/8. 1933.) ALTP.

F. Hoffmann-La Roche & Co. A.-G., Basel, Schweiz, *Herstellung von Estern aus fettaromatischen Säuren und Aminoalkoholen*. Man setzt z. B. Phenylessigsäurechlorid in Bzl. mit 2,2-Dimethyl-3-diäthylaminopropanol (I) (vgl. E. P. 361493; C. 1932. I. 1804) um. Der erhaltene Ester hat Kp.₁₂ 173—174°, F. des Hydrochlorids 80°. — Aus Tropensäure (α -Phenyl- β -oxypropionsäure) erhält man nach Umwandlung in das Chlorid u. Umsetzung mit I einen Ester, dessen zunächst erhaltenes Hydrochlorid mit KJ ein Hydrojodid von F. 92° liefert. Aus Zimtsäurechlorid u. 2,2-Dimethyl-3-dimethylaminopropanol wird das Hydrochlorid des Esters erhalten, das aus absol. A. durch Ä.-Zusatz kristallisiert. Die Verbb. haben lokalanästhet. Wrkg. (E. P. 396 318 vom 24/2. 1933, Auszug veröff. 24/8. 1933. D. Prior. 22/3. 1932.)

ALTPETER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. (Erfinder: Karl Streitwolf, Frankfurt a. M., Alfred Fehrle, Bad Soden, Taunus, und Walter Herrmann, Frankfurt a. M.-Höchst). Frankfurt a. M., *Herstellung asymmetrischer Arsenverbindungen*, dad. gek., daß man in Abänderung des Hauptpatentes Phenoxyessigsäurearsinsäuren oder einen durch den Oxyessigsäurerest substituierten heterocycl. Ring enthaltende Arylarsinsäuren hier zusammen mit Pyridin- oder Chinolinarsinsäuren zu asymm. Arsenoverbb. reduziert bzw. diese nach bekannten Methoden aus den Deriv. der betreffenden Arseninsäuren mit 3-wertigem As herstellt. — Man reduziert z. B. 4-Acetylamino-2-phenoxyessigsäure-1-arsinsäure (I) gemeinsam mit 2-Pyridon-5-arsinsäure (II) oder 3-Acetylamino-4-phenoxyessigsäure-1-arsinsäure (III) gemeinsam mit 2-Oxy-3-brompyridin-5-arsinsäure oder II mit 1-Methyl-2-oxoessigsäurebenzimidazol-5-arsinsäure (IV) oder I mit 2,8-Dimethylchinolin-5-arsinsäure oder III mit 7-Nitro-8-oxo-2-methylchinolin-5-arsinsäure oder IV mit II. Die Verbb. sind therapeut. verwendbar. (D. R. P. 578 312 Kl. 12 p vom 13/12. 1931, ausg. 12/6. 1933. Zus. zu D. R. P. 554 951; C. 1932. II. 1657. — Aust. P. 10 142/1932 vom 14/11. 1932, ausg. 18/5. 1933. Zus. zu Aust. P. 3150/1931; C. 1932. II. 567.)

ALTPETER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Karl Streitwolf, Frankfurt a. M., Alfred Fehrle, Bad Soden, Taunus, Walter Herrmann, Frankfurt a. M.-Höchst), *Darstellung von Crotonylaminoarylarsinsäuren*. (Hierzu vgl. A. P. 1903645; C. 1933. II. 574.) Nachzutragen ist, daß in gleicher Weise sich 1-Phenyl-p-arsinsäure-2,3-dimethyl-4-amino-5-pyrazolon umsetzen läßt. — Aus 4-Oxy-3-amino-

1-nitrobenzol u. *Crotonylchlorid* (I) erhält man die *3-Crotonylaminoverb.*, F. 231—232°; durch Red. mit Hydrosulfit erhält man das *4-Oxy-3-crotonylamino-1-aminobenzol*, F. 160°, das sich über den Diazoweg in die *1-Arsinsäure* umwandeln läßt. — Aus *2-Methyl-5-amino-1-nitrobenzol* u. I erhält man die *5-Crotonylaminoverb.*, F. 95—96°, die mit Fe u. HCl die *1-Aminoverb.*, F. 100—101°, liefert; hieraus die *1-Arsinsäure*. (D. R. P. 581 329 Kl. 12q vom 9/9. 1928, ausg. 25/7. 1933.) ALTPETER.

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, *Darstellung basischer Äther der Pyridinreihe*. (Hierzu vgl. Schwz. PP. 146546; C. 1932. I. 839; 148959; C. 1932. I. 1953 u. 150168; C. 1932. I. 3347.) Nachzutragen ist folgendes: Aus *2-Chlorpyridin-3-carbonsäureanilid* (F. 125°) u. einer Lsg. von Na in *Aminoäthanol* wird *2-Aminoäthoxy-pyridin-3-carbonsäureanilid* erhalten, F. 203°. — *2-Chlorpyridin-3-carbonsäurephenetidid* (I) liefert mit Na u. *Diäthylaminoäthanol* eine Verb. vom F. 63°, F. des *Monohydrochlorids* 163°. — *2-Chlorpyridin-5-carbonsäureanilid* hat F. 170—172°. — *2-Dimethylaminoäthoxy-pyridin-3-carbonsäureanilidmonohydrochlorid* hat F. 204°, die entsprechende *2-Diäthylaminoverb.* F. 172°, die *2-Di-n-butylaminoverb.*, F. 123°, die *2-Piperidinoverb.* F. 198°. — *2-Diäthylaminoäthoxy-pyridin-3-carbonsäure-N-äthylanilidmonohydrochlorid*, F. 142°, — *2-Diäthylaminoäthoxy-pyridin-3-carbonsäure-diäthylamidmonohydrochlorid*, F. 184°, — das entsprechende *Diäthyläthylendiamiddihydrochlorid*, F. 195°, — das entsprechende *Diäthylaminoäthanolesterdihydrochlorid*, F. 180°. — I wird aus *2-Oxy-pyridin-3-carbonsäure* durch Einw. von PCl_5 über das *2-Chlorpyridin-3-carbonsäurechlorid* (Kp.₂ 98—100°, F. 56°) durch Rk. mit *Phenetidin* erhalten; F. 115°. — Die Verb. sind *therapeut.* verwendbar. (D. R. P. 582 319 Kl. 12p vom 21/3. 1930, ausg. 12/8. 1933. Schwz. Prior. 10/8. 1929.) ALTPETER.

Pharmaceutische Werke „Norgine“ Akt.-Ges. und Siegwart Hermann, Prag, *Verbindungen des Urethans mit Säuren*. Die *Schlaf erzeugende Wirkung* des Urethans wird erhöht, wenn man dasselbe mit *Gluconsäure*, *Bernsteinsäure* oder *Weinsäure*, gegebenenfalls in Ggw. von Kondensationsmitteln, im Schmelzfluß reagieren läßt. Die entstehenden Prodd. zeigen teilweise die unangenehmen Nebenwrkkg. des Urethans nicht. — Z. B. werden 5 g Urethan u. 11 g sirupöse d-Gluconsäure bei 100° verschmolzen, bis die Schmelze klar geworden ist. Beim Abkühlen bilden sich in W. gut l. Krystalle. In weiteren Beispielen wird die Bldg. ebenfalls in W. II. Krystalle durch Verschmelzen von Urethan mit *Bernsteinsäure* u. *Weinsäure* erläutert. (Oe. P. 134 623 vom 9/4. 1931, ausg. 11/9. 1933.) EBEN.

Pharmaceutische Werke „Norgine“ Akt.-Ges. und Siegwart Hermann, Prag, *Verbindungen des Diäthylbromacetylharnstoffs mit Säuren*. *Citronensäure*, *Gluconsäure*, *Weinsäure*, *Bernsteinsäure* oder *9-Bromheptadecen-(8)-carbonsäure-(1)* werden mit *Diäthylbromacetylharnstoff* so verschmolzen, daß auf jede Carboxylgruppe 1 Mol. des Harnstoffs entfällt. Die *Schlaf erzeugende Wrkkg.* des *Diäthylbromacetylharnstoffs* wird dadurch bedeutend gesteigert. — Z. B. werden 5 g *Diäthylbromacetylharnstoff* mit 1,2 g *Bernsteinsäure* bei 120° verschmolzen. Nach längerem Stehen bilden sich Krystalle. Oder es werden 5 g *Diäthylbromacetylharnstoff* mit 7,6 g *9-Bromheptadecen-(8)-carbonsäure-(1)* verschmolzen. Die Schmelze erstarrt zu einer butterähnlichen in fetten Ölen l. M. (Oe. P. 134 633 vom 9/4. 1931, ausg. 11/9. 1933.) EBEN.

F. Hoffmann-La Roche & Co. Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Herstellung von C,C-Phenyläthyl-N-n-propylbarbitursäure* durch Red. der entsprechenden *N-Allylverb.* (vgl. E. P. 391741; C. 1933. II. 1552) mit Pd u. H_2 oder Ni u. H_2 , im letzteren Fall bei 10—15 at. — Die Verb. hat F. 77—78°; sie soll gegen Epilepsie angewendet werden. (E. P. 398 132 vom 5/5. 1933, Auszug veröff. 28/9. 1933. D. Prior. 30/6. 1932.) ALTPETER.

Wilhelm Lohmann, Deutschland, *Präparate aus Coffein und Chininchlorhydrat oder Derivaten des Cupreins*. Man löst die freie *Chininbase* mit einer bestimmten Menge *Coffein* in einem indifferenten Lösungsm., z. B. CHCl_3 , auf u. setzt der Mischung eine äquivalente Menge HCl hinzu. Die entstehende Lsg. wird unter Abkühlen mit Ä. gefällt. Beim Kühlen während der Fällung erhält man die gewünschte Mol.-Verb. in Form eines feinen Pulvers, das in wenig W. l. ist. Beispielsweise löst man 1,94 Teile *Coffein* u. 3,24 Teile *Chinin* in 35 Teilen CHCl_3 u. setzt die äquivalente Menge HCl hinzu, worauf man wie oben verfährt. Das Prod. enthält 35% *Coffein*, 58% *Chinin* u. 6,5% HCl. (F. P. 748 765 vom 9/1. 1933, ausg. 8/7. 1933. D. Prior. 19/7. 1933.) SCHÜTZ.

Chemical Foundation Inc., übert. von: Leon E. Sutton, New York, *Mittel zur Anregung des Wachstums von Epithelzellen*. Das Mittel besteht aus einer verd. Lsg.

von α -Thioglycerin in reinem Glycerin. (A. P. 1 926 797 vom 20/5. 1932, ausg. 12/9. 1933.)

Vi-Foods Co., Boston, übert. von: **Robert K. Prince**, Westfield, V. St. A., Herstellung von konzentrierten Vitaminpräparaten. Ein Gemenge von 10—20% Spinat, 5—15% Grünkohl, 25—40% Weißkohl, 3—7% Salat, 20—40% Mohrrüben wird fein zerkleinert u. bei 90—110° F, zweckmäßig unter Durchleiten von indifferentem Gas, getrocknet u. dann fein gepulvert. Die M. wird in Tabletten gepreßt oder auch in Hühnerfutter oder Hundekuchen einverleibt. (A. P. 1 918 983 vom 1/9. 1928, ausg. 18/7. 1933.)

SCHÜTZ.

F. Hoffmann-La Roche & Co. A.-G., Basel, Schweiz, Reinigen von Vitaminpräparaten. Die vitamin-A-haltigen Ausgangsstoffe werden in mit W. mischbaren Lösungsm. (CH_3OH oder Aceton) gel., bei tiefer Temp. (—50 bis —60°) von Verunreinigungen befreit u. hierauf stufenweise mit W. versetzt, worauf man nochmals stark abkühlt u. die an Vitamin A reichen Ndd. unter Ausschluß von O_2 abtrennt u. aus der Mutterlauge mit Pac. noch einen Rest des Vitamins gewinnt. — Als Ausgangsstoffe werden genannt: Unverseifbarer Anteil des aus Leber von *hippoglossus vulgaris* oder *scombrosox saurus* gewonnenen Öles. (E. P. 393 883 vom 5/1. 1933, Auszug veröff. 6/7. 1933. D. Prior. 13/1. 1932.)

ALTPETER.

Richard Kuhn, Heidelberg, Verfahren zur Gewinnung des optisch inaktiven Anteils des Carotins, dad. gek., daß man eine Lsg. des Carotins in einem indifferenten organ. Lösungsm. unter Kühlung mit der seinem Geh. an β -Carotin mindestens äquimolekularen Menge *Jod* versetzt, den gebildeten Nd. des β -Carotindijodides abfiltriert, gut nachwäscht u. den Rückstand mit einem jodentziehenden Mittel, z. B. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, behandelt, wobei der opt. inakt. Anteil des Carotins in Freiheit gesetzt wird. Der opt. inakt. Anteil des Carotins besteht aus rubinroten bis dunkelvioletten Kristallen u. schm. bei 181—182°. In Schwefelkohlenstoff weist er Absorptionsbanden bei den Wellenlängen 454, 485 u. 520 auf. In Methylalkohol u. n-Hexan ist er schwerer l. als der opt. akt. Anteil. — Der opt. inakt. Anteil des Carotins soll als solcher therapeut. Verwendung finden oder als Zwischenprod. zur Herst. therapeut. wertvoller Verbb. dienen. (Schwz. P. 160 939 vom 21/3. 1931, ausg. 16/6. 1933. Zus. zu Schwz. P. 155 444; C. 1933. I. 264.)

DERSIN.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Gewinnung eines antivirachitisch wirksamen Stoffes, dad. gek., 1. daß man Lumisterin (I) oder seine Ester mit ultraviolett Licht behandelt, — 2. daß man das nach der Behandlung des I mit ultraviolett Licht anfallende Prod. auf dem Wege über das Dinitrobenzoat (II) in kristallin. Form überführt. — Die Bestrahlung des I erfolgt in peroxydfreiem Ä. Das nach Abdestillieren des Ä. erhaltene ölige Prod. kann in h. absol. Pyridin gel. mit 3,5-Dinitrobenzoylchlorid behandelt werden; das II hat F. 147°, $[\alpha]_D^{18} = +103,7^\circ$. Das hieraus mit methylalkoh. KOH freigemachte Prod. entspricht Vitamin D_2 u. hat F. 116°, $[\alpha]_D^{18} = 81,4^\circ$ (in Aceton), Absorptionsspektrum hat ausgeprägtes Maximum bei 265 μ . (D. R. P. 583 791 Kl. 12p vom 3/2. 1932, ausg. 9/9. 1933.)

ALTPETER.

Schering-Kahlbaum A.-G., Berlin (Erfinder: **Max Gehrke**, Birkenwerder b. Berlin), Gewinnung der im Harn ausgeschiedenen Sexualhormone, dad. gek., daß man Harn mit festen KW-stoffen in der Wärme extrahiert, nach dem Erkalten den mit dem Hormon beladenen festen KW-stoff von der Fl. abtrennt u. daraus die Hormone durch Abdest. des KW-stoffes oder Umkrystallisieren des KW-stoffes aus organ. Lösungsm. abtrennt. — Man verrührt z. B. Schwangerenharn mit einer h. alkoh. Lsg. von festem Paraffin. Nach Abtrennen der erkalteten Schicht wird der feste Anteil aus CH_3OH krystallisiert, wobei das Hormon in den Mutterlauge verbleibt. Ebenso kann man Naphthalin als Extraktionsmittel verwenden. (D. R. P. 584 349 Kl. 12p vom 18/6. 1931, ausg. 18/9. 1933.)

ALTPETER.

Schering-Kahlbaum A.-G., Berlin, Darstellung von wasserlöslichen Derivaten der Sexualhormone, dad. gek., daß man das Ausgangsmaterial mit solchen acylierenden Mitteln behandelt, die neben der zur Acylierung dienenden Gruppe noch eine zur Salzbidg. befähigte oder eine hierin überführbare Gruppe enthalten. — Man erhitzt z. B. aus Männerharn oder Schwangerenharn erhaltenes Rohhormonöl mit Phthalsäureanhydrid 6 Stdn. auf 120—140° oder setzt es in Toluol mit Salicylsäurechlorid um. Man erhält so Prodd., die in Alkalien l. sind. Ebenso kann man mit Maleinsäureanhydrid, ClSO_2H , POCl_3 , Metaphosphor- oder Metaboräureäthyl- oder -methyl-ester umsetzen. Auch kann man mit Chloriden aromat. Nitrocarbonsäuren umsetzen u. die NO_2 -Gruppe nach-

träglich durch Red. in die NH_2 -Gruppe überführen. (D. R. P. 583 854 Kl. 12p vom 13/10. 1931, ausg. 11/9. 1933.) ALTPETER.

Schering-Kahlbaum A.-G., Berlin (Erfinder: **Friedrich Hildebrandt**, Hohen-Neudorf b. Berlin, und **Erwin Schwenk**, Berlin-Charlottenburg), *Darstellung von kristallisierten Estern der weiblichen Keimdrüsenhormone*, dad. gek., daß man Rohhormonöle mit Alkalien vorbehandelt u. die erhaltene Alkaliverb. nach dem Abtrennen der Neutralteile in wss. Lsg. mit acylierenden Mitteln behandelt. — Man erwärmt z. B. Hormonöl mit 5 $\frac{1}{2}$ g. wss. KOH, trennt nach Erkalten ungel. Teile ab u. benzoyliert die Lsg. nach SCHOTTEN-BAUMANN. Das Rk.-Prod. wird in Ä. aufgenommen u. nach Abdestillieren des Ä. aus A. kristallisiert. Man kann so das *Follikelhormonbenzoat* (F. 204 $\frac{0}{10}$) oder (mit CH_2COCl) das *acetat* herstellen. (D. R. P. 584 143 Kl. 12p vom 18/5. 1932, ausg. 15/9. 1933.) ALTPETER.

Schering-Kahlbaum A.-G., Berlin, *Herstellung eines Nährbodens zur Gewinnung von Gonokokkentoxin*. Man vermengt 500 g *Placenta* mit 1 l Leitungswasser, läßt 1 Nacht auf Eis stehen u. kocht dann unter sorgfältigem Rühren 20 Min. unter Rückfluß, worauf man die M. auspresst. Der Saft wird mit W. auf 1 l aufgefüllt u. die Fl. zum Extrahieren einer zweiten u. ebenso einer 3. Menge *Placenta* benutzt. Hierauf fügt man 0,1 $\frac{0}{10}$ Kochsalz u. 1 $\frac{0}{10}$ WITTE-Pepton hinzu, erwärmt 15 Min. in einem Dampfsterilisator nach KOCH, stellt mit $\text{n-Na}_2\text{CO}_3$ auf $\text{pH} = 7,2$ ein, sterilisiert 15 Min. im Dampftopf u. filtriert mehrmals durch Papier, worauf man in Gläser füllt u. diese mit Watte verschließt. (Holl. P. 30 146 vom 15/3. 1932, ausg. 15/6. 1933. D. Prior. 26/5. 1931.) ALTPETER.

P. Beiersdorf & Co. Inc., New York, V. St. A., übert. von: **Helmut Legerlotz**, Berlin-Friedenau, *Ammoniumsals des Primulasaponins*. (Hierzu vgl. E. P. 389037: C. 1933. I. 3468.) Nachzutragen ist, daß das NH_4 -Salz bei 212—213 $\frac{0}{10}$ schm., ll. in W. ist u. einen NH_3 -Geh. von 1,36 $\frac{0}{10}$ hat. Es findet therapeut. Verwendung. (A. P. 1 924 073 vom 17/11. 1932, ausg. 22/8. 1933. D. Prior. 19/1. 1928.) ALTPETER.

Henry G. Granger, New York, *Therapeutisch wirksame Zuckerpräparate*. Man versetzt *Kandiszucker* mit einem Ca-Salz, z. B. $\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ oder *Ca-Hypophosphit*, *Ca-Lactophosphat* u. dgl. oder einem sauren Phosphat u. kolloid. Kalk. (A. P. 1 927 640 vom 15/5. 1926, ausg. 19/9. 1933.) SCHÜTZ.

William S. Merrell Co., übert. von: **Mortimer Bye** und **Charles G. Merrell**, Cincinnati, V. St. A., *Ricinusölpräparat*, bestehend aus über 35 $\frac{0}{10}$, zweckmäßig 80 $\frac{0}{10}$ Öl, das mit einer solchen Menge Magnesiamilch (etwa 5 $\frac{0}{10}$) emulgiert wird, daß noch keine Verseifung eintritt, u. einen Zusatz von Erdnuß-, Getreideöl u. dgl. erhält. (Can. P. 303 454 vom 17/2. 1928, ausg. 26/8. 1930.) ENGEROFF.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., übert. von: **Max Bockmühl** und **Heinz Oepfinger**, Frankfurt a. M.-Höchst, *Wurmmittel für Tiere*, bestehend aus mit Hilfe von Alkylcellulose hergestellten Emulsionen von halogenierten aliphat. KW-stoffen. (Can. P. 305 449 vom 7/12. 1928, ausg. 4/11. 1930.) ALTPETER.

Otis Clapp & Son, Inc., Boston, übert. von: **John E. Stacey**, Saugus, V. St. A., *Antiseptisches Präparat*. Das Präparat besteht aus *o-Kresol*, *p-Kresol* u. *m-Kresol*, sowie *Campher* im Gewichtsverhältnis von 1 zu 3, äth. Ölen der *Terpengupe* u. *Balsam*. (A. P. 1 924 169 vom 10/3. 1931, ausg. 29/8. 1933.) SCHÜTZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: **Georg Wesenberg**, Wuppertal-Sonnborn u. **Friedrich Muth**, Wuppertal-Eiberfeld), *Verfahren zur Desinfektion und Konservierung*, gek. durch die Verwendung von *Bis-(oxyaryl)-polysulfiden*, die keinen Säurerest enthalten, gegebenenfalls auch in Form ihrer Salze. Als *Arylreste* können *Phenyl-*, *Naphthyl-* u. dgl. *Reste* verwendet werden, sie können außer den beiden *Hydroxylgruppen* weitere *Substituenten*, wie *Halogen*, *Alkyl*, *Aralkyl*. *Aryl* oder weitere *Oxygruppen* bzw. *Alkoxygruppen*, nicht aber *Säurereste*, enthalten. (D. R. P. 583 875 Kl. 30i vom 6/5. 1930, ausg. 11/9. 1933. Zus. zu D. R. P. 563 643; C. 1933. I. 4472.) SCHÜTZ.

Chemische Fabrik von Heyden Akt.-Ges., Radebeul, Dresden (Erfinder: **Curt Philipp**, Radebeul, Dresden), *Verfahren zur Herstellung von kernjodiertem Carvacrol*, dad. gek., daß *Carvacrol* mit für die Kernjodierung von Phenolen bekannten Mitteln unter Verwendung von höchstens 2 Moll. Alkali auf 1 Mol. *Carvacrol* behandelt wird. — Z. B. löst man 75 Teile *Carvacrol* in 1000 Teilen W. u. 55 Teilen 36,61 $\frac{0}{10}$ g. NaOH u. läßt eine Lsg. von 127 Teilen J in 150 Teilen NaJ u. 400 Teilen W. zufließen. Beim Aufarbeiten erhält man *Jodcarvacrol* in Form von farblosen Kristallen vom F. 64—65 $\frac{0}{10}$

u. Kp.₁₂ 170—172°. Das Prod. wird als *Desinfektionsmittel* verwendet. (D. R. P. 582 968 Kl. 12 q vom 29/8. 1930, ausg. 25/8. 1933.) NOUVEL.

Alfred Mayr, Nürnberg, *Sterilisieren von chirurgischem Nähmaterial*, z. B. *Catgut*. Das *Rohmaterial* wird mittels *wss.* oder *alkoh. Lsgg.* der Verbb. der *Halogene* miteinander, z. B. *Jodtrichlorid*, sterilisiert. (E. P. 398 459 vom 10/5. 1933, ausg. 5/10. 1933.) SCHÜTZ.

Siemens & Halske A.-G., Deutschland, *Oligodynamische Sterilisation*. Die Sterilisierung von strömenden *wss. Fl.* erfolgt durch elektrolyt. Einbringen eines oligodynam. wirkenden Stoffes, wobei zur Vermeidung von kathod. Verlusten an oligodynam. Metall ein Diaphragma zwischen die Elektroden geschaltet wird. Als Katholyt kann eine Säurelg., z. B. HCl, benutzt werden. Der Katholyt kann unter gleichem oder annähernd gleichem Druck wie die zu sterilisierende Fl. gehalten werden. (F. P. 751 578 vom 27/2. 1933, ausg. 6/9. 1933. D. Prior. 4/3. 1932.) SCHÜTZ.

Lucien Eugène Grandchamp und **Fernand Hippolyte Louis Holweck**, Frankreich, *Verfahren zum Sterilisieren mittels elektrischen Stromes*. Um die oligodynam. Wrkg. des Silbers zu erhöhen, wird mit Hilfe von Silberelektroden ein schwacher elektr. Strom durch die zu behandelnde Fl. geschickt. (F. P. 750 031 vom 21/4. 1932, ausg. 3/8. 1933.) SCHINDLER.

G. Analyse. Laboratorium.

Cyril Stanley Smith, *Die gegenseitige Umwandlung von Atom-, Gewichts- und Volumenprozentzahlen in binären und ternären Systemen*. Vf. gibt logarithm. Tafeln für die Umrechnung von Atom- u. Gewichts-% ineinander bei binären Legierungen u. ein Dreieckdiagramm, das bei ternären Legierungen die für die Benutzung dieser Tafeln erforderlichen Daten liefert. Zur Ermittlung von Vol.-% ist das D.-Verhältnis der Komponenten als Faktor heranzuziehen, um die Umrechnungstabellen benutzen zu können. (Amer. Inst. metallurg. Engr. Contr. Nr. 60. [Cl. C, Iron Steel Divis., Cl. E, Inst. Metals Divis.] 11 Seiten. Oktober 1933. Waterbury, Conn.) R. K. MÜLLER.

H. Murmann, *Über die Vakuummessung mittels Hitzdrähten*. Es wird gezeigt, daß die Maximalempfindlichkeit eines Hitzleitermanometers von der Größe u. Gestalt des Leiterquerschnitts unabhängig ist. Für Hitzdrähte verschiedenen Durchmessers werden die Überlegungen experimentell bestätigt. Die für die Empfindlichkeit maßgebenden Materialeigg. u. Betriebsdaten werden diskutiert. (Z. Physik 86. 14—20. 17/10. 1933. Breslau, Physikal. Inst. d. Techn. Hochsch.) SKALIKS.

Berthold Scheda, *Der Einfluß der Oberflächenspannung auf die Anzeige von Aräometern*. Vf. empfiehlt die Anwendung zweier Spindeln, deren Empfindlichkeit für Änderungen der Capillaritätskonstante verschieden ist. Hat die Capillaritätskonstante der Gebrauchsfl. einen anderen Wert als die der Justierfl., so zeigen die beiden Instrumente verschiedene spezif. Gewichte an. Zur Ermittlung des Resultats bringt man die Korrektur (die Differenz der beiden Ablesungen) an dem für Änderungen in der Capillaritätskonstante weniger empfindlichen Instrument an. Zweckmäßig stellt man Aräometerpaare von 0 bis 3 Vol.-% mit Teilung in 0,1% her, deren „Quotienten“ (Durchmesser des Stengels/scheinbare M. des Aräometers) sich wie 1:2 verhalten. Anwendungsgebiete: Alkoholometrie, stark verd. Zuckerlgg., Laugen u. Brennstoffgemische. (Chem. Fabrik 6. 413—14. 4/10. 1933. Berlin, Inst. f. Gärungsgewerbe.) ECK.

P. Curie, *Die Messung der radioaktiven Substanzen mittels eines Plattenkondensators großer Dimension*. PICCARD u. MEYLAN (C. 1933. I. 3743) haben eine Meßapparatur für radioakt. Substanzen beschrieben, die aus einer Ionisationskammer mit großer Oberfläche besteht u. von Pb-Platten geeigneter Dicke bedeckt ist. Die zu messende Substanz befindet sich im Mittelpunkt der Pb-Oberfläche. Vf. hat bereits 1912 eine Kammer dieser Art konstruiert, die in der Arbeit eingehend beschrieben wird. (J. Physique Radium [7] 4. 459. Aug. 1933. Paris.) G. SCHMIDT.

H. Krefft und **M. Pirani**, *Quantitative Messungen im Gesamtspektrum technischer Strahlungsquellen*. Es wird ein Verf. zur quantitativen Messung der Strahlungsemission techn. Strahlungsquellen beschrieben, dessen Aufgabe die Ermittlung des absol. Betrages aller spektralen Intensitäten ist. Das Verf. ist gekennzeichnet durch die Anwendung der Messung mit prismat. Zerlegung u. der Strahlungsmessung mit Filter u. Thermoelement, deren Zusammenfassung zu der geforderten Kenntnis des Gesamtspektrums führt. Zur Best. der spektralen Empfindlichkeit dienen schwarzer Körper, Wolfram- und Lampen u. durch Strahlungsmessung mit Filter besonders geeichte Gasentladungslampen. Das Verf. ist ohne letztere Gasentladungslampe nicht durchführbar, es wird

auf ihre Bedeutung für die Strahlungsmeßtechnik hingewiesen. (Z. techn. Physik 14. 393—411. 1933. Berlin, Studienges. f. elektr. Bel. im Osramkonzern.) KOLLATH.

Trajan D. Gheorghiu, *Untersuchungen über den Gebrauch der Gasphotozellen bei photometrischen Messungen. Anwendungen.* Es wird ein Spektrophotometer beschrieben, welches zwei verschiedene Photozellen mit linearer Belichtungs-Stromcharakteristik enthält, von denen die eine zur Kontrolle der Konstanz der Lichtquelle dient. Die Genauigkeit u. der Einfluß diffusen Lichtes u. anderer Fehlerquellen werden untersucht. Das Spektrophotometer wird zur Nachprüfung des BEERSchen Gesetzes an Kupfersulfatlsgg. benutzt; bei Legg., die Kupferchlorid oder -tartrat enthalten, treten infolge der Bldg. von Komplexionen Anomalien auf. (Ann. Physique [10] 20. 133—242. Sept. 1933. Paris, Sorbonne, Lab. d. Recherches physiques.) ETZRODT.

Elemente und anorganische Verbindungen.

G. Frederick Smith und J. L. Gring, *Die Trennung und Bestimmung der Alkalimetalle mit Perchlorsäure. V. Perchlorsäure und Platinchlorwasserstoffsäure bei der Bestimmung kleiner Kaliummengen bei Gegenwart großer Natriummengen.* (IV. vgl. C. 1932. II. 574.) Die von den Vf. angegebene Methode zur Best. von K mit Hilfe von HClO_4 u. H_2PtCl_6 wird auf KCl-NaCl -Gemische angewendet, welche nur 0,02 bis 0,20% KCl enthalten. Die Methode hat gegenüber der bekannten, über das $[\text{Co}(\text{NO}_2)_6]\text{K}_3$ gehenden den Vorteil größerer Einfachheit, da nur eine Fällung notwendig ist. Es werden die Salze des Na u. K in neutrale W.-freie Perchlorate übergeführt, in 95% ig. A. gel. u. mit geringem Überschuß von H_2PtCl_6 behandelt. Es sind 0,20 g H_2PtCl_6 für eine Best. erforderlich. Der Fehler der Methode ist 0,01% bei 0,15% KCl im Gemenge. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3957—61. Okt. 1933. Urbana, Illinois, Chem. Lab., Univ.) JUZA.

D. H. Peereboom Voller, *Methode zur Bestimmung des Bromgehaltes in Silberchlorid-bromid-gemischen.* Das Brom wird bei Ggw. von NaCl mit Hilfe von 70% H_2SO_4 u. KMnO_4 in Freiheit gesetzt u. zusammen mit einem Teil des Cl_2 in n. Natronlauge überdestilliert. Das gesamte Br im Destillat wird dann durch Erhitzen auf 90° unter Zusatz von Na_2SO_4 u. Borsäure mit Hilfe des vorhandenen Hypochlorits in Bromat übergeführt; darauf zerstört man den Hypochloritüberschuß mit Wasserstoffsuperoxyd. Dann wird salzsaure KJ-Lsg. u. etwas Molybdänsäure zugefügt u. mit $\frac{1}{100}$ -n. Thiosulfat u. Stärke titriert. Man hat außerdem stets durch einen Blindversuch die Reinheit der Chemikalien in Rechnung zu stellen. Der Vorteil der Methode besteht darin, daß auf 1 Bromatom 6 Äquivalente Jod zur Titration gelangen. Die Beleganalysen stimmen auf etwa 1% (Chem. Weekbl. 30. 331—32. 6/5. 1933. Utrecht, Pharmacolog. Lab. d. Univ.) CLUSIUS.

K. L. Maljaroff und W. B. Matskiewitsch, *Zur colorimetrischen Jodbestimmung mittels Chloroform.* Es wird die Beeinflussung der colorimetr. Jodbest. mit Chlf. durch Neutralsalze untersucht, die neben dem Jodid oder Jod in der wss. Lsg. vorliegen u. den Verteilungskoeff. des Jods zwischen dem Chlf. u. der wss. Schicht ändern. Es zeigt sich, daß diese Änderung für Na_2SO_4 , MgSO_4 u. CaSO_4 bis zu Konz. von 200 g Salz/l so gering sind, daß die Anwesenheit dieser Salze für die Analyse ohne Bedeutung ist. NaCl , MgCl_2 u. CaCl_2 erhöhen jedoch die Löslichkeit des Jods in der wss. Schicht u. vermindern dementsprechend die colorimetr. gefundenen Jodwerte. Zur Korrektur der Analyse werden empir. ermittelte Formeln angegeben, mit deren Hilfe der wirklich vorhandene Jodgeh. aus dem colorimetr. gefundenen berechnet werden kann. (Mikrochemie 13 [N. F.] 7) 85—90. 1933. Moskau, Hydrochem. Inst. Univ.) ROMAN.

Irl C. Schoonover und N. Howell Furman, *Die volumetrische Bestimmung von Arsen. Potentiometrische Titration von reduzierten Arsenlösungen mit Kaliumjodat in schwefel- und salzsauren Lösungen.* Es wurde die Oxydation von As_2O_3 mit KJO_3 in HCl - u. H_2SO_4 -haltigen Lsgg. untersucht, ferner die Oxydation von As_2O_3 in salzsauren Lsgg., denen Hg^{++} -Salz zugesetzt war. Bei der Titration in salzsauren Lsgg. treten zwei Endpunkte auf: 1. bei 0,1 bis 2,0-n. HCl-Lsgg. wird das Jodat unter vollständiger Oxydation des As_2O_3 zu J_2 reduziert: $5 \text{H}_2\text{AsO}_3 + 2 \text{KJO}_3 + 2 \text{HCl} \rightarrow \text{J}_2 + 5 \text{H}_2\text{AsO}_4 + 2 \text{KCl} + 2 \text{H}_2\text{O}$; 2. in 4—6-n. HCl das J_2 zu JCl oxydiert: $2 \text{J}_2 + \text{KJO}_3 + 6 \text{HCl} \rightarrow 5 \text{JCl} + \text{KCl} + 3 \text{H}_2\text{O}$. Bei Zugabe von Hg^{++} -Ionen entspricht der erste Wendepunkt der Oxydation des As_2O_3 u. Red. des Jodats zu Jodid, der zweite der Oxydation des Jodids zu JCl . Die Titrationmethoden sind als exakte As_2O_3 -Best.-Methoden zu verwenden, vor allem gestatten sie, As_2O_3 in Lsgg. von geringerem H^+ -Geh., als dies bisher möglich war, zu bestimmen. Es wurde schließlich

der Einfluß von CCl_4 - u. C_6H_6 -Zusätzen auf die Titrationen, bei denen J entsteht, untersucht; ein Zusatz von C_6H_6 wirkt sich in einem ausgeprägteren Potentialsprung aus. (J. Amer. chem. Soc. 55. 3123—30. Aug. 1933. Princeton, New Jersey, Frick Chem. Lab., Univ.)

JUZA.

Organische Substanzen.

M. Chaix, Bemerkungen über den Gebrauch der semimikroanalytischen Verfahren. Vff. beschreibt einfache Verff. für die Best. von C, H, N, Halogenen u. S, welche mit 15—20 mg Substanz ausgeführt werden. Abbildungen im Original. (Bull. Soc. chim. France [4] 53. 697—700. Juli 1933. Nancy, Fac. des Sciences.)

LINDENBAUM.

Harold S. Davis und Dorothy Quiggle, Probleme bei der Bestimmung ungesättigter Kohlenwasserstoffe in Gasen. II. Einige Begrenzungen in ihrer Trennung durch Schwefelsäure. (I. vgl. C. 1930. I. 1336.) Die Absorptionsgeschwindigkeit von C_3H_6 u. n. Butylen liegen zu nahe beieinander, um die Trennung der beiden KW-stoffe durch H_2SO_4 -Absorption zu gestatten. Durch Sättigen 87%ig. H_2SO_4 mit Ag- u. Ni-Sulfat konnte die Absorptionsgeschwindigkeit von C_2H_4 + C_3H_6 stark verändert werden. Die Salze erhöhten die Absorptionsgeschwindigkeit des C_3H_4 um das 400-fache, die von C_2H_6 nur um das 3,3-fache. Die Trennung von C_2H_4 u. C_3H_6 im ORSAT-App. konnte durch die Sättigung der H_2SO_4 mit den beiden Sulfaten um mehr als das Hundertfache verbessert werden. (Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 2. 39—41. Cambridge, Mass.)

SCHÖNFELD.

H. S. Davis, G. S. Crandall und W. E. Higbee jr., Probleme bei der Bestimmung ungesättigter Kohlenwasserstoffe in Gasen. III. Einige Faktoren bei der Bromierung mit Kaliumbromidbromatmischung. (II. vgl. vorst. Ref.) Bei der bromometr. Best. von Olefinen (vgl. FARAGHER, MORRELL u. LEVINE, C. 1930. I. 2455) stören Al- u. Ni-Salze, bei der Best. von Acetylen stört O_2 (wahrscheinlich adsorbiert $\text{CHBr}=\text{CHBr}$ O_2 u. gibt nach Umlagerung Bromacetyl bromid). Eine Methode zur sicheren Best. von Olefinen u. Acetylenen wird beschrieben. Das Gas wird in der Hempelbürette 2-mal mit Pyrogallolsg. gewaschen u. dann in eine Flasche übergeführt, die ausgekochte $\text{KBr}\cdot\text{KBrO}_3$ -Lsg. enthält. Unter Schütteln wird cem-weise 10%/ig. H_2SO_4 zugegeben (200% Überschuß). Nach 1-std. Schütteln werden 3—5 cem gesätt. KJ -Lsg. zugefügt; nach Verdünnen wird mit Thiosulfat titriert. (Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 3. 108—10. Cambridge, Mass., Inst. of Technology.)

LORENZ.

Maurice François und Laure Seguin, Bestimmung einiger Phenole durch Wägen von Aristolen. (Vgl. C. 1932. I. 107.) Vff. definieren zunächst den Begriff „Aristole“. Man kann 2 Gruppen unterscheiden: Zu der einen Gruppe, deren Prototyp das Aristol des Thymols ist, gehören die Aristole des Carvacrols, Guajacols, α - u. β -Naphthols; diese werden „eigentliche“ Aristole genannt. Die andere Gruppe ist nur durch das Aristol des Phenols selbst (LAUTEMANNsches Rot) vertreten. Die eigentlichen Aristole bilden sich nur in Ggw. von kaust. Alkali, u. zwar in der Kälte u. sofort; ihre Zus. u. Farbe variieren. LAUTEMANNsches Rot bildet sich auch in Ggw. von Soda, u. zwar in der Wärme u. langsam. — Das Aristol des Guajacols ist nach seinem J-Geh. anders zusammengesetzt als das des Thymols, welches 2 Atome J auf 2 Moll. Thymol enthält. Es ist eine Verb. von 2 Moll. Dijoddiguajacol u. 1 Mol. Guajacol, $[(\text{CH}_3\text{O})(\text{HO})\text{C}_6\text{H}_2\text{J}\cdot\text{C}_6\text{H}_2\text{J}(\text{OH})(\text{OCH}_3)]_2 + \text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})(\text{OCH}_3)$. Die Aristole des α - u. β -Naphthols sind wieder anders zusammengesetzt, nämlich Verb. von 1 Mol. Dijoddinaphthol u. 1 Mol. Naphthol, $\text{HO}\cdot\text{C}_{10}\text{H}_5\text{J}\cdot\text{C}_{10}\text{H}_5\text{J}\cdot\text{OH} + \text{C}_{10}\text{H}_7\cdot\text{OH}$. Aristole von dieser Zus. werden durch Fällen mit einem großen J-Überschuß erhalten, u. letzterer darf nicht, wie bei der Best. des Phenols u. der Salicylsäure (l. c.), durch Sulfit entfernt werden, weil sich hierdurch die Zus. der Ndd. infolge J-Verlustes ändern würde, sondern nur durch Auswaschen. Die Unlöslichkeit der Aristole wird durch Fällen aus Na_2SO_4 -haltiger Lsg. gesichert.

Best. des Guajacols: Ca. 0,3 g desselben in 5 cem Glycerin bei 50° lösen, 2 cem NaOH (D. 1,33) u. 18 cem W. zugeben, diese Lsg. schnell in Gemisch von 125 cem Na_2SO_4 -Lsg. (200 g krystall. Salz im l) u. 30 cem J-Lsg. (12,7 g J u. 20 g KJ in 100 cem) gießen, mit 20 cem W. nachspülen. Nach 1 Stde. erst die Fl., dann den braunen Nü. auf ein doppeltes, gewogenes Filter bringen, völlig abtropfen lassen, vorsichtig 8-mal mit W. auffüllen, immer ganz abtropfen lassen, schließlich erst auf Filtrierpapier, dann im Trockenschrank bei 30—32° im schwachen Luftstrom trocknen (ca. 4 Tage). Gewicht $\times 0,5535 = \text{Guajacol}$. — Best. des Guajacolcarbonats: 0,25 g desselben mit 5 cem konz. NH_4OH u. 5 cem A. 3 Tage verschlossen stehen lassen, in Schälchen

gießen, mit 2,5 ccm A. nachspülen, 2 ccm NaOH zugeben u. unter einer Glocke über H_2SO_4 bis zum Verschwinden des NH_3 -Geruches stehen lassen. Rückstand in W. lösen, in wie oben bereitete Leg. von Na_2SO_4 u. J gießen u. weiter wie oben verfahren. Faktor 0,6116. — Best. von α - u. β -Naphthol: Man verfährt wie beim Guajacol, löst aber die Substanz nicht in Glycerin, sondern in 50 ccm W. u. 2 ccm NaOH. Faktor 0,6334. — Best. des *Benzonaphthols* (Benzoensäure- β -naphthylester): 2 g desselben mit 8 ccm NaOH u. 8 ccm A. 24 Stdn. stehen lassen, 2 Stdn. auf W.-Bad erhitzen, mit W. auf 200 ccm auffüllen, davon 50 ccm wie oben in Na_2SO_4 -J-Leg. gießen usw. Faktor 1,0909. — Best. des *Beitols* (Salicylsäure- β -naphthylester): 2 g desselben mit 12 ccm NaOH u. 16 ccm A. 24 Stdn. stehen lassen, 2 Stdn. auf W.-Bad erhitzen, 50 ccm verd. H_2SO_4 (100 g H_2SO_4 im l), dann 30 ccm Sodalsg. (200 g krystall. Salz im l) zugeben, deutlich alkal. Fl. 3-mal mit je 25 ccm Bzn. ausschütteln, filtrierte Bzn.-Legg. in Schale verdunsten lassen. Rückstand (β -Naphthol) in 8 ccm NaOH u. etwas W. lösen, auf 200 ccm auffüllen, mit 50 ccm davon wie oben verfahren. Was. Leg., welche Na-Salicylat enthält, auf W.-Bad etwa halb verdampfen, um den A. zu entfernen, auf 200 ccm auffüllen, in 50 ccm davon die Salicylsäure wie früher (l. c.) als LAUTEMANN'Sches Rot bestimmen. Man braucht übrigens nicht beide Komponenten zu bestimmen. Hat man festgestellt, daß der Bzn.-Rückstand β -Naphthol ist u. annähernd das berechnete Gewicht besitzt, so genügt die Best. der Salicylsäure. Faktor 0,7674. (Bull. Soc. chim. France [4] 53. 711—23. Juli 1933.)

LINDENBAUM.

Bestandteile von Pflanzen und Tieren.

Donald E. Frear, *Eine Methode zur Bestimmung des Säure-Basengleichgewichtes in Pflanzenasche*. 2 g der gemahlene Pflanze werden mit 10 g W. übergossen, nach Benetzung 25 ccm einer Leg. von 25 g $Mg(NO_3)_2$ in 100 ccm zugegeben u. durch schwaches Sieden eingedampft. Der Rückstand wird bedeckt im elektr. Ofen auf 250° erhitzt, nach 15 Min. die Temp. auf 500° gesteigert, nach Abkühlen mit 10 g W. benetzt, 60 ccm n. HNO_3 zugesetzt u. 3 Stdn. unter dem Kp. erwärmt. Der Überschuß der Säure wird mit NaOH gegen Methylrot titriert. Ber. siehe im Original. (J. biol. Chemistry 88. 675—81. Kingston.)

SCHÖNFELD.

B. Sjollema und J. W. Dianske, *Chlorbestimmung auf nassem Wege in organischen Substanzen*. Das Prinzip des neuen, für Grasproben, Leinmehl, Weizen angewendeten Verf. besteht darin, daß im wa. Extrakt die organ. Substanz in alkal. Leg. mit $KMnO_4$ oxydiert u. dann das Cl nach VOLHARD titriert wird. Auch die modifizierte Methode von VAN SLYKE zur Cl-Best. im Blut ist ebensogut für andere organ. Substanzen (Futtermittel usw.) geeignet; die Methode von FREAR (vgl. vorst. Ref.) lieferte keine guten Resultate. (Biochem. Z. 245. 76—79. 1932. Utrecht, Univ.-Lab. f. Medizin. Veterinärchemie.)

SIDON.

A. A. Christman und E. L. Randall, *Eine angenehme und genaue Methode zur Bestimmung und Entdeckung von Kohlenmonoxyd im Blut*. Die Methoden von HALDANE (J. Physiology 13 [1895]. 463) u. von SATERS u. YANT (Bur. Mines Techn. Paper 1925. 373) erfordern relativ hohe CO-Konz. VAN SLYKE'S Methode (C. 1924. II. 2515. 2606; 1927. II. 145) erfordert Spezialapp. — Die Blutgase werden im Vakuum durch Ferritanid frei gemacht u. zu einem Gefäß mit $PdCl_2$ -Leg. gebracht. Nach der Rk. $(CO + PdCl_2 + H_2O = Pd + CO_2 + 2HCl)$ wird vom Pd abfiltriert u. das restliche $PdCl_2$ colorimetr. bestimmt, indem es als PdJ_2 gefällt u. durch Ggw. eines Schutzkoll. („gum ghatti“) in Leg. gehalten wird. — Die Ferritanidleg. wird nach VAN SLYKE u. HILLER (C. 1928. II. 1769) hergestellt. — Es wird ein einischer Spezialapp. beschrieben. Method. Einzelheiten müssen im Original eingesehen werden. — Die Ggw. von NaCN im Blut stört die qualitative Best. nicht, wohl dagegen die quantitative. Bestandteile von Balsamierungsfl. (Formaldehyd, Glycerin, Farbstoffe) stören in den erwarbten Konz. nicht. Ggw. von nitrosen Gasen oder H_2S im Blut stört nicht. (J. biol. Chemistry 102. 345—409. Okt. 1933. Ann Arbor, Univ. of Michigan, Med. School, Dep. physiol. Chem.)

HEUTER.

Donald D. van Slyke und Alma Hiller (mit technischer Unterstützung von John Plazin), *Bestimmung von Ammoniak im Blut*. NH_3 wird aus dem Blut nach NASH u. BENEDICT (C. 1922. I. 433) entfernt, aber nun nicht nach NESZLER, sondern nach BERTHELOT'S Rk. bestimmt: Auftreten einer blauen Farbe mit Phenol u. Hypochlorit (vgl. ORR, C. 1925. I. 418, u. MURRAY, C. 1925. II. 468). Die Empfindlichkeit der Phenolrk. ist größer als die des NESZLER-Reagens: 0,001 mg NH_3 in 5 ccm gibt

nach NESZLER gerade noch erkennbare Farbe, nach der Methode der Verff. noch genügend zur quantitativen Best.; außerdem hat der blaue Farbstoff nicht die Tendenz zur Nd.-Bldg. bei größeren Konz. wie bei NESZLERS Reagens, besonders bei Ggw. von Spuren von *Caprylalkohol* (I) (den man evtl. gegen Schäumen zugesetzt hatte). *Verf.*: In ein Röhrchen nach NASH u. BENEDICT (l. c.) werden 5 ccm Blut, 1 ccm NH_3 -freie K-Oxalatlg. (15 g K-Oxalat u. 10 g K_2CO_3 in 100 ccm; dargestellt nach FOLIN) u. 1 Tropfen I gegeben. In das Auffanggefäß kommen 5 ccm NH_3 -freies W. u. 3 Tropfen 0,1-n. HCl. Durchleiten für 10 Min. mit ca. 6 l/Min., Luft, erst 3-mal mit 5% H_2SO_4 u. 1-mal mit 1% HCl gewaschen. Danach wird in das Auffanggefäß 1 ccm *Na-Phenolat*-lg. (25 g $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$ in wenig W. gel., + 50 ccm 40%ig. NaOH u. auf 100 ccm gebracht) u. 0,5 ccm *Javelwasser* (1 g Cl pro 100 ccm: 50 g Ca-Hypochlorit mit 56,5% akt. Cl in 500 ccm h. W. gel., mit Lsg. von 50 g K_2CO_3 in 200 ccm W. gemischt u. auf 1000 ccm gebracht; Prüfung auf Ca-Überschuß, der evtl. mit K_2CO_3 beseitigt werden muß; die Lsg. wird auf viele kleine Flaschen verteilt u. im Eisschrank aufbewahrt) gegeben, gemischt, 3 Min. in sd. W.-Bad gestellt, sofort mit W. danach auf Raumtemp. gekühlt u. die Farbintensität durch Vergleich mit einer Reihe von Standardlsgg. bestimmt. Zugleich mit der Probe werden die Vergleichslsgg. gemacht, in der Dimension des erwarteten NH_3 . (J. biol. Chemistry 102. 499—504. Okt. 1933. New York, Hosp. des Rockefeller-Inst. für med. Forsch.) REUTER.

Donald D. van Slyke und Esben Kirk, *Vergleich der gasometrischen, colorimetrischen und titrimetrischen Bestimmung von Aminostickstoff in Blut und Urin*. Gasometr. Best. u. Formaldehydtitration geben im Urin übereinstimmende Werte für NH_3 -N. Bei Blut geben diese Methoden u. die Acetontitration nach LINDERSTRÖM-LANG (ZIRM u. BENEDICT, C. 1932. I. 1275) gute Übereinstimmung, solange nicht störende, ungewöhnliche Substanzen zugegen sind. — *Milch-, Acetessigsäure* u. andere organ. Säuren ähnlicher Stärke erfordern bei der ZIRM-BENEDICT-Best. 0,6 HCl pro Mol., *Oxybuttersäure* 0,14 Mol. HCl. Bei schwer patholog. Fällen (Milchsäure bei Anoxia, Oxybutter- u. Acetessigsäure bei diabet. Acidosis) muß man daher mit der Methode vorsichtig sein. — Die colorimetr. Methode von FOLIN (C. 1922. IV. 12. 352) gab Werte, die mit denen keiner anderen Methode zusammenfielen. (J. biol. Chemistry 102. 651—82. Okt. 1933. Hosp. des Rockefeller-Inst. f. med. Forschung.) REUTER.

Friedrich Rappaport, *Methodisches zur Mikrobestimmung des Reststickstoffes und des Harnstoffes im Blut*. (Vorl. Mitt. C. 1933. II. 1727.) *Best. von NH_3 im reinen Lsgg.*: Zu 10 ccm 0,01-n. NaOBr-Lsg. (Einzelheiten über deren Bereitung vgl. Original) wird die Unters.-Lsg. zugegeben u. nach einigen Minuten nach Zugabe von KJ u. 15% HCl mit 0,01-n. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ zurücktitriert. — Am PARNAS-WAGNERSchen Dest.-App. werden einige prakt. Modifikationen gegeben. — Bei der *Best. des Rest-N* ergibt sich Übereinstimmung zwischen den Werten für Serum u. Vollblut nur, wenn vor der Enteiweißung mit hyperten. Na_2SO_4 -Lsg. komplette Hämolyse bei letzterem herbeigeführt wird. Enteiweißung mit Phosphormolybdänsäure. — Bei der *Rest-N-Best. im nichthämolytierten Vollblut* wird Übereinstimmung mit den nach FOLIN u. SVEDBERG (C. 1930. II. 3177) erhaltenen Werten gefunden. *Rest-N ohne Dest.* (vgl. Vf. l. c.); genaue method. Angaben. *Harnstoff (I)-Best.* Zers. des I mit Urease. Austreiben des NH_3 nicht mit Alkali, sondern einem Boratpuffer, in Ggw. von Cu-Salz; unter diesen Bedingungen geben Aminosäuren kein NH_3 ab, u. kein H_2S stört. (Mikrochemie 14 ([N. F.] 8). 49—74. 1933. Wien, Univ., Inst. f. allg. u. exp. Pathol. u. S.-Canning-Childs-Spital.) REUTER.

L. Cuny und J. Robert, *Über die jodometrische Mikrobestimmung des Blutharnstoffs I. Anwendung der Sulfo-Jodoxydation*. (Bull. Soc. Chim. biol. 12. 171—95. — C. 1930. II. 1413.) SCHÖNFELD.

L. Cuny und J. Robert, *Über die jodometrische Mikrobestimmung des Blutharnstoffs. II. Oxydation mittels Chromschwefelsäure*. Inhaltsgleich mit C. 1933. I. 3751 referierter Arbeit. (Bull. Soc. Chim. biol. 13. 1167—77. Lab. de Biol. appliquée H. Carrion et Cie.) PANTKE.

Donald D. van Slyke und Victor H. Kugel, *Verbesserungen der manometrischen Mikrokjeldahl- und der Blutharnstoffmethode*. STEHLE (C. 1922. II. 537) hatte die sonst übliche alkal. NaOBr-Lsg. durch 2 getrennte Lsgg. (NaOH u. Br in wss. KBr) ersetzt, die für jede Analyse gemischt wurden. Vff. nehmen konzentriertere Lsgg. u. vermeiden damit die Übelstände der obigen Methode (A. 60 g KBr in 100 ccm W. gel. u. darin 2,5 ccm Br. B. 40 g NaOH werden in W. gel. u. auf 100 ccm gebracht). — Zur *Best.* (manometr. Mikrokjeldahl [VAN SLYKE, C. 1927. I. 2347] oder Harnstoff) wird die Unters.-Lsg. erst in der Kammer des VAN SLYKE-NEILL-App. (C. 1924. II. 2605) ab-

gemessen, evtl. entlüftet, 1,25 ccm Lsg. B in den Oberteil der Kammer gegeben u. 0,75 ccm Lsg. A zugegeben u. mit B vermischt. 1,5 ccm der Mischung werden in die Kammer gegeben. Weiter wie üblich. — Vff. finden, daß die *ZnSO₄-Eiweißlsg.* nach SOMOGYI (a) C. 1929. II. 1721; b) C. 1930. II. 1258) wohl einen Teil der Rest-N-Stoffe mitreißt, nicht aber den *Bluharnstoff* (I). Daher ist die einfache Hypobromitmethode für I-Best. anwendbar u. die *Ureasemethode* (VAN SLYKE, C. 1929. II. 3241) kann durch die neue Methode ersetzt werden. (Für Urin bleibt die Ureasemethode vorzuziehen, weil NH₃ hierfür nicht entfernt zu werden braucht.) Br- u. NaOH-Lsg. wie oben. Zn-Lsg. nach SOMOGYI (l. c. b): 1 Vol. Blut wird mit 8 Voll. ZnSO₄-Lsg. gemischt u. bis zur Homogenität u. komplexen Hämolyse geschüttelt. Dann wird 1 Vol. 0,75-n. NaOH zugesetzt u. nach einigen Minuten filtriert. Die Kammer des VAN SLYKE-App. (C. 1927. II. 468; Original Fig. 3 S. 125) wird mit Hg gefüllt u. 5 ccm Filtrat mit der mit Gummi verschlossenen Pipette (bekannt) in die Kammer eingeführt. Es wird jetzt die Lsg. luftfrei gemacht u. wie oben Hypobromitlsg. eingeführt. Es wird nun das Hg bis zur 50 ccm-Marke gesenkt u. geschüttelt (bei 25° 1,5 Min., bei 20° 2, bei 15° 2,5). Weiter wie üblich. In einer Tabelle werden die Faktoren für I bei bestimmten Temp. gegeben. (J. biol. Chemistry 102. 489—97. Okt. 1933. New York, Hosp. des Rockefeller-Inst. f. med. Forschung.)

REUTER.

Herbert Habs, *Colorimetrisches Schnellverfahren zur Urinzuckerbestimmung*. Die beim Kochen eines mit NaOH versetzten zuckerhaltigen Urins entstehende Braunfärbung wird mit einer Serie verschieden konz. Farblsgg. verglichen, von denen jede einer bestimmten Zuckerkonz. entspricht. Vorschriften zur Herst. der Standardlsgg. u. zur Ausführung der Best. werden angegeben. (Münch. med. Wschr. 80. 1101—02. 14/7. 1933. Marburg, Mediz. Univ.-Poliklinik.)

FRANK.

H. Mattis und **E. Mandrysch**, *Über den Nachweis kleiner Jodmengen im Harn*. Es wird im Gegensatz zu älteren Literaturangaben festgestellt, daß KJ nach Zusatz zu frischem oder gealtertem Harn oder nach peroraler Gabe in frischem oder gealtertem Harn nach Oxydation mit saurer Nitritlsg. u. Ausschütteln mit CS₂ quantitativ wiedergefunden wird. CHCl₃ ist ungeeignet für die colorimetr. Best., da es auch verschiedene farbende Verbb. aus dem Harn herauslöst. J' wird also durch die im Harn vorliegenden Substanzen nicht in eine gegen Oxydationsmittel resistente Form übergeführt. (Arch. pharmaz. Ber. dtsh. pharmaz. Ges. 271. 174—77. März 1933. Köln-Mülheim, Forschungslaboratorium der Troponwerke.)

ROMAN.

Otto Schmidt, *Zum Nachweis von Blausäure bei Vergiftungsfällen an der Leiche*. Die Tatsache, daß Kaliumrhodanid in Ferrisalzlsgg. blutrot gefärbtes Eisenrhodanid erzeugt, benutzt Vf. zum exakten spezif. Nachweis von HCN an der Leiche. Einzelheiten dieser Methode werden angegeben, die Empfindlichkeit beträgt etwa 0,1 mg im Liter. (Dtsch. Z. ges. gerichtl. Med. 21. 334—36. 1933. Berlin, Univ., Gerichtsärztl. Inst.)

FRANK.

A. Kühn, *Naturwissenschaftlich-kriminalistische Untersuchungen bei einem Giftmordversuch mittels strychninhaliger Pralinen*. Bei einem Giftmordvers. durch mit der Post eingesandte, strychninhalige Pralinen gelang es, den unleserlichen Poststempel des Absenderortes durch Aufnahmen auf *Agfa-Infrarot-Platten* deutlich lesbar zu machen. (Dtsch. Z. ges. gerichtl. Med. 22. 48—53. 22/9. 1933. Bonn, Univ., Inst. f. gerichtl. u. soziale Medizin.)

FRANK.

Hidekatsu Fujiwara, *Über die Farbenreaktionen von Strychnin und Strychnin-nitrat*. Auf Grund eingehender Prüfung einer großen Anzahl von organ. Substanzen gegenüber HCl, HCl + Na-Molybdatlsg., H₂SO₄ + Na-Molybdatlsg. gibt Vf. für *Strychnin* als spezif. an: konz. H₂SO₄ + große Menge konz. Na-Molybdatlsg.: rote Färbung. — Für *Strychninnitrat*: Kochen mit konz. HCl + konz. Na-Molybdatlsg., nach dem Abkühlen alkalisieren mit Soda: gelb, + 5%ig. Phosphormolybdänsäurelsg.: gelbe oder grünlich gelbe Färbung. Die Rkk. eignen sich für den Nachweis der betreffenden Substanzen bei Intoxikationen. (Tabellen vgl. Original.) (J. Biochemistry 18. 153—62. Juli 1933. Nagasaki, Physiol.-chem. Inst.)

HEIMHOLD.

L. Kofler und **M. Marek**, *Die Sarsaparilla und das neue Arzneibuch*. Einfaches, für die pharmazeut. Praxis als geeignet bewährtes u. zur Aufnahme in das kommende österreich. Arzneibuch empfohlenes Verf. zur Best. des hämolyt. Index (HI.) der Sarsaparillawurzel (SW.): 1 g Pulver (Sieb 4) mit 50 ccm NaCl-Lsg. (0,85%) 6 Stdn. unter öfterem Umschütteln verschlossen stehen lassen, filtrieren, in 4 Gläsern (I—IV) 1,0 bzw. 0,5, 0,25, 0,1 ccm dieses Droгенаuszuges (DA.), NaCl-Lsg. ad 1 ccm u. je 1 ccm Blutaufschwemmung (1 g defibriniertes Rinderblut auf 30 ccm NaCl-Lsg.; BA.)

248*

vorsichtig mischen, nach 30 Min. Hämolyse (Hä.) ablesen, weiter nach **A—D**: **A**: Hä. nur in I: neue Reihe mit 0,95, 0,90, 0,85 . . . 0,40 ccm DA., NaCl-Lsg. ad 1 ccm u. 1 ccm BA. ansetzen; **B**: Hä. in I u. II: neue Reihe mit 0,45, 0,40, 0,35 . . . 0,2 ccm DA., NaCl-Lsg. ad 1 ccm u. 1 ccm BA. ansetzen; **C**: Hä. in I—III: DA. mit NaCl-Lsg. auf 1:4 verd. ansetzen wie nach **A**; **D**: Hä. in I—IV: DA. mit NaCl-Lsg. auf 1:10 verd. ansetzen wie nach **A**; endgültige Ablesung nach 12—20 Stdn.; maßgebend ist das letzte Glas mit gerade noch totaler Hä.; HI. = 2·Verd./ccm DA.; Verd. im Fall **A** u. **B** = 50, **C** = 200, **D** = 500. — Testobjekt, Pufferzusatz u. Beachtung von p_H sind nicht erforderlich. Als Mindestforderung wird vorgeschlagen: HI. = 300. Schaumzahl u. Sapogeninbest. sind zur Wertbest. der SW. ungeeignet. Die Ablehnung der Vera-Cruz-SW. durch einige Arzneibücher ist ungerechtfertigt. — Der HI. von SW.-Auszügen steigt beim Stehen bis zum 4.—5. Tage auf das 2- bis mehrfache, fällt bis zum 9.—11. Tage auf den Anfangswert u. dann darunter. Diese Erscheinung soll weiter untersucht werden. (Pharmaz. Mh. 14. 127—31. Juni 1933. Innsbruck, Univ.)

DEGNER.

L. Nobili, *Formalinseifenlösungen*. Nachweis von Harzseifen: 50 ccm der Probe mit 30%ig. NaCl-Lsg. aufkochen, die ausgeschiedenen Seifen mit W. auswaschen u. trocknen. 10 g Trockenseife in w. W. lösen, im Scheidetrichter mit 2%ig. H₂SO₄ zers. u. mit 100 ccm PAe. ausschütteln. Ausschüttelung abdampfen, in Essigsäureanhydrid lösen u. nach dem Abkühlen mit H₂SO₄ (D. 1,53) versetzen. Eine verschwindende Rotviolett-färbung zeigt Harz an. Best. des Formalingeh.: 100 ccm der Lsg. mit BaCl₂-Lsg. bis zur vollständigen Ausfällung der Seife versetzen, auffüllen, einige Stdn. stehen lassen, 50 ccm des Filtrates neutralisieren, nach Zusatz von 40 ccm n. NaOH mit 40 ccm neutralem H₂O₂ (3%ig.) 25 Min. auf dem W.-Bade erhitzen, mit W. verd. u. mit n. H₂SO₄ gegen Phenolphthalein rücktitrieren. Berechnen nach der Gleichung $\text{HCHO} + \text{H}_2\text{O}_2 + \text{NaOH} = \text{HCOONa} + 2 \text{H}_2\text{O}$. (Boll. chim. farmac. 72. 681—82. 30/9. 1933.)

GRIMME.

W. Kordatzki, Taschenbuch der praktischen p_H -Messung für wissenschaftl. Laboratorien und technische Betriebe. München: Müller & Steinicke 1934 [Ausg. 1933]. (VIII, 231 S.) gr. 8°. M. 6.90; geb. M. 8.—.

H. Angewandte Chemie.

I. Allgemeine chemische Technologie.

R. H. Webb, *Besondere Arbeitsmaschinen zum Rühren, Mischen und Kneten, sowie Werkstoffe für die chemische Industrie*. (I. vgl. C. 1933. II. 2867.) Abbildungen u. Beschreibungen von Rührwerken. (Manufactur. Chemist pharmac. Cosmetic Perfum. Trade J. 4. 308—11. Okt. 1933.)

GROSZFELD.

A. J. V. Underwood, *Theorie und Praxis der Prüfung von Destillationsanlagen*. Vortrag über die Theorie der Dest. von binären u. Mehrkomponentengemischen, prakt. Ausführungsformen: Nomogramme, insbesondere für Dampfdrucke von KW-stoffgemischen; Diskussion. (Trans. Instn. chem. Engr. 10. 112—158. 1932.) R. K. MÜLLER.

Harrel Corp., New Jersey, übert. von: **Earle D. Crammond**, Washington, und **William A. Hughes**, Morristown, *Verfahren zur Herstellung von Filtermaterialien*. Als Filterstoff für die Trennung von leichten u. schweren Fl. oder von festen Stoffen u. Fl. dient ein Gewebe, das mit Cashewextrakt präpariert ist. Man stellt hierzu z. B. einen Firnis aus 85 Teilen Cashew, 15 Teilen Formaldehyd u. 4 Teilen harzsaurem Mangan her u. erhitzt diesen auf 450°. (A. P. 1 921 309 vom 3/6. 1930, ausg. 8/8. 1933.)

HORN.

Benjamin Electric Ltd. und **Keith Sefton Molyneux-Ffennell**, London, *Luftfilter*. Als Filter dient Drahtgaze, die mit einem staubbindenden Mittel, z. B. Öl, getränkt ist. Diese ist in mehreren Lagen übereinander zu einem Zylinderling zusammengelagert, dessen Enden durch Klemmringe an den Deckplatten der Filterkammer befestigt sind. Zur Vergrößerung der wirksamen Oberfläche ist der Filterling wellenförmig ausgepreßt. (E. P. 386 112 vom 31/12. 1931, ausg. 2/2. 1933.)

HORN.

Koppers Co., Pittsburgh, übert. von: **Joseph Daniels**, Essen, *Durchführung von Gasreaktionen bei hohen Temperaturen*. Zur Durchführung von Gasrkk. bei hohen Temp., z. B. bei der Methanumwandlung bei 2000°, wird ein Ofen benutzt, dessen

Außenwände aus wärmeisolierendem Werkstoff bestehen u. in dem innen Tuben aus gut wärmeleitendem Stoff, z. B. MgO angeordnet sind, die durch vorgewärmte Gase in flammenloser Verbrennung aufgeheizt werden. (A. P. 1 920 632 vom 3/8. 1931, ausg. 1/8. 1933. D. Prior. 5/8. 1930.) HORN.

E. I. Dupont de Nemours & Co., Wilmington, *Durchführung von Reaktionen mit Kohlenoxyd*. Die Rk. wird beschleunigt durch die Anwesenheit geringer Mengen von Stickoxyden, Halogenen, Halogenwasserstoffen, Alkylhaloiden o. dgl. Man erhält z. B. H₂, wenn man ein Gemisch von CO, W.-Dampf u. einer geringen Menge Br bei erhöhter Temp. über einen geeigneten Katalysator leitet. Für die Gewinnung von Essigsäure u. Methylacetat leitet man ein Gemisch von CO, Methanoldampf u. einer geringen Menge HCl unter Druck über einen Katalysator, der aus auf Holzkohle aufgebrachtem Cu-Chlorid besteht. Soll HCN hergestellt werden, so leitet man ein Gemisch von NH₃ u. CO nebst geringen Mengen von Stickoxyden unter Druck über einen Th-Oxydkatalysator, wobei man Temp. von ca. 200—750°, vorzugsweise von 400—500°, einhält. (E. P. 397 852 vom 29/2. 1932, ausg. 21/9. 1933. A. Prior. 28/2. 1931.) DREWS.

Panstwowa Fabryka Zwiazkow Azotowych w Mosciacach (Erfinder: Ignaz Rabek und Stefan Zabicki), Moscice, Polen, *Herstellung von Katalysatoren für die Rk. CO + H₂O = CO₂ + H₂*, bestehend aus Eisenoxyden, die durch Hydrolyse (Erhitzen auf nicht über 200°) von Eisensalzen flüchtiger Säuren, wie Ameisensäure, Essigsäure, Salzsäure, gegebenenfalls in Ggw. von Aktivatoren, wie z. B. Cr₂O₃, erhalten werden. (Poln. P. 16 841 vom 3/6. 1930, ausg. 21/11. 1932.) FLOCH.

Soc. Alsacienne de Produits Chimiques, Paris, *Verfahren zur Herstellung von Katalysatoren*. Es wird ein Katalysator von der Formel n. CuO·H₂O durch Ausfällen in bekannter Weise aus Lsgg. hergestellt. Der Nd. wird in der Mutterlauge bis zu einem gewünschten W.-Geh. erhitzt u. durch Zusatz von Stabilisatoren haltbar gemacht. Durch die Wahl der Temp. werden CuO·H₂O-Katalysatoren erhalten, die verschieden viel H₂O enthalten. Die verschiedenen Verbb. sollen sich eindeutig durch Farbunterschiede der Mutterlauge erkennen lassen. (Schwz. P. 142 433 vom 15/12. 1928, ausg. 1/12. 1930. F. Prior. 31/12. 1927.) HORN.

Chemical Construction Corp., übert. von: Ingenieur Hechenbleikner, *Katalysatorbehälter*, insbesondere für die SO₂-Synthese aus einem Unterteil, in den das Gas eintritt, u. einem durch einen Siebboden abgetrennten Oberteil, aus dem das Gas austritt. Im Unterteil lagert der Katalysator auf einem Siebboden, durch welchen eine große Zahl Wärmeausgleichselemente aus Doppelrohren, die bis an die obere Grenze der Katalysatorschütthöhe reichen, hindurchragt. Die äußeren, weiteren Rohre sind am oberen Ende geschlossen u. endigen mit dem unteren offenen Ende etwas unterhalb des Siebbodens. Die inneren, engeren Rohre besitzen am oberen Ende Gasaustrittsöffnungen u. sind mit dem unteren offenen Ende in einem im übrigen undurchbrochenen, im Behälter einen freien unteren Gasverteilungsraum abgrenzenden, etwas unterhalb des den Katalysator tragenden Siebbodens gelegenen Boden befestigt. Im Oberteil sind Kühlelemente in spiegelbildlicher Anordnung zu den im Unterteil angebrachten Wärmeausgleichselementen mit dem Unterschied vorgesehen, daß die weiteren äußeren Rohre in einem im übrigen undurchbrochenen Boden befestigt sind u. die inneren engeren Rohre durch die sie tragende Decke des Oberteils hindurch ins Freie münden. Auf dem Siebboden, der Ober- u. Unterteil trennt, lagert eine zweite Katalysatormenge, deren Temp. durch die Wrkg. eines durch die Kühlelemente geblasenen Luft- oder Gasstroms mit der Maßgabe geregelt wird, daß die Luftmenge durch die Wrkg. einer im Oberteil des Behälters angebrachten Temp.-Meßvorr. selbsttätig bestimmt wird. (A. P. 1 927 493 vom 8/8. 1928, ausg. 19/9. 1933.) MAAS.

II. Gewerbehygiene. Rettungswesen.

K. Kötzing, *Neuere Ergebnisse auf dem Gebiete der gewerblichen Berufskrankheiten*. Übersichtsreferat. (Zbl. Gewerbehyg. Unfallverhütg. 20. 149—54. Juli/Aug. 1933. Ludwigshafen a. Rh.) FRANK.

Hermann Engelhard und **Karl Pütter**, *Der Wasserhaushalt in Atemfiltern bei Ein- und Zweigatmung*. (Vgl. ENGELHARD u. PÜTTER, C. 1933. I. 1177.) Die Angleichung des Feuchtigkeitszustandes von Füllstoffen der Gasschutzfilter an den der Umgebung erfolgt bei Zweigatmung auch bei hohem Feuchtigkeitsgeh. der durchstreichenden Luft nur langsam; Spitzenwerte der Außenfeuchtigkeit werden prakt. nicht erreicht. Die Resistenzzeiten gegen Phosgen u. Chlorpikrin bleiben durch-

aus gute. Die in Einwegatmung getragenen Atemfilter sind nach einiger Zeit mit Wasserdampf gesätt. u. besitzen — im kontinuierlichen Luftstrom gemessen — keine nennenswerte Resistenz mehr gegen Giftgase. Prüft man sie dagegen unter Anwendung der künstlichen Lunge, so ergeben sich noch brauchbare Resistenzwerte, da trotz weitergehender Feuchtigkeitsbelastung eine weitgehende Regeneration der Füllmasse durch die Ausatemluft stattfindet. Nachteile der Einwegatmung liegen in der Erschwerung der Atmung durch CO₂, Wärme- u. Feuchtigkeitsrückstauung, die bei Zweiwegatmung fehlen. (Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. **39**. 687—90. Aug. 1933. Berlin-Oranienburg.) MIELENZ.

Ed. Smolczyk, *Der Verbrauchsanzeiger bei Atemfiltern zum Schutze gegen Kohlenoxyd*. Vf. erörtert die verschiedenen Möglichkeiten, den Durchbruch von Kohlenoxyd in CO-Filtern rechtzeitig zu erkennen u. bezeichnet als gegenwärtig beste Lsg. den im Degea-CO-Filter verwirklichten Weg, als Indicator eine Schicht Calciumcarbid zu verwenden, aus dem bereits beim Durchtritt von Spuren von W. durch die Katalysatorschicht, die dadurch in ihrer Wrkg. geschwächt wird, Acetylen entwickelt wird, dessen Auftreten den Geräteträger warnt. (Gasmaske **5**. 97—101. Juli 1933. Berlin.) MIELENZ.

J. J. Bloomfield, *Lie Größenhäufigkeit bei gewerblichen Staubarten*. Von Staub im Freien erwiesen sich nahezu alle Teilchen als unter 1 μ , im Mittel 0,5 μ , von gewerblichem Staub maßen nur 21% der Teilchen unter 1 μ , 69% zwischen 1—3 μ , Mittel 1,5 μ . (Publ. Health Rep. **48**. 961—68. 11/8. 1933. U. S. Public Health Service.) GD.

Deutsche Gasglühlicht-Auer-Ges. m. b. H., Berlin, übert. von: **Oskar Neumann** Oranienburg, *Masse zur Erkennung der Erschöpfung von Gasreinigungsmassen*. Man setzt der *Gasreinigungsmasse Mg-Nitrid* hinzu. Bei eintretender Erschöpfung der Gasreinigungsmasse entwickelt sich dann NH₃ durch dessen Geruch der Träger der Maske aufmerksam gemacht wird. (A. P. **1925905** vom 21/9. 1929, ausg. 5/9. 1933. D. Prior. 17/11. 1928.) SCHÜTZ.

III. Elektrotechnik.

—, *Lacküberzogene Widerstandskörper von hohem Widerstand*. Als Widerstände für den Bereich von 10⁸—10¹² Ω werden Pyrexglasstäbe empfohlen, die mit Graphit u. darüber mit Glyptallack überzogen sind. Diese Widerstände sollen auf unbestimmte Zeit konstant sein. (J. Franklin Inst. **216**. 542. Okt. 1933.) R. K. MÜLLER.

Comp. Française pour l'Exploitation des Procédés Thomson-Houston, Frankreich, und **British Thomson-Houston Co. Ltd.**, London, übert. von: **Frank Marshall Clark**, Pittsfield, V. St. A., *Elektrisches Isoliermittel*, bestehend aus einer Mischung von einem Phosphorsäureester, besonders Arylphosphat, u. einem Phenol oder Alkohol, z. B. Kresol oder Phenol. Zur Herst. eines geeigneten Isoliermittels trinkt man z. B. Papier mit einer Mischung aus 50—80% Trikresylphosphat, Rest Kresol. (F. P. **42469** vom 26/10. 1932, ausg. 31/7. 1933. A. Prior. 2/11. 1931. Zus. zu F. P. **711858**; C. 1932. I. **560**, und E. P. **397383** vom 31/10. 1932, ausg. 14/9. 1933. A. Prior. 2/11. 1931.) GRISZLER.

International General Electric Co. Inc., New York, übert. von: **Allgemeine Elektrizitäts-Gesellschaft**, Berlin, *Elektrisches Isoliermaterial* mit hoher Wärmeleitfähigkeit erhält man durch Behandeln von Faserstoffen wie Papier, Asbest oder Gewebestreifen mit einer Suspension von Quarz in einem Binde- oder Isoliermittel wie einer Firnislg. oder Kunstharz-, insbesondere *Phenolformaldehyd*lg. Das Quarzmehl wird zweckmäßig vorher gewaschen u. stark erhitzt. (E. P. **396858** vom 24/3. 1932, ausg. 7/9. 1933. D. Prior. 25/3. 1931.) PANKOW.

International General Electric Co. Inc., New York, übert. von: **Allgemeine Elektrizitäts-Gesellschaft**, Berlin, *Verfahren zur elektrischen Isolation* von ferromagnet. Kernen. Die einzelnen Elemente des aus dünnem Band oder Draht bestehenden fertig geformten Kerns werden nach der letzten Wärmebehandlung mittels phosphorsaurer oder phosphathaltiger Lsgg. gegeneinander isoliert. Durch Zwischenlegen von porösen oder körnigen Substanzen wird das Eindringen der Lsg. erleichtert. — Die erzeugten Isolationsschichten sind sehr dünn. (E. P. **392260** vom 17/12. 1931, Auszug veröff. 8/6. 1933. D. Prior. 17/12. 1930.) HABEL.

Jaroslav Jan Pala, Slany, Tschechoslowakei, *Trockenelement* vom Leclanché-Typus. Die Ansteifung des Elektrolyten geschieht durch Stärke, die Proteine, Glutine,

Globuline oder Aleurine enthält. Die Zelle läßt sich lange aufbewahren. Außerdem lassen sich für die Herst. des Elektrolyten billige, rohe oder nur wenig gereinigte Br- u. J-haltige Salze, wie $MgCl_2$, aus Staßfurter Salz verwenden. (E. P. 371 478 vom 28/1. 1931, ausg. 19/5. 1932.)

GEISZLER.

National Carbon Co., Inc., New York, übert. von: **Merrill J. Dorcas**, Cleveland, Ohio, *Effektkohle für Bogenlampen*. Der Kern der Kohle besteht aus 40 Teilen CaF_2 , 10 Teilen SrF_2 , 5 Teilen Natrium- oder Kaliumsulfat, 45 Teilen Ruß u. außerdem Teer als Bindemittel. Mit den Elektroden ausgerüstete Lampen senden ein ähnliches Licht aus wie gewöhnliche Glühlampen mit Wolframfäden. (A. P. 1 920 921 vom 27/1. 1928, ausg. 1/8. 1933.)

GEISZLER.

N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, *Elektrische gas- oder dampfgefüllte Bogenentladungsröhre* mit einer Glühkathode u. einer oder mehreren Anoden, die zum Aussenden von Strahlen dient, dad. gek., daß eine oder mehrere Anoden aus gitterförmigen Teilen bestehen. (N. P. 51 934 vom 15/10. 1930, ausg. 2/1. 1933. Holl. Prior. 9/1. 1930.)

DREWS.

N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, *Elektrische dampf- oder gasgefüllte Bogenentladungsröhre*, insbesondere zum Aussenden von ultravioletten Strahlen, mit einer Glühkathode u. mit einer oder mehreren Anoden, dad. gek., daß zur Seite der Entladungsbahn, aber ohne sie zu umgeben, ein gitterförmiger Teil angeordnet ist, welcher zweckmäßig mit der Glühkathode verbunden sein kann. (N. P. 51 935 vom 23/10. 1930, ausg. 2/1. 1933. Holl. Prior. 9/1. 1930.)

DREWS.

Osram G. m. b. H. Komm.-Ges., Berlin (Erfinder: **Edmund Germer**, Berlin-Charlottenburg), *Verfahren zur Ausheizung von elektrischen Entladungsröhren*, insbesondere des Gefäßes u. der Einbauteile von aus Glas oder Quarz bestehenden elektr. Entladungsröhren, dad. gek., daß der die Entladung aufnehmende Röhrenteil des Gefäßes oder seiner Elektrodenkammern von einem auf der Wandung aufliegenden Band oder Beschlag aus gut stromleitendem Stoffe, etwa aus *Platin* oder *Graphit*, umschlossen werden u. dieses Band oder dieser Belag dann unter Verwendung eines Niederspannungstransformators durch Stromdurchleitung erhitzt wird, u. zwar zweckmäßig auf eine so hohe Temp., daß gleichzeitig mit der Ausheizung des Röhrengefäßes u. der Elektroden die auf diesen angeordneten Ausgangsverbb. zers. u. in stark emittierende Stoffe übergeführt werden. — Die Erfindung bezweckt, unter Fortfall eines Heizofens bei Entladungsröhren der bezeichneten Art die von den Gefäßwänden, den Elektroden u. den sonstigen Einbauteilen okkludierten Gase in einem Heizvorgang auf einfache Weise auszutreiben. Durch das Verf. kann das Röhrengefäß bequem bis auf etwa 1200° erhitzt werden. Bei einer so hohen Erhitzung der Elektroden kann dann nicht nur ein Entgasen, sondern gleichzeitig auch ein Aktivieren der Elektroden erreicht werden, sofern auf den Elektroden geeignete Ausgangsverbb. vorher angebracht wurden. (D. R. P. 584 353 Kl. 21g vom 17/6. 1930, ausg. 18/9. 1933.)

HEINRICHS.

Osram G. m. b. H. Komm.-Ges., Berlin (Erfinder: **Hans-Joachim Spanner**, Berlin, und **Ulrich W. Doering**, Berlin-Charlottenburg), *Glühkathode für Entladungsröhren*, bei der ein gleichzeitig die emittierende Kathode u. den Heizdraht bildender feiner Draht in Schraubenlinienform auf einen langgestreckten Isolierkörper aufgewickelt u. mit einer elektronenemittierenden Schicht überzogen ist, dad. gek., daß als Baustoff für den schraubenlinienförmig gewundenen Draht solche Metalle, wie etwa *Platin*, *Platin-Iridium*, verkupfertes *Wolfram* oder vernickeltes *Molybdän* verwendet sind, die ein weitgehend indifferentes Verh. sowohl gegenüber dem Isolierkörper als auch gegenüber der elektronenemittierenden Schicht zeigen u. daß als Baustoff für die den schraubenlinienförmigen Draht u. auch den eingeschobenen Isolierkörper bedeckende, zweckmäßig durch Spritzen erzeugte elektronenemittierende Schicht *Zinkate*, *Aluminate* oder *Zirkonate* der Erdalkalimetalle benutzt sind. — Als Isolierkörper dient zweckmäßig ein Stäbchen oder Faden aus einem indifferenten Isolierstoff, wie gebranntem Zirkonoxyd, Aluminiumoxyd oder Magnesia. Die elektronenemittierende Schicht findet zwischen den einzelnen Windungen der dünndrähtigen Heizspirale auf dem Isolierkörper u. über der Heizspirale einen guten Halt. Infolge des guten Wärmeausgleichs der in inniger Verb. miteinander stehenden Bestandteile der Glühkathode wird eine gleichmäßige Erhitzung der gesamten Kathodenoberfläche erzielt. Die Glühkathode vereinigt große mechan. Festigkeit mit geringem Raumbedarf u. großer Heizleistung. (D. R. P. 584 352 Kl. 21g vom 7/7. 1928, ausg. 18/9. 1933.)

HEINRICHS.

Egyesült Izzólámpa és Villamossági R.-T., Ujpest, *Überziehen von Kathoden für Entladungsröhren mit ein oder mehreren Erdalkalicarbonaten*, dad. gek., daß man in einer Lsg. von Erdalkalisalzen organ. Säuren, besonders der HCO₂H, mittels Elektrolyse auf die Metallkörper als Elektroden einen Nd. von Erdalkalicarbonat erzeugt. Die Elektrolyse wird mit Gleich- oder Wechselstrom durchgeführt. In der Fl. können ein oder mehrere Hydroxyde der Erdalkalimetalle vorhanden sein. (Ung. P. 105 755 vom 22/4. 1931, ausg. 16/3. 1933.) KÖNIG.

Patent-Treuhand-Gesellschaft für elektrische Glühlampen m. b. H., Berlin, *Leuchtöhre mit Alkalimetalldampffüllung*. (Ung. P. 101 687 vom 12/5. 1930, ausg. 2/1. 1931. D. Prior. 29/8. 1929. — C. 1931. I. 662 [D. R. P. 513306].) KÖNIG.

Patent-Treuhand-Gesellschaft für elektrische Glühlampen m. b. H., Berlin, *Leuchtöhre mit Alkalimetalldampffüllung*. Der Eisengeh. des Borsilicatglases soll 0,1⁰/₀ nicht überschreiten. (Ung. P. 105 559 vom 12/8. 1931, ausg. 16/3. 1933. D. Prior. 18/2. 1931. Zus. zu Ung. P. 101687; vgl. vorst. Ref.) KÖNIG.

Westinghouse Electric & Mfg. Co., East Pittsburgh, Penns., V. St. A., *Lichtelektrische Zelle mit einem dünnen, durchsichtigen Häutchen aus Alkalimetall als Kathode*, dad. gek., daß als Träger der Kathode ein ebenfalls dünnes, durchsichtiges Häutchen eines nicht flüchtigen Metalles niederen Dampfdruckes dient. Dieses Häutchen, das z. B. aus *Wolfram* oder *Molybdän* bestehen kann, wird zweckmäßig auf der inneren Fläche einer durchsichtigen Röhre aus Glas o. dgl. aufgebracht. — Das Häutchen aus stetigem Metall verhindert die Emission von Lichtelektronen durch die Alkalimetallfläche nicht wesentlich, es verhütet aber durch molekulare Anziehung die Verdampfung des Alkalimetalls. Das feste Anhaften des Alkalimetalls an dem nicht flüchtigen Metall wird nur dadurch gesichert, daß beide Häutchen bis zur Durchsichtigkeit dünn sind. (D. R. P. 584 354 Kl. 21g vom 6/6. 1928, ausg. 18/9. 1933. A. Prior. 8/6. 1927.) HEINR.

IV. Wasser. Abwasser.

Hans Beger, *Drei Todesfälle durch Schwefelwasserstoff beim Aussäuern eines Tiefbrunnens*. Das zur Reinigung von Brunnenfiltern angewandte Verf. der Aussäuerung mit HCl führte infolge Anreicherung von Sulfiden aus dem Sapropelith zur Vergiftung der Arbeiter durch H₂S. Im übrigen wurde durch die in Bewegung gekommenen Bodenschichten auch die Wiederverstopfung der Filter beschleunigt. (Kl. Mitt. Ver. Wasser-, Boden-, Lufthyg. 9. 312—14. Sept.—Nov. 1933. Berlin-Dahlem.) MANZ.

C. T. Butterfield, *Beobachtungen über Veränderungen der Keimzahl im verunreinigten Wasser*. In Flußwasserproben tritt nach der Entnahme regelmäßig eine erhebliche Steigerung der Keimzahl bis zu einem Maximum, das je nach der Temp. der Aufbewahrung bei 10⁰ nach ca. 50 Stdn., bei 20⁰ nach 22 Stdn. u. bei 37⁰ nach 12 Stdn. erreicht wird, anschließend eine bei höherer Temp. wiederum stärkere Abnahme ein; durch Zentrifugieren oder Filtrieren wird diese Änderung der Keimzahl verstärkt, durch andere Einflüsse bei der Aufbewahrung kaum berührt. Offenbar hat jeder Eingriff in das im W. herrschende Gleichgewicht eine vorübergehende Änderung der Keimzahl zur Folge. (Sewage Works J. 5. 600—22. Juli 1933. Cincinnati, Ohio, U. S. Public Health Service.) MANZ.

Le Roy W. van Kleek, *Bemerkungen über den Betrieb von Abwasserreinigungsanlagen*. Es werden auf Grund der Erfahrungen bei der staatlichen Beaufsichtigung Hinweise für erfolgreichen Betrieb von Abwasserreinigungsanlagen unter Ausschluß neuerer Spezialverf. gegeben. (Sewage Works J. 5. 635—44. Juli 1933. Connecticut, State Dept. of Health.) MANZ.

William A. Ryan, *Der Betrieb kleiner Entwässerungs- und Abwasserreinigungsanlagen*. — Aussprache. Gesichtspunkte für erfolgreiche Betriebsführung bei kleinen Anlagen u. Erfahrungen bezüglich überdeckter Schlammtrockenbeete. (Sewage Works J. 5. 645—51. Juli 1933. Rochester.) MANZ.

Justus C. Goosmann, *Chicago, Sättigen von Wasser mit Kohlendioxyd*. In einem druckfesten, wärmeisolierten Behälter verdampft festes CO₂; das gasförmige CO₂ wird bei einem durch Sicherheitsventile begrenzten Druck aus dem Behälter abgesaugt u. nach Kompression innerhalb einer im Behälter liegenden Kühlschlange verflüssigt. Mit der verflüssigten CO₂ wird W. durch indirekten Kontakt gekühlt; darauf wird das fl. CO₂ vergast u. das gekühlte W. durch Verrieseln in dem unter durch Sicherheitsventile begrenzten Druck stehenden vergastem CO₂ mit diesem gesätt. Das über-

schüssige CO₂ entweicht durch das Sicherheitsventil. Vor Verwendung zur Kühlung des W. kann das fl. CO₂ in einer besonderen Anlage als Kühlmittel dienen. (A. P. 1 926 278 vom 10/5. 1930, ausg. 12/9. 1933.) MAAS.

John Clark Baker, Belleville, *Chloren von Wasser o. dgl.* Um bei der Unterbrechung der Cl-Zufuhr das Zurücksteigen des W. bis zu den Ventilen des Cl-Behälters zu vermeiden, ist vor den Behälter ein Gefäß mit Silicagel eingeschaltet. Gelangt das W. an das mit Cl gesätt. Silicagel, so wird das Cl ausgetrieben, u. das W. wird am weiteren Vordringen gehindert. (E. P. 398 124 vom 18/4. 1933, ausg. 28/9. 1933.) DREWS.

Gustav Rittler, Deutschland, *Behandlung von Rohwässern* zwecks Gewinnung von gereinigtem W., das frei von ll. Verbb. ist. Dem Rohwasser werden H₃PO₄ u. dem Sulfatgeb. des W. entsprechende Mengen eines l. Ba-Salzes zugesetzt. Die gebildeten Phosphate u. die überschüssige H₃PO₄ werden darauf mit Ca(OH)₂, Mg(OH)₂ oder NH₃ als tertiäre Phosphate gefällt. (F. P. 751 543 vom 8/2. 1933, ausg. 5/9. 1933. D. Prior. 25/4. 1932.) M. F. MÜLLER.

V. Anorganische Industrie.

D. Netuka, *Die Verwendung von Aktivkohlen in der technischen Praxis.* (Vgl. C. 1933. II. 1611. 2718.) Bericht über die Fortschritte der von der CARBO-NORIT-UNION ausgearbeiteten Verff. (Chem. Listy Vědu Průmysl 27. 251—53. 10/6. 1933.) MAUTNER.

Charles Kaufmann, *Acetylenruß.* (Chem. Markets 33. 217—20. 1933. — C. 1933. II. 1232.) R. K. MÜLLER.

E. Girard, *Über einige Aluminiumverbindungen.* Darst., Eigg. u. Anwendung von Al-Acetat, -Sulfit, -Bisulfit, -Chlorat, -Rhodanid u. verschiedenen organ. Al-Salzen. (Rev. Chim. ind. 42. 230—33. Sept. 1933.) R. K. MÜLLER.

Jones Chemical Comp., übert. von: **Coulter W. Jones**, Shreveport, *Gleichzeitige Gewinnung von Brom und Jod* aus Ausgangsstoffen, die, wie Mineralwasser, geringe Mengen Bromide u. Jodide enthalten, wird bewirkt durch Zusatz, zweckmäßig lediglich dem dem Halogenidgeh. der Ausgangslsg. äquivalenten Menge eines löslicheren Ag-Salzes als AgBr, Zers. des Nd. nach Abtrennung von der Lsg. durch Dest. mit H₂SO₄ n. H₂O, Oxydation des Destillats z. B. mit FeBr₃ u. Trennung des J von der HBr-Lsg. durch Filtration. Zur Wiedergewinnung etwa überschüssigen Ag-Salzes wird der Ausgangslsg. ein l. Jodid oder Sulfid zugesetzt u. der Nd. auf wieder verwertbare Ag-Salze verarbeitet. Die getrennten J₂ u. HBr werden in bekannter Weise weiter gereinigt u. verwertet. (A. P. 1 927 663 vom 23/11. 1931, ausg. 19/9. 1933.) MAAS.

Koppers Company of Delaware, übert. von: **Frederick W. Sperr jr.**, Pittsburgh, *Gewinnung von reinem Ammoniak*, das z. B. zur Verbrennung zu HNO₃ geeignet ist, aus Gaswasser erfolgt nach Abtreibung des freien NH₃ nebst den flüchtigen sauren Verunreinigungen für sich; die aus fixem NH₃ entwickelten Dämpfe werden zu diesem Zweck nach der Dephlegmation u. vor der Kondensation ohne Temp.-Erniedrigung durch eine Ca(OH)₂-Milch bzw. alkal. Wäsche von Resten flüchtiger Säuren u. durch eine Wäsche mit einer geeigneten Petroleumfraktion bzw. einem anderen Lösungsm. von C₆H₅N befreit. Die Dämpfe können auch entwässert u. NH₃ kann durch Druck u. Temp.-Regelung verflüssigt werden. (A. P. 1 928 510 vom 14/11. 1930, ausg. 26/9. 1933.) MAAS.

Mathieson Alkali Works, Inc., New York, übert. von: **Charles S. Glenn**, Syracuse, *Ammoniakwiedergewinnung.* Bei der Abtreibung von NH₃ aus NH₄Cl, (NH₄)₂CO₃-haltigen Laugen (z. B. der Ammoniaksodaherst.) wird die Lauge dem Oberteil einer Abtreibekolonnen zugeführt u. fließt von dort durch ein Rohr in rascher Strömung in ein geschlossenes Rührgefäß; das Rohr mündet unterhalb der Oberfläche der im Rührgefäß ständig durchgerührten Laugenmenge. Der im Rohr rasch strömenden Lauge werden Freßlinge aus Kalkpulver zugeführt. Aus dem Rührgefäß wird die Lauge dem Mittelteil der Dest.-Kolonnen zugeführt. Das im Rührgefäß frei werdende Ammoniak strömt durch ein Rohr in den Oberteil der Dest.-Kolonnen ab. Man vermeidet die beim Eintragen von Kalkpulver auftretende Bldg. örtlicher, verstopfend wirkender Kalkschlämme u. erzielt eine gleichmäßige Ammoniakentw. (A. P. 1 925 799 vom 24/3. 1932, ausg. 5/9. 1933.) MAAS.

Nikodem Caro, Berlin, und **Albert R. Frank**, Berlin-Halensee, *Herstellung von Salpetersäure*. Zu C. 1932. II. 583 (Belg. P. 365431) ist nachzutragen die Verwendung von HCN als Ausgangsstoff. (Schwz. P. 161 045 vom 18/11. 1929, ausg. 16/6. 1933.)

MAAS.

„**Montecatini**“ **Soc. Generale per l'Industria Mineraria ed Agricola**, Mailand, *Ammonsulze*. (N. P. 51 724 vom 16/5. 1928, ausg. 7/11. 1932. — C. 1928. II. 1807 [E. P. 292129].)

DREWS.

„**Montecatini**“ **Soc. Generale per l'Industria Mineraria ed Agricola**, Mailand, *Herstellung von Ammoniumsulzen*. In einem turmförmigen Rk.-Raum wird das NH₃ durch eine den unteren Teil des Turmes kreisförmig umfassende Leitung eingeführt. Der bei der Rk. entstandene W.-Dampf entweicht durch eine an der Decke des Turmes angebrachte Rohrleitung. Die benötigte Säure wird wenig unterhalb der Decke des Turmes in fein verteilter Zustand eingeführt. Die aus der Anlage entweichenden W.-Dämpfe werden, bevor man sie gegebenenfalls anderen Verwendungszwecken zuführt, durch die für das Verf. benutzte H₂SO₄ geleitet, so daß etwa entweichendes NH₃ nicht verloren geht. (N. P. 51 725 vom 6/6. 1929, ausg. 7/11. 1932. Zus. zu N. P. 51 724; vgl. vorst. Ref.)

DREWS.

Emil Baerwald, Berlin, und **Henryk Goldmann**, Wilhelmsburg, *Gewinnung von Ammonsulfat* unter Verwendung von SO₂, NH₃ u. W.-Dampf, dad. gek., daß die H₂SO₄-Bldg. unter prakt. Ausschluß von O₂ bei entsprechend erhöhter Temp. durch Oxydation von SO₂ oder solche enthaltenden Gasen mittels durch hochgespannte Ströme in an sich bekannter Weise aus der Luft gebildeter N₂-Oxyde erfolgt. (D. R. P. 585 502 Kl. 12k vom 30/4. 1927, ausg. 4/10. 1933.)

MAAS.

Shell Development Comp., San Francisco, übert. von: **Ludwig Rosenstein**, San Francisco, *Herstellung von Ammonsulfat*, aus SO₂ u. O₂ bzw. solchen enthaltenden Gasen, wie Luft oder deren Gemischen, u. NH₃ erfolgt durch Einleiten der Gase in eine nicht über 0,3% FeSO₄ u. Fe₂(SO₄)₃ neben höchstens 17% H₂SO₄ enthaltende Lsg. in solchem Mischungsverhältnis u. Zeitmaß, daß der Anfangsgeh. der Lsg. an Fe-Salzen u. H₂SO₄ erhalten bleibt u. unter geeigneter Temp.-Reglung. Die (NH₄)₂SO₄-Abscheidung erfolgt entweder stetig im Rk.-Gefäß oder periodisch nach Überführung der Lsg. in ein Krystallisiergefäß. (A. P. 1 928 266 vom 2/4. 1930, ausg. 26/9. 1933.)

MAAS.

Gewerkschaft Victor, Castrop-Rauxel, *Ammonsulfatsalpeter*. Das Prod. wird gewonnen durch Rk. zwischen NH₃, H₂SO₄ u. HNO₃. Zur Vermeidung von Stickstoffverlusten durch Spaltung der HNO₃ arbeitet man in verhältnismäßig stark alkal. Lsg. Das zusammen mit den W.-Dämpfen entweichende NH₃ wird aufgefangen u. im Gegenstrom mit der zum Rk.-Raum strömenden H₂SO₄ behandelt. Die H₂SO₄ wird bei einer Temp. in den Rk.-Raum eingeführt, die nur wenig unterhalb des Kp. der H₂SO₄ bei dem im App. herrschenden Druck liegt. Zur Vermeidung von H₂SO₄-Verlusten arbeitet man unter Vakuum. (N. P. 51 819 vom 16/10. 1930, ausg. 28/11. 1932. D. Prior. 17/10. 1929.)

DREWS.

Francesco Carlo Palazzo, Florenz, Italien, *Herstellung von Calciumphosphaten*, die reich an wasserlöslicher Phosphorsäure sind, durch Einw. von konz. H₃PO₄ auf Calciumphosphate, dad. gek., daß man zur Umsetzung mit der H₃PO₄ 2-bas. Calciumphosphat oder das an P₂O₅ reiche Präzipitat nimmt u. das Rk.-Gemisch nach mehrstündigem Stehen bei 50° event. bei verringertem Druck trocknet u. gegebenenfalls zerkleinert. (Poln. P. 16 820 vom 17/5. 1929, ausg. 21/11. 1932.)

HLOCH.

Soc. An. pour le traitement des Minerais Alumino-Potassiques, Lausanne, *Herstellung eines wasserlöslichen Calciumphosphats*. Rohphosphat, insbesondere gemahlenes Gafosphat, welches durch ein 900-Maschensieb geht, wird mit solchen Mengen konz. H₃PO₄, die 850—900 g P₂O₅ im l enthält, vermischt, daß alles Calciumphosphat u. Calciumcarbonat des Rohphosphates in wasserlösliches Calciumphosphat übergeführt wird. Es wird eine vollständig trockene M. erhalten, die sofort zerkleinert u. eingesackt werden kann. (Schwz. P. 162 159 vom 15/6. 1932, ausg. 16/3. 1933.)

KARST.

L'Oxyhydrique Française, Frankreich, *Gewinnung von Wasserstoff aus Ferrosilicium, Kali- oder Natronlauge*. In den Autoklaven wird zunächst die gesamte Charge des benötigten Ferrosiliciums in stückiger Form, sodann das Alkali ebenfalls stückig u. darauf das W. eingebracht. Die Reihenfolge des Chargierens kann auch umgekehrt sein. Statt der festen Alkalien können auch die wss. Lsgg. verwendet werden. Für jeden cbm H₂ benötigt man ca. 800—900 g NaOH. Durch die infolge der Rk. ein-

glasartig harte M. wird gekörnt u. gesichtet. (A. P. 1 926 618 vom 3/3. 1930, ausg. 12/9. 1933.) MAAS.

Frederick W. Huber, Riverside, *Tonaktivierung*. Gemahlener Ton, insbesondere solcher der Montmorillonit- oder Bentonitgruppe wird nach Anteigen mit der zur Erzielung eines fl. Breis erforderlichen W.-Menge mit 7—35% seines Gewichts an konz. H₂SO₄ oder mit der die angegebene Säuremenge enthaltenden W.-Menge gemischt u. unter heftigem Rühren 1—3 Stdn. auf Temp. von wenigstens ca. 88° erhitzt. Darauf wird mit W. bis mindestens zum Verhältnis Fl.:Feststoff = 2:1 aufgefüllt. Nach dem Absitzenlassen wird die Lauge abgezogen u. es werden mehrere Waschungen mit der abgezogenen Laugenmenge gleichen W.-Mengen angeschlossen, bis der gewünschte Reinheitsgrad erzielt ist. Der Rückstand wird durch Filtrieren entwässert, bei 150° nicht übersteigenden Temp. getrocknet u. gemahlen. (A. P. 1 926 148 vom 27/8. 1932, ausg. 12/9. 1933.) MAAS.

VI. Glas. Keramik. Zement. Baustoffe.

S. R. Scholes, *Methode des Glasschmelzens*. Beschreibung moderner Hafen- u. Wannenöfen, Diskussion ihrer Anwendungsgebiete, Vor- u. Nachteile. Angaben über Schmelztemp., ihre Messung u. Regelung. Besprechung des Schmelzprozesses. (Ind. Engng. Chem. 25. 870—72. Aug. 1933. New York, State College of Ceramics, Alfred Univ., Alfred, N. Y.) RÖLL.

W. Trinks, *Wirtschaftlichkeit und Leistungsfähigkeit von Wannenöfen*. Eine Verringerung der Heizmittelkosten pro Einheit des Glases läßt sich am besten erzielen durch Erhöhung des Durchsatzes des Wannenofens in demselben Zeitraum. Eine bessere Ausnutzung des Wärmeinhalts des Heizgases läßt sich erzielen durch Verbrennung mit leuchtender Flamme. In Diagrammen wird die daraus zu erwartende Ausbeutesteigerung gezeigt. Brenner zur Erzielung leuchtender Flamme werden beschrieben u. der Einfluß der leuchtenden Verbrennung auf den Wärmetransport im Ofen mathemat. verfolgt. (Ind. Engng. Chem. 25. 865—70. Aug. 1933. Pittsburgh, Carnegie Inst. of Technology.) RÖLL.

Fred S. Thompson und Hobart M. Kraner, *Feuerfeste Materialien für die Glasfabrikation*. Kurzer geschichtlicher Überblick über die Glasfabrikation speziell vom Gesichtspunkt der feuerfesten Materialien. Diskussion der heute verfügbaren Ofen- u. Wannensteine, ihrer Leistungsfähigkeit u. Anwendungsgebiete. Besonderer Hinweis auf die modernen, gesinterten, hochtemperaturbeständigen u. chem. widerstandsfähigen Prodd. mit hohem Al₂O₃-Geh. (Ind. Engng. Chem. 25. 856—64. Aug. 1933. Louisville, Ky., Corhart Refractories Co.) RÖLL.

L. Springer, *Graphit als Glasfärbemittel, speziell Verwendung bayerischer Graphite*. Verschiedene bayer. Graphite können mit gutem Erfolg als Gelb- bzw. Braunfärbemittel für Glas verwendet werden. Ihr Färbevermögen scheint im umgekehrten Verhältnis zu ihrem C-Geh. u. in direktem Verhältnis zum Fe- u. S-Geh. zu stehen. (Sprechsaal Keramik, Glas, Email 66. 646—47. 21/9. 1933. Zwiesel, Staatl. Fachschule für Glasindustrie.) RÖLL.

Johannes Loeffler, *Warum ist Neodym ein besseres physikalisches Entfärbungsmittel als Nickel, Kobalt, Mangan, Selen? Nd* hat gegenüber den anderen Entfärbungsmitteln den Vorteil, daß es nur in einem schmalen Streifen des Spektrums, der der Absorption des Fe^{III} nahezu komplementär ist, absorbiert. Es schafft daher keine zusätzliche, für die Entfärbung wertlose Absorption in dem entfärbten Glas. Für die Praxis kommen nur die Nd enthaltenden Ce-Präparate der AUER-Ges. in Frage. Bei ihrer Anwendung muß noch etwas mit Se zugefärbt werden. (Sprechsaal Keramik, Glas, Email 66. 629—30. 14/9. 1933. Kaiser Wilh.-Inst. für Silicatiforsch.) RÖLL.

Henry H. Blau, *Lichtzerstreuende Gläser für Beleuchtungszwecke*. Gläser, die das Licht auf Grund ihrer inneren Struktur (lichtbrechende Einschlüsse) streuen, sind beleuchtungstechn. wesentlich wertvoller, als solche, die infolge von Oberflächenunregelmäßigkeiten streuend wirken. Die Eigg. der Opalgläser können in weiten Grenzen variiert werden durch Beeinflussung von Größe, Zahl u. Art der Einschlüsse. Zus. u. therm. Behandlung beeinflussen diese Daten stark in den Fällen, wo die Einschlüsse kristallin sind. Spontane Krystallisation ergibt meist schon techn. befriedigende Gläser. Beeinflussung der Krystallisation durch geeignete Temp.-Zeit-Behandlung führt zu Gläsern, die Krystallite in bestimmter Größe u. Zahl enthalten u. voraus-

bestimmbare opt. Eigg. haben. (Ind. Engng. Chem. 25. 848—53. Aug. 1933. Charleroi, Pa., MACBETH-EVANS Glass Co.) RÖLL.

M. W. Alexejew, *Der feuerfeste Ton von Drushkowska*. (Feuerfeste Mater. [russ.: Ogneupory] 1. Nr. 1. 39—40. 1933. Charkow.) RÖLL.

A. Fedossejew, *Die feuerfesten Tone von Bairy im Uralgebiet*. (U. S. S. R. supreme Council Nat. Econ., Trans. Ind. Res. Inst., Ceram. Res. Inst. Nr. 26. 43 S. 1931.) RÖLL.

A. Fedossejew, *Chemische und mineralogische Zusammensetzung der feuerfesten Tone von Kurja*. Mitteilung ausführlicher Analysenergebnisse. (U. S. S. R. Trans. Ind. Res. Inst., Ceram. Res. Inst. Nr. 35. 14—33. 1932.) RÖLL.

K. Köhler und W. Streletz, *Lie Verwendung der feuerfesten Tone von Kurja für feuerfeste Schamottesteine*. (U. S. S. R. Trans. Ind. Res. Inst., Ceram. Res. Inst. Nr. 35. 51—63. 1932.) RÖLL.

Gunnar Assarsson, *Die Reaktion zwischen Tonerdezement und Wasser*. Die beim Abbinden von Tonerdezement eintretenden Änderungen der Konz. von CaO u. Al₂O₃ werden festgestellt u. die bei der Krystallisation der reinen Calciumaluminat-lsgg. bei 20 u. 40° sich ausscheidenden Verbb. beschrieben u. Diagramme für die Ausscheidungsfolge dieser Verbb. gegeben. Die W.-Mengen, mit denen die Zemente u. die rein dargestellten Zementkomponenten geschüttelt wurden, waren in allen Fällen beträchtlich höher, als die in der Praxis zur Erreichung n. Verarbeitbarkeit zugesetzten. Die Hydratation der techn. Zemente beruht auf dem Auflösen der Kalkaluminat mit nachfolgendem Zerfall durch Hydrolyse u. auch Krystallisation. Als zweite nur bei geringen W.-Mengen stark hervortretende Rk. tritt die Lsg. der Alkalien aus dem Zement hervor. Das molare Verhältnis Al₂O₃:CaO ist etwa 1 während der ersten Reaktionsstunden u. nimmt dann stetig ab. Als Hydratationsprodd. wurden gefunden: Ein Gel CaO·Al₂O₃·10 H₂O, ferner 2 CaO·Al₂O₃·8 H₂O, 5 CaO·Al₂O₃·34 H₂O u. Aluminatsulfate verschiedenen SO₃-Geh. Bei großen W.-Mengen wurde nach 20 Stdn. Schütteln noch ein hexagonales Aluminat mit $n_w = 1,498$ u. $n_z = 1,490$ gefunden, u. bei 15 Stdn. Schütteln mit der 3—5-fachen Menge W. eine Krystallart mit $n_w = 1,535$ u. $n_z = 1,520$. Der Gehlenit zeigte nicht hydraul. Eigg. u. keinerlei hydrolyt. Spaltung beim Schütteln mit dest. W., gesätt. Kalkwasser u. Kalkaluminatlsg. Die Hydratation der reinen Klinkermineralien verläuft analog der des Zements selbst. Das Schnellbinden der Mischungen von Portland- mit Tonerdezement wird durch die Krystallisationsdiagramme der Kalkaluminatlsgg. erklärt. — Bei der röntgenograph. Unters. der Gele des Zements u. der Kalkaluminat wurden drei Gelbildungsstufen nachgewiesen: In den ersten Stunden bildet sich ein Anhydroaluminatgel, dann das Monoaluminatgel CaO·Al₂O₃·10 H₂O u. schließlich Al(OH)₃. (Sveriges geolog. Undersökn. Ser. C Nr. 379. Unters. über Zement. 22—60. Sep.) ELSNER v. GRONOW.

—, *Gemeine von Kieselrde und Portlandzement ändert die Beschaffenheit von Beton*. Zusätze von Traß u. ähnlichem Material mit hohem Geh. an I. SiO₂ verbessern die Zug- u. Druckfestigkeit, die ehem. Widerstandsfähigkeit u. das Schwinden des Betons durch die Rk. mit dem beim Abbinden von Portlandzement freierwirdenden Kalk. (Concrete, Cement Mill Edit. 41. Nr. 10. 5—6. Okt. 1933.) ELSNER v. GRONOW.

—, *Wärmeschutzplatten für beheizte Pressen und Formen*. Empfehlung der von der Firma H. RÖMMLER A.-G., Spremberg, Nd.-L., hergestellten Isolierplatten, die aus einer Kombination von Asbeststein mit einem Faserstoff unter Verwendung eines hochhitzebeständigen Kunstharzes als Bindemittel bestehen. (Kunststoffe 23. 233—34. Okt. 1933.) W. WOLFF.

G. E. F. Lundell, *Chemische Analyse von Glas*. Die analyt. Verf. zur Unters. des Glases sind seit 100 Jahren fast unverändert. Sie genügen für n. Anforderungen u. sind in letzter Zeit nur durch Einbeziehung der selteneren, früher in der Glasherst. nicht verwendeten Elemente erweitert worden. Für die Zukunft erwartet Vf. eine Verkürzung der für die Analyse erforderlichen Zeitdauer u. genauere Angaben über den Valenzzustand im Glase anwesender mehrwertiger Verbb. (Ind. Engng. Chem. 25. 853—56. Aug. 1933. Washington, Bureau of Standards.) RÖLL.

A. E. Hiscox, *Die Kochprobe von Probekörpern aus Portlandzementmörtel*. Eine Anzahl amerikan. Zementmarken wurden im Handel aufgekauft, Probekörper 1:3 hergestellt u. im Alter von 7 Tagen der Kochprobe unterworfen. Kochzeit 4 Stdn. Wegen zu starker Streuung der Resultate empfiehlt sich die Durchführung der Kochprobe an 3 Tage alten Probekörpern nicht. Der Festigkeitsverlust durch das Kochen beträgt bis zu einem Kalkmodul von 2,25 etwa 25% u. nimmt mit steigendem Kalkmodul rasch zu, auf 100% für $K = 2,35$. In dem Maße, wie ein Zement diese Koch-

probe besteht, ist er für die Praxis im Betonbau geeignet. (Rock Products 36. Nr. 9. 34—36. 25/9. 1933.)
ELSNER V. GRONOW.

Hans Spengler, Ostswine, und **Henr. Nielsen**, Oslo, *Brennen von Briketten, Tonwaren o. dgl.* Man arbeitet in Kanallöfen, durch welche das auf Wagen aufgestapelte Brenngut hindurchgeführt wird. Um das Trockengas durch die zwischen den einzelnen Briketten vorhandenen Zwischenräume hindurch zu zwingen, sind in den Wandungen u. Wölbungen des Kanallofens in bestimmten Zwischenräumen feste Diaphragmen angebracht, die als Abdichtung zwischen dem Ofenkanal u. dem Brenngut dienen. (N. P. 51 677 vom 12/12. 1930, ausg. 24/10. 1932.)
DREWS.

Carborundum Co., übert. von: **Prescott Hoyt Walker** und **Sherman Spicer Kenyon**, Niagara Falls, V. St. A., *Schleifkörper*, bestehend aus körnigen Stoffen u. einem Bindemittel, dad. gek., daß er geringere Durchlässigkeit besitzt als 50 cm/Min./Zoll³/Zoll Wasserdruck. (Can. P. 306 554 vom 12/1. 1929, Auszug veröff. 9/2. 1930.)
SARRE.

Paul Hopf, Deutschland, *Herstellung von Schneide- und Feilwerkzeugen, besonders für die Zahnchirurgie.* Man versieht eine Klinge o. dgl. aus Hartmetall, wie Fe, Stahl usw., mit einer Schicht aus Weichmetall, die als Zwischenschicht für die Fixierung der Reibsubstanz, z. B. *Diamantstaub, Siliciumcarbid* u. dgl., dient, u. auf elektrolyt. Wege durch Löten o. dgl. erhalten wird. Auf die Zwischenschicht trägt man dann z. B. auf elektrolyt. Wege eine Schicht von säure- u. basenwiderstandsfähigem Metall auf. (F. P. 748 084 vom 27/12. 1932, ausg. 28/6. 1933.)
SCHÜTZ.

Triplex Safety Glass Co. Ltd., London, und **John Wilson**, Birmingham, *Sicherheitsglas*, dessen Glasplatten, nachdem sie gegebenenfalls zuvor mit einem Klebmittel, z. B. *Polyvinylacetat*, überzogen worden sind, durch einen Polyvinylester, *Polycrylsäureester* bzw. Mischester unter Verwendung eines Quell- u. Weichmachungsmittels (*Dibutylphthalat, Hexylalkohol, isomeres Methylcyclohexanol*) vereinigt werden. (E. P. 389 106 vom 9/9. 1931, ausg. 6/4. 1933.)
ENGEROFF.

Triplex Safety Glass Co. Ltd., London, und **Leslie Vivian Donald Scorch**, und **John Wilson**, Birmingham, *Sicherheitsglas*, dessen Kleb- oder Zwischenschicht aus *Isopren* besteht, gegebenenfalls in Verb. mit polymerisierbaren Substanzen, wie *Acryl- oder Methacrylsäure, Indol, Styrol, Cumaron* oder *Isoprenoid-KW-stoffen*, welche letztere bei der fortgesetzten Extraktion von Balata mit Aceton zurückbleiben. Die Vereinigung der Glasplatten erfolgt nach vorangehendem Anquellen mit einem gebräuchlichen Weichmachungsmittel (*Alkylphthalat*). (E. P. 389 115 vom 9/9. 1931, ausg. 6/4. 1933.)
ENGEROFF.

Triplex Safety Glass Co. Ltd., London, **Leslie Vivian Donald Scorch** und **John Wilson**, Birmingham, *Sicherheitsglas*. Die Zwischen- oder Klebschicht oder beide bestehen aus einem organ. Ester, dessen Säurerest eine $\text{CH}_2=\text{C}$ -Gruppe enthält, an die eine polymerisierbare arom. Verb., ausgenommen ein Vinylderivat oder -äther, z. B. *Indol, Styrol, Cumaron* oder *Isoprenoid-KW-stoffe*, angelagert ist. Ein solcher Ester wird beispielsweise durch Polymerisation von 75 Teilen *Methylacrylat* u. 25 Teilen *Styrol* mit 0,5% *Benzoylperoxyd* erhalten. (E. P. 389 151 vom 9/9. 1931, ausg. 6/4. 1933.)
ENGEROFF.

Triplex Safety Glass Co. Ltd., London, **Richard Booth** und **John Wilson**, Birmingham, *Verbundglas*. Die Vereinigung der Glasscheiben mit der *Celluloseacetat*-Zwischenschicht geschieht durch Eintauchen in *Cyclohexanol* oder dessen Homologe. Als besonders geeignet hat sich ein handelsübliches Gemisch von *Dimethylcyclohexanol* oder den 3 *Methylcyclohexanolen* mit 5% *Cyclohexanoloxalat*, zweckmäßig unter Hinzufügung eines Weichmachungsmittels, erwiesen. Die Verpressung erfolgt bei etwa 150 bis 225 at. (E. P. 393 946 vom 4/12. 1931, ausg. 13/7. 1933.)
ENGEROFF.

Gillette Research Corp., Toledo, Ohio, übert. von: **Edward P. Gillette**, Toledo, Ohio, V. St. A., *Verfahren zum Brennen von körnigem oder gepulvertem Kalk und zum Gewinnen von Kohlendioxyd*. Der Kalkstein passiert den Ofen in der Richtung von oben nach unten. In der eigentlichen Brennkammer, an deren Eintritt der Kalkstein selbst einen Verschuß bildet, wird eine den Boden der Kammer bildende Carborundumplatte von unten her befeuert. Das sich bildende CO_2 wird aus dieser Kammer abgezogen. (A. P. 1 923 084 vom 5/11. 1930, ausg. 22/8. 1933.)
HEINRICHS.

Carl Francke, Hobbach, Bayern, *Verfahren zum Herstellen von Bausteinen* durch Vermischen von Ton mit Ausbrennstoffen, Formen der M. u. Brennen der Formlinge, dad. gek., daß als Ausbrennstoff zerkleinerte Kiefernborke verwendet wird. — Die

Kiefernborke ist äußerst porös, sie hat einen verhältnismäßig geringen Heizwert, nimmt kein W. an u. zerfällt beim Brennen leicht. Da die Kiefernborke nur geringe Mengen vergasbarer Bestandteile enthält, ist die Entstehung von geschlossenen Hohlräumen in den Tonmassen gesichert u. dadurch eine gute Isolierfähigkeit der Steine gegen Wärme u. Schall gewährleistet. (D. R. P. 583 969 Kl. 80b vom 3/4. 1932, ausg. 13/9. 1933.) HEINRICHS.

Tracy Bartholomew, Pittsburgh, Pa., übert. von: Mathias Ovrom Sem, Buffalo, New York, V. St. A., *Herstellung poröser Schlackensteine*. Die geschmolzene Schlacke wird, während sie aus dem Ofen ausfließt, mit Wasser vermischt, beispielsweise indem ein Wasserstrahl gegen den frei fallenden Schlackenstrom gespritzt wird. Die Schlacke ergießt sich dann in einen Behälter, in dem sie der Wrkg. eines Rührwerks ausgesetzt wird. Durch das Verdampfen des W. in Verbindung mit dem Rühren ergibt sich der Schaum, der in Formen gegossen wird u. zu festen porigen Körpern erstarrt. (A. P. 1 924 728 vom 24/2. 1930, ausg. 29/8. 1933. Norw. Prior. 27/2. 1929.) HEINRICHS.

William H. Droege, Fort Wayne, V. St. A., *Masse zur Herstellung von Fußböden und Dielen*, bestehend aus Bitumen, Gesteinsstaub, feinem Sand u. gepulvertem Fe, z. B. aus 8—11% Bitumen, 16—25% Gesteinsstaub, 54—71% feinem Sand u. 5—10% Fe-Pulver. (Can. P. 302 424 vom 4/6. 1929, Auszug veröff. 29/7. 1930.) SARRE.

[russ.] Ssergei Ssergejewitsch Dawydow, Eisenbetonkursus. I. Moskau-Leningrad: Gosstroisdat. 1933. (440 S.) 7 Rbl.

[russ.] Wladimir Ossipowitsch Ssedlis, Die chemischen Waren und Baumaterialien. Herstellungsverfahren, Chem. Zus.; Chem. u. techn. Eig.; Anwendungen techn. Normen. Leningrad: isd. Kubutsch. 1933. (IV, 507 S.) Rbl. 7.50.

Building Research Board, Technical papers. 14, Influence of temperature upon the strength development of concrete. London: H. M. S. O. 1933. 2 s. net.

VII. Agrikulturchemie. Düngemittel. Boden.

E. Blanck, F. Giesecke und W. Heukeshoven, *Vegetationsversuche mit Hafer zur Klärung der Frage nach der Vertreibbarkeit des Kaliums durch Rubidium*. Gefäßverss. mit steigenden K-, bzw. sinkenden Rb-Gaben in Form der Sulfate ergaben: Mit steigenden K-Gaben stieg die Trockensubstanzernte, nur die höchste Rb-Gabe rief eine geringere Steigerung hervor, die aber immer noch das 2 $\frac{1}{2}$ fache gegenüber Ungedüngt (d. h. ohne Alkalidüngung) betrug. Die Aufnahme von K blieb bei Ggw. von Rb ziemlich gleich u. zwar sehr hoch, die von Rb u. P₂O₅ sank mit steigenden Rb-Mengen, letztere allerdings erst bei den größeren Mengen, während die kleineren Gaben die P₂O₅-Aufnahme steigerten bzw. die kleinste ohne Wrkg. blieb; die N-Aufnahme wurde nicht beeinflusst. Rb wirkt nicht direkt giftig, sondern verhindert das für die Pflanzenernährung unentbehrliche K, seine ihm zukommenden Funktionen auszuüben. Die Best. des Rb erfolgte nach dem bisher noch nicht veröffentlichten Verf. von ALTEN, das beschrieben wird. (J. Landwirtsch. 81. 205—21. 1933. Göttingen.) LUTHER.

C. Blatný, *Kalimangelercheinungen bei Blumenkohl*. Infolge der unnormalen Witterung u. der dadurch erfolgten Kaliauswaschung traten 1932 in der Tschechoslowakei bisher wenig bekannte Kalimangelercheinungen bei verschiedenen Kohlarten auf, die sich in einer Kräuselung der Blätter nach innen, Hellerfärbung u. Qualitätsverschlechterung äußerten. Durch nachträgliche Kaligaben konnte der Kalimangel bei jungen Pflanzen behoben werden. (Ernährg. d. Pflanze 29. 361—62. 1/10. 1933. Prag-Dejvice, Phytopatholog. Inst. d. Staatl. Landw. Forschungsanstalt.) LUTHER.

Hans Stahl, *Nachweis der Veränderungen des Kali- und Phosphorsäuregehaltes im Boden während einer Vegetationsperiode durch die Bodenuntersuchungsmethoden nach v. Wrangell*. Die K- u. P₂O₅-Düngung war im allgemeinen in den Proßsäften, wie in den W.-Auszügen zu erkennen, nur bei einer sehr schnellen adsorptiven Bindung der P₂O₅ trat diese nicht in Erscheinung. Die Bodenunterss. stimmten mit den Ergebnissen der Feldverss. überein u. ergaben im Gegensatz zu den sonstigen Bodenunters.-Verff., die nur Testzahlen liefern, Zahlen, die den durch die Pflanzen tatsächlich entzogenen Mengen sehr nahe kamen. Eine Auswaschung des II. Kaliums in tiefere Schichten konnte nicht festgestellt werden. Bei gleichem Boden: Wasser-Verhältnis blieb auch bei steigenden absol. Mengen die Kalikonz. in der Ausschüttelung gleich. (J. Landwirtsch. 81. 223—48. 1933. Hohenheim, Pflanzenern.-Inst. d. Württ. Landw. Hochschule.) LUTHER.

H. Niklas und A. Hock, *Die Bodenuntersuchung im Dienste der Düngewirtschaft, von Th. Remy, Bonn.* Erwiderung zu den Ausführungen von REMY (vgl. C. 1933. I. 1991). Stellungnahme von Remy zu dieser Erwiderung. (Ernährg. d. Pflanze 29. 172—175. 1/5. 1933. Weihenstephan.) W. SCHULTZE.

Soc. d'Etudes Chimiques pour L'Industrie und Edouard de Luserna, Genf, Schweiz, *Herstellung von Calciumcyanamid* durch Einw. von gasförmigem NH_3 auf Calciumcarbid bei etwa 950° , dad. gek., daß gasförmiges NH_3 auf ein Gemisch von Carbiden mit Kohle einwirkt, in dem Calciumcarbid, natürliche Carbide u. als Kohle Holzkohle, Torfkohle, Anthrazit, Koks u. dgl. oder KW-stoffe, die bei der Rk.-Temp. sich unter Abscheidung von C zersetzen, verwendet werden. Statt Calciumcarbid können auch Calciumsauerstoffverb. genommen werden. (Poln. P. 16 821 vom 23/12. 1929, ausg. 21/11. 1932. D. Prior. 24/12. 1928.) HLOCH.

Odda Smelteverk A/S und Erling Johnson, Odda, *Mischdünger mit annähernd gleichem Gehalt an Stickstoff und Phosphorsäure* aus der beim Lösen von Rohphosphat mit Salpetersäure u. Krystallisieren eines großen Teiles des Kalksalpeters erhaltenen Mutterlauge, dad. gek., daß man zum Lösen des Rohphosphates einen Überschuß von Salpetersäure benutzt u. zur Mutterlauge so viel $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ oder H_2SO_4 zusetzt, daß bei der nachfolgenden Neutralisation mit NH_3 u. Eindampfen zur Trockne ein Prod. erhalten wird, welches auf 2 Moll. NH_4NO_3 ca. 1—2 Moll. $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ enthält. — Der Zusatz des $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ bzw. der H_2SO_4 erfolgt gegebenenfalls in zwei Stufen. Der beim ersten Zusatz erhaltene Nd. von CaSO_4 wird entfernt. Hierauf erfolgt der Zusatz der restlichen größeren Menge des $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ bzw. der H_2SO_4 u. die anschließende Neutralisation u. Verdampfung zur Trockne. (N. P. 51 652 vom 24/12. 1930, ausg. 24/10. 1932.) DREWS.

Emil Neufeldt, Neisse, *Verfahren zur Herstellung eines Düngemittels aus Scheideschlamm* durch Trocknen unter Benutzung von Rauch- oder Feuergasen, dad. gek., daß der aus den Pressen in Klumpen oder Stücken anfallende Scheideschlamm, nachdem er z. B. mittels einer Transportschnecke in eine homogene, dickbreiige M. verwandelt wurde, durch eine Preßvorr. in gleichmäßiger, dünner Schicht auf das erste Trockenband einer an sich bekannten Trockenvorr. aufgetragen u. nach Trocknung auf weiteren Trockenbändern sofort in maschinell streufähiger Form gewonnen wird, indem er zwischen den einzelnen Trockenbändern durch Brechwerke zerkleinert wird. (D. R. P. 585 725 Kl. 16 vom 16/6. 1928, ausg. 9/10. 1933.) KARST.

Mathurin-Joseph Oliviero, Frankreich, *Herstellung eines Humusdüngemittels*. Humussäurehaltige Stoffe, wie getrockneter pulverisierter Torf, werden mit Alkalisilicaten oder Alkaliphosphaten, wie K-NH_3 -Phosphaten oder $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ behandelt. Nach beendeter Rk. können noch weitere Düngestoffe, K-, Mg-, Ca- oder NH_4 -Salze, u. Katalysatoren zugefügt werden. (F. P. 751 355 vom 23/5. 1932, ausg. 2/9. 1933.) KARST.

Gray Singleton, Fort Meade, und **Robert P. Thornton**, Lakeland, V. St. A., *Düngemittel*. Gequetschte Früchte, wie z. B. Apfelsinen, Citronen, Aprikosen, Äpfel, werden mit einem Cyramid, z. B. CaCN_2 , gemischt u. die Mischung etwa 3 Tage sich selbst überlassen. Unter Steigerung der Temp. auf etwa 75 — 100° bildet sich dabei Harnstoff. Die M. wird hierauf getrocknet. Um einen besonderen Trocknungsprozeß zu vermeiden, kann man der Mischung auch Torfmull zusetzen. Das Düngemittel wird im Boden leicht zers. u. von den Pflanzen aufgenommen. (A. P. 1 918 233 vom 8/4. 1930, ausg. 11/7. 1933.) GEISZLER.

Hans Haunschild, München, *Bodendesinfektionsmittel*. Das Bodendesinfektionsmittel besteht aus einem Gemisch von Dest.-Prodd. des Holzes oder der Kohle u. Nährstoffen für die Bodenmikroben. Als Desinfektionsmittel eignen sich vor allem Kohlenwasserstoffe, insbesondere Substitutionsprodd. des Bzl., z. B. Toluol. Als Nährstoffe kommen organ. Düngemittel, wie getrockneter Rinderdünger, Fleisch- oder Fischmehl u. mit Harnstofflsg. getränktes Strohmehl, in Betracht. (Schwz. P. 161 849 vom 24/6. 1932, ausg. 1/8. 1933. D. Prior. 20/10. 1931.) KARST.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Kurt Meisenburg, Leverkusen, und Hans Kükenthal, Köln-Flittard), *Insektenbekämpfungsmittel*, bestehend aus Säureestern von Cyanhydrinen der allgemeinen Formel:
$$\begin{matrix} R_1 \\ R_2 \end{matrix} > C \begin{matrix} \text{OCOR}_3 \\ \text{CN} \end{matrix}$$
 in der R_1 , R_2 u. R_3 beliebig substituierte oder nichtsubstituierte, gesätt. u. ungesätt. aliph., arom., heterocycl. oder gemischte Reste sind, wobei R_1 u. R_2 auch gleich H sein

kann, für sich allein oder gegebenenfalls in Mischung mit geeigneten Zusatzstoffen. Beispiele: Die Benzoesäureester des Acetoncyanhydrins, Crotonaldehyd-, Furfurol-, Acrolein-, Sorbinsäurealdehyd-, Pinakolin-, Formaldehyd- oder Cyclohexanoncyanhydrins oder die entsprechenden Essigsäureester. Diese Stoffe werden zweckmäßig in Mineralöl (Petroleum) oder in Pulverform verstäubt. (D. R. P. 583 344 Kl. 451 vom 26/4. 1932, ausg. 1/9. 1933.) GRÄGER.

Th. Goldschmidt Akt.-Ges., Essen, übert. von: Hans Schrader und Erwin Bossert, Essen-Ruhr, Verfahren zur Verflüchtigung von Ungeziefer auf ungefährliche Art, dad. gek., daß man Äthylnoxid oder Propylenoxyd oder beide im Gemisch mit komprimierten oder verflüssigten inerten Gasen anwendet. (Can. P. 301 686 vom 7/9. 1929, ausg. 1/7. 1930.) GRÄGER.

[russ.] Ssergei Nikolajewitsch Rosanow und S. S. Dragunow, Chemische Analyse von Düngemitteln. Moskau-Leningrad. Goschimtechisdat 1933.

Teil 1. (216 S.) Rbl. 3.75. Teil 2. (168 S.) Rbl. 3.50.

VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung.

Arthur Phillips und R. M. Brick, *Korngrenzeneffekte als Faktoren für das heterogene Gleichgewicht von Legierungssystemen*. Es wurden die Gitterkonstanten u. Löslichkeitsgrenzen Cu-reicher Al-Legierungen in Einkristallen verschiedener Größe (verschieden große Oberfläche!) u. in vielkristallinen Aggregaten röntgenographisch untersucht. Die Legierungen wurden aus den Komponenten in einem Graphittiegel erschmolzen, in eine Fe-Form gegossen, abgeschreckt u. dann in einem elektr. Ofen 4 Tage bei 540° homogenisiert. Aus den homogenisierten Legierungen wurden Drähte gezogen (a = feinkörnig-vielkristallin, b = grobkörnig, c = Einkristalldraht), u. diese wurden auf (d) feines u. (e) grobes Einkristallpulver verarbeitet. Von den Präparaten wurden in einer DEBYE-Kamera vom VAN ARKEL-Typ Aufnahmen mit CuK-Strahlung gemacht. Die Kamera befand sich in einem Kasten, dessen Temp. automat. konstant auf $24 \pm 0,3^\circ$ gehalten wurde. — Bei sämtlichen untersuchten Präparaten wurde eine lineare Abnahme der Gitterkonstanten mit wachsendem Cu-Geh. (0–6%) festgestellt. Die stärkste Abnahme wurde mit Präparat a gefunden, die geringste mit den Einkristallen, die stets größere Gitterkonstante haben als vielkristallines Material. Bei Einkristallen wurde unabhängig von ihrer Größe stets im wesentlichen dieselbe Gitterkonstante gefunden. Nach dem VEGARDSchen Gesetz berechnet sich für die Konz.-Abhängigkeit der Gitterkonstanten eine Gerade, die zwischen den experimentellen Werten für Ein- u. Vielkristallmaterial liegt. Die Parameterdifferenzen zwischen ein- u. vielkristallinen Legierungen sind nicht einfach auf Konz.-Unterschiede von Kristallkern u. Kristallgrenze zurückzuführen, sondern auf Korngrenzeneffekte noch unbekannter Natur. — Die Gitterkonstante des verwendeten 99,97%ig. Al wurde zu $4,0418 \pm 0,0001 \text{ \AA}$ (24°) bestimmt. — Ferner wurde die Löslichkeitsgrenze von Cu in Al bei verschiedenen Tempp. bestimmt. Hierzu wurden homogene feste Lsgg. bei schrittweise von 540 auf 215° gesenkter Temp. erhitzt u. dann abgeschreckt. Durch die Ausscheidung von CuAl_2 , die in Einkristallen länger dauert als in vielkristallinem Material, bilden sich neue Korngrenzen, u. dadurch nähert sich die Gitterkonstante von Einkristallen derjenigen von vielkristallinen Proben. — Leitfähigkeitsmessungen bestätigten die röntgenograph. Befunde. (J. Franklin Inst. 215. 557–77. Mai 1933. Yale Univ.) SKALIKS.

Frederick A. Rohman, *Korrosion, der Milliardendollardieb*. II. Die die Korrosion beeinflussenden Faktoren. (I. vgl. C. 1933. I. 3239.) Vf. untersucht im einzelnen den Einfluß des Metalles (Stellung in der Spannungsreihe, Reinheit, Natur der Verunreinigungen, physikal. Zustand, Verh. des Oxyds oder der Oberfläche, Salzlöslichkeit), des korrodierenden Mediums (Natur u. Konz. des Kations, Leitfähigkeit, Diffusionseigg., Natur des Anions u. der Korrosionsprodd.) u. äußerer Faktoren (O_2 -Konz., Licht, Kolloide, Bakterien, kathod. Metalle, vagabundierende Ströme). (J. chem. Educat. 10. 215–21. April 1933. Houghton, Mich.) R. K. MÜLLER.

J. Cates, *Untersuchungen über die Korrosion an Eisen mittels Elektronenbeugung*. Auf schwed. Eisen, gewöhnlichem weichem Eisen, hartem Gußstahl, Nickelstahl (3,4% Ni) u. Manganstahl (0,9% Mn) wurde auf verschiedenen Wegen, vornehmlich durch Einw. feuchter Luft oder durch Einlegen der Proben in W., Rost erzeugt, der untersucht wurde. Die erzeugten Beugungsbilder sind unabhängig von der Art des Stahles

u. der Art der Rosterzeugung stets die gleichen. Es ist das Beugungsbild des γ -FeOOH. Durch mehrst. Erhitzen auf 220° wird das Beugungsbild des γ -Fe₂O₃ erhalten. Durch Vergleichsverss. wird festgestellt, daß sich auf chem. hergestelltem Fe₂O₃ eine dünne Schicht von γ -FeOOH bildet. Das Aussehen des Rostes, wie es im Laufe der Verss. beobachtet wurde, ist eingehend beschrieben. (Trans. Faraday Soc. 29. 817—24. Aug. 1933.)

HJ. v. SCHWARZE.

Sydney Born und W. L. Nelson, *Die Wirkung von korrodierenden Mitteln auf Admiraltymetall*. Legierungen auf Cu-Basis, wie Messing, Bronze, Neusilber, Silicium-bronze usw. u. besonders das Admiraltymetall werden, wie Vff. in Verss. feststellten, von NH₃ u. HCl selbst bei geringen Konz. zerstört. H₂S (bei geringer Konz.) u. verd. NaOH, sowie hartes W. haben nur sehr geringen korrodierenden Einfluß auf das Metall. Was die Korrosion speziell des Admiraltymetalls betrifft, so fanden Vff., daß kaust. Soda als bestes Neutralisationsmittel bei Säurekorrosion anzusehen ist. Genaue Arbeitsweise u. diagrammäßige Wiedergabe der Vers.-Resultate im Original. (Nat. Petrol. News 25. Nr. 29. 27—31. 19/7. 1933.)

K. O. MÜLLER.

L. Whitby, *Atmosphärische Korrosion von Magnesium*. Metall mit einem Geh. von 99,9% Mg (spektroskop. Unterss. des Metalles vgl. C. 1933. II. 1087) wurde im Zimmer u. in der freien Luft aufgehängt u. die Gewichtszunahme im Laufe der Zeit (200 u. 400 Tage) gemessen. Die sich ergebenden Gewichtszunahme/Zeitkurven für die Zimmerverss. zeigen, daß der Angriff von der Luftfeuchtigkeit derart abhängt, daß jede Feuchtigkeitssteigerung einen erhöhten Angriff zur Folge hat. Bei konstanter Feuchtigkeit ist eine lineare Zeitabhängigkeit wahrscheinlich. Anscheinend bildet sich zuerst Mg(OH)₂, das sich dann in wasserhaltiges Carbonat verwandelt. Für beide Rkk. besteht eine krit. Feuchtigkeit. Der Film wirkt später schützend infolge Zutretens der Poren durch das Carbonat. Der Film besteht aus einem Gemenge von Carbonat, Hydroxyd u. Sulfat bei überwiegendem Carbonatgeh. Die Filme der in freier Luft aufgehängten Proben haben höheren Sulfatgeh., jedoch überwiegt auch hier der Carbonatgeh. Nach Regenfall tritt ein Gewichtsverlust auf infolge des Auswaschens von löslichem Sulfat. In den Trockenperioden nimmt der Film an Dicke zu. Eine Schutzwirkg. konnte nicht beobachtet werden. Die Analyse der Filme erfolgte nach Ablösen der Filme mittels Säuren, die das Metall selbst nicht angreifen u. gleichzeitig CO₂ freimachen bzw. eine Best. des Carbonats gestatten. (Trans. Faraday Soc. 29. 844—53. Aug. 1933. Teddington [Engl.], Chemical Res. Lab.) HJ. v. SCHW.

L. Whitby, *Auflösung von Magnesium in wässrigen Salzlösungen*. Teil II. (I. vgl. C. 1933. II. 1087.) Es wird versucht, an Mg-Metallproben, die nur sehr geringe Spuren verunreinigender Metalle enthalten, den Einfluß von Oxyd- u. Nitrideinschlüssen festzustellen. Der Geh. an Mg₃N₂ betrug jeweils 0,1, 0,08 bzw. 0,02%, Zur Best. des O₂-Geh. gibt es keine geeignete Methode. Durch mkr. Beobachtung konnte festgestellt werden, daß die Einschlüsse an Oxyden u. Nitriden in 0,1-n. NaCl-Lsg. keine kathod. oder anod. Angriffswirkg. veranlaßten. Da die eine am wenigsten Einschlüsse enthaltende Probe stärker korrodierte als die Probe mit den meisten Einschlüssen (höchsten N₂-Geh.), kann angenommen werden, daß die Einschlüsse einen Einfluß nicht ausüben. Die in verschiedenen starken Lsgg. vorgenommenen Verss. werden erörtert. (Trans. Faraday Soc. 29. 853—61. Aug. 1933. Teddington [Engl.], Chemical Research Lab.)

HJ. v. SCHWARZE.

St. Reiner, *Korrosionsschutz*. Der Korrosionsschutz durch nichtmetall. Überzüge wird geschildert. Die notwendige Vorbehandlung der Metalloberfläche, das Entfernen von Fetten aus der Vorbehandlung oder von Fetten, die aus anderen Ursachen auf der Oberfläche haften, das Auftragen selbst u. die Anstrichmittel werden beschrieben. Die Arbeitsverf.: Streichen, Spritzen, Tauchen u. Spachteln u. die Anstrichmittel, unterschieden nach Ölfarben, Lacken, Pechasphalten, Fetten u. Harzen u. Kautschuklacken, werden krit. erörtert. (Wärme 56. 689—91. 21/10. 1933. Berlin.)

HJ. v. SCHWARZE.

Trent Process Corp., New York, übert. von: **Walter Edwin Trent**, New York, *Vorrichtung zur Gewinnung von Metallen aus ihren oxydischen Erzen*. Der Ofen besteht aus einer Red.- u. einer Schmelzkammer; die Beschickung sinkt durch ihr Eigengewicht von der ersten in die zweite Kammer. Die gasförmigen Prodd. der Schmelzkammer werden an einer Stelle zwischen dieser u. der Red.-Kammer abgezogen, vollständig verbrannt u. zwecks indirekter Beheizung der Red.-Kammer durch Rohre, die in dieser Kammer angeordnet sind, geleitet. Diese Rohre können auch nur an den

Enden dad. erhitzt werden, daß sie in die neben der Red.-Kammer angeordnete Verbrennungskammer hineinragen; die Wärme wird dann nur durch Leitung in die Red.-Kammer übertragen. Die Abgase können teils in den Kreislauf zur Regelung der Temp. zurückgeführt u. teils nach außen abgezogen werden. Die in der Red.-Kammer entwickelten Gase werden gesondert abgezogen. — Die Vorr. gestattet insbesondere eine kontinuierliche Erzeugung von Roheisen aus oxyd. Erzen nach dem Verf. gemäß E. P. 306 949; C. 1929. II. 645. (E. P. 316 986 vom 15/2. 1929, Auszug veröff. 2/10. 1929. A. Prior. 11/5. 1928. A. P. 1 767 779 vom 11/5. 1928, ausg. 24/6. 1930. Can. P. 302 164 vom 25/2. 1929, ausg. 15/7. 1930.) HABELL.

Electro Metallurgical Co. of Canada, Ltd., Welland, Ontario, übert. von: Frederick M. Becket, New York, *Silicothermische Reduktion von Metalloxyden*. (Teilref. nach E. P. 309 594; C. 1929. II. 2099.) Nachzutragen ist: Die zur Red. der Oxyde verwendete Menge an Silicid wird so groß bemessen, daß nicht alles Oxyd reduziert wird. Die entstehenden reichen Schlacken werden in einem besonderen Verf. vollkommen ausreduziert u. die hierbei gebildeten Silicide zur Red. von frischen Oxyden verwendet. (Can. P. 302 100 vom 30/3. 1929, ausg. 15/7. 1930.) GEISLER.

Thomas B. Swift, Californien, übert. von: Charles G. Maier, Berkeley, *Reduktionsverfahren für Erze oder O-haltige Metallverb.* Bei 750—1050° wird das zu reduzierende Material mit einem Gasmisch aus CO, CO₂, H₂, H₂O-Dampf u. N₂ in Kontakt gebracht, welches durch Rk. von KW-stoff mit einem O₂-haltigen Gas erhalten ist. Der Geh. des Gasmisches an CO₂ u. H₂O-Dampf muß unter 1% liegen, der N₂-Geh. soll wenigstens 40% betragen. Das Gasmisch soll ein O₂ enthaltendes Gas sowie Verbrennungsprodd. möglichst gar nicht enthalten; der Geh. an KW-stoff soll unter 1% liegen. — Das Verf. eignet sich zur Red. von solchen Erzen oder Metallverb., die einen großen Geh. an S u. P besitzen, z. B. von Pyritschlacken. (A. P. 1 916 112 vom 7/5. 1932, ausg. 27/6. 1933.) HABELL.

Victor Jean Joseph Defays, Belgien, *Verfahren zur Vorbereitung von gesinterten Erzen für ihre Reduktion*, dad. gek., daß dem nach bekannten Verf. gesinterten Erz ohne neues weiteres Sintern Erzstaub zugesetzt wird, u. zwar event. unter Zugabe von pulverförmigen, C-haltigen Stoffen, z. B. Gasstaub, Koksasche, Klärschlamm der Gaswäsche; die Zusätze werden mit einem Bindemittel versetzt u. in Form einer Emulsion zugesetzt, vorzugsweise w., vor oder nach Entfernen der gesinterten Erze aus dem Ofen. — Die Erze besitzen großes Porenvol. u. gute Reduzierbarkeit, insbesondere für indirekte Red. (F. P. 737 840 vom 30/5. 1932, ausg. 16/12. 1932. Belg. Prior. 6/6. 1931. Belg. P. 380 382 vom 6/6. 1931, Auszug veröff. 12/2. 1932.) HABELL.

„Berzelius“ Metallhütten-Ges. m. b. H., Duisburg-Wanheim, *Gewinnung flüchtiger Metalle*, wie Sn, Pb, Sb u. dgl. aus Erzen oder Hüttenprodd., die Metalle mit niedrigen Kpp., wie Zn, Cd, As u. dgl. enthalten oder nicht enthalten in Drehöfen ohne schm. Beschickung, wobei die oben genannten Metalle der in Drehöfen, Schaukelöfen o. dgl. durch Brenngase unmittelbar erhitzten Erze reduziert werden, worauf Sn, Pb, Sb u. andere Metalle in der der Red.-Zone folgenden Abscheidungszone zusammenfließen, während man die übrigen leichtflüchtigen Metalle in Staubform erhält. Weitere 19 Patentansprüche. (Poln. P. 16 920 vom 23/5. 1931, ausg. 15/9. 1932. D. Prior. 23/6., 24/6. u. 17/12. 1930.) HLOCH.

Arthur E. Bellis, Branford, *Rekuperative und regenerative Wärmebehandlung von Metallen*. Drähte oder Bänder werden kontinuierlich zunächst durch ein vorerhitzendes u. Wärme absorbierendes Bad, dann durch ein hochohitztes Bad, welches einen Teil des 1. Bades überdeckt, u. von dort wieder in das 1. Bad geführt; der Draht gibt die im 2. Bad erhaltene Wärme an das 1. Bad wieder ab. Die Bäder können nebeneinander angeordnet sein, wobei dann der Draht am Ende des 2. Bades seine Laufrichtung ändert u. durch das 1. Bad zurückläuft. Für das 1. Bad wird Pb, für das 2. Bad Salz verwendet. — Da der Draht unmittelbar vom einen in das andere Bad übertritt, wird ein hochwertiges Erzeugnis erhalten, welches auch ohne Verwendung von Schutzgas nicht oxydiert ist. Außerdem wird die von dem geglühten Draht absorbierte Wärme zur Vorerhitzung des zu glühenden Drahtes ausgenutzt. (A. P. 1 916 407 vom 13/10. 1930, ausg. 4/7. 1933.) HABELL.

A/S National Industri, Oslo, *Verfahren zum Blankglühen* in einem luftdicht geschlossenen Glühräum, dad. gek., daß im Glühräum eine neutrale Atmosphäre erzeugt wird, indem man zuerst die Luft mit Hilfe einer Fl. verdrängt u. danach die Fl. durch ein neutrales Gas. — Eine Ausführungsform besteht darin, daß man die Fl.

teilweise verdampft u. dadurch eine neutrale Atmosphäre erzeugt. (N. P. 51 684 vom 15/9. 1931, ausg. 31/10. 1932.) DREWS.

Kabushiki Kaisha Sumitomo Seikoshu, Osaka, übert. von: **Shinta Matsunawa, Fusatoshi Nozawa und Masuhiro Suzuki**, Tokyo, *Hitzebehandlung von Metallen*, insbesondere von *Stahl*, bei dem die erhitzten Metalle in einer Kühlfl. abgeschreckt werden. Die Fl. besteht aus einer Mischung von W. u. Mineralöl mit einem Zusatz von 0,5—10% Petrolin, welche so innig verrührt ist, daß eine einheitliche Emulsion gebildet wird. — Es wird ein Vergüten erzielt, ohne daß ein Anlassen erforderlich ist. Die Emulsion bleibt ohne späteres Umrühren lange erhalten. Es wird der Ausschluß vermindert u. an Brennstoff u. Arbeit gespart. (A. P. 1 916 981 vom 16/1. 1933, ausg. 4/7. 1933. Japan. Prior. 5/2. 1932. F. P. 749 366 vom 20/1. 1933, ausg. 22/7. 1933. Japan. Prior. 5/2. 1932.) HABELL.

Gesellschaft für Industriegasverwertung m. b. H., Deutschland, bzw. **Christian Wilhelm Paul Heylandt**, Berlin-Britz, *Verfahren zur Vergütung von Metallen, insbesondere von Eisen und Stahl*. (Teilref. nach E. P. 297 796; vgl. C. 1929. I. 1147.) Der Wiederabkühlungsvorgang des auf Härtetemp. erhitzten Werkstückes verläuft, unabhängig vom Abkühlungsmittel, zeitlich etwa so, wie bei der Abkühlung unter Anwendung eines verflüssigten Gases mit tiefliegendem Kp. oder dessen Kaltgas als Abkühlungsmittel. Bei Verwendung eines verflüssigten Gases mit tiefliegendem Kp. oder dessen Kaltgas erfolgt die Wiederabkühlung ohne Unterbrechung; bei Verwendung von W. oder Öl erfolgt die Wiederabkühlung mit entsprechenden Unterbrechungen. — Das Verf. verhindert das Brüchig- u. Sprödwerden von nach der Verarbeitung dauernd den Tieftemp. eines verflüssigten Gases mit tiefliegendem Kp. oder dessen Kaltgasen ausgesetzten metall. Gegenständen. (F. P. 659 564 vom 27/8. 1928, ausg. 1/7. 1929. D. Prior. 28/9. 1927. Can. P. 304 889 vom 21/9. 1928, ausg. 21/10. 1930. Ung. P. 98 711 vom 11/8. 1928, ausg. 2/12. 1929. D. Prior. 28/9. 1927.) HABELL.

Hevi-Duty Electric Comp., Amerika, *Verfahren zur Zementations- oder Nitrierhärtung eiserner Gegenstände* mit einem durch Dissoziation C oder N₂ bildenden Gase. Nach Einbringen der Gegenstände in eine von außen beheizte Retorte wird die Luft aus dieser durch das Gas vor Erreichung einer Oxydierungstemp. entfernt u. dann das Gas so in der Retorte in Umlauf gebracht, daß es durch einen den Gastrom nicht hindernden, erhitzten Kanal zwischen dem Behälter für die Gegenstände u. der Retortwand mit relativ hoher Geschwindigkeit hindurchgeführt u. dabei auf eine Temp. erhitzt wird, bei welcher teilweise Dissoziation eintritt; dann wird plötzlich der Durchfluß des Gases durch Aufschlagen gegen die Gegenstände gehindert u. dadurch eine weitere Dissoziation des Gases verursacht, so daß C oder N₂ in dem Behälter der erhitzten Gegenstände u. in Berührung mit diesen entsteht. Der Umlauf des Gases wird durch kontinuierliches Zuführen von frischem Gas u. kontinuierliches Abführen eines Teiles des dissoziierten Gases aufrecht erhalten. Während der Kühlung wird die Gasatmosphäre in der Retorte unter einem Druck gehalten, der gleich oder größer ist als der Außendruck. — Die behandelten Stücke sind völlig gleichmäßig in ihren Eigg.: Zeit u. Kosten der Behandlung sind verringert. (E. P. 394 700 vom 22/12. 1931. Auszug veröff. 27/7. 1933. A. Prior. 24/12. 1930.) HABELL.

Virginio Angelini, Italien, *Verfahren zur Herstellung von nichtrostenden Eisen- oder Stahllegierungen*, insbesondere Fe-Cr- u. Fe-Cr-Ni-Legierungen, dad. gek., daß eine oder mehrere reduzierbare Verb. (Metalloxyde, z. B. Oxyde des Cr, Ni u. dgl.) in Ggw. einer künstlichen Schlacke, die teils aus den vorgenannten Metalloxyden u. teils aus Flußmitteln, wie Kalk, Bauxit, Flußspat u. dgl. besteht, mittels einer aus Si u. Al bestehenden Mischung, in welcher Si u. Al in einem bestimmten Verhältnis vorliegen u. gleichzeitig zur Wrkg. gelangen, durch exotherm. Rk. reduziert werden, wobei die reduzierbaren Verb. in geringem Überschuß gegenüber den Red.-Mitteln (Si u. Al) vorliegen; das Si soll in Form von 75%_{ig} Ferrosilicium verwendet werden; nach erfolgter Rk. soll sich eine Si-Al-Schlacke bestimmter Zus. bilden; die aus den Metalloxyden u. Flußmitteln bestehende Schlacke soll die Verunreinigungen aus den reduzierbaren Verb. (Chromit u. dgl.) u. den event. Überschuß der Red.-Mittel (Si u. Al) aufnehmen; die erhaltenen Fe-Legierungen sollen frei sein von den zur Red. verwendeten Elementen; der C-Geh. kann in gewünschter Höhe gehalten werden. — Das Verf. wird vorzugsweise im elektr. Héroultofen durchgeführt; bei gleichzeitiger Verwendung von Si u. Al als Red.-Mittel ist es möglich, eine Legierung mit niedrigem C-Geh. (< 0,15%) zu erhalten, was für nichtrostende Eisenlegierungen angestrebt

wird; die Gefahr, eine Legierung mit wechselndem u. unter Umständen sehr großem Si- oder Al-Geh. zu erhalten, liegt bei diesem Verf. nicht vor. (F. P. 737 321 vom 19/5. 1932, ausg. 9/12. 1932. Belg. Prior. 6/6. 1931. Belg. P. 380 394 vom 6/6. 1931, Auszug veröff. 12/2. 1932.)

HABBEL.

Virginio Angelini, Italien, *Verfahren zur Herstellung von Metalllegierungen, insbesondere von Titan-, Chrom-, Wolfram- oder ähnlichen Legierungen*, mittels einer Mischung, die C, Fe, Al, Si, Ca u. Mg oder auch nur einige von den genannten Red.-Mitteln in derart bestimmten Mengen enthält, daß sie das Oxyd oder die Oxyde der Metalle (Ti, Cr, W) reduzieren, wobei zusammen mit geeigneten Flußmitteln eine bei niedriger Temp. fl. Schlacke gebildet wird. Erz u. Red.-Mittel sind in chem. äquivalenten Mengen vorhanden. Die von der nach oben gestiegenen Schlacke befreite Metallschmelze kann mit einer neuen oxydierenden Mischung in Rk. gebracht werden, um die Schmelze der gewünschten Metalle anzureichern, ohne daß die metall. oder metalloiden Reduziermittel in das Metallbad gelangen können. Zur Herst., z. B. einer nichtrostenden Fe-Cr-Legierung, kann das Verf. in 2 Stufen unterteilt werden: in einem offenen elektr. Ofen wird bei 1450—1600° eine etwa 60%_{ig}. Cr-Fe-Legierung mit etwa 0,25%_o C erschmolzen, u. zwar aus einer Beschickung von 65%_o Cr₂O₃, 23%_o SiCa₂, 4%_o Al, 4%_o Flußspat, 2%_o Ferrosilicium u. 2%_o Kalk; diese Legierung wird mit einer in einem geschlossenen Ofen vorbereiteten Fe-Schmelze vereinigt; das Verhältnis der beiden Schmelzen richtet sich nach den gewünschten Legierungsgeh.

— Die elektrotherm. Red. in Ggw. eines C-Überschusses wird vermieden; bei der gleichzeitigen Anwendung von Red.-Mitteln, wie Si, Al, Mg, Ca können Legierungen mit gewünschtem C-Geh. erhalten werden, welche aber die zur Red. benutzten Metalle nicht enthalten. (F. P. 735 917 vom 25/4. 1932, ausg. 17/11. 1932. Belg. P. 379 398 vom 28/4. 1931, Auszug veröff. 27/11. 1931. Belg. P. 386 337 vom 10/2. 1932, Auszug veröff. 5/10. 1932.)

HABBEL.

Metallgesellschaft A.-G., Frankfurt a. M., *Herstellung von Ferrophosphor*. Bei der Red. eines Phosphats mit Si wird für die Ggw. einer zur Bldg. hochprozentigen Ferrophosphors ausreichenden Fe-Menge gesorgt. Das Fe kann dabei aus Fe₂O₃ durch Red. mit kohlenstoffhaltigem Red.-Mittel oder Si erzeugt u. das Si als Ferrosilicium angewendet werden. (Schwz. P. 161 046 vom 9/2. 1932, ausg. 16/6. 1933. D. Prior. 31/8. 1933.)

MAAS.

Reinhard Straumann, Schweiz, *Feder aus Eisen-Nickellegierungen, insbesondere für thermokompensierte Schwingsysteme*. Die Fe-Ni-Legierung mit 35—70%_o Ni wird unter Anwendung von 0,1—3%_o Be u. eines insgesamt bis zu 40%_o gehenden Zusatzes von W, Cr, Mo, Mn usw. mengenmäßig derart abgestimmt, daß unter Erzielung der gewünschten Härte anlässlich des Fixierens der Feder bei hoher Temp. der thermoelast. Koeff. derselben in den für absol. Rostfreiheit u. Magnetunempfindlichkeit maßgebenden Bereich des abfallenden Astes seiner Wertkurve zu liegen kommt. — Die Menge der Zusätze kann so gewählt werden, daß sich das Material sowohl zur Herst. von thermokompensierten rostfreien u. unmagnet. Schwingungsfedern als auch zur Herst. von roststabilen u. unmagnet. Triebfedern eignet. (F. P. 425 20 vom 29/11. 1932, ausg. 4/8. 1933. D. Prior. 4/12. 1931. Zus. zu F. P. 735 009; C. 1933. I. 1680.)

HABBEL.

Allgemeine Elektrizitäts-Gesellschaft, Deutschland, *Verfahren zur Erzeugung von endlosen Metall-, insbesondere Eisenbändern auf elektrolytischem Wege*, bei dem ein auf einem im Bad rotierenden, als Kathode angeschlossenen u. horizontal gelagerten Zylinder erzeugter Nd. abgestreift u. als selbständiges Band weitergeführt wird; das abgestreifte Band wird im gleichen Behälter in der Weise verstärkt, daß es über das am Boden angeordnete Anodenmaterial hinweg u. nach dem Erreichen der gewünschten Stärke aus dem oben offenen Elektrolytbehälter hinausgeführt wird. Das Anodenmaterial ist tangential zum Zylinderumfang angeordnet. Der Zylinder u. ein außerhalb des Bades liegender, mit dem Band in leitender Verb. stehender Teil, z. B. eine Umlenkwalze, sind mit Stromzuführungen verbunden. Der Zylinder besteht aus einem Material, auf dem der elektrolyt. Nd. nicht haftet, z. B. Cr-Ni-Stahl für Fe, Pb bzw. PbO₂ für Cu, Al für Zn. Der Abstreifer besteht aus Isoliermaterial, z. B. Porzellan. Die Anode u./oder die das Band führenden Walzen können entsprechend der Abnahme der Anodenstärke so nachgestellt werden, daß der Abstand zwischen der Anode u. dem Band möglichst konstant bleibt. — Bei dem Verf. wird eine Unterbrechung der Stromzuführung, die namentlich bei Fe, Ni u. Co zur Schichtenbildg. führt, vermieden; durch die kontinuierliche Steigerung der Stromdichte werden die Überzüge gleichmäßig. (F. P. 746 154 vom 21/11. 1932, ausg. 23/5. 1933. D. Prior. 21/11. 1931.)

HABBEL.

American Smelting and Refining Co., New York, übert. von: **Bruce Wilfred Gonsler**, Arlington, Mass., *Entfernung von Cadmium und Blei aus Zinkerzen* beim Sintern auf einem Verblaseapp. mit beweglichem Rost. Um eine Kondensation der aus den oberen Schichten der Beschickung verflüchtigten Verunreinigungen in den unteren Schichten zu vermeiden, setzt man diesen Brennstoff zu. Dies geschieht dadurch, daß man auf die an der Beschickungsstelle des App. gebildete rückwärtige Böschung des Gutes Kohle oder sulfid. Erze in solcher Höhe aufstreut, daß der Brennstoff in dem unteren Teil der Beschickung zu liegen kommt. (A. P. 1 926 044 vom 24/1. 1930, ausg. 12/9. 1933.)

GEISZLER.

Solvay Process Co., Syracuse, N. Y., übert. von: **Clarence T. Patterson**, Syracuse, *Raffination von Blei*. In das geschmolzene Metall wird feuchtes Chlorgas (mit 4⁰/₀ W.) zweckmäßig unter einer Decke von Zink-Ammoniumchlorid eingeleitet. Die Abscheidung der Verunreinigungen wird beschleunigt. (A. P. 1 920 211 vom 20/1. 1932, ausg. 1/8. 1933.)

GEISZLER.

Ralph F. Cohn, Dixon, Ill., *Raffination von Blei* mit Alkali- oder Erdalkalimetallen. Um bei stark verunreinigten Bleisorten eine zu heftige Rk. bei Einführung der Raffinationsmittel zu vermeiden, entfernt man den Hauptteil der Verunreinigungen durch Zugabe von Legierungen der Alkali- oder Erdalkalimetalle, besonders mit Pb oder auf einem anderen Weg, z. B. durch Oxydation oder Chlorierung. Der verbleibende Rest an Verunreinigungen ist dann mit reinen Alkali- oder Erdalkalimetallen entfernbar, ohne daß eine Explosion bei Zugabe dieser Metalle eintritt. (A. P. 1 925 687 vom 16/4. 1931, ausg. 5/9. 1933.)

GEISZLER.

Ralph F. Cohn, Dixon, Ill., *Raffination von Blei mit Alkali- oder Erdalkalimetallen*. Zur Erzielung von Schäumen, die an bestimmten Verunreinigungen des Pb, z. B. an Sb oder Bi besonders reich sind, behandelt man das Pb nacheinander mit Schäumen, die von früheren Behandlungsstufen herrühren. Man setzt z. B. einem Blei, das nur Sb u. Bi als Verunreinigungen enthält, das Reagens im Unterschuß zu. Hierbei entsteht ein Schaum, der den Hauptteil des Sb u. geringe Mengen an Bi enthält. Nach weiterer Zugabe von Reagentien zum Blei wird ein Schaum gebildet, der mehr Bi als Sb enthält. Der erste Schaum wird in unbehandeltes Blei eingerührt, wobei ein Schaum anfällt, der noch mehr Sb enthält, während der Geh. an Bi nicht größer ist als im unraffinierten Pb. In ähnlicher Weise wird der wismuthaltige Schaum an Bi angereichert. (A. P. 1 925 688 vom 16/4. 1931, ausg. 5/9. 1933.)

GEISZLER.

Glidden Comp., Cleveland, übert. von: **James O. Johnstone**, East Chicago, *Bleiraffination*. Fremdmetalle enthaltendes Pb wird auf etwa 540° erhitzt u. bis auf einen geringen Metallrest oxydiert, indem man es in einem Luftstrom z. B. durch Rühren fein verteilt. Das Oxydationsprod. wird mit einem lediglich PbO lösenden Mittel wie Pb(CH₃COO)₂ oder Pb(NO₃)₂-Lsg. gelaut u. aus der entstehenden Lauge wird durch Einleiten von CO₂ reines, gegebenenfalls bas. PbCO₃ gefällt. Die so entbleite Lsg. wird wiederverwendet. Der Nd. kann auf Bleioxyde oder Reinblei verarbeitet oder als solcher verwertet werden. (A. P. 1 927 662 vom 14/2. 1931, ausg. 19/9. 1933.)

MAAS.

Constantin Apostolou, Frankreich, *Herstellung von Kupfer-Bleilegierungen*. Um eine gute Auflsg. des Pb im Cu zu erreichen, läßt man das Pb in einzelnen Tropfen in das geschmolzene Cu fallen. Man kann z. B. das Pb in Barrenform auf den nach unten gewölbten, mit kleinen Öffnungen versehenen Deckel des Schmelzgefäßes für das Cu legen u. hier langsam einschmelzen lassen. Um eine Entmischung der Legierung beim Gießen zu verhüten, kühlt man die Gießform. (F. P. 748 681 vom 31/3. 1932, ausg. 7/7. 1933.)

GEISZLER.

Metallges. Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: **W. Fraenkel** und **Kupfers Burkhardt**, Frankfurt a. M.), *Verfahren zur Vergütung einer Legierung des Kupfers mit 0,2—3⁰/₀ Chrom*. Verf. zur Vergütung von Legierungen, die aus Cu u. 0,2—3⁰/₀ Cr bestehen, dad. gek., daß sie bei Temp. über 700° geglüht, abgeschreckt u. bei Temp. von 400—700° gealtert werden. — Die zur Vergütung gelangenden Werkstoffe können außerdem noch 1—10⁰/₀ Al enthalten. (D. R. P. 580 304 Kl. 40 d vom 18/2. 1931, ausg. 18/7. 1933.)

GEISZLER.

Aluminium-Industrie-Akt.-Ges., Neuhausen (Schweiz), *Verfahren zur Erzeugung einer feinkristallinen Struktur bei Aluminium und Aluminiumlegierungen*, dad. gek., daß man einer Schmelze von Aluminium bzw. Aluminiumlegierung eine geringe Menge W (0,02—0,5⁰/₀) einverleibt. — Das W wird zweckmäßig als Verb. zugesetzt. (Schwz. P. 161 614 vom 1/6. 1931, ausg. 17/7. 1933.)

GEISZLER.

Aluminium Ltd., Toronto, Canada, *Härten von Gegenständen aus Aluminium oder seinen Legierungen.* Die Gegenstände werden in gepulvertes Mg eingebettet u. hierin auf Temp. zwischen 250 u. 460° erhitzt. Das Mg diffundiert in das Al u. härtet auf diese Weise die Oberfläche des Werkstückes. (F. P. 749 608 vom 27/1. 1933, ausg. 27/7. 1933.) GEISZLER.

Aluminium Ltd., Toronto, Canada, *Verfahren zur Kornverfeinerung von Gußstücken aus Aluminium oder seinen Legierungen.* In das geschmolzene Metall führt man Ti, zweckmäßig in Form einer Vorlegierung in solchen Mengen ein, daß im Endprod. 0,01 bis 1,0% Ti vorhanden sind u. vergießt das Metall unmittelbar nach diesem Zusatz (vgl. auch A. P. 1 860 947; C. 1932. II. 1963). (F. P. 749 182 vom 17/1. 1933, ausg. 20/7. 1933.) GEISZLER.

Aluminium Co. of America, Toronto, Canada, übert. von: **Joseph A. Nock**, Tarentum, und **Edgar Hutton Dix jr.**, Oakmont, Pa., *Verarbeitung von Aluminiumlegierungen* mit 5—15% Mg. Die Legierungen werden nach einem Glühen bei einer Temp. von über 290° aber unter dem Soliduspunkt der Legierung rasch auf die zwischen 245 u. 315° liegende Verarbeitungstemp. abgekühlt. Die Bldg. von Rissen u. Sprüngen bei der Verarbeitung soll vermieden werden. (A. P. 1 926 057 vom 14/1. 1931, ausg. 12/9. 1933 u. F. P. 750 466 vom 9/2. 1933, ausg. 11/8. 1933.) GEISZLER.

Aluminium Ltd., Toronto, Canada, *Herstellung von Profilstangen aus Aluminiumlegierungen.* Gußblöcke aus den Legierungen werden zunächst durch Schmieden oder Walzen in einfache geometr. Formen bei einer Querschnittsverminderung von mindestens 80% u. dann erst in die Endform durch Profilwalzen gebracht. Die Entstehung von Rissen in dem Werkstück u. damit von Abfall soll vermieden werden. (F. P. 750 761 vom 8/2. 1933, ausg. 18/8. 1933. A. Prior. 30/3. 1932.) GEISZLER.

Beryllium Development Corp., New York, übert. von: **Joseph Kent Smith**, Detroit, Mich., *Beryllium-Aluminiumlegierung*, bestehend aus 25—40% Be, 55—70% Al u. bis zu 2% Mo. Durch den Zusatz des Mo werden Gießbarkeit, Verarbeitbarkeit u. Festigkeit der Legierung gesteigert, ohne daß ihre D. wesentlich erhöht wird. (A. P. 1 924 168 vom 22/12. 1931, ausg. 29/8. 1933.) GEISZLER.

Louis Burgess, New York, *Herstellung von Berylliumlegierungen*, vorzugsweise Be-Al-Legierungen auf elektrolyt. Wege. Es wird zunächst durch elektrotherm. Red. eine Be-Cu-Legierung hergestellt, die in einem elektr. Ofen als Anode geschaltet wird. Als Elektrolyt dient eine Schmelze, aus einer Be-Verb., vorzugsweise BeF₂, u. solchen Fluoriden besteht, die, wie z. B. Alkali- oder Erdalkalimetallfluoride, eine höhere Zersetzungsspannung besitzen als die Be-Verb. Die D. des Elektrolyten muß höher sein als die von Al, das als Kathode dient. Unter dem Einfluß des Stromes wandert das Be aus der Be-Cu-Legierung in das Al. Die Elektrolyse wird zweckmäßig in inerte Gasatmosphäre unter Überdruck vorgenommen. (A. P. 1 924 151 vom 24/12. 1930, ausg. 29/8. 1933.) GEISZLER.

British Thomson Houston Co. Ltd., London, übert. von: **Floyd Clinton Kelley**, Schenectady, New York, *Gesinterte Hartmetalle* bestehend aus Tantalcarbid u. einem Metall der Eisengruppe u. W, Mo oder Cr als Hilfsmetalle. Eine geeignete Legierung besteht z. B. aus 87% Tantalcarbid, 8,2% Fe u. 4,8% Mo. Die aus den Legierungen hergestellten Stücke lassen sich, z. B. durch Schleifen, leicht bearbeiten, ohne daß ihre schneidenden Eigg. schlechter sind als die von Legierungen auf der Basis Wolframcarbid. Nach E. P. 395 064 soll eine besonders verschleißfeste Hartmetallegerung aus Tantalcarbid (87%), Co (9%) u. W (4%) bestehen (vgl. auch E. PP. 373 708; C. 1932. II. 2236 u. 388 090; C. 1933. I. 4033). (E. PP. 390 554 vom 28/10. 1931, ausg. 4/5. 1933. A. Prior. 28/10. 1930 u. 395 064 vom 11/2. 1932, ausg. 3/8. 1933. A. Prior. 4/2. 1931.) GEISZLER.

British Thomson Houston Co. Ltd., London, übert. von: **Floyd Clinton Kelley**, Schenectady, New York, *Gesinterte Hartmetalle* bestehend aus 47—82% Tantalcarbid, 5—40% Niobcarbid u. bis zu 13% aus Hilfsmetallen. Als Hilfsmetalle werden Metalle der Eisengruppe u. Mo oder W oder Metalle der Eisengruppe u. Mo u. W verwendet. Eine geeignete Legierung besteht z. B. aus 77% Tantalcarbid, 10% Niobcarbid, 8,2% Fe u. 4,8% Mo. (E. P. 396 129 vom 12/2. 1932, ausg. 24/8. 1933. A. Prior. 14/2. 1931.) GEISZLER.

Wilhelm Müller, Berlin, *Verfahren zum Verbinden schwer schmelzender Substanzen*, z. B. Wolframcarbid, mit leicht schmelzenden, z. B. Stahl oder Bronze, durch Vergießen der schwer schmelzenden Substanz unter Druck in Formen, deren Wandung oder Kern aus der leicht schmelzenden Substanz besteht, dad. gek., daß der Druck

nach teilweiser Erstarrung des Gußkörpers verringert wird, so daß der noch duktile Rest des Gußkörpers sich ausdehnen kann. — Es sollen spannungsfreie Gußstücke erzielt werden. (D. R. P. 557 370 Kl. 31 c vom 2/12. 1930, ausg. 24/7. 1933.) GEISZLER.

Ajax Electrothermic Corp., Ajax Park, N. J., übert. von: **Dudley Willcox**, Lawrenceville, N. J., *Gießen von Metallen und Legierungen mit hohem Schmelzpunkt* (über 1600°). Das Schmelzen u. Gießen der Werkstoffe, besonders Wolframcarbid, geschieht in einem kippbaren Hochfrequenzofen mit Graphitausfütterung im Schmelzraum. Die über diesem angeordnete Gießform wird durch Kippen des Ofens um 180° gefüllt. Durch Beheizen oder Kühlung der Form mit einer wassergekühlten Induktionspule kann man die günstigste Temp. der Form genau einhalten. In gleicher Weise läßt sich auch die Abkühlungsgeschwindigkeit des gegossenen Körpers regeln. (A. P. 1 926 573 vom 24/12. 1931 ausg. 12/9. 1933.) GEISZLER.

Toledo Scale Mfg. Comp., Toledo, übert. von: **William J. Burr**, Toledo, *Material für Lager, Schneiden u. dgl.* Die Gegenstände haben einen Kern aus Stahl mit 0,5 bis 0,7% C, 0,7—0,9% Si, 0,5—0,7% Mn, 7,5—8,5% Cr, 7,5—8,5% W, Rest Fe mit geringen Verunreinigungen an P u. S. Die Oberfläche der Gegenstände ist mittels NH₃ bei erhöhter Temp. gehärtet. — Die Gegenstände haben eine sehr harte dünne Schale u. einen stahlharten Kern; sie besitzen hohen Widerstand gegen Rosten u. Abnutzung. (A. P. 1 914 990 vom 16/5. 1930, ausg. 20/6. 1933.) HABEL.

Chrysler Corp., Detroit, Mich., übert. von: **William G. Calkins**, Detroit, *Herstellung von porösen Metallgegenständen* besonders für Lagerzwecke. Die Metallpulver, z. B. Mischungen aus Cu u. Fe, werden gepreßt u. die Preßlinge in einem Kryolithbad gesintert. (A. P. 1 927 626 vom 9/11. 1929, ausg. 19/9. 1933.) GEISZLER.

Dominion Oxygen Co., Ltd., Toronto, Canada, übert. von: **Arthur R. Lytle**, Elmhurst, New York, *Lötstab*, bestehend aus 68—70% Cu, 23,5—37,5% Zn u. 1,25 bis 2,5% P. (Can. P. 302 308 vom 24/12. 1928, ausg. 22/7. 1930.) GEISZLER.

Aluminium Co. of America, Pittsburgh, Pa., übert. von: **Conral C. Callis**, **Ralph B. Derr**, Oakmont, Pa., und **Edward J. Kratz**, Springdale, *Lot für Gegenstände aus Aluminium* oder seinen Legierungen, bestehend aus 66—69% Sn, 27,5—28,5% Zn u. 2,5—6,5% Al. Mit höherem Gehalt an Al steigen der F. u. die Festigkeit des Lotes. Es kann ohne u. mit Flußmitteln verwendet werden. Im A. P. 1 926 854 wird ein Lot folgender Zus. vorgeschlagen: 47,5—49,0% Sn, 47,5—49,0% Zn u. 2—5% Al. Es ist fest, duktil u. korrosionsbeständig. Nach A. P. 1 926 855 soll ein Lot mit ähnlichen guten Eigg. aus 37—45% Sn, 37—45% Pb, 9—21% Zn u. 1—5% Al bestehen. (A. P. 1 926 853, 1 926 854 u. 1 926 855 vom 30/7. 1932, ausg. 12/9. 1933.) GEISZLER.

Frederick Seymour Smith, Barrie, Ontario, Canada, und **Jesse Webster**, Barrie, *Aluminiumlot*, bestehend aus 24 Teilen Zn, 12 Teilen Sn, 4 Teilen Hg u. 1 Teil Al. Das Lot läßt sich ohne Anwendung eines Flußmittels bei niedrigen Temp. verarbeiten. (A. P. 1 927 052 vom 8/4. 1933, ausg. 19/9. 1933.) GEISZLER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: **Ernst de Ridder** und **Wilhelm Heuhaus**, Bitterfeld), *Schweißmittel für Magnesium und seine Legierungen*, bestehend aus einem Salzgemisch, das als Kationen ausschließliche Li u. K, als Anionen entweder Cl u. F oder Br u. F in Mengen enthält, die dem Verhältnis von 0,8—14 Teilen LiCl auf 1 Teil KF oder 1—5 Teilen LiBr auf 1 Teil KF entsprechen. Es kommen z. B. Mischungen in Frage, die auf 2 Teile LiCl 1 Teil KF enthalten. Außerdem können der Mischung noch geringe Mengen anderer Alkalihalogenosalze zugesetzt werden. (D. R. PP. 509 024 u. 509 025 (Zus.-Pat.) Kl. 49 h vom 13/6. 1928, ausg. 6/10. 1930 u. Can. PP. 300 388 u. 300 389 vom 12/6. 1929, ausg. 20/5. 1930.) GEISZLER.

Vereinigte Stahlwerke Akt.-Ges., Düsseldorf (Erfinder: **Karl Wallmann**, Mülheim, Ruhr), *Verfahren zum Vergüten von Rohrlängsschweißnähten durch Glühen und Abschrecken*. Nach dem Glühen werden die Rohre längs der Schweißnaht, z. B. durch Bespritzen mit W., derart abgeschreckt, daß nur die Naht u. deren nähere Umgebung etwa auf Raumtemp. gelangen, worauf durch Temp.-Ausgleich zwischen abgeschrecktem u. nicht abgeschrecktem Rohrteil die Schweißnaht angelassen wird. Abgesehen davon, daß ein besonderer Anlaßprozeß des ganzen Rohres erspart wird, tritt auch noch der Vorteil ein, daß nur der schwächste Rohrteil, nämlich die Schweißnaht, vergütet wird. Bei Überbeanspruchung des Rohres erfolgt dann die Dehnungsbeanspruchung außerhalb der Schweißnaht im gut dehnbaren Blechwerkstoff. (D. R. P. 581 214 Kl. 7 b vom 4/7. 1931, ausg. 24/7. 1933.) GEISZLER.

Copperized Steel Ltd., Newport, übert. von: **William E. Watkins**, New York, *Herstellung von Metallüberzügen*. Das zu plattierende Metall wird mit einer Suspension

des Überzugsmetalls (z. B. feinzerteiltes Metall u. Öl) bedeckt u. dann auf eine Temp. unterhalb der Sinterungstemp. des Überzugsmetalls erhitzt. Darauf folgt ein Glühen bei Sinterungstemp., bis ein festhaftender Überzug sich gebildet hat. — Nach dem Verf. kann insbesondere auf Eisenkörpern ein Cu-Überzug erzeugt werden. (Can. P. 302 302 vom 7/10. 1929, ausg. 22/7. 1930.)

HABEL.

William Howard Cole, Paris, *Entfernen von Rost, Fett oder Schmutz von Eisen und Stahloberflächen* durch Behandeln der Gegenstände in einem Autoklaven unter Zuführung von Wärme mit einem Gemisch von verd. H_2PO_4 , konz. H_2SO_4 u./oder HCl. Vgl. E. P. 306 604; C. 1929. I. 3034. (Can. P. 306 855 vom 13/3. 1929, ausg. 23/12. 1930.)

M. F. MÜLLER.

Mannesmannröhren-Werke, Düsseldorf, *Verfahren zum Bekleiden der Außenflächen von Röhren* (aus Eisen oder Stahl) mit einem aus drei Schichten bestehenden Schutzüberzug (gegen die Einw. eines korrosiven Mediums), z. B. aus Asphalt u. Jute, bei dem auf das zu behandelnde, vorzugsweise bereits grundierte Rohr in einem Arbeitsgange unmittelbar aufeinanderfolgend eine Asphalttschicht, ein Verstärkungsband, z. B. aus Jute, u. darüber eine zweite Asphalttschicht schraubenbandförmig aufgewickelt werden. — Die Ansprüche 2—4 betreffen eine besonders zweckmäßige Aufwicklungsmethode des Jutebandes u. die Konstruktion einer geeigneten Vorr. — Nach dem gekennzeichneten Verf. werden rost- u. stoßsichere Überzüge von großer Widerstandsfähigkeit u. Haltbarkeit erzeugt. (D. R. P. 555 130 Kl. 75c vom 2/11. 1930, ausg. 25/7. 1932. E. P. 375 553 vom 26/6. 1931. Auszug veröff. 21/7. 1932. D. Prior. 1/11. 1930.)

BRAUNS.

[russ.] W. S. Krassowitzki, Die Produktion von verzinktem Eisen. Moskau-Leningrad-Swerdlowsk: Gosmetallurgisdat 1933. (84 S.) Rbl. 1.75.

IX. Organische Industrie.

—, *Fortschritt in der Vanillinindustrie*. Beschreibung neuerer Fortschritte bei der Herst. des Vanillins aus Eugenol, seiner Synthese aus Piperonal, Guajacol u. sonstigen Rohstoffen. (Chem. Age 29. 207. 2/9. 1933.)

GROSZFELD.

Distillers Co. Ltd., Edinburgh, Walter Philip Joshua, London, Herbert Muggleton Stanley, Great Bookham, Surrey, John Blair Dymock, Cheam, Surrey, Großbritannien, *Herstellung von Äthylalkohol*. Äthylen u. W.-Dampf werden bei Temp. zwischen 100 u. 300° u. gewöhnlichem oder bis 250 at erhöhten Drucken in Ggw. von Katalysatoren zur Rk. gebracht, die aus Umsetzungsprodd. aus einem B-Oxyd u. Phosphorsäure in einer die zur Bldg. von Orthophosphaten erforderliche um wenigstens 10%, aber nicht mehr als 95% übersteigenden Menge bestehen. Z. B. werden bei 200° u. gewöhnlichem Druck über 100 ccm eines Katalysators, hergestellt aus 1 Mol. Borsäureanhydrid u. 2,2 Moll. Phosphorsäure, pro Stunde 3,12 l Äthylen in Mischung mit dem 1,5-fachen Vol. W.-Dampf geleitet. Der Umsetzungsgrad des Äthylens zu A. beträgt dabei 0,36%. (E. P. 396 724 vom 29/1. 1932, ausg. 7/9. 1933.) R. HERBST.

Doherty Research Co., New York, übert. von: Sylvan R. Merley, Dover, New Jersey, V. St. A., *Gewinnung von sekundären Alkoholen*. Die durch Absorption der bei der Crackung von Kohlenwasserstoffölen erhaltenen Olefine in Schwefelsäure entstandene Alkylsulfatlg. wird mit W.-Dampf hydrolysiert, die Dämpfe mit verd. Alkalilauge gewaschen u. alsdann aus ihnen sekundärer Amylalkohol, sowie höhere Alkohole fraktioniert kondensiert. Dieses Kondensat wird durch Dest. in sekundären Amylalkohol u. ein Gemisch höherer Alkohole, enthaltend Hexyl-, Heptyl-, Octyl-, Nonylalkohole, sowie noch höhere Alkohole, zerlegt. Die leichteste Fraktion enthält sekundären Butylalkohol u. niedrigere Alkohole. (A. P. 1 873 006 vom 30/9. 1930, ausg. 23/8. 1932.)

R. HERBST.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von Äthern* durch Einw. von Alkylenoxyden auf Hydroxyl- oder Aminoverbb., dad. gek., daß man Alkylenoxyd in wss. Lsg. auf Hydroxyl- oder Aminoverbb. unter Aufrechterhaltung alkal. Rk. einwirken läßt. — Beispiel: 1 Teil Polyvinylalkohol wird mit 2 Teilen 50%ig. Natronlauge ausgerührt, worauf man die Mischung ca. 12 Stdn. stehen läßt. Hierauf setzt man 2 Teile 50%ig. wss. Äthylenoxydsg. hinzu u. rührt ca. 4 Stdn. bei 20°. Anschließend wird neutralisiert, dialysiert u. zur Trockne cingedampft. Oder man kühlt ab u. wäscht das in k. W. unl. Prod. mit W. von 5—10°, so daß es salzfrei

wird. — In einer Knet- oder Mischmaschine läßt man im Verlauf einiger Stdn. 40 Teile Stärke mit 60 Teilen W. unter Zusatz von ca. 0,5 Teilen 38%ig. Natronlauge quellen. Hierauf setzt man 8 Teile wss. *Propylenoxyd* hinzu. Das erhaltene Prod. eignet sich zum Verdicken von Farbstoffen oder als Zusatz für Glättungs- oder Appreturmassen. — Aus Casein, Natronlauge, wss. Äthylenoxydls. erhält man ein für Fette u. Wachse geeignetes gärbeständiges Emulgierungsmittel. (N. P. 51 648 vom 12/3. 1931, ausg. 24/10. 1932. D. Prior. 18/3. 1930.)

DREWS.

Ralph L. Brown und William W. Odell, Pittsburgh, Pennsylvania, V. St. A. *Herstellung von Äthern*. Alkohole oder Phenole oder Mischungen aus Alkoholen u. Phenolen werden bei Temp. zwischen 100 u. 400° bzw. oberhalb der krit. Temp. der jeweiligen OH-haltigen organ. Verb. über einen geeigneten Katalysator, wie Al₂O₃, geleitet, wobei ein hinreichend erhöhter Druck beobachtet wird, um unerwünschte Nebenrkk., wie Olefinbdg. oder H₂-Abspaltung, hintanzuhalten. (A. P. 1 873 537 vom 8/10. 1927, ausg. 23/8. 1932.)

R. HERBST.

Henkel & Cie. G. m. b. H., Deutschland, *Herstellung höherer Äther*. Ester von höheren aliphat. oder hydroaromat. Alkoholen u. sauerstoffhaltigen anorgan. Säuren, wie Schwefelsäure u. Phosphorsäure, werden mit ein- oder mehrwertigen Alkoholen oder Phenolen in alkal. Medium oder mit Alkoholaten oder Phenolaten umgesetzt. Z. B. wird eine durch Auflösen von 8 Teilen Na in 100 Teilen Glykol erhaltene Lsg. von Na-Glykolat in Glykol mit der w. Lsg. von 100 Teilen des Natriumsalzes des Schwefelsäureesters des Dodecylalkohols in 200 Teilen wasserfreiem Glykol versetzt u. die Mischung 5 Stdn. zum Sieden erhitzt. Es scheidet sich Na₂SO₄ ab. Nach dem Erkalten wird mit der doppelten Menge an h. W. verd., mit wenig Salzsäure angesäuert u. 10 Minuten gekocht. Das abgeschiedene Öl wird im Vakuum dest. Man erhält in guter Ausbeute β-Oxyäthyl-dodecyläther, Kp.₁₅ 170—174°. In entsprechender Weise wird aus der Mononatriumverb. des Glycerins u. dem Na-Salz des Dodecylschwefelsäureesters β,γ-Dioxypropyl-dodecyläther (Kp.₁₅ 210—215°), aus Mononatriumglycerin u. tetradecylschwefelsäurem Na *Glycerinmonotetradecyläther* (Kp.₃ 206—207°), aus Mononatriumglycerin u. hexadecylschwefelsäurem Na *Glycerinmonohexadecyläther* (Kp.₁ 205 bis 206°), aus Mononatriumglycerin u. octodecylschwefelsäurem Na *Glycerinmonooctodecyläther* (sd. unter 2 mm unter leichter Zers. bei 215—220°), aus Phenolnatrium u. dodecylschwefelsäurem Na ein Prod. vom Kp., 162—165° u. F. 25° erhalten. (F. P. 751 923 vom 6/2. 1933, ausg. 12/9. 1933. D. Prior. 26/3. 1932.)

R. HERBST.

Julius M. Naiman und Herbert Leggett, Blackwell, Oklahoma, V. St. A., *Oxydation von gesättigten aliphatischen Kohlenwasserstoffen*. Gasförmige KW-stoffe werden in Mischung mit einer für die Bldg. der gewünschten sauerstoffhaltigen organ. Verb. hinreichenden Menge O₂ oder Luft bei ca. 325° F u. einem genügend hohen Drucke, um eine Dissoziation der gebildeten sauerstoffhaltigen organ. Verb. hintanzuhalten, über geeignete Katalysatoren geleitet. Es können so aus Methan u. seinen gasförmigen Homologen Alkohole, wie *Methanol*, *A.*, *Propylalkohol*, *Butylalkohol* bzw. *Aldehyde*, wie *Formaldehyd*, sowie auch *Ketone* u. *Carbonsäuren* erzeugt werden. (A. P. 1 878 170 vom 7/3. 1927, ausg. 20/9. 1932.)

R. HERBST.

Deutsche Gold- und Silber-Scheideanstalt vorm. Roeßler, Frankfurt a. M. (Erfinder: **Karl Wiesler**, Konstanz a. B.), *Verfahren zur Herstellung von flüchtigen organischen Säuren* aus deren Salzen unter gleichzeitiger Gewinnung entsprechender *Mono-* u./oder *Diorthophosphate* durch Umsetzung mit Phosphorsäure, dad. gek., daß 1. man die gepulverten Salze mit organ. Lösungsm. für die herzustellenden Säuren suspendiert, mit konz. H₃PO₄ bei Temp. von Raumtemp. bis zum Kp. der organ. Lösungsm. zur Rk. bringt u. gleichzeitig die organ. Säuren durch erschöpfende Extraktion mit Lösungsm. der genannten Art von den entstehenden *Mono-* u./oder *Diorthophosphaten* trennt, 2. das Salz bei der Umsetzung u. Extraktion durch Rühren, Schütteln, Umwälzen, Kochen des Lösungsm., Einleiten von Gasen oder andere dergartige Mittel im Lösungsm. in Suspension gehalten wird, 3. die Extraktion der organ. Säure stufenweise oder kontinuierlich nach dem Gegenstromprinzip ausgeführt wird, 4. bei der Umsetzung u. Extraktion neben dem organ. Lösungsm. auch noch verhältnismäßig geringe W.-Mengen angewendet werden. — Zu 100 Teilen wasserfreiem *Na-Acetat* in Aceton suspendiert werden 139,5 Teile H₃PO₄, 85,7%ig unter Rühren gegeben. Nach Abziehen des Lösungsm. wird der Rückstand durch Extraktion mit sd. Aceton essigsäurefrei gemacht. Beim Abdest. des Acetons verblieben 91 Teile *Essigsäure* 80,5%ig; außerdem erhält man 148,5 Teile sehr fein pulvriges, reines *Mono-Na-orthophosphat*. Mit 69,8 Teilen H₃PO₄ erhält man das *Di-Na-Orthophosphat* mit etwa

15⁰/₀ Krystallwasser. *Äthylacetat* oder *A.* können ebenfalls als Lösungsmm dienen. *K-Acetat*, *Na-Propionat* (für die Herst. von *Propionsäure*), *Graukalk* u. *Mn-Acetat* sind als weitere Ausgangsstoffe genannt. (D. R. P. 583 702 Kl. 12o vom 12/4. 1932. ausg. 8/9. 1933.)

DONAT.

Seiden Co., Pittsburgh, übert. von: **Alphons O. Jaeger** und **Franz P. Fiedler**. Mount Lebanon, Pa., V. St. A., *Reinigung von Bernsteinsäure und ihrem Anhydrid*. Solche Stoffe, die etwa von der Red. unreiner *Maleinsäure* her verhältnismäßig wenig flüchtige, z. B. auch gefärbte, Verunreinigungen enthalten, werden bei Temp. über dem F. aber unter dem Kp., z. B. bei über 100°, in den Strom eines Trärgases, z. B. überhitzten Dampf, verdampft u. gegebenenfalls nach dem Leiten durch ein Adsorbens wie *Aluminiumoxydgel*, kondensiert. Die Kondensation kann in mehreren Gefäßen mit fallenden Temp. geschehen. (A. P. 1929 381 vom 23/3. 1932, ausg. 3/10. 1933.)

DONAT.

Grangers Mfg. Comp., Boston, übert. von: **Edward John Franke**, Great Barrington, V. St. A., *Alkalimetallcyanidgewinnung*. Zur Erzielung weißer Schmelzprodd. wird aus wss. Lsgg. gewonnenes Alkalicyanid auf Temp. von 1150—1250° erhitzt; die Schmelze wird verhältnismäßig langsam auf eine Temp. von 50—100° oberhalb des E. des Alkalicyanids u. dann beliebig schnell, z. B. in nicht weniger als 30 Sek. zum E. herabgekühlt. (E. P. 398 454 vom 24/4. 1933, ausg. 5/10. 1933. A. Prior. 7/5. 1932.)

MAAS.

Mathieson Alkali Works, V. St. A., *Herstellung von Metallcarbamaten*. Metallcarbamate, vorzugsweise *Na-* oder *Ca-Carbamat*, werden erhalten, wenn man auf *NH₄-Carbamat* die wss. Lsg. eines Metallsalzes einwirken läßt. Vorzugsweise geschieht dies bei ca. 10°. Das Carbamat des betreffenden Metalls wird hierbei abgeschieden. Man kann auch das wasserlösliche Metallsalz einer wss. *NH₄-Carbamatlsg.* zugeben. Statt des *NH₄-Carbamats* können auch dessen Bildungsgemische verwendet werden, indem man in die ammoniakal.-wss. Lsg. des Metallsalzes *CO₂* in stöchiometr. Verhältnis einleitet. Die Rk. ist z. B. für die Darst. von *Na-Carbamat* aus *NaCl* oder *Na₂CO₃*, von *K-Carbamat* aus *KCl* u. von *Ca-Carbamat* aus *CaCl₂* verwendbar. Sowohl bei der Verwendung von *NH₄-Carbamat* als auch bei der seines Bildungsgemisches ist es zweckmäßig, der Lsg. der Ausgangsstoffe einen Überschuß von *NH₃* zuzusetzen. (F. P. 751 346 vom 25/2. 1933, ausg. 31/8. 1933. A. Prior. 2/3. 1932.)

EBEN.

Mathieson Alkali Works, V. St. A., *Herstellung von Alkalicarbamaten*. Alkalicarbonate werden mit wss. *NH₃-Lsgg.*, deren *NH₃-Geh.* zwischen 35 u. 90% beträgt, zu Alkalicarbamaten umgesetzt. Statt wss. *NH₃-Lsgg.* kann auch wasserfreies *NH₃* verwendet werden. Die Rk. ist auch mit Vorteil bei Benutzung einer techn. *NH₃-Lsg.*, welche *NH₄HCO₃* enthält, anwendbar u. kann bei Temp. bis zu -34° herab stattfinden. Bei höheren Temp. ist jedoch die Verwendung von Druck zur Aufrechterhaltung der Konz. der *NH₃-Lsg.* notwendig. Das Verf. ist auch auf die Umwandlung von Ammoniak soda in *Na-Carbamat* durch Behandlung mit wasserfreiem *NH₃* anwendbar. (F. P. 751 699 vom 1/3. 1933, ausg. 7/9. 1933. A. Prior. 31/3. 1932.)

EBEN.

Mathieson Alkali Works, V. St. A., *Herstellung von Natriumcarbamat neben Ammoniumchlorid*. *NaCl* wird in fl. *NH₃* gel. u. darauf bis zur Bldg. einer gesätt. *NH₄Cl-Lsg.* *CO₂* eingeleitet. Dann wird das gebildete, aus der Lsg. ausgefallene *Na-Carbamat* abgetrennt, worauf wiederum *CO₂* eingeleitet wird. Hierbei fällt dann das *NH₄Cl* aus, welches vorzugsweise bei einer Temp. um 7° herum abgeschieden wird. Das fl. *NH₃* wird dann von neuem benutzt. Dazu ein Schema für die kontinuierliche Durchführung des Prozesses. (F. P. 751 700 vom 1/3. 1933, ausg. 7/9. 1933. A. Prior. 24/3. 1932.)

EBEN.

Helmut Legerlotz, Berlin, *Umkehrung des Drehungssinnes von optisch aktiven Phenylalkaminen* der Zus. *R₁-CH(OH)-CH(NHR₂)(R₂)*, wobei *R₁* Phenyl oder Mono-oxyphenyl, *R₂* Alkyl oder *H*, *R₃* Alkyl darstellen, dad. gek., daß diese Verb. nach an sich üblichen Verf. acyliert u. die entstandenen Zwischenprodd. wieder verseift werden. — Z. B. wird eine Lsg. von 100 g *d-m-Oxyphenyläthanolmethylamin* ($[\alpha]_D = +54^\circ$) in 500 g *Eq.-Anhydrid* (I) mit einer Lsg. von 200 g I in 60 g konz. *H₂SO₄* vermischt u. einige Stunden am Rückfluß gekocht. Dann wird das I im Vakuum abdest., der Rückstand in verd. *H₂SO₄* 1 Stde. am Rückfluß gekocht. Man erhält etwa 85 g *l-m-Oxyphenyläthanolmethylamin*, *F*, 171°, $[\alpha]_D = -53,5^\circ$. — Aus *l-Ephedrin* wird *d-Pseudoephedrin*, aus *d-o-Oxyphenyläthanolmethylamin* in *Eq.* mit *C₆H₅COCl* die *l-Verb.* ($[\alpha]_D = -38^\circ$), — aus *d-Pseudoephedrin* (1 kg) das *l-Ephedrin* (650 g) erhalten. (D. R. P. 585 164 Kl. 12q vom 12/6. 1932, ausg. 29/9. 1933.)

ALTPETER.

J. D. Riedel-E. de Haen Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von m-Alkyläthern des Protocatechualdehyds*. Brenzcatechinmonoalkyläther werden in alkal. Medium mit Glyoxylsäure kondensiert u. die entstandenen Prodd. mit milden Oxydationsmitteln, wie reduzierbaren Verb. von Schwermetallen oder arom. Nitroverb., behandelt. Z. B. wird eine durch Elektrored. aus 15 g Oxalsäure erhaltene Lsg. von Glyoxylsäure mit Natronlauge neutralisiert u. alsdann mit einer konz. Lsg. von 10 g Guajacol in Form von Guajacolnatrium versetzt. Nach mehrstündigem Stehen bei gewöhnlicher Temp. wird mit Essigsäure angesäuert u. das nicht umgesetzte Guajacol mit W.-Dampf abgetrieben; es werden 3,2 g Guajacol zurückgewonnen. Der Dest.-Rückstand wird erneut schwach alkal. gemacht u. danach mit 25 g Cu-Sulfat u. 70 cem Natronlauge von 15% versetzt u. einige Stunden auf 90—100° unter Rühren erhitzt. Die Fl. wird vom Cu-Schlamm dekantiert, angesäuert u. mit Bzl. extrahiert. Es werden so 8 g *Vanillin*, die bei 4—5 mm zwischen 135 u. 140° übergehen, isoliert. (F. P. 751 887 vom 1/3. 1933, ausg. 7/9. 1933. D. Prior. 21/3. 1932.) R. HERBST.

Schering-Kahlbaum A.-G., Berlin (Erfinder: **Hans Meerwein**, Marburg), *Verfahren zur Umwandlung von Terpenen*, dad. gek., daß man als Katalysatoren solche anorgan. Säuren oder anorgan. oder anorgan.-organ. Komplexsäuren verwendet, die mit Terpenen keine oder nur unbeständige Additionsverb. geben, bzw. die sauren Salze dieser Säuren, die, sofern sie eine zu hohe oder zu geringe katalyt. Wirksamkeit besitzen, einer Nachbehandlung durch Erhitzen auf höhere Temp. unter gewöhnlichem oder vermindertem Druck, gegebenenfalls unter Durchleiten eines indifferenten Gasstromes unterworfen worden sind, wobei Ausglühen ausgeschlossen sein soll. Gemäß Anspruch 2 sollen Iso- u. Heteropolysäuren bzw. ihre sauren Salze verwendet werden. Anspruch 3 sieht die Verwendung von Katalysatoren vor, die durch Erhitzen unter Durchleiten von überhitztem W.-Dampf hergestellt sind. Als in Betracht kommende Säuren werden beispielsweise genannt: *Antimonsäure*, *Zinnsäure*, *Titansäure*, *Wolframsäure*, *Zinnphosphorsäure*, *Borphanosphorsäure*, *Phosphorwolframsäure* u. deren saure Salze. Der höchste Grad an katalyt. Wirksamkeit wird bei einem ganz bestimmten, für die einzelne Verb. charakterist. Trocknungsgrad erreicht. Z. B. wird nach den Angaben von JANDER u. SIMON (Z. anorg. allg. Chem. 127. 68) dargestellte u. durch 8-tägiges Dialysieren von Mineralsäure völlig befreite u. im Exsiccator getrocknete Antimonsäure 4 Stdn. im Vakuum auf 150° erhitzt, wobei eine Gewichtsabnahme von 9,8% eintritt. Die Temperatursteigerung, welche man beim Eintragen von 1 g des Katalysators in 5 g auf 100° erhitztes *Pinen* beobachtet, nimmt bei dem angewandten Trocknungsprozeß von 1,5° bis auf 14,1° zu. Bei weiterem Trocknen verringert sich die katalyt. Wirksamkeit wieder. 2 weitere Beispiele erläutern außerdem noch das Verf. (vgl. F. P. 739770; C. 1933. I. 3112). (D. R. P. 584 965 Kl. 12o vom 29/7. 1931. ausg. 27/9. 1933.) GANTE.

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, übert. von: **Max Hartmann**, Riehen, und **Max Seiberth**, Basel, *Herstellung eines Peroxydes aus 1,2,3,4-Tetrahydronaphthalin* durch Behandlung des letzteren mit einem sauerstoffhaltigen Gas entweder in Abwesenheit eines Katalysators bei Temp. unter 100° oder in Ggw. eines Katalysators unter 60°. Z. B. wird Sauerstoff oder Luft verschiedene Tage bei gewöhnlicher Temp. in 500 Teile *Tetrahydronaphthalin* eingeleitet. Danach wird das überschüssige *Tetrahydronaphthalin* im Vakuum abdestilliert. Das verbleibende Peroxyd kristallisiert beim Abkühlen, es kann aus Bzl. umkristallisiert werden. Im Beispiel 2 wird bei gewöhnlicher Temp. in 1000 Teile *Tetrahydronaphthalin* in Ggw. von Zinnfeilspänen Luft eingeleitet. Durch Abkühlen u. Animpfen wird das *Tetrahydronaphthalin-1-peroxyd* zum Kristallisieren veranlaßt, es wird von der Mutterlauge durch Filtration getrennt. Eine weitere Menge Peroxyd wird dadurch erhalten, daß man das überschüssige *Tetrahydronaphthalin* im Vakuum von der Mutterlauge abdestilliert. Die Abtrennung des Peroxyds aus seiner Lsg. in *Tetrahydronaphthalin* kann auch durch Zugabe von PAe. vollzogen werden. In einem weiteren Ausführungsbeispiel wird in Abwesenheit eines Katalysators bei 70° Luft in *Tetrahydronaphthalin* geleitet. Nachdem ein Teil des Peroxyds durch Abkühlen aus der Reaktionslsg. erhalten ist, wird die Mutterlauge kurze Zeit mit starker Natronlauge geschüttelt, die Na-Verb. des Peroxyds scheidet sich ab. Sie wird abfiltriert, mit CH_3COCH_3 gewaschen u. in H_2O gel. Aus der wss. Lsg. wird das freie Peroxyd durch verdünnte CH_3COOH abgeschieden. Die Reinigung erfolgt durch Aufnehmen des Nd. im Ä., Abdunsten des Ä. u. Umkristallisation des Rückstandes aus Bzl. (E. P. 396 351 vom 28/4. 1933,

ausg. 24/8. 1933. Schwz. Prior. 29/4. 1932. A. P. 1 924 786 vom 25/4. 1933, ausg. 29/8. 1933. Schwz. Prior. 29/4. 1932.) GANTE.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland. *Verfahren zur Herstellung kern-substituierter Acenaphthalsäuren und 1,4,5,8-Naphthalintetracarbonsäuren*. Acenaphthalsäure wird sulfoniert, z. B. bei 25° mit 20%ig. Oleum, nitriert oder halogeniert, z. B. mit der doppelten Menge POCl_3 u. Sulfurylchlorid bei 60°, u. gegebenenfalls die *Monosulfoacenaphthalsäure* mit KMnO_4 zur *Monosulfo-1,4,5,8-naphthalintetracarbonsäure* (farblose Krystalle aus W.) oder die *Monochloracenaphthalsäure* (F. 208—210°) mit Chromsäure zur *Monochlor-1,4,5,8-naphthalintetracarbonsäure* (gelbe Prismen, F. etwa 300°) oxydiert. Mit Mischsäure erhält man eine *Dinitroacenaphthalsäure* (gelbe Prismen) u. aus der Mutterlauge eine *Dinitro-1,4,5,8-naphthalintetracarbonsäure*, die zu den entsprechenden *Aminosäuren* reduziert werden können. Mit schm. Alkali kann man aus den Sulfonsäuren z. B. die *Monooxy-1,4,5,8-naphthalintetracarbonsäure* erhalten, die mit Dimethylsulfat alkylierbar ist. (F. P. 751 757 vom 2/3. 1933, ausg. 9/9. 1933. D. Prior. 2/3. 1932.) DONAT.

N. N. Woroschow und I. M. Kogan, U.S.S.R., *Darstellung von Aminochinolinen und ihren Sulfonderivaten*. Oxychinoline, z. B. 8-Oxychinolin, oder ihre Sulfonsäuren, z. B. 8-Oxychinolin-5-sulfonsäure, werden mit NH_3 u. Ammoniumsulfid unter Druck auf etwa 150° erhitzt. Es entsteht dabei das *8-Aminochinolin* bzw. das Ammoniumsalz der *8-Aminochinolin-5-sulfonsäure*. (Russ. P. 28 215 vom 15/3. 1930, ausg. 30/11. 1932.) RICHTER.

[russ.] Wassili Alexejewitsch Kcsolow, Schwefelkohlenstoff. Moskau-Leningrad: Goschimtechisdat 1933. (158 S.) Rbl. 2.50.

X. Färberei. Farben. Druckerei.

L. G. Lawrie, *Ein neues Abziehmittel für gefärbte Stoffe*. (J. Soc. Dyers Colourists 49. 309—11. Okt. 1933. — C. 1933. II. 2343.) SÜVERN.

—, *Sprühfärberei*. Ausführung, Anwendung, Vor- u. Nachteile, techn. Ratschläge. (Wool Rec. Text. Wld. 44. 765—67. 5/10. 1933.) FRIEDEMANN.

W. M. Todd, *Küpenfarben auf Kunstseide aus regenerierter Cellulose*. Die Färbbedingungen, auch für Gemische aus Baumwolle u. Viscoseseide, werden besprochen. Manche Kunstseiden leiden beim Färben mehr als andere. Von Wichtigkeit ist der pH-Wert der Bleichbäder. Orange u. gelbe Küpenfarbstoffe dürfen während des Färbens nicht direktem Sonnenlicht ausgesetzt werden. Vor dem Säuren muß das Hydrosulfid gut ausgewaschen werden. Appreturmittel, wie Stearin- oder Palmitinsäure, können Verschießen oder Faserschädigungen veranlassen. Die Konst. des Farbstoffs kann Einfluß auf Faserschwächungen haben. (J. Soc. Dyers Colourists 49. 312—15. Okt. 1933.) SÜVERN.

Wilhelm Raiger, *Das Färben von Schappe im Strang mit Küpenfarbstoffen*. Schappe hat zu Anthrachinonabkömmlingen viel geringere Affinität als Baumwolle, was höheren Farbstoffaufwand u. höheren Salzzusatz erfordert. Man erhält aber durchschnittlich egalere Färbungen als bei Baumwolle. Bei Kombinationen ist auf das verschiedene Aufziehvermögen zu achten. Angaben über die Erzielung reibechter Färbungen u. den Schutz der Faser gegen NaOH, sowie das Färben u. Mustern. Mschr. Text.-Ind. 48. 195—96. 215—16. Okt. 1933.) SÜVERN.

—, *Neue Farbstoffe*. Neue Küpenfarbstoffe der I. G. FARBENINDUSTRIE AKT.-GES. für die Druckerei sind *Indanthrenscharlach F3G Suprafix* u. *Indanthrendruckbraun TM Suprafix*. Der lebhaft gelbstichige Scharlachton des Scharlachs fehlte bisher unter den Indanthronfarbstoffen, das Braun gibt schöne ausgiebige Schokoladebrauntöne. Beide Farbstoffe können für den direkten Druck u. als Buntätzen oder Buntreserven verwendet werden. Das Scharlach ist weiß ätzbar, das Braun nicht. (Dtsch. Färber-Ztg. 69. 469. 22/10. 1933.) SÜVERN.

—, *Neue Farbstoffe und Produkte*. Eine Veröffentlichung der ÉTABLISSEMENTS KUHLMANN gibt Aufschluß über die mannigfache Anwendungsweise von *Tibalène NAM* beim Entschlichten, Netzen, Abkochen, Bleichen, Färben u. Appretieren. — *Caledon-gelbbraun 3GS Paste* der IMPERIAL CHEMICAL INDUSTRIES ÉTABLISSEMENTS S. H. MORDEN ET CIE. ist ein neuer Baumwollfarbstoff, der gut bis hervorragend echte Färbungen liefert, er eignet sich auch für Natur- u. Viscoseseide, sowie für Leinen. Nach dem Rongalit- K_2CO_3 -Verf. läßt er sich drucken. — Eine Karte der GESELL-

SCHAFT FÜR CHEMISCHE INDUSTRIE IN BASEL zeigt die Anwendung saurer Farbstoffe auf Wolle. (Rev. gén. Teinture, Impress., Blanchiment, Apprêt 11. 683—91. Sept. 1933.) SÜVERN.

—, *Neue Musterkarten*. Herbst- u. Wintermodifarben, einbadig auf Halbwole mit den Halbwole- u. Trisolanfarben der Firma hergestellt, zeigt in einer Karte die Firma KREUSZLER u. Co., Wiesbaden-Biebrich a. Rh. *Baumwoll-Echtneugrau* (Turnergrau) der Firma gibt, im Na₂SO₄-Bade gefärbt u. nachgekupfert, schöne moderne Blaugrautöne von guter bis sehr guter Echtheit. (Dtsch. Färber-Ztg. 69. 469. 22/10. 1933.) SÜVERN.

A. A. Kraëff, *Praktische Beurteilung von Farben durch Verwitterung*. Beschreibung der Erscheinungen u. ihrer Erkennung bei der Außenprobe, wie Glanzverlust, Elastizitätsverlust, Zerfall in Pulver, Schimmelbldg., Ausbleichung, Bersten, Alligatorhaut (Alligatorring), Blasenbldg., Abblättern, Anfrassung, Korallenbldg. u. Kräuselndes des Anstriches. (Verfkronik 6. 255—66. 16/10. 1933. Bandoeng.) GROSZELD.

H. L. Matthijsen, *Halbbarkeitsuntersuchungen mit Farben im Schnellverwitterungstank*. (Vgl. C. 1933. II. 1096.) Ergänzungen zur vorigen Arbeit. Über Einzelheiten vgl. Original. (Verfkronik 6. 214—20. 15/8. 1933.) GROSZELD.

—, *Mehr roter Anstrich?* (Farbe u. Lack 1933. 408. 419—20. 30/8. 1933.) SCHEIF.

W. L. A. Warnier, *Über die Untersuchung einiger trockener Farbstoffe*. Prakt. Angaben zur Analyse von Farbpigmenten. Unters. von Chromatgelb u. Chromatgrün. (Verfkronik 6. 162. 187. 212. 267—68. 16/10. 1933.) GROSZELD.

—, *Penetrometer zur Bestimmung des Erweichungspunktes von Kohlenwasserstoffen*. Genormtes Penetrometer. (Oil Colour Trades J. 84. 377. 11/8. 1933.) SCHEIFELE.

Chemische Fabrik vormals Sandoz, Basel, *Netz-, Reinigungs- und Emulgiermittel*. Zum Ref. über F. P. 721340; C. 1932. II. 291 wird noch nachgetragen, daß ein Gemisch aus Cocosöl u. *Glycerinmonoxyläther* durch Behandlung mit H₂SO₄-Monohydrat bei 30—35° gleichzeitig verestert u. sulfoniert wird. Das Sulfonierungsprod. wird mit NH₃ neutralisiert u. stellt dann ein klar wasserlösliches Öl von gutem Netz-, Wasch- u. Schaumvermögen dar, dessen wss. Lsgg. gegen verd. Säuren u. hartes W. beständig sind. (Schwz. P. 162 347 vom 14/7. 1932, ausg. 16/8. 1933. Zus. zu Schwz. P. 151958; C. 1932. II. 621.) EBEN.

Ges. für Chemische Industrie in Basel, Basel, *Sulfonierung ungesättigter Fettsäuren oder Oxyssäuren und ihrer Derivate*. Ungesätt. Fettsäuren, z. B. Ölsäure, sowie Oxyfettsäuren, z. B. Ricinolsäure u. Oxytalarinsäure, u. ihre Deriv., z. B. Olivenöl, Ricinusöl, Ricinolsäurebutylester, Ölsäureglykolester u. Ricinolsäureamid, werden einer kontinuierlichen Sulfonierung mit konz. H₂SO₄, H₂SO₄-Monohydrat, ClSO₃H oder SO₃, gegebenenfalls in Ggw. von Lösungs- u. Verdünnungsmitteln, unterworfen. Die Prodd. werden als Dispergierungs- u. Netzmittel für mannigfache Zwecke der Textil- u. Lederindustrie verwendet. — Z. B. wird in einen trichterförmigen, mit einem Kühlmantel versehenen App., der unten einen Abflßhahn trägt u. der mit einem Intensivührer versehen ist, etwas konz. H₂SO₄ vorgelegt, worauf 100 Gewichtsteile Ricinusöl u. 360 Gewichtsteile konz. H₂SO₄ gleichzeitig zulaufen. In demselben Maße läßt man das Sulfonierungsprod. durch den Abflßhahn in eine Eis-NaCl-Mischung auslaufen. Die Temp. des Sulfonierungsgemisches wird durch Kühlung bei Temp. etwas unterhalb 15° gehalten. Das Rk.-Prod. wird in üblicher Weise aufgearbeitet. (Schwz. P. 161 837 vom 19/4. 1932, ausg. 1/8. 1933.) EBEN.

Henry Dreyfus, England, *Herstellung von Verbindungen der Aminoalkohole* durch Einw. von Harz- oder Naphthensäuren. — Man heizt z. B. äquivalente Mengen *Monoäthanolamin* (I) u. *Abietinsäure* 30 Min. auf 90—100°. Das entstandene Prod. kann in Form einer Lsg. z. B. in Xylol als Klebstoff dienen. Ebenso kann man I mit *Naphthensäure* in A. 8—12 Stdn. kochen, dann den A. abdest. Die Lsgg. der Prodd. lassen sich auch mit Celluloseacetatlsgg. vermischen. Die Verb. sind als Emulgierungs-, Reinigungs- u. Färbereihilfsmittel brauchbar. (F. P. 741 369 vom 18/8. 1932, ausg. 10/2. 1933. E. Prior. 18/9. 1931.) ALTPETER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: **Karl Daimler** und **Berthold Vahlberg**, Frankfurt a. M.-Höchst), *Verfahren zur Herstellung von silicathaltigen Kondensationsprodukten aus Taurinen mit Fettsäurechloriden nach Schotten-Baumann*, dad. gek., daß man an Stelle der sonst üblichen NaOH bei der Rk. ein freies Alkali enthaltendes Na-Metasilicat, hergestellt durch Erhitzen von Sand u. NaOH, verwendet u. die Rk. bei Temp. von 0—50° durchführt. Als Taurine

kommen z. B. *Methyl-, Äthyl-, Butyl- oder Phenyltaurin* in Frage. Als Fettsäurechloride werden *Ölsäurechlorid, Stearinsäurechlorid* oder *Palmkernölfettsäurechlorid* genannt. Die Prodd. dienen als *Wasch-, Beuch- u. Reinigungsmittel*. — Z. B. werden einer Lsg. von $\frac{1}{2}$ Mol. Rohtaurin-Na in 650 Teilen W. 85 Gewichtsteile eines überschüssige NaOH enthaltende Rohmetasilicats, hergestellt aus Sand u. Natronlauge, zugesetzt. Man läßt dann unter Rühren 124 Gewichtsteile Palmkernölfettsäurechlorid bei ca. 30° in 2—3 Stdn. zufließen. Hierbei wird die Rk.-Temp. allmählich so gesteigert, daß sie bei Beendigung der Rk. 50° beträgt. Dann wird 1—2 Stdn. bei 50—60° nachgerührt, bis das Prod. wasserlöslich geworden ist. Letzteres stellt nach Trocknung ein weißes Pulver dar, welches u. a. als Spül- u. Reinigungsmittel für Haushaltzwecke dient. (D. R. P. 584 703 Kl. 12o vom 21/8. 1932, ausg. 22/9. 1933.) EBEN.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Verfahren zur Herstellung wertvoller Produkte aus Wachsen. Natürliche oder künstliche esterhaltige Wachse* werden mit *Aminen* umgesetzt, die mindestens ein ersetzbares H-Atom am N besitzen. Die erhaltenen Prodd. können in Salze u./oder Alkyl- bzw. Acylderivv. übergeführt werden. Z. B. werden 228 Teile *Spermacetiöl* mit 35 Teilen *Äthanolamin* (mit 8% W.) bei 140—150° während 10 Stdn. umgesetzt. Die *Aminolyse* erreicht dann etwa 78%. Das in W. unl., in vielen organ. Lösungsmm. aber l. Prod. ist ein gutes *Dispergiermittel* u. kann durch Sulfonierung in W. l. gemacht werden. *Wolffett*, sowie z. B. *Octadecylstearat* enthaltende Wachse u. NH₃ oder Basengemische aus NH₃ u. Äthylenchlorid kommen als Ausgangsstoffe in Frage. Die Prodd. sind *Reinigungs-, Netz- u. ähnliche Hilfsmittel* für die Textilindustrie. (F. P. 751 795 vom 3/3. 1933, ausg. 9/9. 1933. D. Prior. 3/3. 1932.) DONAT.

Niacet Chemicals Corp., New York, übert. von: **Alan A. Clafin**, Winchester, Massachusetts, Amerika, *Hilfsmittel beim Beizen von Wolle mit Cr-, Al-, Fe- und Sn-Salzen*, bestehend aus Aldol. Man kann die Verb. den Beizlsgg. zusetzen u. diese Lsgg. vor oder nach dem Färben mit Beizenfarbstoffen anwenden. (A. P. 1 911 307 vom 18/2. 1931, ausg. 30/5. 1933.) SCHMALZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Verfahren zum Färben von tierischen Fasern mit komplexen Metallverbindungen saurer organischer Farbstoffe*, gek. durch die Verwendung von Färbebädern, welche nur die beim Färben mit sauren Farbstoffen übliche Schwefelsäuremenge u. ein in W. l. Schutzkoll., wie Leim, Eiweißstoffe oder deren Abbauprodd., Stärkeabbauprodd., Dextrin, Sulfitcelluloseablage, Kondensationsprodd. aus organ. Oxy-, Carboxy- oder Aminoverbb. u. Polyglykoläthern mit mindestens 4 Äthylengruppen enthalten. (F. P. 747 043 vom 7/12. 1932, ausg. 9/6. 1933. D. Prior. 7/12. 1931.) SCHMALZ.

I. R. Geigy Akt.-Ges., Basel, Schweiz, *Verfahren zum Färben von Acetatseide oder diese enthaltenden Geweben aus saurem Bade mit wasserunlöslichen Farbstoffen in Dispersion*, dad. gek., daß man Farbstoffdispersionen verwendet, die mit Hilfe von in W. l. Verbb. der aliph. Reihe mit mehr als 8 C-Atomen, wie Sulfonierungsprodd. höherer aliph. Alkohole oder Kondensationsprodd. von höheren Fettsäuren mit *Isäthionsäure*, hergestellt worden sind. Das Verf. gestattet insbesondere, Mischgewebe aus Acetatseide u. tier. Fasern mit Acetatseidefarbstoffen u. sauren Wollfarbstoffen aus einem Bade zu färben. (F. P. 748 439 vom 4/1. 1933, ausg. 4/7. 1933. D. Prior. 8/1. 1932.) SCHMALZ.

British Celanese Ltd., London, **Henry Charles Olpin** und **George Holland Ellis**, Spondon b. Derby, *Verfahren zur Herstellung von gelben Färbungen und Drucken auf Celluloseestern- und -äthern*, gek. durch die Verwendung von Derivv. des Diphenyls, die eine Amino- u. eine Nitrogruppe in o-Stellung zueinander enthalten, z. B. *3-Nitro-4-aminodiphenyl-, -4-chloridiphenyl-, -2,2'-dimethyldiphenyl*, in Dispersion. (E. P. 397 534 vom 17/2. 1932, ausg. 21/9. 1933. F. P. 749 055 vom 14/1. 1933, ausg. 18/7. 1933. E. Prior. 17/2. 1932.) SCHMALZ.

British Celanese Ltd., London, **Henry Charles Olpin** und **George Holland Ellis**, Spondon b. Derby, *Verfahren zum Ätzen von Färbungen auf Textilstoffen, insbesondere Seide und Acetatseide oder Mischgeweben daraus, durch Aufdrucken von Ätzpasten, die Säuren enthalten oder entwickeln*, dad. gek., daß man Ätzpasten, insbesondere solche, die Zinnchlorür oder andere Stannosalze enthalten, verwendet, denen organ. Basen, wie *Harnstoff, Dimethylharnstoff, Urethane, Äthanolamine, Anilin* oder substituierte Aniline, *Pyridin, Chinolin* u. dgl., zugesetzt worden sind. Die Zusätze bewirken Faserschonung u. sind auch in Buntätzpasten anwendbar. (E. P. 396 736 vom

9/2. 1932, ausg. 7/9. 1933. F. P. 749 364 vom 20/1. 1933, ausg. 22/7. 1933. E. Prior. 9/2. 1932.)

SCHMALZ.

British Celanese Ltd., London, und **George Holland Ellis**, Spondon b. Derby, *Verfahren zum Ätzen von Färbungen auf Acetatseide*, dad. gek., daß man die Acetatseide nach dem Färben u. vor dem Ätzen mit Verseifungsmitteln, wie NaOH, KOH, Na₂bzw. K₂CO₃, Na-Silicat oder Na₃PO₄, in wss. oder alkoh. Lsg., die Quellungsmittel enthalten kann, behandelt. Besonders geeignet sind 2—10⁰/₆ig. alkoh. Natronlaugen. (E. P. 397 470 vom 10/2. 1932, ausg. 21/9. 1933. F. P. 749 365 vom 20/1. 1933, ausg. 22/7. 1933. E. Prior. 10/2. 1932.)

SCHMALZ.

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Delaware, übert. von **Francis H. Smith**, Woodstown, New Jersey, *Verfahren zur Herstellung von rein weißen Atzeffekten auf Seide oder beschwerter Seide*, dad. gek., daß man die Faser mit einem ätzbaren Farbstoff färbt u. mit geringen Mengen eines nicht ätzbaren grünen oder blauen Farbstoffs der *Naphthophenazinreihe* überfärbt u. dann mustergemäß ätzt. Man kann beim Färben auch umgekehrt vorgehen oder erst mit dem ätzbaren Farbstoff färben, dann ätzen u. mit einer geringen Menge des nichtätzbaren Farbstoffs überfärben oder gleichzeitig mit beiden Farbstoffen färben oder den ätzbeständigen Farbstoff der Ätzpaste zusetzen u. die Ätzpaste auf die mit ätzbaren Farbstoffen gefärbte Seide drucken. Man erhält so rein weiße Effekte auf gefärbtem Grunde, da die geringe Menge des ätzbeständigen Farbstoffs die gelbe oder braune Anfärbung der geätzten Stellen kompensiert. (A. P. 1 914 536 vom 29/4. 1930, ausg. 20/6. 1933.)

SCHMALZ.

Camille Dreyfus, New York, *Verfahren zur Herstellung von weißen und gefärbten Mustern auf gefärbten Geweben aus Celluloseestern, wie Acetatseide*, dad. gek., daß man mustergemäß Pasten aufdruckt, die Verseifungsmittel, wie NaOH, KOH oder Na₂CO₃, u. gegebenenfalls Quellungsmittel, wie Pyridin, Thiocyanate, A., Methanol oder Diäthylenglykol, enthalten, dann trocknet, dämpft, wäscht u. trocknet. Die an den behandelten Stellen befindlichen Acetatseidenfarbstoffe, die zu der an diesen Stellen durch Verseifung entstandenen Cellulose keine Affinität haben, werden herausgewaschen. Man erhält so weiße Effekte. Setzt man den Druckpasten Farbstoffe zu, die Affinität für die Cellulosefaser besitzen, so erhält man farbige Effekte auf gefärbtem Grunde. (A. P. 1 926 086 vom 25/3. 1931, ausg. 12/9. 1933.)

SCHMALZ.

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, *Verfahren zum Färben von Knochen und Gegenständen aus Knochen*, wie Knöpfen, Schnallen, Löffeln, dad. gek., daß man das Material mit Farbstoffen färbt, die Metall, z. B. Cr, Cu, Ni, Co, Ti, V, Mn, Fe, in komplexer Bindung enthalten. Genannt sind Mono- u. Polymetallverb. von *Mono- oder Polyazofarbstoffen* sowie Chromverb. von *Anthrachinonderivate*. Die gefärbten Knochen werden zweckmäßig poliert. Die Färbungen sind licht- u. naßreibeht. (D. R. P. 584 962 Kl. 8 m vom 7/6. 1932, ausg. 27/9. 1933. Schwz. Prior. 3/6. 1932.)

SCHMALZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Darstellung der 2,3-Dimethylindol-6-sulfonsäure*. Durch Erhitzen von *m-Phenylhydrazinsulfonsäure* mit *Methyläthylketon* in W. auf 90—95° erhält man *2,3-Dimethylindol-6-sulfonsäure*. Das Na-Salz krystallisiert aus W. Es soll als Zwischenprod. für Farbstoffe dienen. (Hierzu vgl. auch F. P. 732 392; C. 1932. II. 3968.) (Schwz. PP. 161 481, 161 482 vom 18/2. 1932, ausg. 1/7. 1933. D. Prior. 19/3. 1931. Zus. zu Schwz. P. 159 149; C. 1932. II. 452.)

ALTPETER.

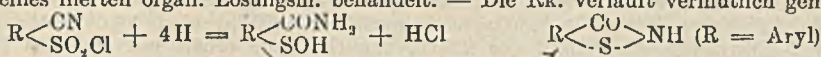
Dow Chemical Co., übert. von: **Ernest F. Grether**, Midland, V. St. A., *Herstellung von 1-Phenoxy-4-aminonaphthalin*. Man läßt auf eine Lsg. von *1-Phenoxy-naphthalin* in Eg. eine Mischung von konz. HNO₃ u. Eg. bei unterhalb 25° einwirken. verd. dann mit Eiswasser, wobei die *4-Nitroverb.* sich abscheidet, gelbe Krystalle, F. 93—94°. Durch Red. mit Fe u. HCl erhält man die *4-Aminoverb.*, F. 54°, läßt sich im Vakuum dest., sie findet als Farbstoffzwischenprod. Verwendung. (A. P. 1 921 120 vom 19/3. 1929, ausg. 8/8. 1933.)

ALTPETER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Darstellung von in der Ringiminogruppe substituierten Oxy-carbonsäuren des Carbazols*. (Hierzu vgl. C. 1932. II. 1702; D. R. P. 554 645.) Nachzutragen ist, daß aus *9-Phenyl-2-oxycarbazol* (F. 129°) durch Erhitzen des K-Salzes mit K₂CO₃ u. CO₂ (10 Stdn., 210—220°, 20—25 at) die *9-Phenyl-2-oxycarbazol-3-carbonsäure* erhalten wird; F. 231—232°. (Schwz. PP. 161 224, 161 225 vom 5/1. 1932, ausg. 1/7. 1933. D. Prior. 12/1. 1931. Zus. zu Schwz. P. 158 826; C. 1933. I. 4542.)

ALTPETER.

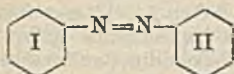
I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: **Norbert Steiger**, Frankfurt a. M., und **Fritz Schulte**, Frankfurt a. M.-Fechenheim), *Herstellung von Arylisothiazolonen*, dad. gek., daß man Arylcyan-o-sulfochloride in saurem Medium mit einer etwa 4 reduktiv wirksamen Atomen H entsprechenden Menge eines metall. Reduktionsmittels, zweckmäßig bei Temp. unter 60° u. unter Zuzug einer Säure u. eines inerten organ. Lösungsm. behandelt. — Die Rk. verläuft vermutlich gemäß:



Man kocht z. B. *1-methyl-2-cyan-5-chlorbenzol-3-sulfonsaures Na* in Chlorbzl. mit PCl_5 unter Rückfluß, kühlt dann auf +10° ab u. versetzt vorsichtig mit Eis, so daß die Temp. nicht über 30° steigt. Hierauf rührt man mit Zn-Staub bei nicht über 60°, bis eine Probe noch keine Mercaptanrk. zeigt. Hierauf dest. man das Bzl. ab, verrührt den Rückstand mit HCl u. erhält so das *4-Methyl-6-chlorbenzenisothiazolon-3*, Kristalle aus Chlorbzl., F. 220°. — Aus *1-Äthoxy-4-cyanbenzol-5-sulfochlorid* wird *6-Äthoxybenzenisothiazolon-3* erhalten, F. 225°. — Ebenso läßt sich *Naphthisothiazolon-3* darstellen. Die Verb. sind *Zwischenprodd. für Farbstoffe*. (D. R. P. 585 333 Kl. 12p vom 20/1. 1932, ausg. 2/10. 1933. F. P. 748 516 vom 5/1. 1933, ausg. 5/7. 1933. D. Prior. 21/1. 1932.)
ALT PETER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Abkömmlinge des Pyranthrachinons (I)*. Durch Nitrierung von I in Monohydrat bei 90—100° erhält man eine *Nitroverb.*, Kristalle aus verd. CH_3COOH , läßt sich in violette Küpe überführen. — Aus I in 23%ig. Oleum bei 150—160° (3 Stdn.) in Ggw. von Hg-Sulfat entsteht eine *Sulfonsäure*, II. in verd. Na_2CO_3 , das Mono-Na-Salz kristallisiert gut. — Erhitzt man I auf 120—130° mit Br_2 u. 2% J, so entsteht eine *Bromverb.*, Nadeln aus verd. CH_3COOH , die Küpe ist blaugrün. — Die Red. der Nitroverb. ergibt eine *Aminoverb.*, F. 268°, die sich diazotieren läßt u. mit $\text{C}_6\text{H}_5\text{COCl}$ eine *Monobenzoylaminoverb.* (F. 268°) liefert. — Weiter lassen sich herstellen: *Chlorverb.* von I, F. 241—242°, aus der Sulfonsäure durch Einw. von HCl u. NaClO_3 , — ferner eine *Chlorverb.* von I, F. 223—226°, — *2-Methylpyranthrachinonsulfonsäure*, — eine *Aminoverb.* von I, F. 286°, aus der Cl-Verb. vom F. 241—242°. — Die Verb. sind *Zwischenprodd. für Farbstoffe*. (F. P. 746 689 vom 2/12. 1932, ausg. 2/6. 1933. D. Prior. 9/12. 1931)
ALT PETER.

Durand & Huguenin A.-G., Basel, Schweiz, *Herstellung von Azofarbstoffen*. Monoazofarbstoffe der nebenst. Formel, in der I u. II Benzolkerne bedeuten, von denen



einer eine SO_3H u. der gleiche oder der andere eine Di-alkylaminogruppe enthält, die auch noch andere Substituenten, wie Alkyl, Halogen usw. enthalten können, nitriert man. Die entstandenen Farbstoffe dienen zum Färben von Acetatseide. — Der Farbstoff *Metanilsäure* → *Diäthylanilin* gibt beim Nitrieren mit HNO_3 in H_2SO_4 einen Acetatseide rotorange färbenden Farbstoff. Die *Nitroverb.* des Farbstoffs *Metanilsäure* → *Diäthyl-m-toluidin* färbt Acetatseide gelblich rot, die des Farbstoffs *Metanilsäure* → *Diäthyl-m-chloranilin* rotorange, die des Farbstoffs *Metanilsäure* → *Diäthyl-m-phenetidin* orange, die des Farbstoffs *Metanilsäure* → *N-Methylbutylaminobenzol*, darstellbar durch Erhitzen von *Mono-methylanilinhydrochlorid* mit *n-Butylalkohol* auf 220°, lebhaft orange, die des Farbstoffs *o-Sulfanilsäure* → *Diäthylanilin rubinrot*, die des Farbstoffs *o-Sulfanilsäure* → *Dimethyl-m-toluidin rot*, die des Farbstoffs *2,5-Dichloranilin* → *Dimethylanilin-m-sulfonsäure* blaurot. (E. P. 895 951 vom 6/1. 1933, ausg. 17/8. 1933. D. Prior. 14/1. 1932. F. P. 748 840 vom 11/1. 1933, ausg. 10/7. 1933. D. Prior. 14/1. 1932.)
FRANZ.

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, übert. von: **Gérald Bêteon**, Basel, Schweiz, *Herstellung von Azofarbstoffen*. Man vereinigt *2,3-Oxynaphthoesäure-arylide* in Substanz oder auf der Faser mit *2-Amino-4-alkoxy-5-acylaminodiaryläther*; man erhält violette bis blaviolette licht-, chlor- u. kochechte Färbungen. Die Diazokomponente erhält man durch Red. des Kondensationsprod. aus *1-Chlor-2-nitro-4-alkoxy-5-amino- oder -acetylaminobenzol* u. *Phenol* oder seinen Substitutionsprodd. Der Farbstoff *2-Amino-4-methoxy-5-acetyl-amino-1,1'-diphenyläther* → *2,3-Oxynaphthoesäure-p-anisidid* ist violett. Die Färbungen des Farbstoffs *2-Amino-4-methoxy-5-acetyl-amino-2'-methyl-1,1'-diphenyläther* → *2,3-Oxynaphthoesäure-2-methyl-4-meth-*

oxyanilid auf Baumwolle sind rein violett; ähnliche Färbungen erhält man mit dem 2,4-Dimethoxy-5-chloranilid der 2,3-Oxynaphthoesäure; mit dem p-Anisidid der 2,3-Oxynaphthoesäure erhält man blauviolette Färbungen. Die Färbungen aus 2,3-Oxynaphthoesäureanilid u. diazotiertem 2-Amino-4,4'-dimethoxy-5-acetylamino-1,1'-diphenyläther sind rein violett; ähnliche Färbungen erhält man mit dem p-Anisidid der 2,3-Oxynaphthoesäure. Die Färbungen des Farbstoffes 2-Amino-4-methoxy-5-acetylamino-4'-methyl-1,1'-diphenyläther \rightarrow 2,3-Oxynaphthoesäure-o-anisidid sind blauviolett; mit dem 2-Methyl-4-methoxyanilid der 2,3-Oxynaphthoesäure erhält man violette Färbungen. Ähnliche Färbungen erhält man aus 2-Amino-4-methoxy- oder -4-äthoxy-5-acetylamino-2'-chlor-1,1'-diphenyläther u. dem β -Naphthalid oder α - oder 2,4-Dimethoxy-5-chloranilid der 2,3-Oxynaphthoesäure. (A. P. 1 925 746 vom 25/3. 1933, ausg. 5/9. 1933. Schw. Prior. 11/4. 1932.) FRANZ.

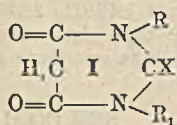
I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung von Azofarbstoffen. Man läßt auf jedes Grammolekül eines Pyridinonaphthols soviel Grammoleküle eines oder mehrerer diazotierter Amino einwirken, als das Pyridinonaphthol OH-Gruppen enthält. Die Farbstoffe können auch auf der Faser erzeugt werden. — Die Pyridinonaphthole erhält man durch Verschmelzen der Pyridinonaphthalinsulfonsäuren mit Ätzalkalien. Die Pyridinonaphthole besitzen eine sehr gute Verwandtschaft zur Baumwolle. Der Farbstoff aus tetrazotiertem Dianisidin u. 3-Oxy-1-(N)-2-pyridinonaphthalin ist violett. 4-Oxy-1-(N)-2-pyridinonaphthalin, darstellbar durch Verschmelzen von 1-(N)-2-pyridinonaphthalin-4-sulfonsäure mit einer Mischung von NaOH u. KOH bei 250°, liefert auf Baumwolle mit diazotiertem o-Chloranilin rein gelbe, m-Aminotoluol rote, Dianisidin violette, 2-Nitro-4-chloranilin goldorange, Monobenzoyl-4,6-diamino-1,3-xylol gelblich-rote, 5-Amino-2-benzoylamino-1,4-hydrochinonäthyläther rotviolette, 4-Amino-4'-methoxydiphenylamin violette, 5-Methoxy-4-benzoylamino-o-anisidin bordeaux, o-Aminotoluol bläulichrote Färbungen. In analoger Weise benutzt man Py-2-Methyl-4-oxy-1-(N)-2-pyridinonaphthalin, 3-Oxy-1-(N)-2-pyridinonaphthalin, Py-2-Methyl-3-oxy-1-(N)-2-pyridinonaphthalin, 6-Oxy-2-(N)-1-pyridinonaphthalin, 7-Oxy-2-(N)-1-pyridinonaphthalin, 5-Oxy-2-(N)-1-pyridinonaphthalin, 5-Oxy-1-(N)-2-pyridinonaphthalin, 3,8-Dioxy-1-(N)-2-pyridinonaphthalin, 4,8-Dioxy-2-(N)-1-pyridinonaphthalin, 3,7-Dioxy-2-(N)-1-pyridinonaphthalin, 4-Oxy-5-amino-1-(N)-2-pyridinonaphthalin, 5-Oxy-4-amino-2-(N)-1-pyridinonaphthalin, 4-Oxy-5-benzoylamino-1-(N)-2-pyridinonaphthalin, 5-Oxy-4-benzoylamino-2-(N)-1-pyridinonaphthalin. Der Farbstoff Sulfanilsäure \rightarrow 6-Oxy-2-(N)-1-pyridinonaphthalin färbt Wolle rot, seine Ca- u. Ba-Lacke sind rot. Der Farbstoff 2-Anisidin-4-sulfonsäure \rightarrow Py-2-Methyl-6-oxy-1-(N)-2-pyridinonaphthalin färbt Wolle rot. Der Farbstoff aus 3-Oxy-1-(N)-2-pyridinonaphthalin u. diazotierter 3-Chloranilin-6-sulfonsäure färbt Wolle orange, 4-Toluidin-3-sulfonsäure gelbrot, aus 4-Oxy-1-(N)-2-pyridinonaphthalin u. diazotierter Sulfanilsäure orange, 2-Anisidin-4-sulfonsäure gelbrot, Naphthensäure rotblau, 4-Toluidin-3-sulfonsäure rotorange, 2-Toluidin-4-sulfonsäure rotorange, 2-Chlor-4-toluidin-5-sulfonsäure rotorange, aus 6-Oxy-2-(N)-1-pyridinonaphthalin u. diazotierter 2-Anisidin-4-sulfonsäure rot, 5-Sulfo-2-aminobenzoesäure rot, 1-Naphthylamin-3,6-disulfonsäure braunrot, Aminoazobenzoldisulfonsäure rotblau, aus 6-Oxy-1-(N)-2-py-2-methylpyridinonaphthalin u. diazotierter Sulfanilsäure rotgelb u. u. 3-Amino-4-kresolmethyläther-6-sulfonsäure. Der Farbstoff Anilin \rightarrow 4-Oxy-1-(N)-2-pyridinonaphthalin färbt Acetatseide orange, man kann ihn auch zum Färben von Nitrocellulose verwenden. Der Farbstoff 4-Nitro-2-aminophenol-6-sulfonsäure \rightarrow 4-Oxy-1-(N)-2-pyridinonaphthalin färbt Wolle bordeaux, die Färbungen werden durch Nachchromieren braunviolett, die gleichen Färbungen erhält man beim Färben von chromgebeizter Wolle; man kann auch den Farbstoff mit Cr-abgebenden Mitteln behandeln. Diazotierte 4,4'-Diaminodiphenylharnstoff-3,3'-disulfonsäure gibt mit 6-Oxy-2-(N)-1-pyridinonaphthalin einen Baumwolle braunrot färbenden Farbstoff. Ähnliche Farbstoffe erhält man mit Benzidin-o,o'-disulfonsäure, 4,4'-Dianisidin-3,3'-disulfonsäure usw. (F. P. 751 258 vom 23/2. 1933, ausg. 30/8. 1933. D. Prior. 24/2. 1932.) FRANZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung von substantiven Azofarbstoffen. Man vereinigt 2 Moll. der Azofarbstoffe aus 4-Nitro-4'-aminostilben- oder der entsprechenden -dibenzyl-2,2'-disulfonsäure durch Red. der NO₂-Gruppen zu Azo- oder Azoxygruppen oder durch Red. zu NH₂ u. Vereinigen mit zweiwertigen Radikalen, wie —CO—, oder durch Kondensation der Nitrozofarbstoffe mit Aminoazofarbstoffen. Die so erhaltenen Farbstoffe können den für Stilbenfarbstoffe üblichen Nachbehandlungen, wie Oxydation, Red., Alkylieren unterworfen oder in komplexe Metallverbb. übergeführt werden. Man kann diese Farbstoffe auch erhalten, indem

man die 4-Nitro-4'-aminostilben- oder -dibenzyl-2,2'-disulfonsäure miteinander vereinigt, dann tetrazotiert u. mit Kupplungskomponenten vereinigt. Die Farbstoffe besitzen eine sehr gute Verwandtschaft zur Baumwolle, ihre Färbungen sind sehr echt. Der Farbstoff 4-Nitro-4'-aminostilben-2,2'-disulfonsäure (I) \rightarrow Salicylsäure liefert beim Erwärmen mit Glucose u. NaOH einen Farbstoff, der Baumwolle lichtecht bräunlichorange färbt; durch Nachbehandeln mit CuSO_4 wird die Lichtechtheit noch verbessert. Den gleichen Farbstoff erhält man durch Behandeln der I mit NaOH u. Glucose, diazotieren der erhaltenen *Diaminoazoxystilbentetrasulfonsäure* u. Kuppeln mit Salicylsäure. Der Farbstoff I \rightarrow Salicylsäure liefert bei der Red. mit wss. Na_2S den Aminoazofarbstoff, der durch Behandeln mit COCl_2 in Ggw. von Alkali einen Baumwolle sehr lichtecht gelb färbenden Farbstoff liefert, durch Nachbehandeln mit CuSO_4 wird die Lichtechtheit u. die Waschechtheit verbessert; ähnliche Farbstoffe erhält man bei Anwendung von o- oder m-Kresotinsäure. Den gleichen Farbstoff erhält man, wenn man die I in Ggw. von Alkali mit COCl_2 behandelt, dann den *Dinitrotetrasulfodistilbenharnstoff* red., diazotiert u. mit Salicylsäure kuppelt. Der Azofarbstoff I \rightarrow 2-Phenylamino-5-naphthol-7-sulfonsäure gibt mit NaOH u. Glucose einen Baumwolle sehr waschecht rötlich violett färbenden Farbstoff. Verwendet man an Stelle der 2-Phenylamino-5-naphthol-7-sulfonsäure die 2-(4'-Oxy-3'-carboxyphenylamino)-5-naphthol-7-sulfonsäure, so erhält man einen violetten Farbstoff, durch Nachbehandeln mit CuSO_4 werden die Färbungen waschecht. Reduziert man den Farbstoff mit Na_2S u. läßt auf die Aminoazoverb. COCl_2 einwirken, so entsteht ein Baumwolle sehr waschecht rötlichviolett färbender Farbstoff; verwendet man an Stelle der 2-Phenylamino-5-oxynaphthalin-7-sulfonsäure die 2-(4'-Oxy-3'-carboxyphenylamino)-5-naphthol-7-sulfonsäure, so entsteht ein violett färbender Farbstoff, dessen Färbungen durch Nachbehandeln mit CuSO_4 waschecht werden. — In dem Farbstoff I \rightarrow Phenol alkyliert man die Oxyphenolgruppe durch Behandeln mit Dimethylsulfat oder Chlor-methyl u. reduziert mit NaOH u. Glucose; der entstandene Farbstoff färbt Baumwolle licht- u. chlorecht lebhaft orange. Einen ähnlichen Farbstoff erhält man aus dem äthylierten Farbstoff. Reduziert man den methylierten Farbstoff mit Na_2S zum Aminoazofarbstoff u. behandelt mit COCl_2 , so entsteht ein Baumwolle sehr licht- u. waschecht grünstichiggelb färbender Farbstoff. Der Farbstoff I \rightarrow Acetessiganilid gibt mit NaOH u. Glucose einen Baumwolle orange färbenden Farbstoff; durch Red. mit Na_2S erhält man einen Aminoazofarbstoff, der mit COCl_2 einen Baumwolle gelb färbenden Farbstoff liefert. Der Farbstoff I \rightarrow 2-Aminonaphthalin-6-sulfonsäure gibt mit NaOH u. Glucose einen Farbstoff, der nach dem Oxydieren mit CuSO_4 einen Baumwolle gelb färbenden Farbstoff liefert. — Man kondensiert Cyanurchlorid in Ggw. von NaHCO_3 mit I, reduziert das Prod., tetrazotiert, kuppelt mit Phenol u. methyliert; der entstandene Farbstoff färbt Baumwolle gelb. Den gleichen Farbstoff erhält man aus dem Farbstoff I \rightarrow Phenol durch Methylieren, Red. u. Kondensation mit Cyanurchlorid. Tetrazotierte Diaminoazostilbentetrasulfonsäure, darstellbar durch Red. von I mit Zn-Staub u. Oxydation der entstandenen Hydrazoverb., vereinigt man mit Phenol u. methyliert, der entstandene Trisazofarbstoff färbt Baumwolle orange. Den methylierten Farbstoff I \rightarrow Phenol reduziert man u. erhitzt ihn mit dem un-reduzierten Farbstoff mit NaOH u. W. unter Rückfluß, der erhaltene Farbstoff färbt Baumwolle orange. (F. P. 751 183 vom 21/2. 1933, ausg. 28/8. 1933. D. Prior. 29/2. 1932.)

FRANZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Georg Kränzlein und Josef Erber, Frankfurt a. M.-Höchst), *Herstellung von Azofarbstoffen*, dad. gek., daß man Verb. der allgemeinen Formel (I), worin X für O oder S steht u. worin R u. R_1 H oder aliph. oder cycl. Reste bedeuten, wobei die Reste R u. R_1 gleich oder



verschiedenartig sein können, mit beliebigen, keine Oxygruppen enthaltenden Diazo- oder Tetrazoverbb. in Substanz, auf einem Substrat oder auf der Faser kuppelt. — *Barbitursäure* (II) liefert mit diazotiertem 2-Nitro-1-aminobenzol einen klaren grünstichiggelben sehr gut deckenden lichtechten Farbstoff, der sich für den Blechdruck eignet, er

kann auch als Pigmentfarbstoff zur Herst. von Öl- u. Tapetenfarben benutzt werden. Etwas röter ist der Farbstoff 4-Chlor-2-nitro-1-aminobenzol \rightarrow II, der Farbstoff 4-Methyl-2-nitro-1-aminobenzol \rightarrow II ist gelblich orange. Der Farbstoff 4-Chlor-2-nitro-1-aminobenzol \rightarrow *Diphenylbarbitursäure* ist grünstichiggelb von guter Lichtechtheit u. großer Deckkraft. Der Farbstoff 4-Chlor-2-nitro-1-aminobenzol \rightarrow *Mono-*

phenylbarbitursäure ist grünstichiggelb; 2-Nitro-1-aminobenzol \rightarrow *Mono-o-chlorphenylbarbitursäure* ist sehr farbkraftig grünstichiggelb. Der Farbstoff 4-Methyl-1-aminobenzol-2-sulfonsäure \rightarrow II färbt Wolle gut egalisierend grünstichiggelb; der Farbstoff 1-Aminobenzol-2-sulfonsäure \rightarrow II gibt nach dem Überführen in das Ba-Salz einen sehr reinen grünstichiggelben wasserechten Farblack; der Farbstoff 1-Aminonaphthalin-4-sulfonsäure \rightarrow Diphenylbarbitursäure färbt Wolle wasch- u. lichtecht rötlichgelb. Eine mit einer alkal. Lsg. von II getränkte Baumwolle entwickelt mit Lsgg. von diazotiertem 1-Amino-2-methyl-4-nitro- oder -4-chlorbenzol. (D. R. P. 585 351 Kl. 22a vom 28/2. 1932, ausg. 2/10. 1933. F. P. 751 582 vom 27/2. 1933. ausg. 6/9. 1933. D. Prior. 27/2. 1932.)

FRANZ.

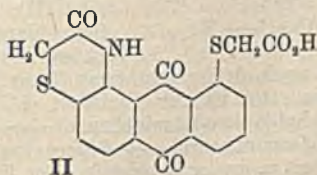
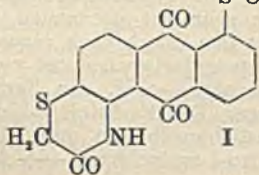
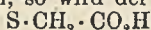
General Aniline Works, Inc., New York, übert. von: Carl Taube, Leverkusen-I. G. Werk, und Josef Hilger, Levrorkusen-Wiesdorf, *Azofarbstoffe*. Man tetrazotiert ein p,p'-Diaminodiphenyl, kuppelt einseitig mit einer o-Oxycarbonsäure der Benzolreihe, vereinigt das Zwischenprod. mit 1-Amino-2-naphtholäther oder seiner -6- oder -7-sulfonsäure, diazotiert den Aminodisazofarbstoff u. kuppelt mit einer 1-Amino-8-oxynaphthalinsulfonsäure oder ihren N-Substitutionsprodd.; die Farbstoffe färben Baumwolle in reinen grünen Tönen. Der Farbstoff Salicylsäure \leftarrow Benzidin \rightarrow 1-Amino-2-naphtholäthyläther-6-sulfonsäure \rightarrow 1-Acetylamino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure färbt kräftig grün, als Endkomponente kann man auch 1-Benzoylamino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure verwenden. Der Farbstoff Salicylsäure \leftarrow o-Tolidin \rightarrow 1-Amino-2-naphtholglykoläthermonoschwefelsäureester \rightarrow 1-Acetylamino-8-oxynaphthalin-3,6-disulfonsäure färbt grün; ähnliche Farbstoffe erhält man mit o-Kresotinsäure oder wenn man als Endkomponente 1-Acetylamino-8-naphthol-4,6-disulfonsäure oder -4-monosulfonsäure oder 1-Benzoylamino-, 1-Äthylamino- oder 1-Phenylamino-8-naphthol-3,6-, oder -4,6-disulfon- oder -4-monosulfonsäure verwendet. Der Farbstoff Salicylsäure \leftarrow 3,3'-Dichlorbenzidin \rightarrow 1-Amino-2-naphtholglykoläthermonoschwefelsäureester \rightarrow 1-Acetylamino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure färbt Baumwolle olivgrün; ähnliche Farbstoffe erhält man aus Benzidin-3-mono- oder -3,3'-disulfonsäure, -3,3'-dicarbonsäure. (A. P. 1 927 103 vom 12/10. 1932, ausg. 19/9. 1933. D. Prior. 17/10. 1931.)

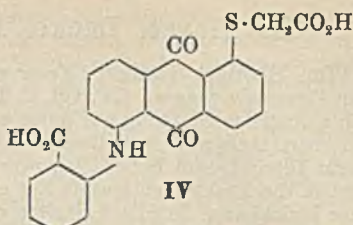
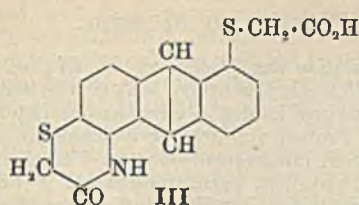
FRANZ.

General Aniline Works, Inc., New York, übert. von: Rudolph Krech, Mannheim, Wilhelm Scheurer, Ludwigshafen a. Rh. und Adolph Koch, Höchst a. M., *Gelbe Azofarbstoffe*. Man vereinigt tetrazotiertes Benzidin oder seine Substitutionsprodd. mit Arylamiden der Acetessigsäure, welche keine löslichmachenden Gruppen enthalten. Die erhaltenen Farbstoffe sind unl. in natürlichem oder künstlichem Kautschuk, sie sind auch unl. in Bzn., sie können daher auch zum Färben kalt zu vulkanisierender Gegenstände verwendet werden. Der Farbstoff aus Benzidin u. *Acetessigsäure-o-chloranilid* färbt Kautschuk grünstichiggelb. Ähnliche Farbtöne liefert *Acetessig-p-chloranilid* bzw. -*o-anisidid*; mit *Dianisidid* erhält man orangegelbe Farbstoffe. Der Farbstoff aus 3,3'-*Dimethoxy-4,4'-diaminodiphenyl* u. *Acetessigsäure-as-m-xylylid* färbt Kautschuk orangegelb; ähnliche Färbungen erhält man mit dem β - oder α -Naphthylamid der Acetessigsäure; ersetzt man das o-Dianisidid durch Benzidin oder o-Tolidin, so erhält man grünstichiggelbe bis gelbe Farbstoffe. Der Farbstoff aus 3,3'-*Dimethyl-4,4'-diaminodiphenyl* u. *Acetessig-o-tolidid* färbt Kautschuk gelb. (A. P. 1 920 407 vom 14/6. 1932, ausg. 1/8. 1933. D. Prior. 28/2. 1931.)

FRANZ.

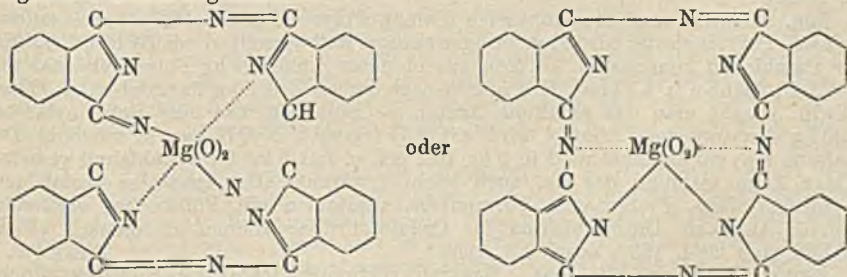
Imperial Chemical Industries Ltd., London, Frank Lodge und Colin Henry Lumsden, Blackley b. Manchester, *Herstellung von Anthracen- und Anthrachinonfarbstoffen*. Man behandelt Anthracen- oder Anthrachinon-1-thioglykolsäuren, die in 5- u. 8-Stellung durch Halogen, NO₂, Sulfo-, Carboxy-, OH-, NH₂- oder substituierte OH- oder NH₂-Gruppen substituiert sind, mit sauren Kondensationsmitteln. wie HClSO₃. — Man behandelt I unter Rühren bei 20—25° mit HClSO₃ 24 Stdn.: der erhaltene Farbstoff färbt Baumwolle aus der Küpe braun; behandelt man den Farbstoff mit wss. Alkali, so wird der Lactamring aufgespalten, das erhaltene Prod.





kann dann zum Färben von Wolle nach E. P. 377740 benutzt werden. 5-Aminoanthrachinon-1-thioglykolsäure, erhältlich aus dem Mercaptan durch Behandeln mit Na-Chloracetat, liefert mit HClSO_3 einen Baumwolle rötlichbraun färbenden Küpenfarbstoff. Der Farbstoff aus 5-Sulfoanthrachinon-1-thioglykolsäure, darstellbar aus 1-Mercaptoanthrachinon-5-sulfonsäure u. Na-Chloracetat, u. HClSO_3 färbt Wolle aus saurem Bade graubraun. Der Farbstoff aus II färbt Baumwolle aus der Küpe braun. III, erhältlich aus I durch Kochen mit NH_3 u. Zn-Staub färbt Baumwolle aus der Küpe braun. 5-Chloranthrachinon-1-thioglykolsäure, darstellbar aus 5-Aminoanthrachinon-1-thioglykolsäure nach SANDMEYER, gibt einen Baumwolle aus der Küpe braun färbenden Farbstoff. IV, darstellbar aus 5-Chloranthrachinon-1-thioglykolsäure u. Anthranilsäure liefert einen Baumwolle purpurbraun färbenden Küpenfarbstoff. (E. P. 398 161 vom 29/1. 1932, ausg. 5/10. 1933. F. P. 749 569 vom 26/1. 1933, ausg. 26/7. 1933. E. Prior. 29/1. 1932.) FRANZ.

Scottish Dyes Ltd., übert. von: Jocelyn Field Thorpe, Reginald Patrick Linstead und John Thomas, Stirling, Schottland, Herstellung von Abkömmlingen der o-Arylcyanamide. Durch Einw. von ws. NH_3 auf Phthalimid (2 Tage stehen lassen) erhält man Phthalsäurediamid, F. 220° (Zers.). Dieses wird mit Eg-Anhydrid unter Rückfluß etwa $1\frac{1}{2}$ Stdn. gekocht. Nach Erkalten scheidet sich das o-Cyanbenzamid (I) ab, das mit Eg. u. dann mit A. gewaschen wird. Erhitzt man I mit Fe-Spänen etwa $\frac{3}{4}$ Stdn. auf 235—245°, kühlt die M. ab u. verrührt dann mit 10%ig. H_2SO_4 bis zur Beendigung der H-Entw., wäscht mit W., NaOH u. dann mit sd. W., so erhält man eine in w. A. unl. Verb. Aus I u. Mg-Pulver wird bei ähnlicher Rk. ein blaügrünes Pulver erhalten. Erhitzt man I mit MgO in Naphthalin 2 Stdn. auf 230—240°, so läßt sich nach Erkalten durch Extraktion der Überschuß des C_{10}H_8 u. eine geringe Menge einer grünen Beimengung entfernen u. der Überschuß des Mg durch verd. Säure herauslösen. — Metall. Sb läßt sich gleichfalls mit I umsetzen. Durch Umkrystallisieren bzw. Kochen mit Chinolin läßt sich die Verb. weiter reinigen. — Weiter erhält man aus I durch Einw. von Ni (250°) ein purpurartiges Prod., mit NiO ein tiefblaues Prod., mit Co_2O_3 ein blaues Prod., mit Cr ein tiefgrünes Prod., mit Bi_2O_3 ein grünes Prod., mit MnCO_3 ein dunkelpurpurfarbenes u. mit PbO (300°) ein blaues Prod. — Aus 3,4-Dichlorphthalsäureanhydrid wird mittels Harnstoff das 3,4-Dichlorphthalimid erhalten, hieraus mit NH_3 das Diamid, das bei Einw. von MgO bei 240—250° in Ggw. von Naphthalin in ein dunkelblaügrünes Prod. über. — Die Verbb. gehören zur Gruppe der in E. P. 322169; C. 1930. I. 2803 beschriebenen Farbstoffe. Für die Mg-Verb. von I werden folgende Formeln angenommen:



(E. P. 389 842 vom 20/6. 1931, ausg. 20/4. 1933.)

ALTPETER.

XI. Harze. Lacke. Firnis. Plastische Massen.

Wm. Howlett Gardner, *Natur und Konstitution des Schellacks*. V. *Einfluß geringer Verunreinigungen*. (IV. vgl. C. 1933. I. 513.) Als Mischprod. läßt sich Schellack durch sorgfältige Sichtung auf einer weißen Unterlage häufig in einzelne charakteristische Fraktionen zerlegen. Auf diese Weise wurden Proben von schwer bleichbarem und schlecht filtrierbarem Schellack sowie von solchem mit hohem Geh. an Unlöslichem zerlegt u. die Fraktionen einzeln auf chem. bzw. physikal. Verh. untersucht. Bei dem schwer bleichbaren Schellack dürften einzelne Fraktionen den Farbstoff stärker fixiert enthalten als die übrigen. Schlecht filtrierbarer Schellack enthält Proteinstoffe, die das Filter verstopfen. Durch Verwendung von angesäuertem Alkohol läßt sich die Schwierigkeit beheben. (Ind. Engng. Chem. 25. 550—54. Mai 1933.) SCHEIFELE.

Wm. Howlett Gardner, Willet F. Whitmore und Harry J. Harris, *Natur und Konstitution des Schellacks*. VI. *Herstellung von Schwermetallseifen aus raffiniertem gebleichtem Schellack*. (V. vgl. vorst. Ref.) Da Schellack ein Esterkondensationsprod. darstellt, muß bei der Darst. von Schwermetallseifen darauf geachtet werden, daß keine Hydrolyse u. Verseifung eintritt, wodurch sich Seifen aus Spaltprod. bilden könnten. Es werden mehrere Verff. zur Darst. der Schellackseifen von Cu, Ni, Fe, Pb u. Zn beschrieben. (Ind. Engng. Chem. 25. 696—99. Juni 1933.) SCHEIFELE.

Werner Nagel, *Gewinnung definierter Harzbestandteile*. Hinweis auf die Vorteile der Verwendung von konz. wss. KOH bei der Unters. von Naturharzen unter besonderer Berücksichtigung der Chemie des Schellacks u. der Kolophensäuren. (Angew. Chem. 46. 576—77. 9/9. 1933. Berlin-Siemensstadt, A.-E.-G.) W. WOLFF.

Carbide and Carbon Chemicals Corp., New York, übert. von: **Ieland Clarence Shriver**, West Virginia, *Polymerisieren von Vinylverbindungen*, wie Vinylchlorid, -acetat, -propionat, -butyrat, *Styrol* oder ihren Mischungen unter Verwendung von *Acetylbenzoylperoxyd* ($\text{CH}_3\text{CO}\cdot\text{O}\cdot\text{O}\cdot\text{CO}\cdot\text{C}_6\text{H}_5$) als Katalysator. (E. P. 397364 vom 3/1. 1933, ausg. 14/9. 1933. A. Prior. 29/1. 1932. F. P. 748972 vom 12/1. 1933, ausg. 13/7. 1933. A. Prior. 29/1. 1932.) PANKOW.

Soc. Nobel Française, Frankreich (Seine), *Polymerisieren von Vinylestern*. Man polymerisiert am Rückflußkühler mit einem Katalysator bis zur Sirupkonsistenz, setzt etwa die gleiche Menge W. zu u. erhitzt weiter, z. B. im Werner & Pfeleiderer. Man erhält eine Emulsion. Das W. kann durch Walzen oder Pressen entfernt u. event. durch frisches Waschwasser ersetzt werden. (F. P. 750348 vom 20/4. 1932, ausg. 8/8. 1933.) PANKOW.

Soc. Nobel Française, Frankreich, *Plastische Massen aus Polyvinylacetat und Celluloseestern*. Man erhöht die Widerstandsfähigkeit des Polyvinylharzes gegen Hitze durch Zusatz von Celluloseester (Celluloseacetat, Nitrocellulose oder deren Mischungen), event. zusammen mit Weichmachern. Farbstoffe, gefärbte Vinylacetat- oder Celluloseacetatstücke oder Pigmente können eingewalzt werden. Z. B. kann man eine M. aus 1 kg Polyvinylacetat, 1 kg Aceton, 0,5 kg Celluloseacetat, 0,5 kg Aceton, 10 g Stearinsäure nach Entfernen des Lösungsm. u. Pulvern bei 120° formen. Die Massen können auch durch Spritzen in k. Formen oder Verpressen zu Blöcken u. Zerschneiden in Platten nach Art des Celluloids geformt werden. (F. P. 750349 vom 20/4. 1932, ausg. 8/8. 1933.) PANKOW.

Soc. Nobel Française, Frankreich (Seine), *Polyvinylalkoholaldehydkondensationsprodukte*. Polyvinylester wird k. mehr oder weniger weit verseift u. mit HCHO, CH_3CHO oder Paraldehyd kondensiert. — Man mischt unter Kühlen 5 kg Polyvinylacetat mit 2 l W., 1 l Alkohol u. 5 l konz. HCl u. gibt nach einiger Zeit 5 kg Paraldehyd zu. Nach 10 Stdn. wäscht man das erhaltene Acetal. — Eine Lsg. aus 5 kg Polyvinylacetat in 30 kg denaturiertem Alkohol wird mit 3,75 l gesätt. NaOH-Lsg. k. verseift. Der erhaltene Polyvinylalkohol wird in 5 kg HCl gel. u. mit 5 kg Paracetaldehyd versetzt. — Man kann während der Rk. auch leicht erwärmen. Das erhaltene Acetal kann für Firnis, Filme, Preßmassen, Formpulver, zusammen mit Füllstoffen, verwendet werden. Auch als Unterschichten für Cellulosefirnisse können sie dienen. (F. P. 750350 vom 20/4. 1932, ausg. 8/8. 1933.) PANKOW.

August Nowack Akt.-Ges., Bautzen (Erfinder: Reinhard Beutner, Louisville, V. St. A. und Richard Hessen, Bautzen), *Verfahren zur unmittelbaren Herstellung von Kondensationsprodukten aus Formaldehyd und Steinkohlenteerölen* nach Patent 536 552, dad. gek., daß man hier die als Rohstoffe verwendeten Teeröle zunächst durch

Dest. von ihren hochsd. Bestandteilen hinreichend befreit u. die kohlenwasserstoffreichen Fraktionen, welche zu 80—90% unter 205° sieden, alsdann in Ggw. von alkal. Kondensationsmitteln mit CH₂O oder dessen Homologen oder Polymeren mit oder ohne Zusatz von KW-stoffen behandelt. — Z. B. werden 100 Teile *Steinkohlenteeröl*, das zu 80% bis 200° u. zu 90% bis 210° sd. u. dessen Phenolgeh. 34% beträgt, mit 50 Teilen 30%ig. CH₂O u. 5 Teilen 2-n. NaOH $\frac{1}{2}$ Stde. gekocht. Es bilden sich 3 Schichten, von denen die obere aus KW-stoffen, die mittlere aus einer wss. Lsg. von Salzen u. die untere aus dem *Harz* besteht. Letztere wird nochmals mit 20 Teilen Phenol oder Kresol kondensiert, um den überschüssigen CH₂O zu binden. Nach dem Eindampfen erhält man ein helles, geruchloses *Resol.* (D. R. P. 582 195 Kl. 12 q vom 30/6. 1927, ausg. 10/8. 1933. Zus. zu D. R. P. 536 552; C. 1931. II. 4097.) NOU.

Friedrich Curt Bunge, Meißen, *Verfahren zur Herstellung von harzartigen Kondensationsprodukten aus Phenolen*, 1. dad. gek., daß man Phenole zusammen mit primären einwertigen Alkoholen u. aufgepreßtem O₂ bei Ggw. von O-übertragenden Katalysatoren, z. B. V-Salzen in saurer oder alkal. Lsg., Pt, Pd, Os u. dgl. erhitzt. — 2. dad. gek., daß statt aufgepreßtem O₂ aufgepreßte Luft oder sonstige viel O₂ enthaltende Gase Verwendung finden. — 3. dad. gek., daß der O₂-Druck im Rk.-Raum durch Anwendung von O₂ entwickelnden Stoffen erzeugt wird. — Z. B. erhitzt man 15 g *Phenol* u. 15 g *Methanol* mit 0,5 cem alkal. V-Lsg. unter 20 at Druck 6 Stdn. auf 150°. Man erhält beim Aufarbeiten ein unschmelzbares, in A. u. Alkali unl. *Harz*. Arbeitet man in saurer V-Lsg., so entsteht ein schmelzbares, in A. u. Alkali l. *Harz*. Statt *Methanol* können *Athanol* oder *Propanol* benutzt werden. (D. R. P. 582 728 Kl. 12 q vom 31/8. 1930, ausg. 21/8. 1933.) NOUVEL.

Louis Blumer, Zwickau, *Verfahren zur Herstellung harzartiger Kondensationsprodukte aus Phenolen*, dad. gek., daß man in den nach dem Verf. des Patents 576 177 erhältlichen harzartigen Prodd. die freien alkoh. OH-Gruppen ganz oder teilweise verestert oder verähthert, wobei gleichzeitig auch Umesterungen vorgenommen werden können. — Z. B. werden 212 Teile des aus *Kresolmonoalkohol* u. *Monochlorhydrin* erhältlichen *Harzes* (vgl. D. R. P. 576 177; C. 1933. II. 1437) mit 600 Teilen *Kolophonium* in Ggw. von CO₂ so lange auf 250° erhitzt, bis das Prod. neutral geworden ist. Man erhält ein in KW-stoffen u. fetten Ölen l. *Harz*. Die Verschließung der OH-Gruppen kann auch mit *Octodecadiensäure* oder *Dimethylsulfat* erfolgen. (D. R. P. 582 546 Kl. 12 q vom 11/11. 1930, ausg. 16/8. 1933.) NOUVEL.

Presswerk Königstein G. m. b. H., Königstein, Elbe, *Kunstharzmasse*, die aus Phenolaldehydharz u. fein zerkleinerten, C enthaltenden Füllstoffen besteht, dad. gek., daß sie als Füllstoff *Holzkohle* u. *Koks* enthält, wobei der Gewichtsmenge nach der Zusatz von *Holzkohle* ungefähr das Doppelte, der Zusatz von *Koks* ungefähr $\frac{1}{5}$ des Kunstharzes beträgt. — Die aus dieser M. erhältlichen Preßkörper sind sowohl säurebeständig als auch mechan. fest. (D. R. P. 585 657 Kl. 39b vom 30/7. 1930, ausg. 6/10. 1933.) SARRE.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Josef Binapfl, Krefeld-Uerdingen), *Verfahren zur Herstellung von Kondensationsprodukten aus Phenolen und Naturharzen* in Ggw. von Kondensationsmitteln, 1. gek. durch die Einhaltung einer niedrigen, die gewöhnliche Raumtemp. nicht wesentlich übersteigenden Temp. — 2. gek. durch die Verwendung von BF₃ als Kondensationsmittel. — Z. B. gibt man 100 Teile einer 25%ig. Lsg. von BF₃ in *Kresol* zu einer Lsg. von 300 Teilen *Kolophonium* (SZ. 164, Jodzahl 175, Acetylzahl 5, F. 79°) in 400 Teilen CCl₄ bei 10° innerhalb 4 Stdn. u. rührt 14 Stdn. bei 15—18°. Nach dem Aufarbeiten erhält man 325 Teile eines klaren *Harzes* (SZ. 114, Jodzahl 43,5, Acetylzahl 64,8, F. 105°), das die ST. RCH-MORAWSKISCHE Rk. nicht mehr zeigt. Ähnliche Ergebnisse bekommt man, wenn man *Phenol* statt *Kresol*, *Dammar* statt *Kolophonium*, HCl oder SnCl₄ statt BF₃ u. Bzl. statt CCl₄ verwendet. (D. R. P. 581 956 Kl. 12 q vom 31/3. 1931, ausg. 8/8. 1933.) NOUVEL.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Josef Binapfl, Krefeld-Uerdingen), *Verfahren zur Herstellung von Kondensationsprodukten aus Phenolen und Naturharzen* in Weiterausbildung des Verf. nach Patent 581 956, dad. gek., daß man hier Ester saurer Naturharze in Ggw. von Kondensationsmitteln bei niedriger oder erhöhter Temp. mit Phenolen kondensiert. — Z. B. erhält man aus *Kolophoniumglycerinester* (SZ. 15, Jodzahl 170, Acetylzahl 8, F. 83°) u. *Kresol* in der im Hauptpatent angegebenen Weise ein klares *Harz* mit den Kennzahlen SZ. 16, Jodzahl 48, Acetylzahl 68, F. 98°. Geeignete Harzester sind auch *Kaurikopalglycerinester*, *Kolo-*

phoniumglykolester oder *Kolophoniumäthylester*. (D. R. P. 582 846 Kl. 12 q vom 30/4. 1931, ausg. 23/8. 1933. Zus. zu D. R. P. 581 956; vgl. vorst. Ref.) NOUVEL.

Albert Jean Ducamp und **Marie Émile Alfred Baule**, Frankreich, *Herstellung von Lacken, Anstrichen und Überzügen* zum Schutze von leicht oxydierenden Metallen. Die mehr oder weniger oxydierten Oberflächen von Fe, Cu, Mn, Al, Ti u. dgl. werden durch Aufstreichen, Aufspritzen oder Tauchen mit einem Gemisch folgender Zus. überzogen: 40 Teile dest. *Ricinusöl*, 10 Teile *Undecylensäure* (bzw. Öl-, Linolein- oder Ricinoleinsäure), 1 Teil CuO, 1 Teil Fe₂O₃, 24 Teile PAe. u. 24 Teile A. Je nach Bedarf werden 8—20% Graphit oder MgSiO₃, ferner *Weichmachungsmittel* (*Benzylester*), *Vaselin*, *Paraffin*, *Wachs*, *Sandarac*, *Gummiharz*, *Silicium*, *Bor* u. dgl. zugesetzt. Als dann wird der Überzug durch Erhitzen auf 250° verharzt. (F. P. 41 711 vom 28/11. 1931, ausg. 29/3. 1933. Zus. zu F. P. 729 547; C. 1933. I. 3131.) ENGEROFF.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., und **H. Schladebach**, Dessau, *Überzugsmasse, Anstriche, Lack und dergleichen*, bestehend aus einem *Celluloseäther* u. einem *Celluloseester* einer organ. Säure mit mehr als 8 C-Atomen gel. in einem hochmolekularen organ. Lösungsmittelgemisch, das sich aus einem bei gewöhnlicher Temp. festen aliphat. K-stoff, einer hochmolekularen organ. Säure u. deren Deriv. zusammensetzt. (Can. P. 298 013 vom 1/5. 1929, ausg. 4/3. 1930.) ENGEROFF.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., übert. von: **Wilhelm Pungs** und **Karl Eisenmann**, Ludwigshafen a. Rh., *Kunstmassen*. Plast. Massen bzw. ihre Lsgg. enthalten *Nitrocellulose*, ein *Harnstoff-Formaldehydkondensationsprod.* u. ein geruchlos gemachtes, bei erhöhter Temp. geblasenes tier. Öl. (Can. P. 304 398 vom 13/2. 1929, ausg. 30/9. 1930.) EBEN.

Camille Dreyfus, New York, **William Henry Moss** und **Blanche B. White**, Cumberland, V. St. A., *Plastische Masse*, dad. gek., daß sie einen Celluloseäther, z. B. Cellulosearalkyläther, ein Harz oder Kunstharz u. ein flüchtiges Lösungsm. enthält. (Can. P. 302 649 vom 17/5. 1929, Auszug veröff. 29/7. 1930.) SARRE.

Soc. An. Grober, Spanien, *Herstellung von Knöpfen aus sog. vegetabilischem Elfenbein*. Die bei der Fabrikation entstehenden Abfälle werden zermahlen, die Cellulose durch Behandeln mit einem Lösungsm., wie CS₂, ZnCl₂ usw. erweicht, die noch feuchte M. nach Entfernung des Lösungsm. in Formen gepreßt. Die M. kann vor dem Formen gebleicht oder gefärbt werden. (F. P. 728 650 vom 19/12. 1931, ausg. 8/7. 1932.) PANKOW.

[russ.] **B. E. Maschkilleisson**, Künstliche Phenolaldehydharze. Moskau-Leningrad: Goschimtechisdat 1933. (128 S.) Rbl. 2.50.

XII. Kautschuk. Guttapercha. Balata.

H. E. Fritz, *Neue praktische Anwendungen von Gummiauskleidungen für hohe Temperaturbeanspruchung*. Vorschläge zur Verwendung von Gummiauskleidungen, die aus 3 Schichten bestehen, Weichgummi — Hartgummi — Weichgummi. (Chem. Markets 33. 236—37. 1933.) H. MÜLLER.

T. L. Garner, *Messung der Plastizität. Versuch zur Kontrolle des Kautschuks*. (Vgl. C. 1933. II. 1439.) Angabe der verschiedenen Verff. zur Messung der Plastizität u. der Vorteile, die eine Plastizitätsmessung gewährt. (Caoutchouc et Guttapercha 30. 16436—37. 16513. 1933.) H. MÜLLER.

Dispersions Process Inc., Delaware, übert. von: **William Beach Pratt**, Massachusetts, *Künstliche Kautschukdispersionen*. Man koaguliert Kautschukmilch in Ggw. von soviel hydrophilem Koll., daß das Koagulat wieder dispergierbar ist, u. setzt zu dem Koagulat allmählich W. oder wss. Alkali, bis Phasenumkehr stattfindet u. der Kautschuk in dem wss. Medium dispergiert ist. (Can. P. 302 540 vom 15/7. 1929, ausg. 29/7. 1930.) PANKOW.

Dunlop Rubber Co. Ltd., London, **Anode Rubber Co. Ltd.**, Guernsey, **William Mc Cowan**, **Eric William Bower Owen** und **Douglas Frank Twiss**, Birmingham, *Konzentrieren wässriger Kautschukdispersionen*. Die Dispersionen werden allein oder nach Zusatz der üblichen Mischungsbestandteile derart eingedampft, daß in der Dispersion eine verteilte Bewegung u. an der Oberfläche gleichzeitig eine wellenförmige Bewegung hervorgerufen wird, so daß die Wand des Eindampfgefäßes period. mit

einer dünnen Schicht der Dispersion überzogen wird. Anwendung von Planeten- u. a. Rührwerken. (E. P. 396 919 vom 24/6. 1932, ausg. 7/9. 1933.) PANKOW.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung von Kautschuklösungen und Kautschukumwandlungsprodukten. Man löst Kautschuk in Ggw. von Luft, O₂ oder solchen abgebenden Mitteln u. O₂-übertragenden Metallverb. von Cu-, Co-, Mn-, Fe-Oleaten, Linoleaten, Abietaten oder Acetessigestern, zweckmäßig bei erhöhter Temp. Die Viscosität wird herabgesetzt. Diese Lsgg. kann man chlorieren (Herst. von Filmen u. Farben), ozonisieren, sulfonieren (Herst. von Netzmitteln), durch Behandlung mit AlCl₃, POCl₃, Chlorsulfonsäure cyclisieren oder nach FRIEDEL-CRAFTS behandeln. (F. P. 751 535 vom 25/2. 1933, ausg. 5/9. 1933. D. Prior. 25/2. 1932.) PANKOW.

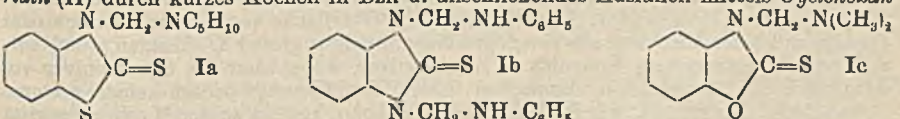
B. F. Goodrich Co., New York, übert. von: George Oenslager, Akron. Kautschukumwandlungsprodukt. Durch Einw. von SO₂ auf Kautschuk, Vulkanisat, Regenerat, Gutta oder Balata. Das Prod. mit 1—10% SO₂ ist zäh u. dehnbar, quillt in Lösungsm. ohne Lsg., mit 20% SO₂ ähnelt es Guttapercha, mit 32% SO₂ (Sättigung) ist es hart, hornartig u. etwas spröde. Der Kautschuk wird vorher geformt, z. B. auf Metall befestigt, worauf die SO₂-Behandlung erfolgt. Die Kautschukproteine, Pigmente, Anilin, Benzoylperoxyd sowie vor allem O₂ oder Luft beschleunigen die Rk. PbO, Ruß, H₂SO₄ u. einige organ. N-Verb. verzögern sie. Preßt man SO₂ in Kautschuk ein u. entspannt plötzlich, so entweicht es unter Bldg. von porösem Kautschuk. (A. P. 1 925 879 vom 9/10. 1930, ausg. 5/9. 1933.) PANKOW.

George H. Stevens, Newark, Vulkanisationsbeschleuniger, bestehend aus einer festen Lsg. von Monoaryl- u. Triarylguanidin, z. B. von Monotolyl- u. Tritolylguanidin, wie man sie durch Verschmelzen oder gemeinsames Ausfällen erhält. Bei der Vulkanisation soll dann das stark beschleunigende Diarylguanidin entstehen. Aufzählung der Herst.-Möglichkeiten von Diarylguanidinen sowie Theorie über ihren Zerfall während der Vulkanisation. (A. P. 1 925 707 vom 29/2. 1928, ausg. 5/9. 1933.) PANKOW.

Goodyear Tire and Rubber Co., V. St. A., Vulkanisationsbeschleuniger, bestehend aus den Rk.-Prodd. von Mercaptothiazolen wie 2-Mercapto-4-phenylthiazol, 6-Methylmercaptobenzothiazol, 5- oder 6-Chlormercaptobenzothiazol, 2-Mercapto-4-phenylbenzothiazol oder 6-Aminomercaptobenzothiazol mit primären Aminen wie Propyl-, Heptyl-, Isobutyl-, n-Butyl-, Isoamyl-, Cyclohexylamin, Diäthylentriamin, Propylendiamin, Butylendiamin, Aminocyclohexyläthyläther. Genannt sind als Beschleuniger Cyclohexylammoniumbenzothiazylmercaptid (F. 155—157°), n-Butylammonium-6-nitrobenzothiazylmercaptid (F. 113—115°), Butylammoniumbenzothiazolmercaptid. (F. P. 748 207 vom 29/12. 1932, ausg. 30/6. 1933. A. Prior. 1/3. 1932.) PANKOW.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Max Fөгemann und Ewald Zucker, Köln-Mülheim), Darstellung von unsymmetrisch substituiereten Methylendiaminabkömmlingen, dad. gek., 1. daß man Körper mit der Gruppierung —NH—C=S bzw. deren tautomerer Form (Komponente A) —N=C<SH u./oder

prim. oder sek. Amino (Komponente B) mittels HCHO in ihre Methylolverb. überführt u. dann entweder diese Methylolverb. miteinander in nicht saurem Medium zur Rk. bringt oder eine der Methylolverb. von A oder B mit der 2. freien Komponente B oder A ebenfalls in nicht saurem Medium umsetzt, — 2. daß man mindestens 1 Mol. HCHO auf das ungefähr stöchiometr. Gemisch der Komponenten A u. B einwirken läßt. — Z. B. wird aus 3-Methylolbenzothiazolyl-2-thion (III) u. N-Methylolpiperidin (II) durch kurzes Kochen in Bzl. u. anschließendes Ausfällen mittels Cyclohexan



die Verb. Ia erhalten, F. 158°. — Aus 1,3-Dimethylolbenzimidazolyl-2-thion u. Anilin in CH₃OH entsteht Ib, F. 184—185°. Ebenso wird aus 1 Mol. 3-Methylolbenzothiazolyl-2-thion (III) u. 1 Mol. Dibenzylamin das 3-Dibenzylaminomethylbenzothiazolyl-2-thion vom F. 95° oder mit 1 Mol. Anilin das 3-Anilidomethylbenzothiazolyl-2-thion vom F. 103° oder mit 1 Mol. symm. Diphenylguanidin eine Verb. vom F. 172° oder mit 1 Mol. o-Tolylbiguanid ein weißes Harz erhalten. — Aus 2 Moll. III u. 1 Mol. Piperazin entsteht eine bei 224° zers. Verb. oder mit 1 Mol. p-Phenylendiamin ein harziges Prod.

— Läßt man auf 2-Mercaptobenzoxazol in CH₃OH Methyloldimethylamin (V) 1 Stde. bei 40° wirken, so entsteht eine Verb. Ic vom F. 107—108°; setzt man mit II um, so entsteht das 3-Piperidinomethylbenzoxazolyl-2-thion vom F. 133°. — Ähnlich erhält man Prodd. aus: 2-Mercaptothiazolin u. II vom F. 106—107°, aus 2-Mercaptobenzothiazol (IV) u. II vom F. 158°, — aus IV u. N-Methylolmethylamin (VI) vom F. 145 bis 149°, — aus IV u. N-Methylolbutylamin vom F. 121—127°, — aus IV u. N-Methylolcyclohexylamin vom F. 183°, — aus IV u. N-Methyloläthanolamin vom F. 160°, — aus IV u. V vom F. 79—80°, — aus IV u. N-Methyloläthylamin vom F. 44°, — aus IV u. N-Methyloläthylcyclohexylamin vom F. 132°, — aus 6-Nitro-2-mercaptobenzothiazol u. II vom F. 165°, — aus 6-Dimethylamino-2-mercaptobenzothiazol u. II vom F. 143°, — aus Äthylenthioharnstoff u. II (2 Moll.) vom F. 126—128°, — aus 2-Mercaptobenzimidazol (VII) u. 2 Moll. VI vom F. 265° (Zers.), — aus VII u. 2 Moll. V vom F. 68—70°, — aus VII u. 2 Moll. II vom F. 120°, — aus 1,3,5-Trimercaptotriazin + 3 Moll. II vom F. 132°. — Zu einer Lsg. von Thioharnstoff (VIII) in h. W. setzt man HCHO u. Äthylcyclohexylamin u. kocht 1 Stde. Das Prod. bildet ein gelbes Öl. Setzt man VIII analog mit 2 Moll. Piperidin um, so entsteht eine Verb. vom F. 152—154°, — mit 2 Moll. Morpholin eine Verb. vom F. 124—125°. Als Basen sind u. a. noch genannt: Pyrrolidin, Athanolamin, Thiomorpholin, Hexahydrochinolin, Methylanilin, Tetrahydroindol, Putrescin, α, α -Dibenzylbiguanid. — Die Verbb. können z. B. in der Kautschukindustrie Verwendung finden. (D. R. P. 575 114 Kl. 12p vom 10/4. 1932, ausg. 24/4. 1933.)

ALTPETER.

American Anode Inc., übert. von: Andrew Szegvari, Akron, Herstellung von Kautschukmischungen. Man dispergiert in W. eine unl. Seife, wie Zn, Cd- u. Pb-Oleat, -Stearat, -Palmitat oder -Abietat, mischt sie mit Kautschukmilch, die ein Vulkanisiermittel u. einen organ. Beschleuniger enthält, trennt vom W. ab u. vulkanisiert den Kautschukgegenstand. Die Seife wirkt als Aktivator, Weichmacher u. verbessert die Transparenz. (A. P. 1924 170 vom 23/5. 1929, ausg. 29/8. 1933.) PANKOW.

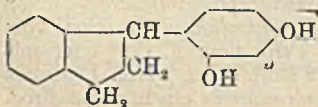
International Latex Processes Ltd., Guernsey, Tauchwaren aus Kautschukmilch. Man überzieht die Tauchform vor dem Tauchen mit einer Dispersion aus einem Pulver, dessen Teilchen Plättchen- oder Nadelform haben, wie Glimmer, Graphit, Kieselgur, Schiefermehl, Seifenstein, Steatit, MgCO₃ in einem flüchtigen Medium wie Alkohol oder Keton u. läßt das Suspensionsmittel ganz oder teilweise verdampfen. Man taucht nun in die Kautschukdispersion oder überzieht vorher mit einer Schicht eines Koagulationsmittels bzw. man überzieht die Form mit einer Mischung aus Koagulationsmittel u. pulverförmigem Stoff. (F. P. 748 946 vom 30/12. 1932, ausg. 13/7. 1933.) PANK.

Hannon-Knight Ltd., übert. von: Matthew S. Hannon, Ontario, Kautschukgegenstände durch Auflegen von Kautschukstücken kontrastierender Färbung auf eine Kautschukplatte u. zusammenvulkanisieren in der Form. (Can. P. 302 571 vom 5/10. 1929, ausg. 29/7. 1930.) PANKOW.

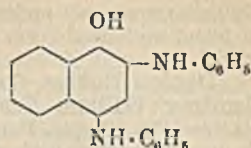
Soc. Belge du Caoutchouc Mousse, Brüssel, Verfahren zur Herstellung von Gegenständen aus Weich- oder Hartkautschuk mit geschlossenen Zellen. Die Mischung wird in einem Autoklav unter hohem Gasdruck vulkanisiert, worauf man expandieren läßt. Man bringt die poröse M. nun event. unter Verwendung von Kautschuklsg. mit Metallteilen, Drahtnetz, Gewebe oder Hartkautschuk zusammen u. vulkanisiert fertig. Herst. von außen oder innen bekleideten Röhren, Streben an Flugzeugen. (D. R. P. 584 891 Kl. 39 b vom 1/8. 1931, ausg. 26/9. 1933. Zus. zu D. R. P. 575 440; C. 1933. II. 142.) PANKOW.

Dunlop Rubber Co. Ltd., London, **Anode Rubber Co. Ltd.**, Guernsey, **Edward Arthur Murphy** und **David Noel Simmons**, Birmingham, Herstellung von matten Oberflächen auf Gegenständen. Man überzieht die Oberfläche von Kautschukwaren oder Gewebe mit einer Mischung aus einem griesigen, in Ggw. großer W.-Mengen, aus Kautschukmilch gewonnenem Koagulat u. Stärkepulver, wobei man das Stärkepulver vor oder nach der Koagulation einmischen kann. Der Überzug bedarf keiner weiteren Behandlung. Netzmittel, wie Ricinusölseife u. Alkohol können zu der Mischung gesetzt werden. (E. P. 397 270 vom 28/5. 1932, ausg. 14/9. 1933.) PANKOW.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., übert. von: **Walter Kropp**, Elberfeld, und **Leo Rosenthal**, Vohwinkel, **Allerungsschutzmittel für Kautschuk**. Nachtrag zu D. R. P. 501642; C. 1930. II. 2316, bestehend aus einem Indanphenol der nebenst. Formel. (Can. P. 304 399 vom 19/8. 1929, ausg. 30/9. 1930.) PANKOW.



Goodyear Tire & Rubber Co., übert. von: **Albert M. Clifford**, Akron, *Alterungsschutzmittel für Kautschuk*, bestehend aus *1,4-Anilidonaphthohydrochinon-2-anil*, einer Substanz nebenstehender Formel oder *1,4-Anilidohydrochinon-2-anil*. (Vgl. auch E. P. 313486; C. 1929. II. 2737.) (Canad. P. 303 838 vom 28/10. 1929, ausg. 9/9. 1930.)



PANKOW.

Goodyear Tire & Rubber Co., übert. von: **Albert M. Clifford**, Ohio, *Alterungsschutzmittel für Kautschuk*, bestehend aus Aminoderiv. gewisser KW-stoffe, die in den von 265—400° übergehenden sog. Methyl-naphthalin- oder Anthracenölfractionen enthalten sind, wie den *Aminomethyl-naphthalinen*, insbesondere auch *1-NH₂-2-CH₃-Naphthalin* oder deren Rk.-Prodd. mit HCHO, Acet-, Propion-, Butyr-, Hept-, Crotonaldehyd, Acrolein, Aldol, HCO₂H oder Butylchlorid. (A. P. 1923 706 vom 14/9. 1931, ausg. 22/8. 1933.)

PANKOW.

Goodyear Tire & Rubber Co., übert. von: **Albert M. Clifford**, Ohio, *Alterungsschutzmittel für Kautschuk*, bestehend aus Verbb. der Formel $R \cdot N < \begin{matrix} R_1 \\ R_2 \end{matrix}$, worin R bedeutet substituiertes oder unsubstituiertes Naphthyl, R₁ u. R₂ cycl. Gruppen, wie Cyclohexyl, Phenyl, Tolylyl, Xylyl u. Naphthyl, die durch Alkyl, Alkoxy, OH, NH₂ substituiert sein können. Genannt sind *Trinaphthylamine*, *N-Diphenylnaphthylamine*, *N-Phenyldinaphthylamine*, *N-Ditolylnaphthylamine*, *N-Phenyltolyl-β-naphthylamin*, *N-p-Athoxyphenyltolyl-β-naphthylamin*, *N-Phenylxylyl-*, *N-Dixylylnaphthylamine*, *N-Tolylxylyl-β-naphthylamin*, *N-Di-o-oxypheynaphthylamin*, *N-Tolyl-*, *N-Xylyldinaphthylamin*, *N-Dicyclohexylnaphthylamin*, *N-Cyclohexyldinaphthylamin*, *N-Cyclohexylphenylnaphthylamine*, *N-Diphenyltetrahydronaphthylamin*, *N-4-Amino-2-methylphenyltolyl-naphthylamin*, *N-Ditolyltetrahydronaphthylamin*, *N-Phenyl-*, *N-Cyclohexyltolyltetrahydronaphthylamin*, *N-Tolylditetrahydronaphthylamin*, *N-Tritetrahydronaphthylamin*, *N-Di-p-methoxyphenyl-α-naphthylamin*, *N-Dixylyltetrahydronaphthylamin*, *N-p-Aminophenylphenyl-β-naphthylamin*. (A. P. 1923 707 vom 14/9. 1932, ausg. 22/8. 1933.)

PANKOW.

B. F. Goodrich Co., New York, *Alterungsschutzmittel für Kautschuk*, bestehend aus oxy-substituierten Arylnaphthylaminen, wie *o-*, *m-*, *p-Oxyphenyl-α-* oder *-β-naphthylamin*, *Oxytolyl-*, *Oxybiphenylnaphthylamin*, *N-Phenyl-1,4-aminonaphthol* u. analoge Verbb. einschließlich der Phenyl-, Tolylyl-, Naphthyl- usw. Derivv. des 2,7-Aminonaphthols u. 2,1-Aminonaphthols, *Dioxydinaphthylamin*, *Dioxyphenylnaphthylamin*. (A. P. 1919 452 vom 23/9. 1931, ausg. 25/7. 1933.)

PANKOW.

B. F. Goodrich Co., V. St. A., *Alterungsschutzmittel für Kautschuk*, *Fette* oder *Mineralöle* oder *Seifen*, bestehend aus Diarylaminen, die aliph. Radikale mit mindestens 2 C enthalten. Genannt sind *o-*, *m-*, *p-Athyl*diphenylamin, *o-*, *m-*, *p-Isopropyl*diphenylamin, *n-Propyl-*, *n-Butyl-*, sek. *Butyl-*, tert. *Butyl-*, *Isobutyldiphenylamin* oder mit Amyl-, Hexyl-, Heptyl-, Octyl-, Nonyl-, Decyl-, Hexadecyl-, Cyclohexyl oder Methylcyclohexyl substituierte Diphenylamine; *Methyl-2-isopropyl-5-*, *p-Isopropyl-p'-methyl*diphenylamin, *Athyl-*, *Butyl-*, *Heptyl-*, *Cyclohexylphenyl-p-toluidin*, *Athylphenylxylylidin*, *p,p'-Diisopropyl-*, tert. *p,p'-Dibutyl-*, tert. *p,p'-Diamyldiphenylamin*, *Dimethyl-2,2'-diisopropyl-5,5'-diphenylamin*, *Diisopropyl-2,2'-dimethyl-5,5'-diphenylamin*; *p-Isopropyl-p'-phenyldiphenylamin*, *p-Isopropyl-p'-phenylaminbiphenyl*, *p-Isopropyl-tert. p-Butylphenyl-β-naphthylamin*, *Heptylphenyl-α-naphthylamin*, *Isopropyl-1-phenylamin-4-naphthylin*; *Mono-* oder *Dicumyl-p-phenylendiamin*, *Dicumylbenzidin*, *Dicumyldiaminodiphenylmethan*, *Cumylaminodimethylanilin*; *p-Oxymethyl-*, *p-Oxyäthyl-p'-isopropyl*diphenylamin, tert. *p-Butyl-o-oxymethyldiphenylamin* u. ähnliche Verbb., die Oxymethyl-, Oxyäthyl-, Oxypropyl- oder Oxybutyl- enthalten. (F. P. 750 473 vom 9/2. 1933, ausg. 11/8. 1933. A. Prior. 10/6. 1932.)

PANKOW.

Ernest Bemelmans, Haag, *Verfahren zum Regenerieren von vulkanisiertem Kautschuk*. Man erhitzt Vulkanisat, bis gerade eine trockene Dest. beginnt (ca. 130°), z. B. auf entsprechend hoch erhitzten Walzen. Die M. wird nach 5—10 Min. plast. u. kann nach Zusatz von 2% S u. 0,5% Beschleuniger sowie event. Rohkautschuk von neuem vulkanisiert werden. Erhitzt man noch etwas länger, so wird die M. stärker klebrig u. vermag auf der Walze eine größere Menge Füllstoffe aufzunehmen als gewöhnlicher Kautschuk. (D. R. P. 584 892 Kl. 39 b vom 30/7. 1932, ausg. 26/9. 1932.) PANKOW.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., übert. von: **Eduard Tschunkur** und **Walter Bock**, Köln-Mülheim, *Mischungen aus synthetischem Kautschuk*, die

Ruß zusammen mit anderen Füllstoffen enthalten, wobei mindestens 1% der Füllstoffe in feinst verteilter Form zugesetzt ist. (Can. P. 304 582 vom 17/8. 1929, ausg. 7/10. 1930.) PANKOW.

Dunlop Rubber Co. Ltd., London, **Anode Rubber Co. Ltd.**, Guernsey, und **Geoffrey William Trobridge**, Birmingham, *Kautschuküberzogene Fasern*. Faserplatten (Filz, Papier, Pappe, Gewebe) werden einseitig oder beiderseitig mit einer wsa. Kautschukdispersion überzogen, Platten aus wärmeleitendem Material (Al) aufgebracht, das Ganze erhitzt, wobei es gepreßt wird, u. schließlich werden die Platten von dem fertigen Gegenstand wieder entfernt. Durch Mustern der Platten, Anwendung verschieden gefärbter Kautschukdispersionen kann man die verschiedensten Zierwrgg. erzielen. (E. P. 397 277 vom 21/6. 1932, ausg. 14/9. 1933.) PANKOW.

Dunlop Rubber Co. Ltd., London, und **Felicite Antoine Henri Heynert**, Manchester, *Überziehen von Kautschukfäden oder -bändern*. Man macht die Oberfläche der Fäden durch Behandeln mit einem Kautschuklösungsm. oder Überziehen mit Kautschukmilch, Kautschuklsg., Cellulose, Firnis, Natur- oder Kunstharz, Leinöl, Leim, klebrig u. bringt Fasern, z. B. zerkleinerte Baumwolle, Papier, Asbest, Kautschukpulver oder -krümel oder ihre Mischungen auf die Oberfläche. Die Behandlung kann ein- oder mehrmals erfolgen, die Fasern können verschieden gefärbt, die Fäden nur teilweise mit den Fasern bedeckt u. während des Aufringens der Faser unter Spannung gehalten werden. Die so behandelten Fäden können dann mit Seide oder Baumwolle umspunnen werden. (E. P. 397 890 vom 1/3. 1932, ausg. 28/9. 1933.) PANKOW.

Dunlop Rubber Co. Ltd., London, **Anode Rubber Co. Ltd.**, Guernsey, **Edward Arthur Murphy** und **David Noel Simmons**, Birmingham, *Wasserdichtmachen von Gewebe* durch Überziehen mit einer stark beschwerten Mischung einer Paste aus einem in Ggw. großer W.-Mengen erhaltenen griesigen *Kautschukkoagulat*. Gegenüber der Verwendung von Kautschukmilch ergibt das Koagulat erhöhte W.-Festigkeit infolge Abwesenheit von wasserlöslichen Stoffen wie Schutzkoll.; auch ist die Neigung zum Durchschlagen verringert. Die Kautschukoberfläche kann durch Überziehen mit einer Mischung aus flockigem Kautschukkoagulat u. Stärkepulver mattiert werden. (E. P. 397 997 vom 21/6. 1932, ausg. 28/9. 1933.) PANKOW.

XIV. Zucker. Kohlenhydrate. Stärke.

Louis Decoux, *Der Einfluß starker Düngung auf Zuckerrüben*. (Ind. saccharif. ital. 26. 460—62. Aug. 1933.) TAEGENER.

Gino Carboni und **Mario Borghi**, *Die Zuckerverluste während des Lagerns von Zuckerrüben in den Silos*. Zum Studium der Zuckerverluste beim Lagern der Rüben in den Schwemmrinnen haben Vff. an großem Rübenmaterial während der Campagne 1932 an verschiedenen Stellen der Schwemme Rübenproben untersucht u. dabei den Einfluß von Zeit, Temp. u. mechan., sowie atmosphär. Einww. festgestellt. (Ind. saccharif. ital. 26. 393—411. Juli 1933.) TAEGENER.

Dario Teatini, *Über die Wichtigkeit des Teatini-Verfahrens*. (Ind. saccharif. ital. 26. 352—67. Juni 1933.) TAEGENER.

E. Rigazio und **R. Salani**, *Kritische Studie über die neuesten Verfahren zur Reinigung des Rohsaftes aus Rüben vom praktischen Gesichtspunkte aus*. Vff. behandeln ausführlich das Verf. von TEATINI, die Methode von ZAMARON, die Anwendung von Hydrosulfiten, die Saturation unter Druck nach DURET u. die neuesten Arbeiten von SPENGLER, VONDRAK u. DEDEK, sowie das Verf. von RIGAZIO (Behandeln des Diffusionssaftes mit 0,4% CaO bei 85° u. Zentrifugieren). (Ind. saccharif. ital. 26. 333—51. Juni 1933.) TAEGENER.

C. A. Fort und **C. F. Walton**, *Die Wirkung der Saftreinigung auf die Qualität von Roh- und Weißzucker*. Rohsäfte einer 17-Roller-Mühle wurden nach verschiedenen Methoden gereinigt u. die einzelnen Bedingungen dabei festgestellt. Die Säfte wurden verkocht u. auf Roh- u. Weißzucker verarbeitet, wobei die Einflüsse der verschiedenen Reinigungsmethoden gemessen wurden. Die Verbesserung der Filtrierbarkeit u. Farbe der Rohzucker variierte zwischen 40—60%, je nach Grad der Schwefelung oder der bei der Defekation verwendeten Menge P₂O₅. Aus Säften von höherer Reinheit ergaben sich Weißzucker von 30—40% besserer Klarheit u. Farbe als aus solchen von niedriger Reinheit. Weißzucker, erzeugt bei Verwendung reichlicher Mengen SO₂, waren 25—40% besser als solche mit nur oberflächlicher Schwefelung. Schwefeln der Säfte bis zu einer Acidität von 3,5—4,0 cem 0,1-n. NaOH vor dem Kalkzusatz

ergab stets die besten Resultate. Die pH-Werte von gereinigten Säften können für die Schwefelung 6,8—7,0 bei Rohzucker u. 6,5—6,8 bei Weißzuckersäften betragen. Die Entfernung der Nichtzuckerstoffe durch SO₂ u. folgende Zugabe von Aktivkohlen vor dem Kalken bewirkt eine wesentliche Verbesserung des Weißzuckers. Die Ausflockung von Nichtzuckerstoffen durch Hitze u. ihre restlose Entfernung durch Absetzenlassen oder Filtration ist ein äußerst wichtiger Faktor bei der Herst. von Weißzucker. (Ind. Engng. Chem. 25. 675—81. Juni 1933.) TAEGENER.

W. F. Alewijn, *Einfache Methode zum Kochen von Nachproduktzuckern*. Die Methode ergibt gleichmäßige, von Feinkorn u. Konglomeraten freie Krystalle. Farbe u. Schleudertfähigkeit sind bedeutend verbessert, u. auch die Kochdauer ist verkürzt. Der Kochapp. wird bis zur Hälfte mit einem Sirup von etwa 67,5° Reinheit gefüllt u. bis zum optimalen Werte der Übersättigung der konz. Melasse eingedickt (Kontrolle durch elektr. Leitfähigkeit). Dann wird mit 50 g gepudertem Granulad (auf 200 hl Sirup) angeimpft. Diese Impfung dient nur als Krystallfuß; der Puderzucker muß unbedingt trocken sein u. darf nicht zu rasch eingezogen werden. Man erhält ein sehr gleichmäßiges Korn, das sich als Krystallfuß für die Herst. von Zucker l. Prod. gut eignet. Am Sinken u. Steigen der Leitfähigkeit kann man die verschiedenen Phasen des Kochprozesses (Reifen des Krystallfußes, Einziehen des „Bewegungswassers“ etc.) genau kontrollieren. (2 Abb.) (Int. Sugar-J. 35. 352—55. Sept. 1933.) TAEGENER.

S. J. Saint, *Krystallisation in Bewegung bei Nachproduktfüllmassen*. Beim Abkühlen von Nachprod.-Füllmassen untersucht Vf. die Faktoren, welche die Krystallisationsgeschwindigkeit beeinflussen, nämlich Temp. u. Übersättigungskoeff. der Mutterlauge. Der Krystallisationsvorgang ist sehr langsam, wenn der Übersättigungskoeff. bei einer Temp. von 68° auf 1,2 sinkt. Bei 70° muß er 1,25 betragen, um eine angemessene Krystallisationsgeschwindigkeit zu sichern. Zur Erhaltung derselben ist bei fallender Temp. u. steigender Viscosität der Mutterlauge eine größere Übersättigung erforderlich. Die Beziehungen zwischen Temp., Übersättigungskoeff., Zuckergh., Trockensubstanzgh. u. Reinheitsquotienten sucht Vf. in Formeln auszudrücken. (Int. Sugar-J. 35. 309—11. Aug. 1933.) TAEGENER.

Gustav Durst, *Lösliche Stärken und ihre Bewertung*. Angaben über die wesentlichsten Eigg. aus verschiedenen Stärken erhaltener Prodd., sowie ihre Herst. durch Kochen von Stärke mit W. unter Druck, Einw. von Säuren, Alkalien, Oxydationsmitteln u. enzymat. Abbau. (Mschr. Text.-Ind. 48. 193—94. 213. Okt. 1933.) SÜVERN.

V. Khainovsky, *Die Anwendung der elektrischen pH-Kontrolle in Zuckerfabriken*. Sehr ausführliche Abhandlung mit zahlreichen Abbildungen. (Arch. Suikerind. Nederl.-Indië 1933. 631—729.) TAEGENER.

E. Parisi, *Fehlerquellen bei der Bestimmung des Zuckers in der Rübe*. Vf. befaßt sich mit der Arbeit von CARBONI u. BORGHI (C. 1933. II. 1611) u. weist ergänzend auf die Bedeutung der N-freien Bestandteile der Rüben u. den Einfluß der Pektinstoffe hin. (Ind. saccarif. ital. 26. 419—22. Juli 1933.) TAEGENER.

Beretning, 154 de, fra Forsøgslaboratoriet. Forsøg og Undersøgelser vedrørende sukkerroeaftald og sukkerroetop som foder til Malkekoer ved V. Steensberg. København: Aug. Bang. 1933. (92 S.) 1.00.

XV. Gärungsgewerbe.

Peter Pusch, *Ein neues Verfahren zur Herstellung von absolutem Alkohol*. Beschreibung des neuen Verf. der I. G. unter Verwendung von Gips als wasserentziehendes Mittel. (Int. Sugar-J. 35. 346—47. Sept. 1933.) TAEGENER.

Hermann Fink, *Klassifizierung von Kulturhefen mit Hilfe des Cytochromspektrums*. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 210. 197—218. Schweizer Brauerei-Rdsch. 43. 199—205. Wschr. Brauerei 49. 313—18. 322—24. München, Wiss. Station für Brauerei.) SCHÖNFELD.

Hermann Fink und Emil Berwald, *Über die Umwandlung des Cytochromspektrums in Bierhefen*. (Vgl. vorst. Ref.) Neue Vers. zeigten, daß untergärrige wie obergärrige Brauereihefen, die das zweibandige Cytochromspektrum aufweisen, durch längere Fortzüchtung unter reichlichem Luftzutritt so verändert werden können, daß sie das vierbandige Spektrum der nach dem Lüftungsverf. hergestellten Preßhefe annehmen. Es treten die vier charakterist. Absorptionsbanden auf, ohne daß aber bisher die Stärke der Spektralanalyse wie bei Bäckerhefen ganz erreicht wurde. Dies dürfte

an der noch mangelnden Vollständigkeit der Aerobiose liegen. — Ein besonderer Unterschied zwischen dem Verh. von obergäriger u. untergäriger Bierhefe in bezug auf die Umwandlung scheint nicht zu existieren. Eine rohrzuckerhaltige synthet. Nährlg. scheint für die Überführung günstiger zu sein als Bierwürze. Die Umwandlung schreitet nicht kontinuierlich von Züchtung zu Züchtung fort, sie wird gelegentlich wieder rückläufig, ist also zufälligen Schwankungen unterworfen. (Biochem. Z. 258. 141—46. Wschr. Brauerei 50. 57—59. 8/2. 1933. München, Wissenschaftl. Station für Brauerei.)

KOBEL.

Niels Nielsen, *Untersuchungen über die Wirkung der Reife auf den Stickstoffgehalt der Hefe*. Das Wachstum der Hefe in Bierwürze u. der Geh. der Hefe an Stickstoffverbb. während des Wachstums wurden untersucht. Für das Wachstum pro Zeiteinheit wurde eine S-förmige Kurve gefunden, dagegen wechselt der Prozentgeh. der Stickstoffverbb. ständig, u. zwar ist er hoch vor dem Wachstumsbeginn, fällt dann sehr schnell, um beim Nachlassen des Wachstums wieder anzusteigen. Demnach scheint die Hefe größere Mengen von Stickstoffverbb. nur während des Wachstumsstillstands zu absorbieren. Jedoch hängt dies nicht von äußeren Bedingungen (Stickstoffmangel), sondern vom inneren Zustand der Hefe ab. (C. R. Trav. Lab. Carlsberg 19. Nr. 16. 11 Seiten. 1933.)

SCHINDLER.

Hermann Kropff, *Über Entstehung der Farbe im Darrmalz*. Durch Verss. stellte Vf. fest, daß zur Dextrinbdg. u. vollständigen Gelbfärbung des Malzkörpers Grünmalz auf etwa 120° erhitzt werden muß. Wird das Malz jedoch geschweift u. der Säure Zeit gelassen, in das Korn einzudringen, so genügt bereits eine Darrtemp. von 70°, um gleiche Gelbfärbung u. Dextrinbdg. zu erreichen. Hieraus zieht Vf. den Schluß, daß der Säuregeh. des Malzes ausschlaggebend für die Zufärbung des Malzes auf der Darre ist. (Wschr. Brauerei 50. 278—79. 2/9. 1933.)

SCHINDLER.

Gottfried Jacob, *Praktische Erfahrungen über modernes Spänen*. Kritik an der Arbeit von NIUS (C. 1933. II. 3495.) (Wschr. Brauerei 50. 285. 9/9. 1933.)

SCHINDLER.

Hermann Fink, *Stellungnahme zu den Ausführungen des Herrn Lr. Erich Nius: „Praktische Erfahrungen über modernes Spänen“*. (Vgl. NIUS, C. 1933. II. 3495.) Polemik. (Wschr. Brauerei 50. 285—86. 9/9. 1933. München, Wissenschaftl. Station f. Brauerei.)

SCHINDLER.

Eckert, *Der gepichte Blattspäner*. Erwiderung auf die Arbeit von HELL (C. 1933. I. 3376; II. 1798.) (Wschr. Brauerei 50. 277—78. 2/9. 1933.)

SCHINDLER.

G. Jakob, *Periodische Spänung*. Eingehende, durch Tabellen erläuterte Verss. geben Aufschluß über den Einfluß des Vergärungszustandes beim Schlauchen u. des Zeitpunktes der Spänegabe. Die Verss. wurden mit den Mammut-Biospänen durchgeführt. Bei der Bottichspänung ist eine zu frühe Spänegabe wirkungslos, ebenso bei stark vergorenen, hefefreien Bieren. Mit einer Wrkg. kann nur gerechnet werden, wenn das Bier noch in kräftiger Nachgärung ist, weswegen eine Spänung am besten in Verb. mit Kräusen Anwendung finden sollte. Nur so wird eine Entlastung des Filters erreicht. Des weiteren wurden Verss. angestellt mit nasser oder trockener Spänung. Trockne Spänung wirkt immer als Stimulans auf Gärungshemmungen. Zum Einbringen der Mammut-Biospäne hat Vf. einen besonderen „Spänerichter“ konstruiert. Dieser App. u. seine Anwendung sind näher beschrieben. (Wschr. Brauerei 50. 339—42. 14/10. 1933.)

SCHINDLER.

W. Hüttinger, *Ein neuer Apparat zur pH-Messung*. An Hand einer schemat. Zeichnung u. von Vergleichsmessungen wird ein neuer, von der Firma Dr. N. GERBERS Co., Leipzig, hergestellter pH-App. beschrieben, der sich durch einfache Handhabung bei vollkommener Genauigkeit auszeichnet. (Wschr. Brauerei 50. 338—39. 14/10. 1933.)

SCHINDLER.

C. von der Heide und H. Mändlen, *Tafeln zur Ermittlung des Alkohol- und Extraktgehaltes des Weines aus den spezifischen Gewichten von Alkohol-Wassermischungen und von Saccharoselösungen bei 20°, bezogen auf Wasser von 4°*. Angaben von Neuberechneten Extrakt- u. A.-Tafeln für D²⁰, der Lsg. (Z. Unters. Lebensmittel 66. 338—41. Sept. 1933. Geisenheim a. Rh., Versuchsstation.)

GROSZFELD.

A. Beythien, *Leitsätze für die Beurteilung von Obstzuckern und Obstzuckersäften*. Begründung u. endgültige Fassung der Leitsätze. (Z. Unters. Lebensmittel 66. 101—13. Juli/Aug. 1933. Dresden.)

GROSZFELD.

Niederländischer Staat, Haag, Niederlande, *Herstellung von Aceton und Butylalkohol durch Vergärung von Kohlehydraten mittels bekannter Bakterien, dad. gek.*

daß Abfallprodukte der Kartoffelmehlfabrikation durch Zugabe von Kalk, Kreide u. dgl. auf einen $p_H = 4,5-6,4$ gebracht werden. 3 weitere Ansprüche. (Poln. P. 16829 vom 15/4. 1929, ausg. 21/11. 1932. Holl. Prior. 16/4. 1928.) HLOCH.

Pfeifer und Langen, A.-G., Deutschland, *Verfahren zur Behandlung von Preßhefen für Bäckerheizewecke*, um ihre enzymat. Aktivität zu erhöhen. Die Hefen werden einer zweiten Gärung mit einem Zusatz von mindestens 5% Maltose unterworfen, wobei ein p_H von 4,8—5,1 u. eine Temp. von 20—27° eingehalten wird. (F. P. 751 602 vom 27/2. 1933, ausg. 7/9. 1933.) SCHINDLER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Fritz Lange). *Verfahren zur Anreicherung der Invertase in Bierhefe*. Die Anreicherung erfolgt durch Umgärung in stark verd. Saccharoselsgg. unter vermindertem Druck (30 mm Hg). so daß die entstehenden Gärungsprodd. ohne Volumänderung des Gärguts beseitigt werden. (D. R. P. 585 992 Kl. 6 a vom 23/7. 1930, ausg. 14/10. 1933.) SCHINDLER.

XVI. Nahrungsmittel. Genußmittel. Futtermittel.

G. Pupilli, *Verbrennungswärme einiger Cerealien unserer Kolonien*. Durch direkte Verbrennung in der Calorimeterbombe wurden folgende Calorienwerte je 100 g festgestellt: Gerste 417, Hirse 454, Eleusine 412, Kolbenhirse 483, Durra 467, Taff (Eragrostis) 446 Cal. (Boll. Soc. ital. Biol. sperim. 6. 437—38. Parma.) GRIMME.

Jennie D. Fisher, *Der Wert von Weichfetten als Mittel zum Mürbemachen von Backwaren*. Mürbigkeit (shortness) ist die Eig., die Kuchen u. Gebäck zart u. leicht zerbrechlich macht, meßbar mit dem Shortometer von BAILEY an der zum Zerbrechen des Gebäckes nötigen Kraft. Nach Verss. an Schmalz, gehärtetem Baumwollsamönl, gehärtetem Schmalz u. einem Gemisch aus Tierstearin u. Pflanzenönl steht der Mürbemachungswert eines Fettes in nahem Zusammenhang mit seinem E. Zur Herst. des Prüfgebäckes (pie crust) dient eine besondere Backvorschrift, über Einzelheiten u. statist. Auswertung der Meßergebnisse nach Häufigkeitskurven vgl. Original. (Ind. Engng. Chem. 25. 1171—73. Okt. 1933. Chicago, Inst. of American Meat Packers.) GD.

W. Macro Seaber, *Barium als normaler Bestandteil von Brasilnüssen*. 17 Proben der Nüsse aus dem Manaos- u. Paragebiet enthielten 0,02—0,31, im Mittel 0,17% Ba, bestimmt als BaCrO₄. Das Ba scheint in den Nüssen als Salz einer organ. Säure, unl. in W., aber l. in Säuren, vorzuliegen. Verss. zu deren Isolierung wurden durch Ggw. von Eiweißstoffen erschwert. Mit Rhodizonsäure ist Ba in den Nüssen u. Mk. direkt nachzuweisen. (Analyst 58. 575—79. Okt. 1933. London, E. C. 3, 79 Mark Lane.) GROSZFELD.

D. H. Rose und J. M. Lutz, *Birnenbeschädigungen durch mit Natriumsilicat imprägnierte Papierverpackung*. Das Verpackungspapier enthielt alkal. reagierendes Na-Silicat, wodurch die Birnen an den Berührungsstellen eine braune Verfärbung angenommen hatten. Nach Neutralisation des Na-Silicats traten die Schädigungen nicht mehr auf. (J. agric. Res. 47. 153—62. 1/8. 1933.) GRIMME.

G. Krumbholz, *Versuche über die enzymatische Klärung von Fruchtsäften*. Bericht über günstig verlaufene prakt. Verss. mit dem Filtrationsenzym Bayer N. (Allg. dtsh. Konserven-Ztg. 20. 567—69 u. 584—85. Dtsch. Destillateur-Ztg. 54. 498. 1933. Wageningen, Lab. v. Tuinbouwplantenteelt.) GROSZFELD.

E. Ebinger, *Spielt die Veränderung der Chlorogensäure im Kaffee eine Rolle? Ideekaffee* ist nicht coffeinfrei, sondern ein vollwertiger Bohnenkaffee, dem weder etwas entzogen noch zugesetzt ist. Seine leichte Bekömmlichkeit ist darauf zurückzuführen, daß durch einen physikal. Umsetzungsprozeß die nachteilig wirkende *Chlorogensäure* des Kaffees in *Kaffee-* u. *Chinasäure* gespalten ist. Verss. des Vf. bei Nervösen, speziell bei Neurasthenikern, Chlorotikern u. bei solchen, die an Erschöpfungszuständen geistiger oder körperlicher Art litten, sowie bei Personen, die an Herz-, Gallenleiden oder Magenstörungen erkrankt waren, haben gezeigt, daß Ideekaffee in allen Fällen ein ausgezeichnetes Genußmittel darstellt. Außerdem haben die Unterss. ergeben, daß es keine coffeinempfindlichen Personen, sondern lediglich kaffeempfindliche gibt, eben weil die Bekömmlichkeit des Kaffees nicht oder nur wenig von seinem Coffeingeh. in erster Linie aber von dem Zusammenwirken der Chlorogensäure mit anderen Bestandteilen abhängt. (Pharmaz. Zentralhalle Deutschland 73. 84—86. 1932. Baden-Baden.) KOBEL.

N. J. Gawrilow und A. W. Koperina, *Untersuchungen auf dem Gebiete der Tabakchemie*. IV. *Zur Methodik der Tabakrauchanalyse*. (III. vgl. C. 1930. I. 605.) 20 g

Tabak werden in eine Pyrexglasretorte von 180—200 cem gebracht. Der Tubus wird mit einem Korken verschlossen, durch den ein Rohr mit verjüngtem Ende gezogen wird; das Ende reicht bis zum Boden. Die Retorte wird mit dem Adsorptionsapp. vereinigt, bestehend aus 3 Vorlagen mit $\frac{1}{10}$ -n. H_2SO_4 u. eingetauchten Gasfiltern. Durch das Rohr wird dann Luft durchgesaugt u. die Retorte bis zum Glimmen des Tabaks erhitzt. Das weitere Glimmen des Tabaks wird durch den Luftstrom unterhalten. (Biochem. Z. 231. 25—32. Moskau, Univ.) SCHÖNFELD.

N. J. Gawrilow und E. I. Ginsburg, *Untersuchungen auf dem Gebiete der Tabakchemie*. VI. Mitt. *Über die Kolloide, die die Wasserkapazität des Tabaks verursachen*. Die Wasserkapazität des Tabaks hängt hauptsächlich von Stoffen ab, die bei 75° durch W. gel. werden, u. wird einigermaßen durch die Wasserkapazität der Cellulose verursacht. Die Behandlung mit Bzl. u. Chlf. führt nicht zur Abnahme der Wasserkapazität, sondern vergrößert sie teilweise, was wahrscheinlich mit der Entfernung von Harzstoffen, die die Diffusion des W. in die Blattiefe verhindern, in Zusammenhang steht. Die Methode von DUMANSKI (J. Zuckerind. [russ.: Shurnal ssacharnoi Promyslennosti] 5 [1931]. 35) erlaubt nicht, die in dem wss. Tabakauszug befindlichen Koll. quantitativ zu bestimmen. (Biochem. Z. 254. 286—91. 1932. Moskau, Univ. u. wissenschaftl. Labor. des Sojstakab.) KOBEL.

A. W. Koperina, *Untersuchungen auf dem Gebiete der Tabakchemie*. VII. *Die Harze des Tabakrauches*. (VI. vgl. vorst. Ref.) Der Gesamtgeh. der in verd. H_2SO_4 unl. Harze des Tabakrauches schwankt zwischen 6 u. 7%. Bessere Tabaksorten enthalten mehr Harze. Die Versäufungszahl gibt keine Anhaltspunkte zur Beurteilung der Qualität. Bessere Tabaksorten geben größere Jod- u. Substitutionszahlen als geringere. Der N-Geh. der Harze ist größer bei schlechten Tabaksorten. (Biochem. Z. 256. 134—44. 7/12. 1932. Moskau, Wissenschaftl. Labor. des Sojstakab.) KOBEL.

Fr. H. Schmidt, *Aus der Praxis der dänischen und holländischen Butterherstellung*. Bericht über prakt. Erfahrungen in Dänemark u. Holland. Über Einzelheiten vgl. Original. (Milchwirtschaftl. Zbl. 62. 275—79. Okt. 1933.) GROSZFELD.

W. Mohr, *Die Technik der Butterherstellung*. Anschauliche Schilderung der neuzeitlichen Butterherst., im einzelnen Vorbereitung u. Reinigung der angelieferten Milch, Verhütung schädlicher Einflüsse dabei, Säuerung des Rahms, Butterungsvorgang, Angaben über Einfluß von Butterungstemp., Butterungen an Vollmilch- u. Rahmproben mit verschiedenem Fettgeh., Zusammenhang zwischen Waschwassertemp. u. Bröckeligkeit der Winterbutter, Konsistenz von Sommerbutter u. beider Festigkeit. Ferner Faktoren, die den Mindest-W.-Geh. der fertigen Butter beeinflussen, Nomogramm für W.-Best. in Butter je nach Einwaage u. Trocknungsverlust, Schema einer Betriebskontrolle für Buttereie. (Z. Unters. Lebensmittel 66. 37—48. Juli/Aug. 1933. Kiel.) Gd.

W. L. Davies, *Diacetyl in Butter*. Bldg., Eigg., Menge u. Nachweis des Diacetyls. (Food Manuf. 8. 346—48. Okt. 1933.) GROSZFELD.

E. Iselin, *Zur Methodik der Mikrostickstoffbestimmung, mit besonderer Berücksichtigung der Nahrungs- und Genußmittel*. Beschreibung einer leicht ohne große Hilfsmittel ausführbaren Methode. Besprechung der verschiedenen Anwendungsmöglichkeiten auf verschiedene Lebensmittel. Die Mikromethode eignet sich besonders zur raschen Orientierung oder Kontrolle des N-Geh., u. wenn wenig Substanz vorliegt. Für eine Genauigkeit auf 0,1% bei N-reichen Stoffen, die eine passende Verdünnung nicht erlauben, ist die Makromethode vorzuziehen. (Mitt. Lebensmittelunters. Hyg. 24. 263—73. 1933. Basel, Kantonchemiker.) GROSZFELD.

J. Bulif, *Bestimmung der überschüssigen Alkalität in Backpulvern*. Es wird auf Mängel der verschiedentlich vorgeschlagenen Methoden hingewiesen. Die Anwendbarkeit der Titrationsmethode u. Änderung der Vorschrift (nach GRÜNHUT) für Pulver mit Orthophosphaten wird besprochen. Die Titrationsmethode von STOLLENWERK u. BÄUERLE (C. 1929. II. 73) für Pyrophosphate u. Gemische von Pyro- u. Orthophosphaten eignet sich nicht für Backpulver, welche diese Verbb. enthalten. (Chem. Listy Vědu Průmysl 27. 241—45. 10/6. 1933.) MAUTNER.

Fr. Härtel, *Vereinheitlichung von Untersuchungsmethoden für Kakaoverzeugnisse*. Vorschläge für Kakaomasse, -pulver, -butter, Schokolade u. Pralinen. (Z. Unters. Lebensmittel 66. 251—53. Juli/Aug. 1933. Leipzig.) GROSZFELD.

J. Gangl, *Die Untersuchung des Einlegeöles von Fischkonserven*. Für die Unters. wird folgender Arbeitsgang vorgeschlagen: Best. des Gewichtsverhältnisses zwischen Fischen u. Öl; Best. der Refraktometerzahl u. JZ. des Einlegeöles; Vorprüfung auf Erdnußöl, qualitative Prüfung auf Sesamöl u. Baumwollsaamenöl nach BAUDOUIN u. SOLTSIEN

bzw. HALPHEN. Bei positivem Ausfall der Prüfung auf Erdnußöl Isolierung u. quantitative Best. der Arachinsäure u. Lignocerinsäure; Best. der Oktobromidzahl. Auch die Abscheidung u. Identifizierung des Sterins kann herangezogen werden. Nach der Methode läßt sich bestimmen, ob Olivenöl oder Erdnußöl als Einlegeöl verwendet wurde, auch dann, wenn das Einlegeöl mit Tran gestreckt wurde. (Österr. Chemiker-Ztg. 36. 149—53. 1/10. 1933.)

HLOCH.

K. Braunsdorf und **H. Brinckmeier**, *Über Eieruntersuchungsmethoden*. Krit. Überblick über die verschiedenen Untersuchungsverf. u. Untersuchungsergebnisse (Tabelle) von Handelseiern. Zur Feststellung des Frischezustandes oder Alters sind die verschiedensten Methoden gemeinsam auszuwerten. Besonders wichtig sind Durchleuchtungsprobe u. Unters. von Eidotter u. Eiklar beim geöffneten Ei. (Z. Unters. Lebensmittel 66. 301—14. Sept. 1933. Magdeburg.)

GROSZFIELD.

P. Weinstein, *Gefrierpunktbestimmung bei Eiern von Huhn und Ente*. Die Best. des Gefrierpunktes im Dotter ist durch die Erstarrung des Eieröls etwas erschwert, was durch Verwendung eines Glasrührers u. andere prakt. Maßnahmen überwunden wird. Bei Einsetzung einer molaren Gefrierpunktniedrigung (Δ) von W. zu 1,90 betrug bei 7 frischen Eiern die für Eiklar 0,442—0,465° (Mittel 0,453°), für Eidotter 0,585 bis 0,617° (0,601°). Bei Mischung mit NaCl-Lsg. (0,9 g + 100 ccm W.) 1:1 u. 1:2 liefert Eiklar fast die theoret. berechneten Δ , Eidotter etwas niedrigere. Die Δ des Dotters entspricht bei Ente, Pute u. Huhn ungefähr der des Blutserums. Die Gefrierpunktdifferenz zwischen Dotter u. Eiklar nimmt beim Altern der Eier ab u. ist für die Altersbeurteilung verwendbar. Bei Trinkei u. vollfrischem Ei liegt sie (ausgedrückt in 100 Δ) über 14, für Mischung des Dotters mit NaCl-Lsg. 2:1 über 10. Abfallen der Differenz zwischen Dotter u. Eiklar wurde beobachtet für Ei in Luft nach 8 Wochen auf 7,0, in Garantol u. Luft auf 5,7, in Wasserglas auf 6,5. Bei in Kalk u. Wasserglas konservierten Eiern liegen die beiden Kennzahlen schon nach 4 Wochen unter 10. D. u. Δ stehen dabei in umgekehrtem Verhältnis. Bei Kühlhausciern ist Parallelität zwischen D. u. Δ typ. Die dem Δ des Blutes entsprechenden Δ -Werte beim frischen Dotter führt Vf. auf dessen biol. Funktion zurück. (Z. Unters. Lebensmittel 66. 48—57. Juli/Aug. 1933. Bochum.)

GROSZFIELD.

John F. Jelke Co., übert. von: **Daniel A. Farrell**, Chicago, *Für Überzüge und Füllungen von Keksen und Pasteten geeignete Masse*. Man suspendiert eine Kakao enthaltende M. in einem genießbaren Fett, z. B. Cocosnußöl, unter Anwendung eines Emulsionsmittels, z. B. Na-Monostearoylglycerinsulfoacetat von der Formel: $C_{17}H_{35}-COO-CH_2-CH(OH)-CH_2-OOC-CH_2-SO_3Na$. (A. P. 1 925 876 vom 23/11. 1932, ausg. 5/9. 1933.)

SCHÜTZ.

Paul Lindner, Danzig-Oliva, *Konservieren von Puddingpulver*. Man bringt das Pulver in eine luftdichte, aus Gelatine u. einem Geschmacksmittel bestehende Kapsel von solcher Wandstärke, daß sich die Kapsel beim Kochen löst u. den Geschmacksstoff erst dann abgibt, nachdem das Pulver genügend erhitzt ist. (A. P. 1 925 765 vom 29/1. 1930, ausg. 5/9. 1933. D. Prior. 20/2. 1929.)

SCHÜTZ.

Camille Groll, Frankreich, und **Édouard Stirnimann**, Schweiz, *Vitaminhaltiges Nährmittel*. Man setzt zu frischer kondensierter Milch u. dgl. sterilisierte vitaminreiche, besonders Vitamin C enthaltende, Pflanzen, z. B. Kressen. Die Pflanzen werden dadurch steril gemacht, daß man ihre sterilen Samen auf einer sterilen Adsorptionsmasse, z. B. Filz, Sägespäne o. dgl. aussät, die M. mit sterilem W. benetzt u. in Berührung mit steriler Luft wachsen läßt. (F. P. 749 742 vom 20/4. 1932, ausg. 28/7. 1933.)

SCHÜTZ.

Commanditaire Vennootschap onder de Firma P. H. Kaars Sijpsteijn, Holland, *Futtermittel*. Das Mittel besteht aus 860 kg Flachsmehl, 30 kg $Ca_3(PO_4)_2$, 15 kg Seesalz u. 6 kg kolloidalem Fe_2O_3 (enthält etwa 66% Fe_2O_3). (F. P. 749 595 vom 26/1. 1933, ausg. 26/7. 1933. Holl. Prior. 29/1. 1932.)

SCHÜTZ.

Ernst Häberli, Mauren b. Bürglen, Schweiz, *Kraftfutter, insbesondere für Geflügel*. Man setzt Casein mit einer Ca-Verb. um u. vermischt das erhaltene Caseincalcium mit tier. oder pflanzlichen Futterstoffen, z. B. Fleisch-, Fischmehl bzw. Körnerfrüchten. Das Casein kann durch Säuerung von Magermilch erhalten werden. (Schweiz. P. 161 808 vom 17/3. 1933, ausg. 1/7. 1933.)

SCHÜTZ.

Kamao Yamamoto, Tokio, *Futtermittel für Geflügel*. Man versetzt das übliche Futter mit einer geeigneten Menge Fe-Silicat in Gelform. Das Mittel soll besonders der Rückenpflege dienen. (A. P. 1 922 919 vom 5/11. 1930, ausg. 15/8. 1933.)

SCHÜTZ.

- [russ.] **Wl. Natuss-Andrejew**, Technologie des Blutes. Band I. (Teil I: Biochemie u. chem. Produktionskontrolle; Teil II: Methoden der Blutverarbeitung.) Moskau-Leningrad: Snahtechisdat 1933. (208 S.) Rbl. 3.90.
- [russ.] **Felix Stanislawowitsch Okolow** und **F. E. Budagjan**, Praktische Verfahren zur Untersuchung von Nahrungsmitteln. Moskau-Leningrad: Snahtechisdat 1933. (IV. 220 S.) Rbl. 4.20.

XVII. Fette. Wachse. Wasch- u. Reinigungsmittel.

S. Lancefield, Lösungsmittelextraktion von Fischen und tierischen Abfällen. Schilderung der Anlagen. (Ind. Chemist chem. Manufacturer 9. 122—25. 1933.) SCHÖNFELD.

Rolando Cultrera, Über die Zusammensetzung des Tomatensamenöles. Die Samenanalyse ergab 7,50% W. u. in der Trockensubstanz 26,30% Öl, 30,35% Protein u. 5,51% Asche, das gelbbraune, angenehm riechende u. schmeckende Öl hatte $D_{20}^{25} = 0,92065$, $n_D^{25} = 68^\circ$, E. 20,8, SZ. 31,9, VZ. 193,2, R.M.Z. 0,33, Polenske-Zahl 0,45, JZ. 119,2, absol. JZ. 148,0, Hehner-Zahl 95,7, Acetylzahl 177,8, Acetyl-V. Z. 235,0, Acetylzahl der Fettsäuren 57,2, Tortelli-Zahl 79,5°, Unverseifbares 7,26%, fl. Fettsäure 76,04%, desgleichen feste 15,20%. BELLERSche Rk. sofort grünbraun, später rot; HAUCHECORNES Rk. sofort olivgrün, später orangerot, HEIDENREICHS Rk. gelborange. Vitamin D, B u. C ließen sich nicht nachweisen. (Ind. ital. Conserve aliment. 8. 245 bis 247. Okt. 1933. Parma.) GRIMME.

Herbert Hawley, Die Bestimmung der Jodzahlen nach dem Pyridinsulfatbromidverfahren. Das Verf. von ROSENMUND u. KUHNHENN (vgl. C. 1924. I. 836) lieferte mit verschiedenen Ölen im Doppelvers. übereinstimmende, in weitem Maße von Zeit u. Konz. unabhängige JZZ., aber niedriger als nach WIJS, MARGOSCHES u. HÜBL. (Analyst 58. 601. Okt. 1933. Guindy, King Inst.) GROSZFELD.

Herm. Mohler und **Hans Benz**, Die Farbenreaktionen des Mandelöles und des Aprikosenkernöls. An Aprikosenkernöl in Mandelöl waren nachweisbar nach BELLIER 40, KREIS 20, BLEBER 20, D.A.B. 50, mit HNO_3 (D. 1,4) 30%. Durch folgende Arbeitsweise wird der Nachweis mit HNO_3 bis zu 5% Aprikosenkernöl verschärft: In ein 15 mm weites Reagenrohr gibt man 4 Tropfen Öl zu 4 Tropfen $CHCl_3$, schüttelt durch u. läßt in Zeitabständen von etwa 10 Sek. 2 Tropfen rauchende HNO_3 die Reagenswand entlang zufließen, wobei man nach jedem Tropfen umschüttelt. Aprikosenkernöl färbt sich sofort tief blutrot, nach einiger Zeit in Braunrot umschlagend, bei 5% noch leuchtendrot, Mandelöl hell rotbraun, Pfirsichkernöl ebenfalls rot. Beobachtung nach 15 Min. (Z. analyt. Chem. 94. 184—88. 22/8. 1933. Zürich, Chem. Lab. der Stadt.) GD.

Imperial Chemical Industries Ltd., London (Erfinder: **William Stansfield Calcott**, **William Alexander Douglass**, New Jersey, und **Herbert Warren Walker**, Delaware), Verfahren zur Verhinderung der Selbstoxydation von fetten Ölen, Fetten und Seifen durch Zusatz einer hydroxylierten Diarylverb., z. B. *Oxydiphenyl*, *Dioxydiphenyl*, *Oxydinaphthyl* u. *Oxyphenylnaphthyl*, als Antioxydationsmittel in Mengen von 0,001—0,1%. Als Fettsubstanzen sind genannt Schmalz, pflanzliche Öle, z. B. Cocosnußöl, u. Olivenölseife. (Aust. P. 28 878/1930 vom 8/9. 1930, ausg. 21/5. 1931. A. Prior. 10/9. 1929.) M. F. MÜLLER.

Louis Blumer, Zwickau, Sa., Verfahren zur Herstellung von Standölen durch Erhitzen fetter Öle. 1. dad. gek., daß als Katalysatoren halogenierte organ. Verb. zugefügt werden. — 2. dad. gek., daß chlorierte fette Öle selbst Verwendung finden. (D. R. P. 585 187 Kl. 22h vom 30/5. 1929, ausg. 29/9. 1933.) ENGEROFF.

E. K. Pond Comp., übert. von: **Leo C. Brown**, Chicago, Erdnußbutter. Zur Vermeidung der Trennung von Erdnußbutter in Öl u. Festbestandteile, u. um eine bessere Vermischung mit dem Speichel beim Genuß zu erreichen, wird der in üblicher Weise hergestellte Erdnußbutter ein Mono- oder Diglycerid einer Fettsäure in Mengen von 1—5%, es können bis 10% verwendet werden, zugesetzt. (A. P. 1 926 369 vom 17/6. 1932, ausg. 12/9. 1933.) JÜLICHER.

Grigoriy S. Petrow, **Alexander J. Danilowitsch** und **Abram U. Robinsonvitch**, Moskau, Verfahren zur Gewinnung von Säuren aus Naphthakohlenwasserstoffen durch Oxydation derselben mit Luftsauerstoff in Ggw. von öllöslichen naphthensauren Metallsalzen als Katalysator, dad. gek., daß 1. als Katalysator ein öllösliches Gemisch von freien Naphthensäuren u. naphthensaurem Ca oder Ba oder Mg verwendet u. die Oxydation bei einer Temp. von zweckmäßig nicht über 125° vorgenommen wird,

2. solche Naphthensäuren verwendet werden, die auf an sich bekannte Weise aus Naphthanaturdestillaten gewonnen werden, 3. das Katalysatormischung in geeigneten Lösungsm., z. B. arom. Stoffen, Terpenen, Naphthaöl o. dgl. kolloidal gel. wird, 4. die Salze der Naphthensäure in einer Menge von 0,05—0,5% u. die freien Naphthensäuren in einer Menge von 0,1—3%, berechnet auf die zu behandelnde Ölmenge, verwendet werden, 5. zur Oxydation getrocknete Luft verwendet wird. Die erhaltenen Säuren werden zur Herst. von Seifen verwandt. (D. R. P. 584 110 Kl. 12o vom 12/6. 1930, ausg. 20/9. 1933. Russ. Prior. 13/9. 1929.)

Richard Vitek, Zürich, *Handreinigungskrem.* Man setzt einem Gemisch von *Glycerin*, *KOH* u. A. eine Mischung von *Stearin* u. *Mineralöl* zu u. verrührt das Ganze solange, bis das *Rk.-Prod.* salbenartige Konsistenz angenommen hat. (Schwz. P. 161 053 vom 1/6. 1932, ausg. 1/7. 1933.)

Albert Charles Berryman, Walkerville, Ontario, Canada, *Mittel zum Entfernen von Ruß*, bestehend aus 285 (Pfd.) NaCl, 14 Zn-Pulver, 6 Hartkohlenpulver u. 3½ Holzkohlenpulver. (Can. P. 305 971 vom 28/1. 1930, ausg. 25/11. 1930.) M. F. MÜLLER.

XVIII. Faser- und Spinnstoffe. Holz. Papier. Cellulose. Kunststoffe.

Ernst Schlenker, *Glycerin-Phthalsäureharze in der Textilindustrie.* (Vgl. C. 1933. II. 138.) Die Alkydharze wurden zuerst durch Zusammenschmelzen von Phthalsäureanhydrid oder anderen zweibas. Säuren mit Glycerin hergestellt, Abänderungen der Eigg. sind durch Mitverwendung von Fettsäuren, Estern u. Äthern erzielt worden. Es sind Prodd. erhalten worden, die nicht nur in vielen organ. Lösungsm., sondern auch in W. l. sind u. ohne den Harzcharakter zu verlieren, seifenähnliche Eigg. haben. Die Alkydharze, deren sehr helle Farbe vorteilhaft ist, können zur Erhöhung der Festigkeit des Kunstseidfadens, zur Verhinderung des Kräuselns, Faltns, Einschrumpfens usw. dienen. (Msch. Text.-Ind. 48. 173—74. 193. Sept. 1933.) SÜVERN.

—, *Die Grundlagen der Mercerisation.* Allgemeines über *Mercerisation*; als wichtig werden erörtert: Durchdringung des Mercerisationsgutes durch die Lauge, Konz. des Alkalis, Temp. der Lauge, Art der Schrumpfung der Ware, Streckung der Ware nach der Schrumpfung, Waschprozeß u. Zeit der Laugeneinw. (Text. Recorder 51. Nr. 606. 52—53. Nr. 607. 47—48. 15/10. 1933.)

W. Gierisch, *Neue Arbeiten des Instituts für Pflanzenchemie und Holzforschung Dresden-Tharandt.* Bericht über die Ergebnisse der in den letzten Jahren in genanntem Institut ausgeführten Forschungsarbeiten, die teils Probleme der rein wissenschaftlichen, teils der angewandten Holz- bzw. Pflanzenchemie behandeln bzw. dem Schutz der Holzherzeugung gegenüber Rauchschäden, pflanzlichen u. tier. Schädlingen dienen. (Dtsch. Forst-Ztg. 48. 917—20. 27/10. 1933. Sep.)

Erik Hägglund, *Die neuere Entwicklung des Holzverzuckerungsverfahrens Hägglund-Bergius (Rheinaprozeß).* Gesamtübersicht des in Mannheim-Rheinau durchgeführten HCl-Verzuckerungsverf. mit Schaubildern u. Abbildungen. (Tekn. Tidskr. 63. Nr. 36. Kemi 65—72. 9/9. 1933.)

Ivar Lundbäck, *Über Holzfaserplatten, ihre Herstellung, Eigenschaften und Anwendung.* Vortrag: Beschreibung des bei der Tretextfabrik, Örnköldsvik, angewandten Verf. zur Herst., Trocknung u. Imprägnierung von Holzfaserplatten für Bauzwecke. (Tekn. Tidskr. 63. Nr. 41. Kemi. 73—80. Okt. 1933.)

Harold W. Bialkowsky, *Ein Beitrag zur Kenntnis der Harzleimung.* Vf. hat den Grad der Hydrolyse gemessen, dem neutraler Harzleim unter prakt. Verhältnissen erleidet. Zur Messung der Hydrolyse bediente er sich der Methode, die Mc BAIN (J. Soc. chem. Ind., Chem. & Ind. 37 [1918]. 249 T) für Seife ausgearbeitet hat. Die Resultate waren in guter Übereinstimmung mit denen, die durch Messung der elektr. Leitfähigkeit erhalten wurden. Es zeigte sich, daß eine Na-Abietatlgg. von n/100 nur zu 0,5% eine von n/300 zu 4,3% hydrolysiert ist, daß also der weitaus größte Teil des Harzleimes als Na-Abietat anwesend ist. Zellstoffasern haben die Neigung, die Alkalität von schwachen Alkalilsgg. u. demgemäß auch von Harzleimlsgg. herabzusetzen. Durch die Verarmung der Lsg. an Alkali tritt Hydrolyse des Harzleimes ein u. das gebildete Freiharz wird von der Faser adsorbiert. Diese Rkk. sind für verschiedene Zellstoffe verschieden: je reiner der Stoff, um so geringer die Alkaliabspaltung u. die Harzanlagerung. Dies steht in engstem Zusammenhang mit der prakt. Leimbarkeit: Lumpen u. α -Cellulose leimen sich schwerer als gebleichter Sulfitstoff, dieser

schwerer als ungebleichter. Das voraussichtliche Verh. eines Stoffes bei der Leimung kann aus dem Maß entnommen werden, in dem er Alkali aus verd. Alkalilsgg. aufnimmt. (Paper Trade J. **97**. Nr. 13. 29—46. 28/9. 1933.) FRIEDEMANN.

W. A. Chilson, F. A. Simmonds, P. K. Baird und C. E. Curran, *Einfluß von Stofftemperatur und Wasserstoffionenkonzentration auf ein Kraftpapier, das mit einer Spezialstärke geleimt war*. Zu den Verss. wurde ein schwed. Kraftzellstoff u. eine besonders präparierte Maisstärke, „Special Gum“ der CLINTON CORN SYRUP REFINING COMPANY, Clinton, Iowa, verwandt. Es ergab sich, daß durch den Stärkezusatz die Berstfestigkeit um 12—26% zunahm, wenn $p_H = 5,5$ u. die Temp. 75° F war. Die Reißfestigkeit nahm um rund 14% bei $p_H = 4,5$ —5,5 u. Temp. von 65—75° F zu. Bei p_H von 4,5 u. 5,5 u. Temp. von 65 u. 75° F nahm die Einreißfestigkeit (tear) nur wenig zu. Auf die W.-Festigkeit u. die Luftdurchlässigkeit hatte die Stärkeleimung keinen Einfluß. (Paper Trade J. **97**. Nr. 14. 39—43. 2/10. 1933.) FRIEDEMANN.

A. Basberg, *Die Einwirkung der Feuchtigkeit und der Temperatur auf die Festigkeits- und Elastizitätsverhältnisse im Papier*. Vortrag. Vf. berichtet über früher durchgeführte Verss. mit ungeleimtem Papier zur Erforschung der Bedingungen u. Ursachen der Festigkeit des Papiers. Er fand, daß die Festigkeit bei Temp.-Erhöhung bis zu 50° steigt, um bei weiterer Erhitzung abzusinken. Ferner zeigte sich ein Festigkeitsmaximum bei einer Feuchtigkeit zwischen 1—2%, wenn die Temp. auf 20° konstant gehalten wird. Vf. beschreibt die Best. der permanenten Verlängerung, „slipp“ bezeichnet, welche wahrscheinlich hervorgerufen wird durch Gleitung zwischen den Fasern bzw. Mizellen. Die Differenz zwischen der totalen u. permanenten ergibt die elast. Verlängerung des Papieres. Zahlreiche Kurven u. Tabellen veranschaulichen die erhaltenen Resultate. Vf. diskutiert auf Grund letzterer seine theoret. Anschauungen über Blattbildg. u. Festigkeit. (Papir-Journalen **21**. 103—05. 114—17. 123—26. 136 bis 139. 11/8. 1933. Torp Burg.) E. MAYER.

Royal H. Rasch, Merle B. Shaw und George W. Bicking, *Studie über einige Faktoren, welche Festigkeit und Stabilität von Versuchspapieren beeinflussen, die aus zwei verschiedenen Sulfitzellstoffen hergestellt waren*. In Fortsetzung früherer Arbeiten (C. **1932**. I. 2655) haben Vf. zwei verschiedene Sulfitstoffe auf ihre Eignung für Banknotenpapiere gemäß den Standards der TAPPI untersucht. Die Stoffe wurden 4 bzw. 5 Stdn. im Holländer gemahlen u. dann leicht in der Jordanmühle nachbehandelt. Die Festigkeit der aus den Stoffen erzeugten Papiere entsprach den Vorschriften, nicht aber ihre Haltbarkeit beim Alterungsschnelltest (72 Stdn. bei 100°). Dies Verh. stand im Einklang mit ihrer nur mäßigen chem. Reinheit. (α -Cellulose 83,5 bzw. 79,5%; Cu-Zahl 3,08 bzw. 3,34.) Die bei der Leimung verwandte Harzmenge beeinflusste die Stabilität nur wenig, wohl aber war ein richtiger p_H (5,0) von sehr günstiger Wrkg. Oberflächenleimung mit Leim oder Gelatine verbesserte die Reißfestigkeit, verschlechterte aber die Einreißfestigkeit; die Stabilität wurde etwas verbessert. Zur Erzielung guter Stabilität muß der Alaunzusatz an der untersten möglichen Grenze bleiben. Erhebliche Besserung der Falzzahl wird durch die Oberflächenleimung nicht erreicht. (Bur. Standards J. Res. **11**. 7—23. Juli 1933.) FRIEDEMANN.

Zentaro Kawata, *Das Weglassen des Spannungstrocknens*. Der wirtschaftlich vorteilhafte Fortfall der 1. Trocknung der Viscoseseidenfäden vor der Entschwefelung u. weiteren Nachbehandlung beeinflusst die Fadenlänge nicht, schädigt den Glanz ein wenig u. verbessert etwas Griff, Festigkeit, Dehnung u. Farbstoffaufnahmefähigkeit. (Cellulose Ind. **9**. 33. Sept. 1933. [Orig.: japan. Ausz.: engl.]) KRÜGER.

L. Harris und E. A. Johnson, *Die Herstellung fester Celluloseacetatfilme*. Das Auftropfen von Celluloseacetat- oder -nitratlsgg. auf W. oder Hg gibt mechan. wenig widerstandsfähige Filme. — Dickere Filme (10^{-3} cm) lassen sich durch Spreiten einer Lsg. von Celluloseacetat in Amylacetat auf eine Glasplatte, die zuvor mit einer 5%ig. Lsg. von Paraffin in CCl_4 bedeckt ist, herstellen. — Dünne Filme werden durch Aufgießen von Celluloseacetatlsgg. in Mesityloxyd, Methyl- oder Äthylacetat auf W. hergestellt. Diese Lösungsm. wurden wegen ihrer geringen W.-Löslichkeit gewählt. Dadurch wird vermieden, daß W. in die Cellulose lsg. gelangt, dabei Celluloseacetat ausfällt, wodurch der Film trübe u. wenig fest wird. Mesityloxydlsgg. geben die festesten Filme. Infolge der geringen Löslichkeit von Celluloseacetat in Mesityloxyd lassen sich so nur Filme von $< 10^{-6}$ cm Dicke herstellen. Mit Methyl- oder Äthylacetatlsgg. werden gleichmäßige Filme erhalten, wenn die Lsgg. auf W. von 0° aufgegossen werden. Durch Zusatz von Santol oder Glyptal zu der Cellulose lsg. werden die Filme noch fester gemacht. — Filme von 10^{-4} cm Dicke halten einen Druckunter-

schied von 1 at aus u. sind vakuumdicht. (Rev. sci. Instruments [N. S.] 4. 454—55. Aug. 1933. Mass. Inst. of Technology.)

LORENZ.

Johann Eggert, *Viscosefolienkleinbetrieb*. (Vgl. C. 1933. II. 472.) Für die Herst. von Viscosefolien im Kleinbetrieb, die entgegen der bisher verbreiteten Meinung als rentabel bezeichnet wird, werden Angaben gemacht. (Kunststoffe 23. 229—31. Okt. 1933. Berlin-Karlshorst.)

SÜVERN.

Edmund Grünsteidl, *Eine neue Methode für die Untersuchung von Leinen und Baumwollgeweben*. Die Methode beruht auf der Einführung eines *Fluorophors*, d. h. einer Substanz, die die Fluorescenz erheblich verstärkt. Als solche ist *Chinosol* geeignet, das überdies den Vorteil hat, von Leinen viel stärker adsorbiert zu werden als von Baumwolle. Zur Ausführung der Methode trinkt man das Gewebe mit einer 5 $\frac{0}{10}$ ig. Chinosollsg., wäscht gut u. trinkt dann mit 5 $\frac{0}{10}$ ig. Na₂CO₃-Lsg. Im *filtrierten Ultravioletlicht* leuchtet das Leinen hell kanariengelb, während die Baumwolle dunkelviolett ist. Noch besser wird der Effekt, wenn man nach der Sodabehandlung nochmals wäscht u. mit ZnSO₄ behandelt, da das Zn-Salz noch stärker wirkt als das K-Salz. Mercerisierte Baumwolle verhält sich nicht anders als gewöhnliche. (Faserforsch. 10. 215—17. 6/10. 1933.)

FRIEDEMANN.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von Hilfsprodukten für die Textilbereitung usw.*, indem man auf *Glycid organ. Verb.* einwirken läßt, die eine oder mehrere *Oxy-* u./oder *Carboxyl-* u./oder *Amino-* u./oder *Carbonamid* u./oder *Sulfonamidgruppen* enthalten, soweit diese Verb. noch freie reaktionsfähige Wasserstoffatome besitzen u. gegebenenfalls die erhaltenen Prodd. noch veräthert oder acyliert. Die Prodd. sollen außer in der Textilindustrie auch in der Leder-, Kautschuk-, Lack- u. Papierindustrie, sowie auch in der pharmazeut. u. kosmet. Industrie Verwendung finden. Als Ausgangsmaterialien kommen in Betracht einfache oder mehrwertige *Oxyverb.*, wie *Butyl-, Dodecyl-, Octadecyl-* oder *Oleylalkohol*, *Ricinusöl*, *Glycerin*, *Sorbit*, *Stärke*, *Phenole*, *Kresole*, *Xylenole*, *Naphthole*, *Dioxyphenole*, *Salicylsäureester* usw. Als ein- u. mehrwertige Amine werden genannt *Butylamin*, *Octadecylamin*, *Benzylamin*, *Hexahydroanilin*, *Dibutylamin*, *Cyclohexyläthylamin* u. a. Als in Betracht kommende Carbonsäuren wird eine Anzahl von Säuren der Fett- u. der Aromat. Reihe namhaft gemacht, ferner werden auch Carbon- u. Sulfonsäureamide aufgeführt. — In einem Ausführungsbeispiel werden 74 Gewichtsteile *Isobutylalkohol* u. 1 Teil NaOH (33 $\frac{0}{10}$ ig.) unter Rückflußkühlung zum Sieden erhitzt. Man fügt hierzu langsam 148 Gewichtsteile *Glycid*. Es entsteht ein viscoses, schwach gelb gefärbtes Öl. Nachdem man zu der Reaktionsmischung noch einmal 148 Gewichtsteile *Glycid* gegeben hat, erhält man ein höher viscoses Prod. Die so gewonnenen Prodd. eignen sich als Zusatz zu Mercerisierlaugen. In weiteren Beispielen werden umgesetzt: *Undecylamin*, *Leinölfettsäuren*, *Cocosfettsäureoxyäthylamid*. (F. P. 751 744 vom 2/3. 1933, aug. 8/9. 1933. D. Prior. 2/3. 1932.)

GANTE.

Johann Georg Kästner, Frankfurt a. M., *Verfahren zum Schmelzen von Textilfasern jeder Art* nach D. R. P. 553047, 1. dad. gek., daß man insbesondere *Baumwolle* oder solche enthaltendes Fasergut behandelt u. hierzu solche Sude, Abkochungen oder Extrakte, denen man hygroskop. Mittel, wie MgSO₄ oder *Glycerin*, zugesetzt hat, verwendet. — 2. dad. gek., daß man die hygroskop. Mittel ganz oder teilweise durch wasserlösliche Öle, z. B. *Türkischrotöl*, ersetzt. (D. R. P. 584 313 Kl. 29b vom 30/10. 1927, aug. 18/9. 1933. Zus. zu D. R. P. 553 047; G. 1932. II. 1390.)

ENGEROFF.

Ludlow Mfg. Associates, Massachusetts, übert. von: **Stuart Jackson Hayes**, Ludlow, Massachusetts, *Konservierung von Fischnetzen*. Man behandelt die Netze mit einer kolloidalen Suspension von *Thymol* oder einem anderen desinfizierenden Mittel in einer wasserlöslichen Seife u. hierauf mit der Lsg. eines *Aluminiumsalzes*, wobei sich auf den Fasern eine unl. *Aluminiumseife* niederschlägt. Man kann diese Schutzbehandlung auch bereits an den Fäden vornehmen, aus denen später das Netz geknüpft wird. (A. P. 1 917 937 vom 29/7. 1931, aug. 11/7. 1933. A. P. 1 917 938 vom 14/10. 1931, aug. 11/7. 1933.)

BEIERSDORF.

Arnold Golwig, Oesterreich, *Verfahren zum Entfetten tierischer Fasern*. Um tier. Fasern, z. B. *Wolle* bei gleichzeitiger Erhöhung ihrer Spinnfestigkeit zu entfetten, werden zur Extraktion KW-stoffe bei Temp. unter 0° benutzt. Insbesondere dienen auch Halogenderiv. der KW-stoffe, z. B. *Trichloräthylen* zum Entfetten. Die günstigsten Temp. liegen bei —10 bis —15°. (F. P. 747 383 vom 28/11. 1932, aug. 14/6. 1933. Oe. Prior. 10/12. 1931.)

HORN.

Paul Küller, Deutschland, *Herstellung von Seidenpulver*. Als Ausgangsmaterial verwendet man Strusen, die vor der Mahlung eine Zerkleinerung auf eine Länge von 0,5 bis 3 cm erfahren. Zum Pulverisieren bedient man sich zweckmäßig einer Rapidstufensichtmaschine. Falls erforderlich, kann die Zerkleinerung auch stufenweise erfolgen, indem nach jeder Behandlung jeweils die größeren Anteile der Seide abgeseibt werden. Das vorgemahlene Gut wird gegebenenfalls noch in einer Kugelmühle unter Zuhilfenahme von Katalysatoren, z. B. Sand, Salz, Zucker, Korund u. dgl., einer Nachmahlung unterworfen. (F. P. 745 400 vom 4/11. 1932, ausg. 10/5. 1933.) ENGER.

Harald Jensen und Björn Raeder, Aker, *Behandeln von mechanischer Holzmasse aus Föhren* oder anderen Hölzern mit hohem Extraktionsgeh., dad. gek., daß die vom Schleifstein kommende Holzmasse mit einem flüchtigen Extraktionsmittel behandelt wird, das später entfernt werden kann. — Als Extraktionsstoffe verwendet man CS₂, Äther, Bzn. o. dgl. Außer der weißen Holzmasse erhält man auf diese Weise wertvolle fett- u. harzhaltige Extraktionsstoffe. Vor dem Extrahieren kann die Holzmasse gegebenenfalls von einem Teil des darin enthaltenen W., z. B. durch Pressen, befreit werden. (N. P. 51 852 vom 6/3. 1931, ausg. 12/12. 1932.) DREWS.

Gunnar Sundblad, Iggesund, *Verhindern der Blaufärbung von Holzmasse*. Die M. wird zunächst mit einem Desinfektionsmittel behandelt, z. B. mit Lsgg. von Hg-Salzen, Formalin, SO₂ o. dgl., wodurch die Blaufärbung verhindert wird. Das Desinfektionsmittel wird der Holzmasse kontinuierlich zugeführt, wobei man sich einer oder mehrerer Walzen bedient, die im Kontakt mit der Holzmasse rotieren u. das Desinfektionsmittel in die M. einpressen. (N. P. 51 880 vom 25/9. 1931, ausg. 19/12. 1932.) DREWS.

Leopold Rado, Berlin, *Verfahren zur Herstellung von beiderseits mit Metallfolie überzogenen, aus Preßpappe bestehenden Gefäßen*, dad. gek., daß man zur Herst. derselben solche beiderseits mit Metallfolie belegte Pappen verwendet, bei welchen auf mindestens einer Seite derselben der metall. Belag mittels eines in der Wärme leicht schmelzbaren Bindemittels aufgeklebt ist. Als Bindemittel sind Kunstharz, Cellulosesterlacke u. Guttapercha genannt. (Vgl. A. P. 1 810 438; C. 1931. II. 1788 u. D. R. P. 514 577; C. 1931. I. 1042. (Schwz. P. 161 318 vom 15/7. 1932, ausg. 1/7. 1933. D. Prior. 15/8. 1931.) M. F. MÜLLER.

Vedag Vereinigte Dachpappen-Fabriken A.-G., Berlin, *Teerdachpappe* aus rollbarem Band u. Lumpenpappe, die mit Weichpechmasse durchtränkt ist, dad. gek., daß die Dachpappe auf dem mit Weichpech imprägnierten Pappband eine Überzugsschicht aufweist, die aus einem Gemisch von dest. Steinkohlenteer mit fein gemahlener Füllstoffen besteht, u. daß die Oberfläche der Überzugsschicht eine Deckschicht besitzt, die wasserabstoßende mineral. Stoffe, wie Talkum, Specksteinnmehl o. dgl., enthält. (N. P. 51 917 vom 26/7. 1930, ausg. 2/1. 1933. D. Prior. 18/1. u. 1/2. 1930.) DREWS.

Aktiebolaget A. Ekströms Maskinaffär, Stockholm, *Verfahren und Vorrichtung zur Herstellung von Zellstoff*, wobei die Kochfl. direkt, gegebenenfalls auch noch indirekt erhitzt, durch einen Injektor in Umlauf gehalten u. mit einem für die Kochung erforderlichen Gas oder einer Gasmischung, die ein solches Gas enthält, versetzt wird. Das Verf. ist dad. gek., daß dieses Gas bzw. diese Gasmischung frei von Kochfl. nach Mischung mit Kochdampf als Antriebsmittel für den Umlauf der Kochfl. bewirkenden Injektor benutzt wird. Die Ansprüche 2 u. 3 betreffen die Vorr. (Zeichnung). (D. R. P. 585 062 Kl. 55 b vom 18/6. 1929, ausg. 28/9. 1933. Schwed. Prior. 31/1. 1929.) M. F. MÜ.

Panstwowa Wytwornia Prochu i Materjalow Kruszaczych (Erfinder: Viktor Czerwinski und Henryk Zenftman), Zagodzón, Polen, *Reinigung von Sulfid- und Natronzellstoff*, dad. gek., daß die vorher bis zur dickfl. Konsistenz zerkleinerte Rohcellulose mit der 1,2- bis 1,7-fachen Gewichtsmenge einer 16—20%ig. alkal. H₂O₂-Lsg. gleichmäßig versetzt u. hierauf mit anfangs h., dann k. W. bis zur neutralen Rk. gewaschen, zentrifugiert u. getrocknet wird. (Poln. P. 16 869 vom 8/5. 1930, ausg. 26/11. 1932.) HLOCH.

George Herbert Tomlinson, Westmount, Quebec, Canada, *Behandlung von Zellstoffablaugen*. Die Laugen werden in einer Trockenkammer durch Versprühen zur Trockne gebracht u. der Trockenrückstand wird in einer reduzierenden Atmosphäre abgebrannt. (Zeichnung.) (E. P. 397 787 vom 13/3. 1933, ausg. 21/9. 1933.) M. F. MÜ.

C. F. Boehringer & Söhne G. m. b. H., Mannheim-Waldhof, *Herstellung von faserigem Celluloseacetat*. (E. P. 387 533 vom 24/3. 1932, ausg. 2/3. 1933. D. Prior. 24/3. 1931. — C. 1933. I. 1377 [F. P. 734018].) ENGEROFF.

C. F. Boehringer & Soehne, G. m. b. H., Mannheim-Waldhof, *Herstellung von Celluloseacetat*. Weitere Ausbildg. des Verf. nach dem Hauptpat., darin bestehend, daß die Acetylierung unter Verwendung der üblichen Lösungsm. (CH_3COOH) durchgeführt wird, wobei jedoch darauf zu achten ist, daß die Temp. von Anfang an 25° nicht übersteigt. Auch in diesem Falle kann die primäre Lsg. nach dem Neutralisieren des Katalysators, Filtrieren u. gegebenenfalls nach Zusatz eines Lösungsm. (Methylenchlorid-A.) unmittelbar auf künstliche Gebilde verarbeitet werden. (E. P. 396 657 vom 18/3. 1933, ausg. 31/8. 1933. D. Prior. 19/3. 1932. Zus. zu E. P. 387 533; vgl. vorst. Ref.)
ENGEROFF.

Algemeene Kunstzijde Unie N. V., Arnheim, Holland, *Herstellung von Viscose*. Die Cellulose wird in Schicht- bzw. Plattenform in Alkali getaucht, abgepreßt, gereift u. die Alkalicellulose in Plattenform sulfidiert. Die Reifedauer wird dadurch abgekürzt, u. die Reifetemp. kann um $\frac{1}{2}$ —1° erhöht werden. (E. P. 385 291 vom 19/3. 1931, ausg. 19/1. 1933. Holl. Prior. 22/3. 1930.)
ENGEROFF.

Breda Visada Ltd., Littleborough, und **Richard Owen Jones**, Manchester, *Herstellung von matter Viscosekunstseide*. Die Spinnlsg. erhält einen Zusatz von 1 bis 16% Lanolin, Spermöl, Bienen- oder Carnaubawachs. (E. P. 348 743 vom 27/2. 1930, ausg. 11/6. 1931.)
ENGEROFF.

Dubois & Kaufmann G. m. b. H., Mannheim-Rheinau, *Verfahren zur Appretierung und Weichmachung von Kunstseide*, darin bestehend, daß man dieselbe mit emulgiertem Ölkautschuk behandelt. — Zur Herst. der Emulsion vermahlt man z. B. 1 kg feingemahlene weißen Ölkautschuk (Faktis) mit 80 g alkyl-naphthalinsulfosäurem Natrium, das in 400 g W. gel. ist. Die entstehende Paste wird in der 1000-fachen Menge W. emulgiert. (D. R. P. 585 512 Kl. 8k vom 22/8. 1931, ausg. 4/10. 1933.)
BEIERSDORF.

René Clavel, Basel, *Beschweren von Kunstseide*. Die Seide wird kontinuierlich durch Bäder geführt, von denen das erste aus einer Lsg. einer organ. Säure, z. B. *Monochloressigsäure*, das zweite aus einer SnCl_4 -Lsg. u. das dritte aus einer Lsg. eines *Alkali-phosphates* besteht. Vor Überführung in das nächste Bad wird die überschüssige Fl. ausgequetscht. (A. P. 1 923 189 vom 23/8. 1928, ausg. 22/8. 1933. Schw. Prior. 23/8. 1927.)
BEIERSDORF.

Aceta G. m. b. H., Berlin-Lichtenberg (Erfinder: **Wolfgang Stahl**, Ave, und **Paul Kraus**, Dresden), *Verfahren zur Wiederherstellung des Glanzes auf durch heiße Behandlungsflüssigkeiten oder Dampf mattierten Gebilden aus Cellulosederivaten*, dad. gek., daß man die h., wasserfeuchten, gegebenenfalls durch ein h. wss. Erweichungsbad geführten Gebilde unmittelbar mit stark entquellend wirkenden, h., wss. Lsgg. behandelt. — Als derartige Fl. sind z. B. geeignet 20%ig. CaCl_2 -Lsg., konz. Lsgg. von Zuckern, mehrwertigen Alkoholen, wie *Glycerin*, usw. (D. R. P. 585 272 Kl. 8k vom 9/6. 1931, ausg. 30/9. 1933.)
BEIERSDORF.

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, V. St. A., *Weichmachungsmittel für Celluloseester und -äther*, bestehend aus dem Veresterungsprod. eines Monoalkyläthers eines zwei- oder mehrwertigen Alkohols (*Glykolmonoäthyläther*, *Propylglykolmonoäthyläther*, *Glycerinmonoäthyläther* u. dgl.) mit einer gesätt. oder ungesätt., mehr als 7 C-Atome enthaltenden Fettsäure, z. B. Capryl-, Nonyl-, Palmitin-, Margarin-, Öl- u. Stearinsäure. Cellulosederiv. lassen sich mit diesen Estern, z. B. β -Äthoxyäthylstearat (E. + 18,5, Kp. 325°) ausgezeichnet zu *Filmen*, *Überzügen* u. abwaschbaren *Tapeten* verarbeiten. (E. P. 393 619 vom 7/12. 1931, ausg. 6/7. 1933. A. Prior. 9/12. 1930.)
ENGEROFF.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: **Curt Schönburg** und **Georg Wick**, Bitterfeld), *Weichhaltungs- und Gelatinierungsmittel für Cellulose-derivate, insbesondere Acetylcellulose*, nach Pat. 549220, dahin abgeändert, daß diese Weichmachungsmittel aus gemischten tertiären *Phosphorsäureestern* bestehen, in denen die Phosphorsäure durch verschiedene Monoalkylglykol- oder Monoarylglykoläther oder durch solche u. gleichzeitig durch Alkohole verestert ist. Solche Ester sind z. B.: *Dimethylglykolphenylphosphat*, *Dimethylglykolbutylglykolphosphat* u. dgl. (D. R. P. 573 613 Kl. 39 b vom 8/6. 1929, ausg. 4/4. 1933. Zus. zu D. R. P. 549 220; C. 1932. II. 949.)
ENGEROFF.

Deutsche Hydrierwerke Akt.-Ges., Rodleben b. Rosslau, Anh., *Weichmachungs-, Plastifizierungs- und Imprägnierungsmittel für Leder, rohe, gewebte oder gesponnene Textilfasern oder zur Herst. von Reinigungsmitteln, Polier- u. Wachspasten, Lacken u. dgl.*, insbesondere auch für Filme u. plast. Massen aus Cellulosederiv., bestehend aus

keine Sulfo- u. Aminogruppen enthaltenden Estern des Cyclohexanols oder seiner Homologen mit hochmolekularen aliphat. oder hydrocycl. Monocarboxylsäuren; als solche kommen z. B. in Betracht: Palmitin-, Abietin- oder Montancyclohexylester, Oleylmethylcyclohexylester, Cyclohexylnaphthenat. Die Ester können in organ. Lösungsm., wie Bzn., Terpentin, Pyridin, Hydronaphthalin mit entsprechenden Zusätzen von geschlämmtem Kalk, Kautschuk u. dgl. verwendet werden. In Form von wss. Emulsionen empfiehlt sich der Zusatz von Emulgatoren, z. B. Seifen, sulfonierten Ölen, Estersalzen oder Xanthogenaten hochmolekularer Alkohole. (E. P. 390 534 vom 7/10. 1931, ausg. 4/5. 1933. D. Prior. 7/10. 1930.) ENGEROFF.

XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle.

N. N. Gawrilow, *Torfe als Material für Koksherstellung*. Die Verkokungsfähigkeit des Torfes steht in Verb. mit einer bei der Entfernung der flüchtigen Stoffe stattfindenden Schrumpfung, einer Folge der Änderung des Vol., nicht aber der Koksform. Es wurden die chem. u. mechan. Eigg. von bei 500, 600, 700 u. 900° aus 4 typ. Torfen hergestellten Koksen untersucht. Dichtesten Koks liefern Sphagnumtorfe. Ein Koks höchsten Flammpunktes bildet sich bei der höchsten Verkokungstemp. von 900°; der Flammpunkt ist um 200—300° niedriger, als bei Steinkohlenkoks. Auf die Festigkeit des Kokes ist die Flüchtigkeit des Torfes von großem Einfluß. Maschinengeformter Torf liefert einen festen, aber rissigen Koks; gehackter Hydrotorf ergibt einen weichen, aber weniger rissigen Koks; maschinengeformter Hydrotorf ergibt einen ungleichmäßigen, stark rissigen Koks. (Chem. festen Brennstoffe [russ.: Chimija twerdogo Topliwa] 2. Nr. 4. 25—40.) SCHÖNFELD.

M. W. Hofman, *Zur Kenntnis der Lissitschanskkohlen*. Die Kohlen sind durch niedrigen Heizwert u. hohen Geh. an flüchtigen Stoffen, S u. Asche gek. Schwelteeerausbeute 9%. Der Koks ist geringwertig. Fester Koks kann bei beschleunigt geführter Verkokung erzielt werden. (Chem. festen Brennstoffe [russ.: Chimija twerdogo Topliwa] 2. Nr. 9. 28—45.) SCHÖNFELD.

I. A. Kopeliowitsch und **E. D. Kagan**, *Untersuchung über den bituminösen Bestandteil der Lissitschansk-Kohlen*. Durch Extraktion mit Bzl., Bzl.-A. usw. wurde der Bitumengeh. der Lissitschansk-Kohlen bestimmt. Höchste Backfähigkeit zeigte die bitumenreichste Kohle. (Chem. festen Brennstoffe [russ.: Chimija twerdogo Topliwa] 2. Nr. 3. 32—38.) SCHÖNFELD.

M. W. Hofman, *Verkokung der Lissitschanskkohlen*. Ausarbeitung der zweckmäßigen Bedingungen für das Verkoken der duritreichen u. vitritarbenen Kohle. (Chem. festen Brennstoffe [russ.: Chimija twerdogo Topliwa] 2. Nr. 6. 3—9.) SCHÖNFELD.

R. Duchêne, *Studie über die Verbrennung von Kohlenwasserstoffen mittels der photographischen Methode*. Die Kohlenwasserstoffe wurden in einer Spezialverbrennungskammer zur Explosion gebracht u. die Flamme photograph. registriert. Auf den Photographen waren die Charakteristiken u. Anomalien der einzelnen Kohlenwasserstoffklassen gut erkennbar. (Chim. et Ind. 29. Sond.-Nr. 6 bis. 492—95. Juni 1933.) J. SCHMIDT.

O. Haller, *Verbrennung minderwertiger Brennstoffe mit Kohlenstaubzusatz*. Mitteilung der Ergebnisse von Heizverss. an einem MAC NICOL-Kessel mit Wanderrost- u. Kohlenstaubzusatzfeuerung. Vergleich zweier Verss., von denen beim ersten als Brennstoff ein Gemisch von 1/3 Mischkohle, 1/3 reinem Mittelgut u. 1/3 Koksasche diente, während beim zweiten noch 7.5% Brennstaub zugesetzt wurden, wodurch die Leistung stieg. (Glückauf 69. 971—73. 14/10. 1933. Essen.) SCHUSTER.

R. A. Mott und **R. V. Wheeler**, *Verbesserung der kokenden Eigenschaften wenig backender Kohlen*. Einfluß der Erhitzungsgeschwindigkeit, der Beschickungsdichte, des Mischens mit anderen Kohlen u. Fusain. Wenig blähende Kohlen liefern den besten Koks bei verhältnismäßig langsamem Erhitzen in Öfen mittlerer Breite. Mischungen mit 20—30% einer stark blähenden Kohle werden am besten noch etwa 3% Fusain oder Koksstaub zugegeben, um einen guten Koks zu erhalten. (Gas Wld. 99. Nr. 2566. Coking Sect. 104—07. 7/10. 1933.) SCHUSTER.

L. W. Polonski, *Wassergasgenerator hoher Leistungsfähigkeit*. Die Gewinnung von Blauwassergas aus Kohlestaub erscheint als ein techn. lösbares Problem unter der Bedingung, daß die Wärme durch die aus hochwärmeleitfähigem, feuerfestem Material gebildeten Wände übertragen wird. Die Vergasung erfolgt, indem der Kohlestaub im Rk.-Raum in der Schwebe erhalten wird. Als Material für den Rk.-Raum

scheinen Si-Carbide geeignet. (Chem. festen Brennstoffe [russ.: Chimija tverdogo Topliwa] 2. Nr. 2. 45—52. Nr. 3. 48—71. Nr. 4. 67—78.) SCHÖNFELD.

L. Reingold, *Eine Betrachtung der Frage der Reinigung von Generatorgas*. Es werden wärmewirtschaftlich die Verwendung h. ungereinigter u. k. gereinigter Gase gegenübergestellt, wobei dem Wasserdampfgeh. der Gase besondere Beachtung geschenkt wird. (Technique mod. 25. 673—77. 15/10. 1933.) J. SCHMIDT.

Heinrich Egeling, *Erfahrungen und Feststellungen über Benzolgewinnung*. Gasausbringen aus Kohle, errechnet aus NH₃-Geh. des Rohgases u. dem Ammonsulfat-anfall. Grad der Bzl.-Auswaschung, Heizwertverlust des Gases durch die Bzl.-Wäsche, Temp. des Waschöls, Siedekurven des Leichtöls, Dampfverbrauch. (Chemiker-Ztg. 57. 821—22. 18/10. 1933. Herne i. W.) SCHUSTER.

K. Drees und **G. Kowalski**, *Die Extraktion von Phenolen aus Phenolallogen*. Phenole lassen sich aus Phenolallogen infolge der Hydrolyse nach

$$\text{RONa} + \text{H}_2\text{O} = \text{ROH} + \text{NaOH}$$

mit Lösungsmm. extrahieren. Zu diesem Zweck wurden Ä., Bzl., CCl₄ u. Gemische dieser Fl. mit Pyridin, Anilin, Aceton u. Methyläthylketon sowie Anilin für sich herangezogen. Die bas. Lösungsmm. übertrafen die Extraktionswrkg. des Ä. um rund das 3-fache. (Brennstoff-Chem. 14. 382—83. 15/10. 1933. SCHAFFGOTSCHISCHE Odertalkokerei.) F. SCHU.

N. A. Orlow, *Über den gegenwärtigen Stand der Berginisationsforschung*. Übersicht der für die Aufklärung des Berginisationsvorganges wichtigen Arbeiten. (Chem. festen Brennstoffe [russ.: Chimija tverdogo Topliwa] 2. Nr. 2. 53—60.) SCHÖNFELD.

N. A. Orlow, **E. J. Prokopetz** und **I. I. Jeru**, *Berginisation des Steinkohlenteers*. Bei der Berginisation von Steinkohlenteerdestillat aus dem Donetz-Becken haben sich Mo-Katalysatoren allen anderen als weit überlegen erwiesen. Phenole (Phenol, Kresot) lassen sich zu KW-stoffen hydrieren unter Bldg. größerer Mengen von Cycloparaffinen. (Chem. festen Brennstoffe [russ.: Chimija tverdogo Topliwa] 2. Nr. 1. 6—16.) SCHÖNFELD.

N. A. Kijukwin und **W. F. Polosow**, *Über die Hydrierung des Moskauer Braunkohlenteers unter Hochdruck*. Für die Hydrierung eignet sich der Urteer weniger als die Schwerölfraction von 230 bis 250 bis 360—410°. Die Hochdruckhydrierung ergab ein Prod., enthaltend 40% bis 180° u. 70% bis 250° sd. Fraktionen. Ausbeute an Motorbrennstoffen, berechnet auf Teer: 48%, bei nochmaliger Hydrierung 65%. Der durch Hydrieren erhaltene Brennstoff enthält bis 0,1—0,3% S, gegen 3% im Teer. Bei einer Hydriertemp. von über 410° findet Gasbldg. statt, unterhalb 395° ist der Prozeß sehr verlangsamt. (Chem. festen Brennstoffe [russ.: Chimija tverdogo Topliwa] 2. Nr. 10. 33—61.) SCHÖNFELD.

P. A. Ssolodownikow, *Über das Cracken der Generatorsteere und der bei der Halbverkokung von Moskauer Kohlen erhaltenen Teere*. Die Verss. hatten u. a. das Ziel, die optimalen Verhältnisse für das Cracken von Ur- u. Generatorsteeren zwecks Wassergascarburierung mit Crackprodd. festzustellen. Der Geh. des Crackgases an Olefinen erreicht ein Maximum bei 650°; sie bestehen vorwiegend aus C₂H₄. Beste Ergebnisse beim Cracken von Urteer mit W.-Dampf werden in mit Porzellanscherven gefüllten Porzellanrohren bei 700° erreicht. Höchste Crackgasausbeuten erzielt man bei 900°. Die Carburierung von Wassergas mit den Crackgasen ungereinigter Urteere ist möglich. (Chem. festen Brennstoffe [russ.: Chimija tverdogo Topliwa] 2. Nr. 5. 26—38.) SCHÖNFELD.

N. A. Orlow, **N. D. Lichatschew**, **W. W. Tischtschenko** und **N. I. Ignatowitsch**, *Über das Cracken von Barsass-Sapromixitkohlen bei Überdruck*. Die vor einiger Zeit entdeckten Sapromixite des Beckens des Barsass-Flusses ergeben bei Halbverkokung einen Teer, der sich durch seine fl. Konsistenz, geringen Phenolgeh. u. ausgeprägt aliph. Charakter streng von Boghead- u. anderen Kohle-Urteeren unterscheidet u. dem Erdöl nahe steht. Durch Cracken oder Hydrierung kann der Teer weitgehend in Leichtöle verwandelt werden. Die Leichtöle enthalten vorzugsweise aliph. KW-stoffe, besonders olefin. Unter den Phenolen wurden 3 Kresole u. 2 Xylenole nachgewiesen. (Chem. festen Brennstoffe [russ.: Chimija tverdogo Topliwa] 2. Nr. 3. 3—12.) SCHÖNFELD.

E. W. Kondratjew, *Über die Einwirkung von Aluminiumchlorid auf ein aus Torfpech gewonnenes Öl*. Vorl. Mitt. Aus Torfpech durch Dest. u. Befreiung von Phenolen etc. gewonnenes Neutralöl (JZ. 57,26) vom Kp. 200—300° lieferte durch Spaltung mit AlCl₃ 25% eines Prod. vom Kp. 65—200° u. 30% einer Fraktion 200 bis 285°. Beide Fraktionen sind gesätt., D.¹⁵ 0,779, bzw. 0,805. Für die Spaltung werden 20% AlCl₃ benötigt. Bei nochmaliger Einw. von (10%) AlCl₃ auf die höher sd.

Fraktion wurden 77,3% Destillat erhalten (28%, Kp. bis 200° u. 46,7%, Kp. 200 bis 260°). (Chem. festen Brennstoffe [russ.: Chimija twerdogo Topliwa] 2. Nr. 2. 31—36.)

SCHÖNFELD.

John Cadman, *Die Wissenschaft in der Erdölindustrie*. Geschichtlicher Rückblick u. Schilderung des Standes der Technik hinsichtlich der Geophysik, der Erdgase, der Rohölvork., der Motortreibstoffe, der Leuchtöle, der Emulsionen, sowie der Gefahren der Korrosion. (Petroleum 29. Nr. 39. 1—8. 4/10. 1933.) K. O. MÜLLER.

J. M. Mc Quarrie, *Bei Befolgen der bei anderen Bohrungen gewonnenen Erfahrungen können die durch Paraffin hervorgerufenen Betriebsstörungen in Ost-Texas herabgemindert werden*. Vf. schildert eingehend die Ursachen der Paraffinabscheidung in den Bohrleichen u. die damit auftretenden Störungen u. kommt zu der Auffassung, daß das Auskrystallisieren von Paraffin nur dadurch verhindert werden kann, daß die Temp. des Rohöls hoch genug gehalten wird, damit das Paraffin in Lsg. bleibt. Kann aber die Abscheidung nicht verhindert werden, dann ist für hohe Durchflußgeschwindigkeit des Rohöls durch die Leitungen zu sorgen, um das Ansetzen des Paraffins zu verhindern. Das Verhältnis zwischen Gas u. Öl muß so niedrig wie möglich gehalten werden, durch die Verdunstungskälte der leichten Rohölbestandteile u. die Entspannungskälte der Naturgase tritt Temp.-Herabsetzung ein, Undichtigkeiten am Bohrkopf sind daher zu unterbinden. Bei starker Versetzung der Rohre mit Paraffin kann durch mechan. Kratzverf. eine Freilegung erfolgen; bei völligem Versatz der Rohre müssen chem. Mittel (Vorbeugungsmittel, Einpressen von Lösungsm. unter Druck, wärmebildende Chemikalien usw.) angewendet werden. Auch ist dafür Sorge zu tragen, daß die Leitungen immer voll Öl stehen. (Oil Gas J. 32. Nr. 5. 60—62. 22/6. 1933.)

K. O. MÜLLER.

W. T. Ziegenhain, *Neuanlagen in dem in Mc Pherson liegenden Betrieb der Globe Oil and Refining Co.* Beschreibung u. Angabe der genauen Arbeitsweise einer kombinierten WINKLER-KOCH-Dampfphasenspaltanlage mit einem LACHMANN-Dampfphasen-Raffinationssystem, in der aus Kansas-Rohölen durch gleichzeitiges Toppen, Spalten, Aromatisieren u. Dampfphasenbehandlung von Spaltbenzinen Fertigprodd., wie niedrig sd. Motortreibmittel, Schwerbenzine u. Heiz- u. Brennöle, gewonnen werden. Bei einer 70%ig. Ausbeute an Motortreibmitteln mit einer Octanzahl von 68—70 besitzen diese eine günstige Farbbeständigkeit u. geringen Harzgeh. Schemat. Betriebszeichnungen u. Abbildungen, sowie Durchsatz u. Ausbeutezahlen mit Angaben der chem. u. physikal. Konstanten der Fertigprodd. im Original. (Oil Gas J. 32. Nr. 6. 14—15. 34—38. 29/6. 1933.)

K. O. MÜLLER.

C. H. S. Tupholme, *Kontinuierliches Hydrierungsverfahren*. Vf. schildert die Vorteile der Verwendung eines fest angeordneten Katalysators über den bei der Hydrierung der Ölstrom u. der H₂ geleitet wird. Gegenüber dem im Rk.-Prod. in Suspension befindlichen Katalysator erübrigt sich eine Filtration des kontinuierlich abfließenden Hydrierungsprod. Der Katalysator kann leicht regeneriert werden u. hat dadurch eine lange Lebensdauer ohne wesentliche Verluste. Weiterhin ergibt sich eine genaue Kontrolle des Rk.-Verlaufs, eine Spaltung des Öles zu freien Säuren tritt nicht ein, wodurch eine Neutralisation erspart wird. Die Erhitzungsdauer des Öles beträgt während des Hydrierungsvorgangs nur 10—15 Minuten. (Chem. Markets 33. 125. Aug. 1933.)

K. O. MÜLLER.

M. R. Fenske, *Neue Verfahren verbessern den Viscositätsindex, sowie andere Eigenschaften von pennsylvanischen Ölen*. Vf. führte Verss. aus, aus denen sich ergab, daß pennsylvan. Öle eine gleich- u. regelmäßige Veränderung in ihren Eig. zeigen bei steigendem Kp., was für andere Öle nicht zutrifft. Durch Fraktionierung im Hochvakuum erhält Vf. sehr enge Schnitte u. zeigt bei diesen enggeschnittenen Fraktionen den günstigen Viscositätsindex. Weiterhin unterwirft Vf. die Öle einer selektiven Behandlung mit Lösungsm. u. findet, daß auch dadurch die charakterist. Eig. der pennsylvan. Öle verbessert werden können, d. h. der Viscositätsindex, Flammpunkt u. Brennpunkt steigen, der Kohlenstoffrückstand fällt u. die Farbe wird verbessert. Bei den Verss. stellt Vf. fest, daß die Lösungsm.-Behandlung u. die fraktionierte Dest. im Hochvakuum in einigen Fällen zu denselben Ölverbesserungen führen. Bei pennsylvan. Ölen führt speziell die selektive Lösungsm.-Behandlung zu einem gesteigerten Viscositätsindex. Tabellar. sind die Vers.-Ergebnisse zusammengestellt. (Nat. Petrol. News 25. Nr. 27. 33—36. 5/7. 1933.)

K. O. MÜLLER.

Paul Truesdell, *Die neue Bradford-Raffinerie ergibt eine enge Fraktionierung bei hohen Ausbeuten*. An Hand von Abbildungen u. Betriebszahlen wird die von der BRAD-

FORD OIL REF. CO. errichtete Vakuumdest.-Anlage von Bradford-Rohölen beschrieben. Die besonders wertvollen Eigg. der Dest.-Prodd. wurden gegenüber pennsylvan. Ölen verglichen u. ähnliche hochwertige Eigg. festgestellt. Aus dem hohen Fraktionierturm werden 1 Destillat oben u. 5 Destillate an der Seite abgezogen, u. zwar 1. Benzin mit 300° F Endpunkt, 2. Schwerbenzin, das zwischen 300 u. 400° F sd., 3. Gasöl, 4. Brennöl, 5. leichtes Paraffindestillat, 6. schweres Paraffindestillat. Die scharfe u. schnelle Fraktionierung wird als besonderes Kennzeichen vom Vf. hervorgehoben. Weiterhin findet Vf., daß in dem Rückstandsöl der Vakuumdest. sich noch Öle mit besonderer guten Schmiereigg. befinden. (Nat. Petrol. News 25. Nr. 28. 25—28. 12/7. 1933.) K. O. MÜ.

H. Schildwächter, *Verbrennungsverlauf, Luftüberschußzahl, Verpuffungsgrenzen, Abgaszusammensetzung und Heizwerte von Kraftstoff-Luftgemischen*. Auszug aus der C. 1932. II. 1867 ref. Arbeit. (Petroleum 28. Nr. 32. 1—4. 1932. Dresden.) J. SCHMIDT.

R. N. St. John und Roderic Grubb, *Die Druckverbrennung von Benzin erfordert Brennstoffe von gleichmäßiger Verdampfbarkeit und geringem Harzgehalt*. Bzn. wird in erhöhter Menge als rauchloser u. geruchloser, leicht regulierbarer Brennstoff für Heizzwecke angewandt. Das Bzn. wird unter Luftdruck aus einem Tank durch ein erhitztes Verdampferrohr (Generator) gepreßt, dort verdampft u. mit Luft gemischt verbrannt wie Naturgas. An das Bzn. werden wegen Verdampfbarkeit, Stabilität, Harzgeh. u. Geh. an korrosivem S besondere Bedingungen gestellt. Die Siedegrenzen liegen zwischen 105 u. 400° F. Der Harzgeh. muß unter 10 mg für 100 ccm (Kupferschalentest) liegen, um den Generator frei von verharzenden Prodd. zu halten. Weiterhin darf das Bzn. bei der Lagerung kein zusätzliches Harz bilden, die Fässer müssen daher kühl u. dunkel gelagert werden. Beschreibung der Analysendurchführung im Original. (Oil Gas J. 32. Nr. 6. 16. 33. 29/6. 1933.) K. O. MÜLLER.

Henry R. Henze, Julian M. Mavity, W. G. Lovell, J. M. Campbell und T. A. Boyd, *Klopf Eigenschaften von einigen aliphatischen Olefinkohlenwasserstoffen*. HENZE u. MAVITY stellen fest, daß entgegen den Angaben in der C. 1931. II. 1378 referierten Arbeit die mögliche Anzahl von Olefin-KW-stoffen mit 8 C-Atomen statt 68, wie angegeben wurde, nur 66 beträgt, einer Feststellung der LOVELL, CAMPBELL u. BOYD zustimmen. (Ind. Engng. Chem. 25. 593. Mai 1933.) K. O. MÜLLER.

R. Müller, *Spiritus als Motortreibstoff*. Geschichtlicher Rückblick über die Verwendung von A. als Motortreibstoff, sowie über die Zumischung von wasserfreiem A. zu Bzn. oder Bzn.-Bzl.-Gemischen. Besprechung der modernen Verff. zur Gewinnung von hochprozentigem A. nach azeotrop. Verff. (Brennerei-Ztg. 49. 126—27. 1932.) K. O. MÜLLER.

Teikichi Yamada, *Untersuchung über den Oxydationsmechanismus von Mineralölen. V. Peroxydbildung bei der Oxydation von raffinierten Mineralölen*. (IV. vgl. C. 1933. I. 1054.) 50 g eines techn. Weißöles wurden in einem Glasbecher während verschiedenen Zeitdauern in einem auf 120° erhitzten Ölbad erhitzt, bis verschiedene Oxydationsstadien erhalten waren. Die gebildeten Peroxyde wurden bestimmt. Vf. fand, daß das von WHEELER vorgeschlagene Lösungsm., das aus 3 l Eg. u. 2 Teilen Chlf. besteht, bei längerer Kontaktzeit mit KJ einen steigenden Peroxydgeh. angibt. Vf. benutzte daher statt Eg. A. u. beobachtete, daß, obwohl die Freisetzung von J aus KJ nur langsam verlief, er nach 4—5 Stdn. einen Endpunkt erhielt; nach diesem Zeitpunkt trat keine Freimachung von J mehr ein. — Um den Einfluß von A. mit dem von Eg. zu vergleichen, führte Vf. Vergleichsvers. an einigen oxydierten Ölen durch. 2 g Öl wurden in eine mit eingeschlifften Glasstopfen versehene Glasflasche gegeben, die 50 ccm der obengenannten Lösungsm. enthielt, sodann wurden 2 ccm gesätt. KJ-Lsg. zugefügt. Nach einer Pause von 1 Min. in dem Falle mit Eg. u. von 4 Stdn. in dem Falle mit A. wurden 200 ccm H₂O zugegeben u. das freigewordene Jod mit Na₂S₂O₃ (Stärke als Indicator) zurücktitriert. Vf. fand, daß der höchste Peroxydwert bei Benutzung von Eg. als Lösungsm. bei einer 60-std. Alterung, bei der Benutzung von A. als Lösungsm. bei einer 100-std. Alterung lag. Diese starke Abweichung in den beiden Fällen beruht nach der Ansicht des Vf. wahrscheinlich auf der verschiedenen Rk.-Dauer, da es bekannt ist, daß sich die Peroxyde in einem frühen Alterungsstadium bilden u. daß dem höchsten Peroxydwert in der Kurve der höchste Wert für die Acetylzahl folgt. Daraus ergibt sich auch, daß die Alterung von fl. Paraffinen mehr der Natur einer Peroxydation, als der einer Hydroxydation entspricht. Vf. führte dann noch O₂-Absorptionsvers. an gealterten Ölen u. an Neuölen, denen 20% gealterte Öle verschiedenen Peroxydgeh. zugemischt waren, durch. Er fand, daß Öle, die größeren Peroxydgeh. aufweisen, O₂ schneller absorbieren, als solche Öle.

deren Peroxydgeh. nur sehr gering ist. Daraus ergibt sich eindeutig die Rolle, die die Peroxyde als akt. Zentrum in der Rk.-Kette spielen. (J. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 36. 277B—279B. Mai 1933 [Orig.: engl.]) K. O. MÜLLER.

R. O. King, *Die vorteilhafte Wirkung der Oxydation auf die schmierenden Eigenschaften von Ölen*. An einer Ölprüfmaschine von JAKEMAN führte Vf. seine Reibungsverss. durch. Dieses Prüfgerät mißt gegenüber den gewöhnlichen THURSTON-Ölprüfmaschinen bei gleichbleibender Belastung die Temp., bei der der Ölfilm reißt u. die Welle sich festfrißt, da die Welle mittels Gas auf hohe Temp. geheizt werden kann. An Hand einer Zeichnung wird die Arbeitsweise genau beschrieben u. die mit den verschiedensten Schmierölen erhaltenen Resultate sind in Tabellen u. auf Diagrammen angegeben. Es ergibt sich aus den Verss., die unter den Bedingungen der fortschreitenden Oxydation des Schmieröles bei konst. Geschwindigkeit u. Belastung durchgeführt wurden, daß die Reibung unter den Vers.-Bedingungen in dem Maße fällt, wie die Temp. steigt u. gewöhnlich durch einen tiefsten Wert geht bei einer Temp., die etwas geringer ist als die Temp., bei der die Welle sich festfrißt. Die Schmierwerte wurden dementsprechend gemessen durch die Feststellung dieses tiefsten Wertes u. dieser Temp., die für typ. Mischöle 0,0010 u. 158° bei beginnender Oxydation betragen. Es wurde beobachtet, daß die Viscosität im Laufe der Oxydation anstieg, aber die sich daraus ergebende Steigerung der fl. Reibung war nur bei Temp. unterhalb 50° zu beobachten, d. h., wenn der Schmierfilm relativ dick war. Die Reibung bei höheren Temp. fällt mit fortschreitender Oxydation u. die Temp., bei der sich die Welle festfrißt, stieg an. So betrug nach 60-std. Oxydationszeit der tiefste Reibungswert 0,000 45 u. die Temp. betrug 300°. Das Öl im Zustand partieller Verbrennung blieb ein wirkungsvolles Schmiermittel, dabei wurde ein solch tiefer Reibungswert gefunden, wie er nie für fl. Reibung festgestellt wurde, selbst nicht mit Luft als Schmiermittel. Ein Sicherheitsgebiet für Schmierung bei hohen Temp. wurde erreicht u. Verss. mit verschiedenen Ölen zeigten, daß die Ausdehnung dieses Bereiches u. die Lebensdauer der Öle von den Oxydationseigg. abhängig ist. Die Reibung hängt weder ab von der Viscosität, noch von der Wrkg. des adsorbierten Ölfilmes. Vf. vermutet, daß die asymm. oder polaren Moll., die während des Anfangsstadiums der Oxydation gebildet wurden, sich zu einer ansehnlichen Dicke auf dem adsorbierten Film aufbauen u. daß die beobachtete Reibung auf der Oberfläche dieser aufgebauten Schmier-schicht gemessen wurde. Die Starrheit dieser Oberfläche vermindert sich in der Drehrichtung in dem Maße, wie die Dicke der Grenzflächenschicht ansteigt u. die Reibung erreicht den Wert 0, wenn eine Oberfläche des völligen Gleitens erreicht ist. (Proc. Roy. Soc., London., Ser. A. 139. 447—59. 1/2. 1933.) K. O. MÜLLER.

Michael Freund und Stephan Thamm, *Untersuchung und Beurteilung von Motorenschmierölen*. Zu den Vergleichsverss. verwendeten Vff. die folgenden Öle: a) Verschiedene Motorenöle, die bei 50° die gleiche Viscosität hatten u. nach steigenden spez. Gewichten geordnet waren. b) Schmieröle gleicher Provenienz nach demselben Raffinationsverf. gewonnen. Da diese Öle aus den einzelnen Rohölfraktionen hergestellt wurden, wurden sie nach steigenden Viscositäten bzw. spez. Gewichten geordnet. c) Künstliche Schmierölmischungen aus bekannten Komponenten, diese Mischungen wurden mit Ölen derselben Viscosität u. desselben spez. Gewichtes verglichen. Die Unterss. erstreckten sich auf fraktionierte Dest. bei 0,1 mm Hg-Druck, auf die Best. des Flammpunktes, Stockpunktes, der SZ., VZ., des Verkokungsrückstandes nach CONRADSON, des Asphaltgeh. u. der mit konz. H₂SO₄ fällbaren Verb., auf die colorimetr. Prüfung, auf die Best. der Temp.-Viscositätskurve zwischen 30—200°, unter Berechnung der hierauf basierten verschiedenen Konstanten u. der spez. Gewichtes-Viscositätskonstanten, auf die Stabilität der Öle beim Erhitzen unter O₂-Abschluß u. auf die Alterungsneigung u. Schlammldg. der Öle bei der Oxydation in der Hitze. Aus den tabellar. u. auf Diagrammen zusammengestellten Verss. ist zu ersehen, daß bei Schmierölen derselben Viscosität (bei der Temp. von 50° verglichen) mit steigendem spezif. Gewicht die Flüchtigkeit der Öle, die Steilheit der Viscositätskurve u. die Menge der bei der Oxydation gebildeten Schlammengen zunehmen, dagegen die Menge der Verkokungsrückstände im allgemeinen abnehmen. Bei Schmierölen gleicher Viscosität (bei 50° verglichen) scheint die Viscositätskurve u. das Siedeverh. schon allein durch das spez. Gewicht eindeutig bestimmt zu sein, u. zwar unabhängig davon, ob Mischungen verschiedenartiger Komponenten oder reine Naturprodd. vorliegen. Die Fähigkeit der Koksldg. u. die Stabilität der Öle wird durch die Anwesenheit von Asphaltstoffen oder asphaltbildenden Bestandteilen beeinträchtigt. Der Verkokungs-

rückstand nach CONRADSON u. der Geh. an Hartasphalt, sowie die colorimetr. Farbentiefen scheinen bei Ölen annähernd gleichen spez. Gewichtes u. gleicher Viscosität voneinander abhängig zu sein. Bei Ölen gleicher Provenienz u. gleicher Raffinationsweise scheint mit steigender Viscosität das spezif. Gewicht, die Steilheit der Viscositätskurve, die Conradsonzahl, die Farbtiefe u. die Alterungsneigung bei der Oxydation gleichfalls zuzunehmen. Bei denselben Ölen haben aber die auf die Temp.-Viscositätsabhängigkeit gegründeten Konstanten verschiedene Werte, die Größe der spez. Gewichtes-Viscositätskonstante hingegen ist beständig u. kennzeichnend. Nach Ansicht der Vf. scheint zur Kennzeichnung eines n. raffinierten Motorenöles für Verbrennungskraftmaschinen die Angabe der Viscosität bei 50°, das spezif. Gewicht bei 20° des Stockpunktes (Richtlinienmethode), die Conradsonzahl u. die colorimetr. Farbentiefe ausreichend zu sein. Genaue Vers., Beschreibung u. rechner. Ableitungen im Original. (Petroleum 29. Nr. 40. 1—14. Nr. 41. 1—13. 18/10. 1933.) K. O. MÜLLER.

Ed. Leclerc, *Bestimmung der Acidität von Ölen nach elektrotitrimetrischen Methoden*. Nach einem Überblick über die Grundlagen der Titration wss. Lsgg. mit Indicatoren u. nach potentiomet. Verf. beschreibt Vf. ein potentiomet. Verf. zur Aciditätsbest. von Ölen, wobei 10 g Öl gel. in 100 cem A.-Ä.-Gemisch (3:1) (nach Zusatz einiger Tropfen gesätt. LiCl-Lsg. in 57 $\frac{1}{10}$ ig. A.) mittels $\frac{1}{10}$ -n. alkoh. NaOH (56 $\frac{1}{10}$ A. 94 $\frac{1}{10}$ ig.) unter Verwendung einer Sb-Elektrode titriert werden. Es wird gezeigt, daß dieses Verf. der Titration mit Indicatoren sowohl in der Genauigkeit, als auch in der Anwendbarkeit auf dunkel gefärbte Öle überlegen ist. Die Sb-Elektroden werden durch Schmelzen von Sb in einem Tiegel u. Ansaugen in ein vorgewärmtes Glasrohr hergestellt; nach Erstarren des Sb wird das Glasrohr zwecks leichter Ablösung durch Eintauchen in k. W. zum Zerspringen gebracht; der so erhaltene Sb-Stab mit glatter Oberfläche wird zweckmäßig durch Erhitzen auf 450° u. langsame Abkühlung) oberflächlich oxydiert. (Ind. chim. belge [2] 4. 415—26. Okt. 1933. Lüttich, Univ., Inst. f. techn. Chemic.) R. K. MÜLLER.

L. Steiner, *Das Steinersche Viscosimeter und einige Ergebnisse*. Das STEINERSCHE Viscosimeter beruht auf der Messung der Steigzeit einer Luftblase, die in einem kalibrierten Meßrohr aufsteigt. Zur Messung der ganzen Viscositätskurve sind etwa 5 g Öl erforderlich, die Größe der Blase ist ohne Einfluß auf die Meßgenauigkeit. Ein Glycerinbad (220 g) hält die Temp. des Öles (5 g) während der Meßdauer auf konst. Temp., die Meßdauer selbst ist kurz. Temp.-Ablesung wird durch Vergrößerungsglas erleichtert. Dunkle Öle können gemessen werden, da die dünne Schicht zwischen Glasrohr u. Blase genügend durchsichtig ist. Die Meßwerte werden in kinemat. Viscosität ausgedrückt. An Hand von Vers.-Ergebnissen zeigt Vf., daß ungenügend vermischte Öle bei einer Temp. dieselbe Viscosität haben können, wie vollständig vermischt. Bei der Vermischung entsteht ein Viscositätsverlust, der bei vollständiger Vermischung am größten ist. Die Mischviscosität kann mit Hilfe einer Gleichung, die angegeben ist, berechnet werden. Diese Gleichung gilt nicht für Lösungsmm. Aus dem Vergleich zahlreicher Viscositätskurven entwirft Vf. eine Tafel, welche durch Messungen bei 25 u. 50° oder 50 u. 75° dieselben Indices ergibt, wie die von DEAN u. DAVIS. Genaue Vers.-Beschreibung u. Arbeitsweise im Original. (Wld. Petrol. Congr. 1933. Preprint Nr. 97. 7 Seiten. Juli. Sep.) K. O. MÜLLER.

Clarke C. Minter, *Auspuff-Gasanalyse als eine Methode zur Bestimmung des Kohlenstoffgehaltes von Benzin*. Die bei der idealen Verbrennung eines KW-stoffes erreichbare Menge von CO₂ im Verbrennungsgas ist direkt proportional dem Prozentgeh. C im KW-stoff. Vf. gibt eine Formel zur rechner. Ermittlung. Bei einem Einzylindermotor hat Vf. nun im prakt. Betrieb diese Methode angewandt. Er machte sich dabei noch die Feststellung zunutze, daß die Wärmeleitfähigkeit von Auspuffgasen linear fällt, wenn Brennstoff im Überschuß ist u. linear steigt, wenn die Mischung Luft im Überschuß enthält. Diese Kurve geht durch ein Minimum des Luft-Brennstoffverhältnisses nahe der gegebenen kompletten Verbrennung. Die Einzylindermaschine wird nun unter konstanten Betriebsbedingungen (Belastung, Verbrennung, Temp., Geschwindigkeit) gehalten u. die Auspuffgase zuerst mit 5% H₂SO₄ gewaschen u. dann durch ein T-Rohr zum Gasanalysenapp. u. dann durch eine therm. Leitzelle in der die therm. Leitfähigkeit gegenüber der von Luft, die sich in einer ähnlichen Leitzelle befindet, verglichen werden kann. WHEATSTONESCHE BRÜCKE u. Millivoltmeter geben dann den Unterschied der Leitfähigkeit an. Genaue Arbeitsweise an Hand von Schaltschemen, Resultate u. Diagramme im Original. (Nat. Petrol. News 25. Nr. 26. 33—38. 28/6. 1933.) K. O. MÜLLER.

W. Eymann, *Die Viscositätsmessung im Straßenteerkonsistometer*. Je nachdem, ob der Teer bei Zimmertemp. in das Viscosimeter eingefüllt u. dann auf Vers.-Temp. erwärmt wird, oder ob er in erhitztem Zustand eingefüllt u. dann im Meßgefäß abgekühlt wird, weichen die Meßergebnisse teilweise sehr erheblich voneinander ab. MALLISON glaubt diese Ursache in der Bldg. von unsichtbaren Naphthalinschleieren gefunden zu haben. Um diese Schleier zu beseitigen u. um von vornherein gleichartige Verhältnisse zu schaffen, verlangen die neuesten Vorschriften (1933) des Deutschen Straßenbauverbandes, daß zu prüfende Teere vorher auf 50° erwärmt werden sollen. Vf. gibt noch weitere Erklärungen über die Ursachen der verschiedenen Vers.-Ergebnisse u. gibt eine genaue Arbeitsvorschrift. (Teer. u. Bitumen 31. 325—26. 20/9. 1932.) K. O. MÜLLER.

Carl Still, Recklinghausen, *Verkockung von Kohle*. In die in der waagerechten Retorte liegende Kohlencharge werden mit Hilfe von Stangen senkrechte Kanäle gebohrt u. in die Kanäle Rohre eingesetzt, die in der Retortenwand in Stopfbuchsen eingesetzt u. mit W.-Verschlüssen versehen sind. Wenn die Verkockung so weit fortgeschritten ist, daß die Kohlenmasse nicht mehr treibt, werden die Rohre hochgezogen. Die gebildeten Kanäle sollen das Austreiben der flüchtigen Prodd. begünstigen. (E. P. 356 079 vom 9/1. 1931, ausg. 24/9. 1931. D. Prior. 14/1. 1930.) DERSIN.

Carl Still, Recklinghausen, *Herstellung von Hüttenkoks*. Bei dem Verf. des Hauptpat. soll ein Koks für metallurg. Zwecke aus Kohle mit mehr als 30% an flüchtigen Stoffen dadurch erhalten werden, daß die Kohle locker in die Kammern, deren Wände auf 850—900° erhitzt sind, eingefüllt wird u. die Dest.-Prodd. durch Saugung aus Kanälen, die mittels Stangen in der Charge erzeugt sind, bei beträchtlichem Unterdruck abgeführt u. in einem Hauptkanal gesammelt werden. (E. P. 359 869 vom 1/4. 1931, ausg. 19/11. 1931. D. Prior. 3/4. 1930. Zus. zu E. P. 356 079; vgl. vorst. Ref.) DERSIN.

Ges. für Teerverwertung m. b. H., Deutschland, *Herstellung von Koks*. Man verkockt Teer- oder Mineralöldest.-Rückstände unter Zusatz von Peck aus Braun- oder Steinkohlenteer, Braunkohlenteerölen oder Dest.-Prodd. von Torf oder Holz. Durch den Zusatz fl. Öle soll ein fester Koks erhalten werden, der mechan. entleert werden kann. (F. P. 749 014 vom 13/1. 1933, ausg. 17/7. 1933.) DERSIN.

Humphreys & Glasgow Ltd., Westminster, und **Arthur Robert Griggs**, England, *Gaserzeugung durch vollständige Vergasung von Kohle*. In einem Wassergasgenerator wird Koks vergast. Das am Ende der Gaseperiode erhaltene CO₂-reiche Wassergas wird abgezogen u. ebenso wie das Blasegas in einem Rekuperator verbrannt, der gleichzeitig zur Beheizung einer Retorte dient, in der Kohle verkockt wird. Das beim Gasen erhaltene n. Wassergas wird in dem Rekuperator überhitzt u. durch die Kohle hindurchgeleitet, so daß ein heizkräftiges Mischgas erhalten wird. (E. P. 395 473 vom 16/4. 1932, ausg. 10/8. 1933. F. P. 749 986 vom 3/2. 1933, ausg. 2/8. 1933. E. Prior. 16/4. 1932.) DERSIN.

Vergasungs-Industrie A.-G., Wien, *Verfahren zur Erzeugung von kohlen säurearmem und heizkräftigem Doppelgas* aus jungen wasserreichen Brennstoffen, wie Braunkohlen, Ligniten, Torf o. dgl., durch restlose Vergasung derselben in einem Doppelgasgenerator, dad. gek., daß der in den Generator eingeführt frische Brennstoff gesondert einer Vorwärmung bis auf 300—400° mittels Durchleitens eines Teiles des erzeugten Wassergases unterworfen wird, bei welcher nur der W.-Dampf u. die Kohlen säure angetrieben werden, welche dann im Gemisch mit dem für den Wassergasprozeß benötigten Dampf durch den Überhitzer u. die hochoverhitzte Brennstoffzone des Generators zum Zwecke ihrer Umsetzung zu Wasserstoff u. Kohlenoxyd hindurchgeleitet werden. — Bei Brennstoffen mit sehr hohem W.-Geh. soll ein Teil der Blasegase auf demselben Wege wie das Wassergas durch den Vorwärmungsschacht geleitet werden, um die Trocknung u. Vorwärmung zu fördern. (Oe. P. 134 812 vom 25/8. 1931, ausg. 10/10. 1933.) DERSIN.

Braunkohlengas G. m. b. H., Berlin, *Regenerieren der zum Auswaschen von Kohlen säure aus Gasen benutzten Bicarbonatwaschlauge* durch Erhitzen in Jünnen Schichten, 1. dad. gek., daß das Erhitzen der Waschlauge in einer etwa 1 cm starken Schicht über den Heizflächen des Regeneriergefäßes erfolgt. — 2. dad. gek., daß die Waschlauge in etwa 1 cm starker Schicht ausschließlich oder zusätzlich durch unmittelbare Berührung mit h. Gasen oder Dämpfen, vorzugsweise Rauchgasen, erhitzt wird. — 3. Verf. nach 1 u. 2 unter Führung der Waschlauge durch eine heizbare Kolonne,

dad. gek., daß den einzelnen Abteilungen der Kolonne die Heizgase oder Dämpfe gesondert zugeführt werden. — 3 weitere Ansprüche. (D. R. P. 584 449 Kl. 12i vom 10/2. 1931, ausg. 20/9. 1933.) DREWS.

Koppers Co. of Delaware, Pittsburgh, übert. von: **Fred Denig**, Pittsburgh, *Entfernung von Ammoniak aus Brennstoffdestillationsgasen unter Gewinnung von Ammoniumsulfat*. Aus dem Gas werden zunächst die teerigen Bestandteile, sowie im wesentlichen die Hälfte des NH_3 entfernt. Aus dem so abgeschiedenen NH_3 wird mittels SO_2 u. O_2 in Ggw. von W. Bisulfat gewonnen. In einer zweiten Stufe wird sodann das das restliche NH_3 enthaltende Gas mit dieser Bisulfatlg. behandelt, so daß eine Lsg. von $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ erhalten wird. In der Bisulfatstufe arbeitet man gegebenenfalls mit SO_2 -Überschuß. (E. P. 397 537 vom 19/2. 1932, ausg. 21/9. 1933. A. Prior. 13/1. 1932.) DREWS.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: **Robert Griebach**, Wolfen, Kr. Bitterfeld, und **Siegmar Münch**, Heide, Holstein), *Verfahren zur Abtrennung organischer Basen aus Kreosotölen*, dad. gek., daß man das Kreosotöl mit H_3PO_4 oder mit sauren Phosphatlgg., in Mengen von nicht mehr als ungefähr dem Zehnfachen der zur Bindung der Basen theoret. erforderlichen, wäscht u. anschließend Extrakt u. Raffinat auf mechan. Wege trennt. — Z. B. wäscht man 100 Teile *Braunkohlenkreosotöl* (Pyridingeh. 2,3%) mit 12 Teilen u. anschließend noch zweimal mit je 6 Teilen 70%ig. H_3PO_4 . Das Öl ist dann frei von Pyridin u. wird von den geringen zurückbleibenden Säuremengen (1,1% H_3PO_4) durch Dest. befreit. In gleicher Weise wird *Steinkohlenkreosot* basenfrei gemacht. (D. R. P. 582 845 Kl. 12q vom 19/7. 1931, ausg. 23/8. 1933.) NOUVEL.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Druckhydrierung von Steinkohle, Braunkohle, Teeren, Mineralölen, ihren Umwandlungsprodd., sowie raffinierende Hydrierung von KW-stoffen*. Es werden saure *Katalysatoren* verwendet, wie: organ. *Sulfonsäuren* zusammen mit Metallen der 4.—8. Gruppe oder ihren Verb., *Carbonsäuren* (wie Ameisensäure, Essigsäure, Oxalsäure), saure Salze (des Sn, Mo u. anderer) oder Sauerstoffsäuren (wie Schwefelsäure, Salpetersäure). Rohstoffe, die Verb. mit alkal. Rk. enthalten, werden vor der Hydrierung mit den Säuren neutralisiert. (F. P. 750 296 vom 8/2. 1933, ausg. 8/8. 1933. D. Prior. 9/3. 1932.) KINDERMANN.

Standard Oil Development Co., übert. von: **Nathaniel E. Loomis**, Westfield V. St. A., *Destillation von schweren Rückstandsölen*. Man erhitzt das Öl in einer Rohr-schlinge u. läßt es in einen Verdampfer eintreten. Das hier nicht verdampfte Öl wird in eine Kammer versprüht, in die gleichzeitig Luft eingeblasen wird. Durch die Verbrennung wird eine starke Erhitzung, Spaltung u. Verdampfung des Öles bewirkt, so daß neben den Spaltprodd. ein öfreier Koks erhalten wird. (A. P. 1 911 836 vom 22/1. 1929, ausg. 30/5. 1933.) DERSIN.

Texas Co., New York, übert. von: **William Fleming Moore**, Jackson Heights, V. St. A., *Crackverfahren*. Man erhitzt das Öl in fl. Phase auf Cracktemp., fraktioniert die entwickelten Dämpfe, entspannt sie u. leitet sie durch eine Dampfphase-Crackzone fraktioniert die erhaltenen Prodd. u. leitet das Rückstandsöl zusammen mit dem ersten Rückstandsöl zur ersten Crackzone zurück. (Can. P. 301 514 vom 30/3. 1929, ausg. 24/6. 1930.) DERSIN.

Improved Hydro-Carbon Process Ltd., London, *Raffination von Kohlenwasserstoffen*. Man behandelt *Rohbenzol* oder *Crackdestillate* mit einer Lsg. von FeCl_3 oder $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ in 70%ig. H_2SO_4 . Dadurch sollen die verharzenden *Diolfine* entfernt werden, *Olfine* aber erhalten bleiben. (E. P. 397 460 vom 19/11. 1931, ausg. 21/9. 1933. F. Prior. 20/1. 1931.) DERSIN.

Carl Viktor Allenspach, Wil (St. Gallen, Schweiz), *Verfahren zur Erzeugung des Brennstoffluftgemisches von Vergasermotoren*, dad. gek., daß die zum Verbrennungsprozeß erforderliche Frischluft zuerst durch den den fl. Brennstoff aufweisenden Brennstoffbehälter geschickt wird, um den im Brennstoffbehälter verdunsteten Brennstoff mitzunehmen, worauf das entstandene Brennstoffluftgemisch in den Vergaser geführt wird u. dort mit dem vom Brennstoffbehälter zugeführten fl. Brennstoff gemischt wird. — Der fl. Brennstoff soll im Brennstoffbehälter zur Steigerung der Verdunstung erwärmt werden. (Schwz. P. 161 396 vom 7/10. 1931, ausg. 1/7. 1933.) DERSIN.

Soc. An. Le Carbone, Gennevilliers, Frankreich, *Verfahren zur Behandlung von Schweröl in der Speiseleitung von Brennkraftmaschinen durch Katalyse* nach D. R. P. 536 635, dad. gek., daß der Brennstoff nur mit der zur Zerstäubung erforderlichen Luftmenge durch die aktive Holzkohle geleitet u. die eigentliche Verbrennungsluft

dem katalyt. behandelten Gemisch zugeführt wird. (D. R. P. 585 220 Kl. 46 c² vom 4/5. 1927, ausg. 29/9. 1933. F. Prior. 24/8. 1926. Zus. zu D. R. P. 536 635; C. 1933. I. 3660.)
DERSIN.

C. C. Wakefield & Co. Ltd., England, *Herstellung von Schmiermitteln*. Metall. Zinn oder organ. Zinnverb., wie Sn-Oleat, -Naphthylat, -Ricinolat, -Phenolat oder Zinnmethyljodid, werden in Schmierölen, die aus einer Mischung von mineral., animal. u. vegetabil. Ölen, insbesondere Ricinusöl, bestehen können, suspendiert. Gegebenenfalls wird den Schmiermitteln noch eine geringe Menge Tetraäthylblei oder Pb-Oleat zugesetzt. (F. P. 752 113 vom 7/3. 1933, ausg. 16/9. 1933. E. Prior. 9/3. u. 10/3. 1932.)
RICHTER.

Stratford Development Corp., übert. von: **Charles Walcott Stratford**, Kansas City, Mo., *Verbesserung von Schmieröledestillaten*. Die Öle werden im vorgewärmten Zustande durch Zerstäubung in einem unter Vakuum stehenden Gefäß getrocknet, dann mehrere Male hintereinander bei verschiedenen Temp. mit H₂SO₄ unter Abtrennen des Säureschlammes in einer Zentrifuge behandelt u. neutralisiert. (A. P. 1 927 853 vom 12/12. 1930, ausg. 26/9. 1933.)
RICHTER.

Continental Oil Co., übert. von: **Lloyd L. Davis** und **Graeme L. Atkinson**, Ponca City, Okla., *Verbesserung von Schmieröledestillaten*. Die Öle werden zunächst entwässert, dann zwecks Oxydation der ungesätt. KW-stoffe mit Luft behandelt, mit konz. H₂SO₄ raffiniert u. neutralisiert. (A. P. 1 927 823 vom 23/11. 1928, ausg. 26/9. 1933.)
RICHTER.

Sharples Specialty Co., übert. von: **Charles M. Ambler jr.**, Philadelphia, Pa., *Reinigung gebrauchter Schmieröle*. Die Öle werden durch ein Rohr gepumpt u. dabei bis zum Verdampfen des in ihnen enthaltenen W. z. B. auf 250—350° F erhitzt. Die erhitzten Öle werden zwecks Abtrennung des H₂O-Dampfes in ein Gefäß geleitet u. darauf zentrifugiert. (A. P. 1 926 188 vom 22/10. 1929, ausg. 12/9. 1933.)
RICHTER.

Sharples Solvents Corp., übert. von: **Robert R. Vallee**, Philadelphia, Pa., *Schmier- und Gleitmittel*, bestehend aus einer Mischung von Amylendichloriden u. einem Schmieröl. (A. P. 1 926 961 vom 27/11. 1931, ausg. 12/9. 1933.)
RICHTER.

Newport Industries, Inc., Milwaukee, Wis., übert. von: **Paul O. Powers**, Pensacola, Fla., *Reinigung geschwefelter Öle zwecks Herstellung von Schneideölen*. Kiefern-, Terpentinöle o. dgl. werden in üblicher Weise mit S erhitzt, dann mit einer wss. Alkalihydroxydlsg. behandelt, mit W. gewaschen u. im Vakuum getrocknet. Zur Herst. von Schneideölen werden die erhaltenen gereinigten Öle mit Schmierölen vermischt. (A. P. 1 926 648 vom 4/4. 1932, ausg. 12/9. 1933.)
RICHTER.

Newport Industries, Inc., übert. von: **Robert C. Palmer** und **Paul O. Powers**, Pensacola, Fla., *Herstellung von geschwefelten Terpentinölen zwecks Erzeugung von Schneideölen*. Terpentin- oder Kiefernöle werden mit S in Ggw. von alkal. Stoffen, die, wie z. B. Alkalihydroxyde, Polysulfide bilden, erhitzt, mit verd. wss. Alkalihydroxydlg. gewaschen u. im Vakuum getrocknet. Die Schwefelung kann gegebenenfalls in Ggw. von Oxydationskatalysatoren, wie Kupferhydroxyd, u. eines O₂-haltigen Gases erfolgen. Die erhaltenen Öle werden durch Vermischen mit Schmierölen auf Schneideöle verarbeitet. (A. P. 1 926 687 vom 3/5. 1932, ausg. 12/9. 1933.)
RICHTER.

XXI. Leder. Gerbstoffe.

R. S. Edwards, *Die Durchlässigkeit von Wasserdampf durch Leder*. Vf. beschreibt eine neue Methode, mit der die verschiedenen Faktoren untersucht werden können, die die Wasserdampfdurchlässigkeit von Leder beeinflussen. Die zu untersuchende Lederscheibe ist in eine Kammer eingespannt. Zu beiden Seiten streichen am Leder Luftströme vorbei, die keine Druckdifferenz, aber unterschiedliche Luftfeuchtigkeit aufweisen. Aus dem Wechsel des Feuchtigkeitsgeh. wird die durch das Leder geströmte Wasserdampfmenge errechnet. — Verss. mit Sohlleder zeigen, daß das Leder wie ein Widerstand für den Wasserdampf wirkt. Die theoret. Betrachtung bestätigt, daß das Leder größere Capillaren enthält, die gewöhnlich kein W. enthalten u. kleinere Capillaren, die im allgemeinen W. enthalten. Der Durchmesser der kleineren Capillaren ist etwa 10⁻⁷ cm, der der größeren 10⁻⁴ bis 10⁻⁸ cm. (J. int. Leather Trades Chemists 16. 439—49.)
GIERTH.

D. Woodroffe, *Das Färben von Handschuhleder*. Angaben zur Herst. farbiger Handschuhleder. (Chem. Age 28. 410. 6/5. 1933.)
GIERTH.

L. Jablonski, *Über den Auswaschverlust des lohgaren Leders*. Vf. erläutert die Begriffe „Auswaschverlust“ u. „auswaschbare Stoffe“ u. untersucht die Zweckmäßigkeit der Methode zur Best. des Auswaschverlustes. Zur Beurteilung von vegetabil. Söhlleder empfiehlt Vf. das Verh. in k. W. bei größerer Zerteilung (Quadrate von 2—4 cm Seitenlänge) heranzuziehen, indem die Aufnahme von W. u. die Abgabe in W. bestimmt wird. (Collegium 1933. 309—10. Juni.) GIERTH.

R. S. Edwards, *Bemerkung zur Bestimmung der wirklichen Dichte von Söhlleder*. Vf. weist auf eine Methode zur Best. der wirklichen D. von Söhlleder hin, die auf dem BOYLESchen Gesetz beruht. Verss. ergeben, daß die wirkliche D. bei 1,40—1,50 liegt. Die Fehlergrenze der Methode beträgt 1—2%. (J. int. Soc. Leather Trades Chemists 17. 358—63. Juni 1933.) GIERTH.

Erik Schirm, Dessau, *Verfahren zur Veredlung von vegetabilischen Gerbstoffextrakten*, 1. dad. gek., daß man auf die flüssigen Extrakte eine oder mehrere Diazoniumverbb. einwirken läßt u. zwar in einer Menge, die ein Grammäquivalent, berechnet auf 20 kg festen Extrakt, nicht übersteigt, u. ungenügend ist, um die gesamten kuppungsfähigen Bestandteile des Extraktes in Azofarbstoffe überzuführen, u. dann gegebenenfalls die Extrakte in bekannter Weise in feste Form überführt. — 2. gek. durch die Verwendung von Diazoniumverbb. des Anilins, seiner Homologen oder Kernsubstitutionsprodd., insbesondere der Aminobenzolsulfonsäuren. — Z. B. werden 2 kg Anilin in bekannter Weise in konz. salzsaurer oder schwefelsaurer Lsg. diazotiert, u. die Diazolsg. wird langsam u. unter kräftigem Rühren einlaufen gelassen in 1500 l klar in k. W. l., sulfitierten Angicoextrakt von 25 Bé., entsprechend 1000 kg festem Extrakt. Nach der Zugabe ist der Extrakt unmittelbar gebrauchsfertig, kann jedoch auch im Vakuum eingedampft werden, so daß er beim Erkalten erstarrt. (D. R. P. 584 541 Kl. 28 a vom 25/2. 1931, ausg. 21/9. 1933. — Brasil. Prior. 26/2. 1930.) SEIZ.

P. A. Jakimow und **R. I. Tafarskaja**, U.S.S.R., *Gewinnung von Tannin und Gallussäure*. Weitere Ausldg. des Verf. nach Russ. P. 24075, darin bestehend, daß das Tannin aus den Gerbstoffextrakten durch Erdalkalihydroxyde fraktioniert ausgeschieden wird. (Russ. P. 28 280 vom 2/11. 1931, ausg. 30/11. 1932. Zus. zu Russ. P. 24 075; C. 1932. II. 2004.) RICHTER.

XXII. Leim. Gelatine. Klebmittel usw.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., übert. von: **Wilhelm Pungs**, Ludwigshafen a. Rh., *Imprägnier- und Klebemassen*. Man erhitzt Stearinpech zusammen mit einem oxydierten oder polymerisierten pflanzlichen Öl, z. B. Holzöl, einem schwefelabgebenden Stoff, z. B. Chlorschwefel, u. einer schwefelhaltigen organ. Substanz, die man durch Extraktion von Teer aus bituminöser Kohle mittels eines alkoh. Lösungsm. erhält. (A. P. 1 916 584 vom 5/12. 1927, ausg. 4/7. 1933.) BEIERSDORF.

James Joseph Norris, Dallington, Neu-Seeland, *Herstellung eines Klebstoffes*, insbesondere zum Kleben von Papier u. Pappe. Man vermischt 8 (Gewichtsteile) Weizenmehl, 1 Alaun u. 8 k. W. innig, erhitzt die M. zum Sieden, dampft sie zur Trockne ein u. pulvert den Rückstand. Das Pulver wird mit k. W. zum gebrauchsfertigen Klebstoff angeteigt. (Aust. P. 8259/1932 vom 14/7. 1932, ausg. 6/7. 1933.) SARRE.

Boston Blacking Co., Frankreich, *Klebstoff, insbesondere für Leder*, bestehend aus einer Lsg. eines Cellulosederiv. niederer Viscosität u. eines Cellulosederiv. hoher Viscosität mit einem Zusatz an Dibutylphthalat als Weichmachungsmittel. Z. B. verwendet man als Klebstoff eine Mischung aus 450 g Nitrocellulose (12% N) (1/2 Sek. Viscosität), 675 g Nitrocellulose (12% N) (18 Sek. Viscosität), 475 g C₂H₅-OH, 3900 g Äthylacetat, 60 g Dibutylphthalat. Der Klebstoff eignet sich in erster Linie zur Herst. von Schuhen, insbesondere zum Aufkleben des Oberleders auf die Brandsohle. (F. P. 751 140 vom 20/2. 1933, ausg. 28/8. 1933. A. Prior. 17/3. 1932.) SEIZ.

Otto P. Krogh, Kopenhagen, *Verfahren zum Verkleben von Leder*. Die Lederstücke werden an den zu verklebenden Teilen zunächst aufgerauht u. mit einem Latexaufstrich versehen. Nach dem Trocknen der Latexschichten wird auf dieselben eine Lsg. eines Vulkanisationsbeschleunigers aufgetragen u. die Stücke werden zusammengepreßt. (A. P. 1 923 215 vom 2/10. 1929, ausg. 22/8. 1933.) SEIZ.

H. Jakobus Prins, Hilversum, Niederlande, *Klebeverfahren*. Zum Zusammenkleben von Papier zwecks Herst. von wasserundurchlässigem Packpapier, von Holz

o. dgl. verwendet man eine Mischung aus einer w. Kautschukdispersion mit einer w. Wachsemlusion. Z. B. wird eine Emulsion aus 100 Teilen Paraffin u. 5 Teilen gebleichtem Montanwachs u. 175 Teilen W. 10° über die FF. der Wachse erhitzt u. mit 50 Teilen Latex (40%ig) vermischt. Die so erhaltene Klebstoffmischung wird auf die zu verklebenden Papierflächen aufgetragen u. dieselben nach dem Trocknen unter Erwärmen u. Druck miteinander verbunden. (E. P. 398 006 vom 5/7. 1932, ausg. 28/9. 1933.) SEIZ.

George Edward Heyl, London, *Bindemittel zum Aufbringen von Verzierungen* oder Papier auf Glas, bestehend aus 15 Teilen konz. Latex, 3—12 Teilen SiO₂-Mehl u. 0,5—1 Teil Gummiharz. Event. werden noch Farbstoffe zugesetzt. (E. P. 397 678 vom 15/9. 1932, ausg. 21/9. 1933.) M. F. MÜLLER.

Else Schlüter, Hamburg, *Faserstoff und Erhärtungsmittel enthaltende Masse als Zusatz zur Flüssigkeit in Flüssigkeitsbehältern, insbesondere in Kühlern von Kraftfahrzeugen* zum Verstopfen undichter Stellen, dad. gek., daß das Erhärtungsmittel aus einem alkal. Stoffe besteht, der in solchen Mengen zugesetzt ist, daß die Faserstoffe infolge Erhöhung des spezif. Gewichtes der Fl. in dieser in der Schwebe gehalten werden. Z. B. werden Cellulose mit Wasserglas oder Baryumhydroxyd gemischt. (D. R. P. 577 744 Kl. 46c, vom 14/1. 1931, ausg. 3/6. 1933.) JOHOW.

Crown Cork & Seal Co., Inc., V. St. A., *Elastische Verschlusmasse für Stopfen u. dgl.* Man vermischt einen schlüpfrig machenden, nicht klebrigen Stoff, z. B. Wachs unter event. Zusatz eines nicht „ausschwitzenden“ Stoffes, z. B. Stearinsäure, mit Kautschuk. Beispielsweise enthält die M. 30 Teile Kautschuk, 2 Teile Stearinsäure, 1 Teil S, 1,5 Teile ZnO, 50,25 Teile Ton, 15 Teile Ceresin. (F. P. 752 141 vom 8/3. 1933, ausg. 16/9. 1933.) SCHÜTZ.

XXIII. Tinte. Wichse. Bohnermassen usw.

Leo Ivanovszky, *Ein Schuhcremeansatz und seine Beurteilung.* Die erforderlichen Eing. der Ausgangsmaterialien werden besprochen. (Seifensieder-Ztg. 60. 727—28. 4/10. 1933.) HLOCH.

Rudolf Plücker, *Schleif- und Polierfettkompositionen.* Übersicht u. Vorschriften. (Seifensieder-Ztg. 60. 443—44. 21/6. 1933.) SCHÖNFELD.

Victory-Kidder Printing Machine Co., Ltd., England, *Herstellung von Kohlepapier.* Als Farbstoff- u. Überzugsmittel wird ein Gemisch von 2,5 Teilen Bienen- oder Carnaubawachs, 0,5 Teilen Esterharz aus Abiotinsäure resp. Kolophonium, je 15 Teilen Ricinusöl u. Rüböl, 4,5 Teilen Farbstoff (base bleue) in Ölsäure u. 10 Teilen Ruß benützt, wovon 16,25 Teile gel. werden in 270 Teilen einer 6%ig. Lsg. von Celluloseacetat oder Nitrocellulose in Aceton denen 5 Teile Amyltartrat zugesetzt worden sind. Gemäß einem anderen Beispiel wird ein Gemisch aus 1,75 Teilen Wachs, 0,25 Teilen Abiotinsäureesterharz, je 10 Teilen Ricinus- u. Rüböl, 2,5 Teilen Farbstoff (base bleue), 4 Teilen Bronzeblau u. 7 Teilen Ruß fein gemahlen. Davon sowie von dem ersten Farbgemisch werden je 16,25 Teile gel. in 270 Teilen einer 6%ig. Lsg. von Celluloseacetat in Aceton, denen 7,5 Teile Äthylphthalat zugesetzt worden sind. Dazu noch zahlreiche weitere Beispiele. (F. P. 748 712 vom 14/11. 1932, ausg. 8/7. 1933. E. Prior. 14/11. 1931.) M. F. MÜLLER.

Soc. An. des Anciens Établissements Braunstein Frères, Frankreich, *Herstellung von Kohlepapier.* Das Papier, resp. der Stoff wird vor dem Aufbringen der Farbtinte mit einem Fettstoff, z. B. mit Stearinsäure, imprägniert. Z. B. wird N-Stearat dem Papierstoff im Holländer zugesetzt u. durch Zusatz von Säure, z. B. von Oxalsäure, wird die Stearinsäure in Freiheit gesetzt. (F. P. 751 410 vom 26/5. 1932, ausg. 4/9. 1933.) M. F. MÜLLER.

D. N. Rosenhaus und S. M. Nisnewitsch, U.S.S.R., *Herstellung der Farbräuermassen für Kopierpapier.* Paraffin wird unter Zusatz von Kolophonium geschmolzen u. mit Bleiglätte, Bleizucker u. MnO₂ vermischt. (Russ. P. 27 555 vom 4/1. 1932, ausg. 31/8. 1932.) RICHTER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., übert. von: Hugo Schmid, Leverkusen a. Rh., *Mittel zum Kennzeichnen von Tieren*, bestehend aus einer farbstoffhaltigen alkoh. Lsg. von Kolophonium. Als Farbstoffe dienen bas. Farbstoffe. (Can. P. 305 881 vom 24/4. 1929, ausg. 18/11. 1930.) M. F. MÜLLER.

XXIV. Photographie.

J. H. Webb, *Die Abweichungen vom photographischen Reziprozitätsgesetz für Strahlen verschiedener Wellenlängen.* (Vgl. C. 1933. II. 2627.) Messungen an einer hochempfindlichen unsensibilisierten u. einer hochempfindlichen panchromat. Emulsion im Wellenlängenbereich von 3650—6910 Å unter Verwendung gefilterter Hg-Strahlung u. des Reziprozitätssensitometers von JONES (J. opt. Soc. America 7 [1923]. 305). Die Reziprozitätskurven $\log(J \cdot t) / \log t$ verlaufen einander parallel, was für die Tonwiedergabe mehrfarbiger Objekte von Bedeutung ist. Aus dem Verlauf der Kurven kann geschlossen werden, daß Punkte gleicher Expositionszeit einer gleichen photochem. Aktivität der einfallenden Strahlung entsprechen. Bestat. der krit. Frequenz f_c , von der ab intermittierende u. kontinuierliche Belichtung einer gleichen mittleren Intensität die gleiche photograph. Wrkg. ergeben (vgl. C. 1933. II. 2627), führen für verschiedene Wellenlängen zum gleichen Wert. Hieraus wird geschlossen, daß der photochem. Primärprozeß bei gleicher Expositionszeit u. gleicher entwickelbarer D. für alle Wellenlängen in gleicher Weise verläuft. (J. opt. Soc. America 23. 316—23. Sept. 1933. Kodak Res. Lab., Comm. Nr. 523.) LESZYNSKI.

Karl A. Maring, *Der Einfluß des Druckes auf die Entstehung des latenten Bildes, insbesondere sein Einfluß auf die Bildumkehrung im Solarisationsgebiet.* Photograph. Schichten wurden, während sie unter Druck standen, belichtet; gleichzeitig wurde dieselbe Schicht unter n. Bedingungen der gleichen Belichtung ausgesetzt. Die gedrückte Stelle hatte eine geringere Schwärzung als die n. belichtete. Die Schwärzungsdifferenz dieser beiden Stellen sank mit steigender Belichtung u. vergrößerte sich mit steigendem Druck. Eine lineare Beziehung zwischen Schwärzungsdifferenz u. Belichtung oder Druck war jedoch nicht zu finden. Im Gebiet der Solarisation bewirkt Druck eine deutliche Beschleunigung der Bildumkehr. (Physic. Rev. [2] 42. 911. 1/1. 1933. St. Louis Univ.) RÖLL.

Julian M. Blair, *Der Herscheleffekt mit Röntgenstrahlen und mit blauem Licht.* In Übereinstimmung mit den theoret. Vorstellungen von BLAIR u. LEIGHTON (C. 1932. II. 2278) lassen sich an Entw.-Papieren Umkehrerscheinungen durch Sekundärbelichtungen mit Röntgenstrahlen u. mit blauem Licht erzielen, wenn die Sekundärbelichtung mit sehr niedriger Intensität (Belichtungszeit: 4 Stdn. täglich während eines Zeitraums von 4 Monaten bei Röntgenstrahlen; 30 Tage bei blauem Licht) durchgeführt wird. (Physic. Rev. [2] 43. 85—86. 1/1. 1933. Univ. of Colorado.) LESZYNSKI.

T. R. Wilkins und **R. N. Wolfe**, *Die Empfindlichkeit der photographischen Emulsion für α -Strahlen.* Es wird festgestellt, daß die von KINOSHITA (Proc. Roy. Soc., London. Ser. A. 83 [1909]. 432) für Einschichtemulsionen abgeleitete Gleichung $D = D_{\max} (1 - e^{-c \cdot N})$ auch für Handemulsionen erfüllt ist. Es wird eine Ableitung der Formel gegeben, aus der hervorgeht, daß die Wahrscheinlichkeitskonstante c_1 unabhängig von der Schichtdicke ist. Die Beziehung $s_0 = k/\pi \rho^2$ zwischen s_0 , der Zahl der Körner pro qcm, k , der Zahl der in der Tiefe der Schicht hintereinanderliegenden Körner, u. $\pi \rho^2$, der mittleren Korngröße, hat sich als brauchbar erwiesen. Zur Eliminierung der durch Fluoreszenzstrahlung erzeugten Schwärzung wurde mit Chromsäure desensibilisiert. Es wurde festgestellt, daß die Desensibilisierung nur für eine begrenzte Zeit wirksam ist. Die durch mechan. Druck hervorgerufenen Effekte auf mit Chromsäure desensibilisierten Platten sind — wie durch andere Strahlenarten (vgl. WOOD, Philos. Mag. J. Sci. 6 [1903]. 577) — auch durch α -Strahlung umkehrbar. (J. opt. Soc. America 23. 324—32. Sept. 1933. Rochester, Univ., Dep. of Phys.) LESZ.

Lüppo-Cramer, *Zur photochemischen Bildzerstörung mit Hilfe der Desensibilisatoren.* (Vgl. C. 1933. II. 2929.) Vf. zeigt, daß die früher an einer größeren Reihe von Fabrikaten untersuchte Bildzerstörung durch rotes Licht in Ggw. von Desensibilisatoren durch Zusatz von KBr zur Lsg. der Farbstoffe noch gesteigert werden kann. Bei Belichtung mit gelbem Licht ist die Bildzerstörung besonders stark, wobei auch bei hochempfindlichen Platten keine Schleierbildg. beobachtet wird. Die bildzerstörende Wrkg. wird durch Sulfit verringert u. tritt auch im Entwickler nicht mehr auf. Die Bildzerstörung an desensibilisierten KBr-haltigen Schichten gelang auch durch grünes Licht, doch zeigten die verschiedenen Fabrikate völlig verschiedenes Verh. Unter Umständen wirkt die Nachbelichtung bei derselben Emulsion je nach dem verwandten Farbstoff verstärkend oder abschwächend auf das latente Bild. (Photogr. Korrresp. 69. 145—49. Okt. 1933.) FRIESER.

Kodak-Pathé, Seine, Frankreich, *Herstellung von sensibilisierend wirkenden Farbstoffen*. Man führt die eine reaktionsfähige, CH₃ enthaltende Thiazolbase durch Erwärmen mit einem Alkylester einer Sulfonsäure in die quaternäre Alkylverb. über, erwärmt diese in wasserfreiem Pyridin mit Orthoameisensäureäthylester u. setzt das Prod. mit einem Alkalijodid oder -bromid um, die so erhaltenen Farbstoffe der Neothiazolcarbocyaninreihe werden dann gereinigt. — Man erhitzt 3 Moll. 2-Methylthiazol mit 3 Moll. p-Toluolsulfosäuremethylester, löst das erhaltene feste, quaternäre Salz in sd. wasserfreiem Pyridin, gibt 3 Moll. Orthoameisensäureäthylester zu u. erhitzt 5 Stdn. unter Rückfluß. Beim Abkühlen scheidet sich das *Metho-p-toluolsulfonat* des *Neothiazolcarbocyanins* aus, die abfiltrierten Krystalle wäscht man mit k. Pyridin, löst in sd. CH₃OH u. gibt eine wss. Lsg. von KJ im Überschuß zu u. läßt zum Krystallisieren stehen; das abgeschiedene *Jodid* des *Neothiazolcarbocyanins* des *p-Toluolsulfonates* des *Metho-2-methylthiazols* liefert beim Umkrystallisieren aus CH₃OH verfilzte Nadeln. In analoger Weise erhält man aus 2-Methylthiazol u. p-Toluolsulfosäureäthylester das *p-Toluolsulfonat* des *Ätho-2-methylthiazols*, das mit Orthoameisensäureäthylester u. darauffolgendem Zusatz von KJ das *Jodid* des *Neothiazolcarbocyanins* des *p-Toluolsulfonates* des *Ätho-2-methylthiazols* gibt. In gleicher Weise erhält man aus dem 2,4-Dimethylthiazol das *Jodid* des *Neothiazolcarbocyanins* des *p-Toluolsulfonates* des *Metho-2,4-dimethylthiazols*, das *Jodid* des *Neothiazolcarbocyanins* des *Methomethylsulfats* des *2,4-Dimethylthiazols*, das *Jodid* des *Neothiazolcarbocyanins* des *p-Toluolsulfonates* des *Ätho-2,4-dimethylthiazols*, das *Jodid* des *Neothiazolcarbocyanins* des *p-Toluolsulfonates* des *Metho-2-methyl-4-phenylthiazols*, das *Jodid* des *Neothiazolcarbocyanins* des *p-Toluolsulfonates* des *Ätho-2-methyl-4-phenylthiazols*. — Man erwärmt 4-Phenyl-2-methylthiazol mit p-Toluolsulfosäuremethylester u. erhitzt das gebildete *Metho-p-toluolsulfonat* des 4-Phenyl-2-methylthiazols in Pyridin mit Orthoessigsäuremethylester, durch Umsetzen mit KJ erhält man das *Jodid* des 4,4'-Diphenyl-3,3',7-trimethylthiazolcarbocyanins in grünlich glänzenden Krystallen. In analoger Weise erhält man das *Jodid* des 4,4'-Diphenyl-3,3'-dimethyl-7-äthylthiazolcarbocyanins. Die Farbstoffe sensibilisieren die photograph. Emulsion stark gegenüber den roten u. gleichzeitig gegenüber den grünen Strahlen des Spektrums. (F. P. 739 314 vom 30/6. 1932, ausg. 9/1. 1933. A. Prior. 30/6. 1931.) FRANZ.

Kodak-Pathé, Seine, Frankreich, *Herstellung von sensibilisierend wirkenden Farbstoffen*. Man kondensiert 2 Moll. einer den Benzselenaolring enthaltenden Verb. mit 1 Mol. des Esters einer Orthocarbonsäure. — Man erhitzt 2 Moll. des 1-Methylbenzselenaols mehrere Stdn. mit *Methylsulfat* auf dem W.-Bade; das gebildete *Methomethylsulfat* des 1-Methylbenzselenaols erwärmt man in wasserfreiem Pyridin mit überschüssigem Orthoessigsäuretriäthylester unter Rückfluß, versetzt die w. Lsg. mit einer wss. Lsg. von KJ, hierbei scheidet sich das *Jodid* des 2,2',8-Trimethylselenocarboyanins in bläulichen Krystallen ab. In ähnlicher Weise erhält man das *Jodid* des 2,2'-Dimethyl-8-äthylselenocarboyanins. Die Farbstoffe dienen zum Sensibilisieren von photograph. Emulsionen. (F. P. 741 572 vom 27/8. 1932, ausg. 14/2. 1933. A. Prior. 27/8. 1931.) FRANZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Max Hagedorn und Eugen Gühring, Dessau), *Herstellung von Überzügen auf photographischen und kinematographischen Filmen* mittels Lsgg. von Kolloiden mit Ausnahme von solchen aus vegetabil. oder animal. Eiweiß, dad. gek., daß die Lsgg. keine Lösungsmm. für die Filme enthalten u. so verdünnt sind, daß durch einmaliges Auftragen nur Überzugsschichten von weniger als 200 μ Dicke entstehen können. Genannt werden Lsgg. von *Celluloseacetatbutyrat* (Bzl. + A.), *Äthylcellulose* (Toluol, Xylol), *Äthylloxäthylcellulose* (A.), *Methylloxäthylcellulose* (W.) u. *Celluloseacetat* (Dichlormethan + Methanol). (D. R. P. 585 411 Kl. 57b vom 25/12. 1929, ausg. 3/10. 1933.) GROTE.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Film-pack für Farbenphotographie*, bestehend aus verschiedenen farbenempfindlichen Emulsionen, verbunden mit darauf abgestimmten Korrektionsfiltern, so daß die 3 Schichten gleicher Lichtempfindlichkeit haben u. sich die Anordnung eines besonderen Selektionsfilters vor dem Objektiv erübrigt. (D. R. P. 571 099 Kl. 57b vom 11/12. 1930, ausg. 27/2. 1933; E. P. 383 448 vom 10/12. 1931, ausg. 8/12. 1932; F. P. 727 938 vom 7/12. 1931, ausg. 27/6. 1932. D. Prior. 10/12. 1930.) GROTE.