

Chemisches Zentralblatt.

1936 Band I.

Nr. 5.

29. Januar.

A. Allgemeine und physikalische Chemie.

H. R. Kruyt, *Kenntnis und Begriff*. An dem Beispiel der Entw. der Chemie, insbesondere der Kolloidchemie, wird gezeigt, daß erst die Begriffsbildg. u. die Erkenntnis von Zusammenhängen das Wissen um Einzel Tatsachen fruchtbar macht, wobei allgemein für jede Wissenschaft die Reihenfolge Beobachtung—Morphologie—Systematik—Begreifen festzustellen ist. (Naturwetensch. Tijdschr. 17. 139—47. 16/10. 1935. Utrecht u. Gent, Univv.) R. K. MÜLLER.

J. H. Simons, *Die Chemie als Schulungsmittel in der allgemeinen wissenschaftlichen Erziehung*. (J. chem. Educat. 12. 461—64. Okt. 1935. Pennsylvania, State College.) ECK.

N. M. Shah, *Zur Bestimmung des Äquivalentgewichts*. Vorlesungsverss. (J. chem. Educat. 12. 492—93. Okt. 1935. Dharwar, Indien, Univ. of Bombay.) ECKSTEIN.

Felix Zeman, *Explosionsversuche mit Dämpfen, Gasen und Staub*. Vf. beschreibt eine einfache Anordnung, die leicht, sicher u. genau den Verbrennungsvorgang leicht entzündlicher Gase oder Stoffe zu beobachten gestattet. In einen starkwandigen 2-l-Rundkolben, durch dessen Boden isoliert 2 Cr-Ni-Drähte bis in die Mitte des Kolbenraumes hineingeführt sind, werden einige Tropfen leicht brennbarer Fl. oder einige cem Gas oder Staub (z. B. Kohlenstaub) gegeben. Der Hals des Kolbens wird durch einen Papierpfropfen leicht verschlossen. Die Zündung erfolgt durch den zwischen den zwei Enden der Cr-Ni-Drähte überspringenden Funken oder bei Staub (Zucker, Stärke usw.) unter Zwischenschaltung eines Streichholzkopfes. Einzelheiten u. Abbildungen im Original. (J. chem. Educat. 12. 483—84. Okt. 1935. Chrudim, Tschechoslowakei, Staatl. Handelshochschule.) ECKSTEIN.

Francis C. Krauskopf, *Laboratoriumsdarstellung von Sauerstoff und von Chlor*. Da die übliche Methode der O₂-Darst. im Laboratoriumsunterricht aus MnO₂ u. KClO₃ einige Nachteile aufweist, schlägt Vf. als Ersatz die Darst. aus Ca(ClO)₂-Lsg. durch Zugabe von CoO vor. Auch die Cl₂-Darst. aus MnO₂ u. HCl wird zweckmäßig durch Zusatz einer Suspension von Chlorkalk oder Ca(ClO)₂ zu HCl ersetzt, wobei nicht erhitzt werden muß. (J. chem. Educat. 12. 293—94. 1935. Madison, Wis., Univ.) R. K. MÜLLER.

John L. Sheldon, *Salzsäure mit konstantem Siedepunkt*. Ausführliche Vorschriften zur Herst. (Unterricht). Bedeutung als acidimetr. Standard. (J. chem. Educat. 12. 377—78. Aug. 1935. Battle Creek, Mich., College.) ECKSTEIN.

Nicholas Opolonick, *Chemische Elemente und ihre Ordnungszahl als Punkte auf einer Spirale*. Vf. schlägt eine Schreibweise des period. Systems in der Form vor, daß die Elemente auf einer Spirale nach der Gleichung $P = 4\theta$ (θ = Ordnungszahl) in Polarkoordinaten angeordnet werden; durch den Ort der Edelgase He, Ne, Ar, Kr, X u. Rn werden konzent. Kreise gezeichnet, die die einzelnen Perioden umschließen; die Halbperioden werden ebenfalls durch (gestrichelte) konzent. Kreise durch den Ort von Ni, Pd u. Pt getrennt. Die Vorzüge des neuen Systems werden erläutert. (J. chem. Educat. 12. 265—67. 1935. New York City.) R. K. MÜLLER.

J. Mattau, *Isotopie der Elemente*. Allgemeine Darst. unserer bisherigen Kenntnisse über das At.-Gew., den Atombau u. die Isotopie. Nach einer Beschreibung der Verff. der Isotopenforschung werden die wichtigen Ergebnisse über den Aufbau der Atomkerne, den Massendefekt, das Äquivalenzgesetz, den schweren H₂² u. d. Drall der Kerne mitgeteilt. (Z. Ver. dtsh. Ing. 79. 1140—44. 21/9. 1935. Wien.) G. SCHMIDT.

L. Piaux, *Neuere Untersuchungen über die Isotopen*. Vf. berichtet kurz über Fortschritte der massenspektrograph. Unters. positiver Ionenstrahlen, die Hyperfeinstrukturunters. in Atomspektren, ferner über Isotopieeffekte in den Bandenspektren von Moll. unter besonderer Berücksichtigung der Entdeckung der schweren O-Isotopen, über die Isotopenrennung durch Diffusion u. über die künstliche Erzeugung von radioakt. Isotopen durch Kernzertrümmerung. Vollständigkeit ist offenbar nicht angestrebt worden. (Rev. gén. Sci. pures appl. 46. 406—10. 15/7. 1935.) ZEISE.

E. P. Hedley, *Schweres Wasser*. Kurzer Bericht über die Entdeckung u. einige Eigg. der schweren H- u. O-Isotopen, sowie des schweren W. (J. South-Afric. chem. Inst. 17. 8—12. 1934.) ZEISE.

Klaus Hansen, Erling Rustung und Johan Hveding, *Untersuchungen über den Gehalt an schwerem Wasser von französischen und einigen anderen Mineralwässern*. 7 verschiedene Proben von Mineralwässern aus natürlichen Quellen in Frankreich, Schweden u. Norwegen, sowie gewöhnliches W. aus Oslo werden im Vakuum vom größten Teile des gel. CO₂ befreit, dann mehrfach mit K₂MnO₄, Cr u. Ba(OH)₂ dest. Der Reinheitsgrad des W. wird durch Best. der Leitfähigkeit u. des Brechungsindex kontrolliert. Schließlich wird die D. der erhaltenen Wasserproben nach der Schwimmermethode durch Best. der Gleichgewichtstemp. mit der D. von gewöhnlichem W. verglichen. Ergebnis: Der Geh. der untersuchten Mineralwässer an schwerem W. ist innerhalb der experimentellen Fehlergrenzen ($\pm 0,02^0$, entsprechend einem D.-Unterschied von $\pm 2 \cdot 10^{-8}$ u. einem D₂O-Geh. von ca. $\frac{2}{100\ 000}$) von dem Geh. des gewöhnlichen W. nicht verschieden. (J. Pharmac. Chim. [8] 21 (127). 538—41. 1/6. 1935. Oslo, Univ., Inst. f. Pharmakologie.) ZEISE.

Folke Norling, *Eine Methode zur elektrolytischen Darstellung von Deuterium aus schwerem Wasser*. Die bei der elektrolyt. Darst. von reinem Deuterium aus D₂O auftretende experimentelle Schwierigkeit, bei Druckänderungen beide Elektroden gleichmäßig mit D₂O umspült zu halten, wird vom Vf. damit gelöst, daß er neben die Anode in dem einen Schenkel des V-Rohrs noch eine Hilfskathode schaltet. Steigt die Fl. an der Sauerstoffseite an, so wird der Hilfsstromkreis automat. geschlossen u. durch die einsetzende Wasserstoffentw. wird das Druckgleichgewicht wieder hergestellt. (Physik. Z. 36. 711—13. 1/11. 1935. Stockholm, Physikal. Institut der Univ.) SALZER.

T. H. Oddie, *Die Wirksamkeit der Trennung von Wasserstoff und Deuterium durch Elektrolyse*. Der Trennfaktor α bei der elektrolyt. Anreicherung von D₂O wird bestimmt unter Korrektur des während der Elektrolyse durch Verdampfen bedingten Verlustes. Es wird gefunden, daß der Trennfaktor unabhängig vom Elektrodenmaterial, der Wasserstoffionenkonz. des Elektrolyten u. der D₂O-Konz., aber abhängig von der Stromdichte ist. Bei hohen Stromdichten (2 Amp./qcm) ist $\alpha = 4,6 \pm 0,1$ (bei Zimmertemp.). Dieser Wert stimmt besser mit den von UREY u. TEAL (C. 1935. I. 2937) theoret. ermittelten Werten überein, als die von anderen Autoren angegebenen Zahlen. Bei 0,6 Amp./qcm ist $\alpha = 4,0 \pm 0,2$. α ist temperaturabhängig. Die D₂O-Konz. wurde nach der Schwimmermethode bestimmt. (Proc. phys. Soc. 47. 1060—67. 1/11. 1935. Univ. of Melbourne, Natural Philosophy Lab.) SALZER.

F. W. Aston, *Die Isotopenzusammensetzung und Atomgewichte von Hafnium, Thorium, Rhodium, Titan, Zirkon, Calcium, Gallium, Silber, Kohlenstoff, Nickel, Cadmium, Eisen und Indium*. (Vgl. C. 1935. I. 189.) Vf. untersucht mit einem Massenspektrographen 13 Elemente u. bestimmt hieraus die Isotopen u. die At.-Gew. Letztere stimmen sehr gut mit den internationalen Werten überein. Neu entdeckt wurden folgende Isotope: Ca⁴², Ca⁴³, Ti⁴⁶, Ti⁴⁷, Ti⁴⁹, Ti⁵⁰, Fe⁵⁷, Ni⁶¹, Ni⁶², Zr⁹¹, Zr⁹⁴, Zr⁹⁶, Rh¹⁰³, Cd¹⁰⁶, Cd¹⁰⁸, Cd¹¹⁵, In¹¹³, Hf¹⁷⁶, Hf¹⁷⁷, Hf¹⁷⁸, Hf¹⁷⁹, Hf¹⁸⁰. (Proc. Roy. Soc., London. Ser. A. 149. 396—405. 1935.) GÖSSLER.

Erich Hayek, *Schwermetallverbindungen als Neutralteile komplexer Kationen*. Vf. untersucht die Löslichkeit einiger schwerlös., sehr wenig dissoziierter Salze in Lsgg. von Perchloraten u. Acetaten u. stellt in einigen Fällen erhöhte Löslichkeit u. somit Komplexbldg. fest, bei der anzunehmen ist, daß analog wie bei der Hydratbldg. das Metallion die Dipole darstellenden Salz-moleküle als Neutralteile anlagert. Der Vorgang ließ sich nachweisen bei stark polarisierenden Ionen, wie Ag⁺, Hg²⁺, Pb²⁺ u. Tl⁺; als Neutralteile kommen Salze mit leicht polarisierbarem Anion, die Halogenide u. Chalkogenide derselben Metalle in Betracht. Es wird eine mit zunehmender Polarisierbarkeit des Halogenids steigende Löslichkeit der Ag- u. Hg-Halogenide in der Perchloratlsg. desselben u. des anderen Metalles festgestellt. PbJ₂ löst sich ebenfalls leicht in diesen Lsgg., aber Pb-Halogenide lösen sich nicht wesentlich in Bleiperchloratlsg. TlJ, das in TiNO₃ prakt. unl. ist, löst sich in Tl-Acetatlg. (Trübung beim Verdünnen der gesätt. Lsg.). Desgleichen wird eine erhöhte Löslichkeit der Oxyde PbO, Ag₂O u. HgO in einigen Perchloratlsgg. festgestellt. Ag₂S, Ag₂Se u. Ag₂Te lösen sich ohne Veränderung des Bodenkörpers in Ag-Perchloratlsg. merklich auf. — Bei qualitativen Überführungsvers. an Hg₂J bzw. AgJ enthaltenden Perchloratlsgg., die sich mit dem betreffenden entstehenden Bodenkörper im Gleichgewicht befinden, scheidet sich an der Kathode ein Gemisch von Metall u. Jodid, an der Anode das komplexe

Salz aus. Die Wanderungsrichtung des $[\text{Pb}(\text{Pb}(\text{OH})_2)]^+$ wird durch die Zunahme des Sauerstoffs im Kathodenraum angezeigt. Als Bodenkörper isoliert werden die Verbb. I $[\text{Hg}(\text{HgJ}_2)](\text{ClO}_4)_2$, II $[\text{Hg}(\text{HgJ}_2)](\text{ClO}_4)_2$, III $[\text{Hg}(\text{AgBr})_2](\text{ClO}_4)_2$, IV $2\text{AgClO}_4 \cdot \text{AgJ}$, V $[\text{Hg}(\text{HgO})_2](\text{ClO}_4)_2$. II ist gelb, die anderen sind weiß bzw. farblos; bei der Einw. von Feuchtigkeit werden sie zers. (Z. anorg. allg. Chem. 223. 382—86. 1935. Wien, Univ. 1. Chem. Lab.)

ELSTNER.

A. K. Babko, *Der Einfluß der Konzentration der Wasserstoffionen auf Oxydations- und Reduktionsreaktionen*. Aus den wiedergegebenen mathemat. Erwägungen heraus ergibt sich 1. daß ein großer Teil der Oxydations-Red.-Rkk. ohne Verbrauch von H^+ - oder OH^- -Ionen verläuft; jedoch nehmen oft Verbb. mehrwertiger Ionen mit O an den Rkk. teil. 2. H^+ -Ionen verringern die Beständigkeit dieser O-Verbb. u. erhöhen dadurch das Oxydationspotential. Daher gilt $\epsilon_{\text{saure Lsg.}} > \epsilon_{\text{bas. Lsg.}}$. 3. Ein saures Medium begünstigt die Red., ein alkal. die Oxydation. Nebenrkk., die sich bei einer Veränderung der Rk. des Mediums abspielen, stören nicht. (Z. analyt. Chem. 103. 98—103. 1935. Kiew.)

ECKSTEIN.

W. F. Jackson, *Eine Untersuchung über den Mechanismus der Kohlendioxyd- und Wasserstoffsuperoxydbildung*. Im Zusammenhang mit der durch H_2O beschleunigten photochem. Rk. zwischen CO u. O_2 bei hohen Temp. (vgl. C. 1931. I. 1244; 1935. II. 483) untersucht Vf. die dabei angenommenen Rk.-Stufen: $\text{OH} + \text{CO} \rightarrow \text{CO}_2 + \text{H}$; $\text{H} + \text{O}_2 + \text{CO} \rightarrow \text{CO}_2 + \text{OH}$, indem er atomaren O, H u. freies OH, die durch Einw. elektr. Entladungen auf O_2 , H_2 u. H_2O erhalten werden, bei Drucken unter 1 mm auf CO einwirken läßt. Vf. kommt dabei zu folgenden Ergebnissen: 1. H_2O -Dampf wird durch eine hochgespannte Wechselstromentladung bei niedrigen Drucken u. Stromstärken von 0,15—0,7 Amp. zu etwa 50% dissoziiert. 2. Durch H_2O -Dampf, der nach Einw. einer elektr. Entladung mit CO zusammentritt, wird das CO zu CO_2 oxydiert. Durch besondere Verss. zeigt Vf., daß diese Oxydation hauptsächlich durch das in der Entladung gebildete OH erfolgt. 3. Wirkt H_2 , der eine elektr. Entladung passiert hat, auf ein Gemisch von O_2 u. CO ein, so bildet sich ebenfalls CO_2 . Die CO_2 -Ausbeute wird bei diesem Vers. nicht erhöht, wenn auch der O_2 mit einer Entladung behandelt wird, aber sehr stark herabgesetzt, wenn an Stelle des H_2 nur der O_2 der Entladung ausgesetzt wird. 4. An H_2O -Dampf, der elektr. Entladungen ausgesetzt war, konnte nur die OH-Emission, aber nicht die OH-Absorption beobachtet werden. Die OH-Emission tritt auch auf, wenn H_2 u. O_2 getrennt einer Entladung ausgesetzt u. dann zusammengeleitet werden u. wenn einer Entladung ausgesetzter O_2 mit molekularem H_2 zusammentritt. Vf. untersucht ferner die H_2O_2 -Bldg. bei der Einw. elektr. Entladungen auf H_2O -Dampf u. kommt dabei zu folgenden Resultaten: Unter optimalen Bedingungen gelingt es, 25% des H_2O als H_2O_2 zu gewinnen. Die H_2O_2 -Ausbeute nimmt mit fallender Stromstärke zu u. erreicht bei 0,15 Amp. ein Maximum. Bei konstanter Stromstärke wächst die H_2O_2 -Ausbeute mit steigender H_2O -Dampf-konz. Wird dem H_2O -Dampf, bevor oder nachdem er die Entladung passiert hat, O_2 zugeführt, so ist die H_2O_2 -Ausbeute sehr viel geringer; ebenso aber nicht so stark wirkt N_2 . Auch CO verringert, dem H_2O -Dampf, nachdem dieser die Entladung passiert hat, zugefügt, die H_2O_2 -Ausbeute, aber die Zahl der gebildeten CO_2 -Mole ist 3—20 mal so groß wie der auf die CO -Ggw. zurückzuführende Verlust der H_2O_2 -Ausbeute in Molen. — Auch trockener, mit einer elektr. Entladung behandeltes H_2 gibt mit O_2 , H_2O , dessen Ausbeute der O_2 -Strömungsgeschwindigkeit umgekehrt proportional ist. Etwa 74% des reagierenden O_2 bilden H_2O_2 . Wenn ein Gemisch von atomarem u. molekularem H_2 in ein Gemisch von CO u. O_2 (1:1) strömt, werden 1,6 Mole H_2O_2 pro Mol entstehendes CO_2 gebildet. Zwischen 1,3 u. 2,3 Mole CO_2 entstehen pro Mol durch die Zuführung von CO verschwindendes H_2O_2 . — Die Diskussion dieser Verss. u. verschiedener Rk.-Mechanismen führt Vf. zu der Annahme, daß die CO -Oxydation durch die bei der elektr. Entladung in H_2O -Dampf entstehenden Prodd. HO oder HO_2 u. nicht durch atomaren O oder über atomaren H erfolgt. (J. Amer. chem. Soc. 57. 82—89. 1935. Princeton, N. Y. Univ. Frick Chem. Labor.)

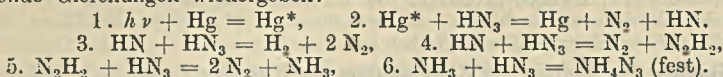
GEHLEN.

G. Sollazzo, *Die Photochemie der Zukunft*. Allgemeine Betrachtungen über die Möglichkeit der Einführung photosynthet. Prozesse in die Industrie. (Boll. chim. farmac. 74. 773—79. 15/11. 1935. Sesto San Giovanni.)

GOTTFRIED.

Albert E. Myers und **Arnold O. Beckman**, *Die durch Quecksilber sensibilisierte Zersetzung von Stickstoffwasserstoffsäure*. Die durch Hg sensibilisierte photochem. Zers. von gasförmigem HN_3 durch monochromat. Strahlung der Wellenlänge 2537 Å

wird in einem Druckbereich von 0,3—20 mm untersucht. Die Endprodd. der Zers. sind NH_3 u. N_2 mit intermediärer Bldg. von NH_4N_3 u. H_2 . Der Mechanismus der Zers., der wahrscheinlich mit dem der photochem. Zers. ident. ist, läßt sich durch folgende Gleichungen wiedergeben:



Annähernd 18% der HN_3 -Molekeln reagieren nach Gleichung 2 u. 3, 82% nach 2, 4, 5 u. 6. Im Anfangsstadium der Rk. werden annähernd 2,86 Moll. HN_3 pro absorbiertes Quant zers., berechnet für die Bldg. von NH_3 , oder 3,6 bezogen auf die Bldg. von NH_4N_3 . (J. Amer. chem. Soc. 57. 89—96. 1935. Pasadena, Californien, Inst. of Technology Gates Chem. Labor.) GEHLEN.

K. Tawada, *Strahlung aus Oberflächenverbrennung*. Vf. mischt feuerfesten Ton, an dessen Oberfläche Leuchtgas verbrannt wird, mit $x\%$ verschiedener Metalloxyde u. erhält damit $a\%$ Steigerung der Gesamtstrahlung, beginnende Verbrennung von $2\text{H}_2 + \text{O}_2$ bei b° (ohne Zusatz 505°) u. eine relative Schwärze, die bei elektr. Beheizung der Tonfläche von der Rückseite einer Strahlungsänderung um $c\%$ gegenüber dem Ton ohne Zusatz entspricht; CoO : $x = 2, a = 4,5, b = 400, c = +12,5$; CoO : $x = 10, a = 9,5$; UO_2 : $x = 5, a = 4,8, b = 420, c = +2,4$; ThO_2 : $x = 4, a = 0, b = 380, c = -13$. Eine unmittelbare Beziehung zwischen der katalyt. Wirksamkeit bei der Verbrennung u. der Gesamtstrahlung scheint nicht zu bestehen; die Änderung der Strahlung läßt sich aus rein physikal. Ursachen erklären. (J. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 37. 781B—82B. Sapporo, Univ., Chem. Abt. [Nach engl. Ausz. ref.]) R. K. MÜLLER.

E. Bekier und Z. Želazna, *Die katalytische Wirkung von Salzen auf die Geschwindigkeit von Ionenreaktionen. Spezifische Einwirkung von Ionen auf die Geschwindigkeit der Reaktion $\text{CH}_2\text{ClCOO}' + \text{S}_2\text{O}_3'' \rightarrow \text{CH}_2\text{S}_2\text{O}_3\text{COO}'' + \text{Cl}'$* . Die Rk. zwischen monochloressigsäurem Na u. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ wird in Ggw. von KCl , NaCl , LiCl , BaCl_2 , SrCl_2 , CaCl_2 , LaCl_3 , NaN_3 u. Na_2SO_4 untersucht. Die Rk. $\text{CH}_2\text{ClCOO}' + \text{S}_2\text{O}_3'' \rightarrow \text{CH}_2\text{S}_2\text{O}_3\text{COO}'' + \text{Cl}'$ wird durch die anwesenden Ionen beeinflusst. Die Unters. erfolgt in an $\text{CH}_2\text{ClCOONa}$ 0,015-molaren, an $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,0105-molaren Lsgg. bei gleicher Gesamtionenkonz. ($\mu = 0,136$ bzw. 0,547). Die beobachtete spezif. Ionenwrkg. kann als spezif. Kationen- u. Anionenwrkg. aufgefaßt werden. Allgemein ergibt sich ein Zusammenhang zwischen Ionenwrkg. u. Beweglichkeit. Die Rk.-Geschwindigkeit nimmt mit zunehmender Beweglichkeit zu. Die Reihenfolge ist: $\text{K}' > \text{Na}' > \text{Li}'$, $\text{Ba}'' > \text{Sr}'' > \text{Ca}''$, $\text{Br}' > \text{Cl}' > \text{NO}_3' > \text{SO}_4''$. Bei niedrigen Konz. ($\mu = 0,136$) verschwindet die spezif. Anionenwrkg. Bzgl. der Wrkg. der Ionenladung wird festgestellt, daß die Wrkg. von Ca'' etwa 1,5-mal, die von La'' etwa 3,25-mal größer ist als die von Na' . (Roczniki Chem. 14. 994—1003. 1934.) R. K. MÜLLER.

E. Bekier und St. W. Kijowski, *Die katalytische Wirkung der Silberionen auf die Geschwindigkeit der Oxydation von Manganosalzen durch Persulfate*. (Vgl. vorst. Ref.) Die Geschwindigkeit der Rk. $2\text{Mn}'' + 5\text{S}_2\text{O}_8'' + 8\text{H}_2\text{O} = 2\text{MnO}_4' + 10\text{SO}_4'' + 16\text{H}'$ wird in konz. Lsg. in wss. H_2SO_4 bei Ggw. von Ag_2SO_4 als Katalysator untersucht; sie ist unabhängig von der Konz. des MnSO_4 u. proportional der Konz. von $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ u. Ag_2SO_4 . Vf. nehmen folgende Rk.-Stufen an: 1. $\text{Ag}' + \text{S}_2\text{O}_8'' = \text{Ag}''' + 2\text{SO}_4''$ (meßbar langsam); 2. $5\text{Ag}''' + 2\text{Mn}'' + 8\text{H}_2\text{O} = 5\text{Ag}' + 2\text{MnO}_4' + 16\text{H}'$ (momentan verlaufend). Die Geschwindigkeit der Gesamtrk. ist somit durch die langsamer verlaufende Rk. 1 bestimmt; die Ag-Konz. bleibt bei Rk. 2 unverändert, so daß der Prozeß als monomolekulare Rk. aufgefaßt werden kann. Die entsprechenden kinet. Gleichungen sind: $-d(\text{S}_2\text{O}_8'')/dt = k \cdot (\text{Ag}') \cdot (\text{S}_2\text{O}_8'')$; $k = (\text{Ag}') \cdot (2,303/t) \cdot \log [a/(a-x)]$; $k/[\text{Ag}'] = \text{konstant}$. Die Geschwindigkeitskonstanten erster Ordnung k sind innerhalb jedes Vers. konstant. Die Werte $k/[\text{Ag}']$ stimmen bei Änderung der Anfangskonz. der Rk.-Teilnehmer untereinander gut überein (im Mittel 0,1888). Eine spezif. Wrkg. des Mn'' ist nicht erkennbar. — Die Unters. der Rk. in verd. wss. Lsg. ergibt, daß die Geschwindigkeitskonstante der für den Gesamtvorgang maßgebenden Rk. 1 mit der Zunahme der Gesamtionenkonz. stark abnimmt; dies erfolgt im Sinne der BRÖNSTEDSchen Theorie der Rk.-Geschwindigkeit. Die Kinetik der bimolekularen Rk. 1 zwischen $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ in verd. Lsg. wird colorimetr. untersucht, wobei sich Übereinstimmung zwischen gefundenum u. theoret. Salzeffekt hinsichtlich der Vorzeichen ergibt. Der angenommene Rk.-Mechanismus kann somit als zutreffend angenommen werden. (Roczniki Chem. 14. 1004—16. 1934. Wilna, Univ., Inst. f. physikal. Chemie.) R. K. MÜLLER.

E. Bekier und S. W. Kijowski, *Die katalytische Wirkung der Silberionen auf die Geschwindigkeit der Oxydation des Acetons mit Persulfaten*. (Vgl. vorst. Ref.) Die Rk. zwischen $K_2S_2O_8$ u. Aceton in 0,45-n. H_2SO_4 bei 25 u. 35° wird in Ggw. von Ag^+ untersucht. Die Rk.-Geschwindigkeit erweist sich unabhängig von der Konz. des Acetons, sie ist proportional der Konz. an $S_2O_8^{2-}$ u. Ag^+ . Demnach ist anzunehmen, daß die Rk. in 2 Stufen verläuft: 1. $S_2O_8^{2-} + Ag^+ = 2SO_4^{2-} + Ag^{2+}$ (meßbar langsam); 2. $CH_3COCH_3 + 4Ag^{2+} + 3H_2O = CH_3COO^- + 4Ag^+ + 9H^+ + CO_2$ (schnell). Als Bruttoreaktion ergibt sich eine monomolekulare Rk., deren Geschwindigkeit der Formel $dx'/dt = C \cdot [Ag^{2+}] \cdot (1 - x')$ entspricht (Konz. an $K_2S_2O_8$ zur Zeit $t = 0 = 1$, zur Zeit $t = x'$); die Geschwindigkeitskonstante ergibt sich nach $k = (2,303/t) \cdot \log [1/(1 - x')]$; es ist k bei 25° (bezogen auf 1 Min.) 0,5523, bei 35° 1,213, der Temp.-Koeff. also 2,2. — Die Geschwindigkeit der Rk. $CH_3COCH_3 + 4K_2S_2O_8 + 3H_2O = CH_3COOH + CO_2 + 8KHSO_4$ in verd. wss. Lsgg. mit einer Ionenstärke von 0,02913 bis 0,09613 wird bei 25° in Ggw. von H_2SO_4 u. Ag^+ gemessen. Der k -Wert ändert sich mit der Gesamtkonz. der Ionen in allen Verss. im Sinne der BRÖNSTEDSchen Theorie, wonach die Geschwindigkeit der obigen Rk. 1 gegeben wäre durch $dx'/dt = k_0 C_{Ag^+} (1 - x') f_A f_B / f_{(A, B)}$ ($f_A, f_B, f_{(A, B)}$ = Aktivitätskoeff. von $Ag^+, S_2O_8^{2-}$ u. $Ag_2S_2O_8$). Integration ergibt:

$$k_0 C_{Ag^+} t = [1 + 4,64 \sqrt{\mu_0} (1 + g/2)] \cdot 2,303 \cdot \log [1/(1 - x')] - 2,32 \sqrt{\mu_0} g x'$$

wobei μ_0 die Ionenstärke zu Beginn, μ diejenige nach beendeter Rk., $g = (\mu - \mu_0)/\mu_0$ für $x' = 1$ ist. Die experimentellen Daten liefern für k_0 den gut konstanten Wert 2,72 bei 25°. Aceton reagiert mit $S_2O_8^{2-}$ etwa doppelt so schnell wie Cr^{3+} u. $1/5$ so schnell wie NH_3 . (Roczniki Chem. 15. 136—52. 1935. Wilna, Univ., Physikal.-chem. Inst.)

R. K. MÜLLER.

E. Hiedemann, *Ultraschall*. Zusammenfassender Bericht. Ausführlicher werden behandelt: die experimentellen Methoden u. die Schalldispersion. Von den Wrkgg. u. techn. Anwendungen wird nur das Wichtigste besprochen. (Ergebn. exakt. Naturwiss. 14. 201—63. 1935. Köln.)

SKALIKS.

E. Hiedemann, *Messung der elastischen Konstante von isotropen durchsichtigen festen Körpern*. Es wird eine neue experimentelle Methode angegeben, mittels Ultraschallwellen die elast. Konstante von durchsichtigen festen isotropen Körpern zu bestimmen. Bei einem Glas mit einem isothermalen YOUNG-Modul von 7471 kg·mm⁻² ergab sich für eine Periode von 4894 ein adiabat. Modul von 7531 kg·mm⁻². (Nature, London 136. 337. 1935. Köln, Univ., Abt. f. Elektrolytforschung.)

GOTTFRIED.

Eugène Cattelain, *Pour comprendre la chimie moderne*. Nouv. éd. Paris: G. Doin 1935. (258 S.) 16°. 15 fr.

[russ.] **Wssewold Konstantinowitsch Freedericksz** und **A. P. Afanassjew**, *Lehrbuch der allgemeinen Physik*. 2. Aufl. Leningrad: Kubutsch 1935. (439 S.) Rbl. 5.50.

[russ.] **Alexander Alexandrowitsch Jakowkin**, *Lehrbuch der allgemeinen (theoret. u. angewandten) Chemie*. Bd. II. 2. Aufl. Leningrad: Onti. 1935. (359 S.) 4.50 Rbl.

James Kendall, *A laboratory outline of Smith's College chemistry*; 3rd rev. ed. New York: Appleton-Century. 1935. (205 S.) 8°. 1.50.

[russ.] **L. P. Artemowa**, **F. K. Gerke**, **B. M. Dubinin**, **S. I. Kardakowa**, **J. J. Lurje**, **W. S. Smirnow** u. **W. W. Frolow**, *Laboratoriumsübungen in der Chemie*. Moskau: KRMIII 1935. (39 S.) Rbl. 1.30.

A₁. Aufbau der Materie.

P. Jordan, *Zur Quantenelektrodynamik*. I. *Eichinvariante Quantelung*. Vf. zeigt, daß es möglich ist, alle nicht eichinvarianten Größen gänzlich aus der Quantenelektrodynamik zu entfernen. (Z. Physik 95. 202—09. 1935. Rostock, Univ.) ZEISE.

Georges Allard, *Allgemeine statistische Methode für die nicht unterscheidbaren Teilchen*. Das Gesetz der statist. Verteilung der Moleküle eines Gases kann in einer Weise aufgestellt werden, die als Erweiterung der PLANCKSchen Methode eine genauere Analyse der Verteilung als die klass. Methoden von BOSE-EINSTEIN u. FERMI-DIRAC gestattet. In die Betrachtungen des Vf. wird das PAULI-Prinzip eingeführt. Nach Aufstellung der Formeln für die wahrscheinlichste Verteilung werden 3 Sonderfälle behandelt. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 199. 342—45. 1934. Paris.) G. SCHMIDT.

Mitio Hatoyama und **Motoharu Kimura**, *Annahme einer Polarisation der Elektronen*. Aus den RUPPSchen Veröffentlichungen geht hervor, daß schnelle Elektronen, die zuerst an Au unter 90° gestreut werden, u. dann durch eine Au-Folie laufen, asymmetr. Beugungsringe zeigen. Die THOMSONSchen Verss. (C. 1934. II. 3085) ließen keine Asymmetrie bis zur Spannungen von 160 kV erkennen. Bei Wiederholung dieser

Verst. bis zu Spannungen von 190 kV konnte von den Vff. ebenfalls nicht die von RUPP berichtete Asymmetrie festgestellt werden. (Nature, London 135. 914. 1935. Tokio, Komagome.) G. SCHMIDT.

I. E. Tamm, *Zur Theorie der Elementarpartikel*. Nach STERN und LANDÉ (vgl. C. 1933. II. 2651 u. 34. I. 3017) beträgt das magnet. Spinmoment des Protons in Kernmagnetonen gemessen $2\frac{1}{2}$ bzw. 2. Unter der Annahme, daß die DIRACsche Wellengleichung für das Proton gültig ist, müßte das magnet. Spinmoment des Protons gleich 1 sein. Vf. versucht den experimentellen Befund über die Größe des Spinmomentes mit Hilfe der DIRACschen Wellengleichung zu erklären. (C. R. Acad. Sci., U. R. S. S. [russ.: Doklady Akademii Nauk S. S. S. R.] 1934. II. 151—53. Moskau, Univ.) G. SCHMIDT.

S. Tolansky, *Verteilung von mechanischen Kernmomenten*. Gegenwärtig sind die mechan. Kernmomente (Spins) von 53 Isotopen mit ungeradem At.-Gew. ziemlich genau bekannt. Hiervon haben 39 ungerade Ordnungszahlen (ein ungerades Kernproton) u. 14 gerade Ordnungszahlen (ein ungerades Kernneutron). Die Verteilung der Atomarten auf die verschiedenen Werte des Kernmoments ($\frac{1}{2}$, $\frac{3}{2}$, $\frac{5}{2}$. . .) ist in beiden Klassen sehr verschieden; so enthält z. B. die Klasse der Atomarten mit gerader Ordnungszahl den Spin $\frac{1}{2}$ erheblich häufiger als die andere Klasse. Dies wird andeutungsweise mit dem Kernaufbau in Zusammenhang gebracht. (Nature, London 135. 620—21. 1935. Manchester, Univ., Physikal. Lab.) ZEISE.

J. Gapon und D. Iwanenko, *α -Teilchen in leichten Kernen*. Das wichtigste Problem bei der exakten Berechnung der Kernzus. besteht in der möglichen Bldg. von α -Teilchen oder geschlossenen Protonen- und Neutronengruppen. Eine Entscheidung über beide Möglichkeiten können Messungen des Massendefektes liefern. Vff. tragen die endlichen Differenzen der Massendefekte in bezug auf die At.-Geww. der Isotopen auf. Diese Ableitung zeigt nicht nur die Richtung der Massendefekte an, sondern liefert auch den Massendefekt des letzten Kernelementes, so z. B., wenn betrachtet wird $\text{Li}^6 + n = 7$ oder $\text{Be}^9 + p = \text{B}^{10}$ usw. Für die M. des Neutrons wird der Protonenwert von 1,0078 gewählt. Wegen mangelnder Angaben kann die graph. Darst. nicht jenseits des Ar fortgesetzt werden. Bei den Betrachtungen der Vff. ist das mögliche Auftreten negativer Protonen in Be, welche die Stabilität von Be^9 erklären würde, vernachlässigt worden. Ferner wurde angenommen, daß das Kernsystem als ein System äußerer Elektronen betrachtet werden kann, u. daß die Hinzufügung des letzten Elementes das System nicht wesentlich ändert. Diese Annahme begegnet gerade in bezug auf die leichten Elemente einigen Zweifeln. (C. R. Acad. Sci., U. R. S. S. [russ.: Doklady Akademii Nauk S. S. S. R.] 1934. IV. 275—76. Leningrad, Physiko-Techn. Inst.) G. SCHMIDT.

Giorgio Fea, *Zusammenfassende Tabellen und Bibliographie der künstlichen Umwandlungen*. Überblick über die bis Mai 1935 vorliegende Literatur in Form von Tabellen u. einer Literaturzusammenstellung: Umwandlungen durch Bombardement mit Protonen u. Deutonen, mit He-Kernen, mit Neutronen, durch Einw. von Photonen u. durch Bombardement mit verschiedenen Ionen. (Nuovo Cimento [N. S.] 12. 368—406. 1935.) R. K. MÜLLER.

R. Fleischmann und W. Bothe, *Künstliche Kernumwandlung*. Zusammenfassender Bericht mit Literaturverzeichnis 1934—35. (Ergebn. exakt. Naturwiss. 14. 1—41. 1935. Heidelberg.) SKALIKS.

D. D. Iwanenko, *Über die Umwandlung von Wasserstoff in Neutronen*. Bei der Betrachtung der Möglichkeiten zum Nachweis von H^3 wurde darauf hingewiesen, daß vielleicht dieses He-Isotop sich in ein H-Isotop H^3 umwandelt, das ein Elektron aus den äußeren Schalen einfängt. Ähnliche Umwandlungen werden von GAMOW betrachtet, jedoch sind bisher noch keine beobachtet worden. Es ist zweifelhaft, ob diese Umwandlung im Falle von H stattfindet, welches stabil ist und sich nicht spontan in ein Neutron umwandelt. Diese Umwandlung würde die Umkehrung des β -Zerfalls eines Neutrons bedeuten. Das Neutrino dient hierbei zur Erhaltung der Spins. Die Wahrscheinlichkeit einer Rk. $\text{H} \rightarrow n$ würde der eines Zusammenstoßes dreier Teilchen (Proton, Elektron, Neutrino) sein und ist vernachlässigbar. Die Bedeutung eines bestimmten Grenzwertes für den Radius des Wirkungsquerschnittes für die Erzeugung von Elektronen, Positronen u. Neutrinos wird diskutiert. (C. R. Acad. Sci., U. R. S. S. [russ.: Doklady Akademii Nauk S. S. S. R.] 1934. II. 155—56. Leningrad, Physiko-Techn. Inst.) G. SCHMIDT.

R. Fleischmann, *Erregung von sekundärer γ -Strahlung durch Neutronen*. 2. Teil. *Messungen an Eisen, Kupfer, Cadmium, Blei*. (1. vgl. C. 1936. I. 12.) Durch geeignete Aneinanderreihung von Schichten, in denen schnelle Neutronen verlangsamt oder langsame Neutronen mit oder ohne Aussendung von γ -Strahlung absorbiert werden, gelingt es dem Vf., die schnellen u. langsamen Neutronen, ferner die γ -Strahlung u. ihre Absorbierbarkeit, jeweils für sich zu messen. Schnelle Neutronen werden gemessen, indem die zusätzliche γ -Strahlung bestimmt wird, die durch Aufstellen von W. u. Cd hinter dem Zählrohr entsteht. Die Absorbierbarkeit der langsamen Neutronen wird in verschiedenen Stoffen, wie Cd, Fe, Cu u. Pb, mit Hilfe der im Absorber entstehenden γ -Strahlen aus den Anstiegskurven bestimmt. Die Absorbierbarkeit der durch Neutronen erregten γ -Strahlung wird in verschiedenen Absorbieren (Paraffin, Al, Fe, Cu u. Pb) bestimmt. Das Entstehen von γ -Strahlung im Absorber wird durch Vorschalten von B_2O_3 verhindert. Aus den Absorptionskoeff. in Al wird durch Vergleich mit den bekannten Strahlungen von RaC u. ThC'' die Quantenenergie abgeschätzt. (Z. Physik 97. 265—76. 18/10. 1935. Heidelberg, Kaiser-Wilhelm-Inst. f. medizin. Forschung.)

G. SCHMIDT.

G. Hevesy, *Die künstliche Radioaktivität des Scandiums*. Bei den Vers. des Vf. wurden als Neutronenquelle mit Be-Pulver u. 200—300 Millicuries RaEm gefüllte Glasröhrchen verwendet. Nach einer Bestrahlung von einigen Tagen wurde die Neutronenquelle entfernt u. die Aktivität des Sc mit Hilfe eines GEIGER-MÜLLER-Zählers bestimmt. Unter der Wrkg. der Neutronenbeschöpfung treten folgende Rkk. auf: $Sc_{21}^{45} + n_0^1 \rightarrow K_{19}^{42} + \alpha$; $Sc_{21}^{45} + n_0^1 \rightarrow Sc_{21}^{46}$; K_{19}^{42} besitzt eine Halbwertszeit von 16 Stdn. u. emittiert β -Strahlen, die in Al einen Absorptionskoeff. von 10 cm^{-1} haben, während Sc_{21}^{46} eine Halbwertszeit von einigen Jahren hat u. sehr weiche Strahlen mit einem Absorptionskoeff. von 63 cm^{-1} emittiert. Der Zerfall von K_{19}^{42} führt zu Ca_{20}^{42} , der von Sc_{21}^{46} zur Bldg. von Ti_{22}^{46} . Die beiden Endprodd. sind, wie aus massenspektroskop. Messungen hervorgeht, stabile Isotope. Anschließend wird das Problem der natürlichen Radioaktivität des K diskutiert, wobei sich zeigt, daß die Radioaktivität dem Isotop K_{19}^{40} mit einer Halbwertszeit von 10^8 — 10^{10} Jahren zugeschrieben werden muß. Die Bldg. von K_{19}^{40} erfolgt wahrscheinlich in prägeolog. Zeiten in ähnlicher Weise wie die in der Arbeit beschriebene Bldg. von K_{19}^{42} . (Kong. dansk. Vidensk. Selsk., mat.-fysiske Medd. 13. Nr. 3. 15 Seiten. 1935. Kopenhagen.)

G. SCHMIDT.

K. C. Kar, *Die Emission schneller Teilchen*. Aus Zertrümmerungsvers. geht hervor, daß aus einer Anzahl radioakt. Elemente Gruppen schneller Teilchen emittiert werden. Die emittierten Teilchen besitzen Geschwindigkeiten, die nur über ein kleines Gebiet verteilt sind. Vf. versucht, die wellenstatist. Formel zu modifizieren. Aus einer Berechnung der Energie der zerfallenen α -Teilchen geht hervor, daß α -Teilchen mindestens in einer Entfernung von 10^{-13} — 10^{-12} cm vom Mittelpunkt des Kerninnern frei werden. Andererseits liefert die wellenstatist. Formel für den Radius des festen Kerninnern einen Wert von 10^{-15} cm für radioakt. Substanzen. Es muß somit angenommen werden, daß das Gebiet zwischen 10^{-15} und 10^{-13} cm mit elektr. neutralen Teilchen angefüllt ist, was der neutralen Schale von RUTHERFORD entspricht. Da dieses Gebiet außerhalb des geladenen Kerninnern liegt, so muß hier die COULOMBSche elektr. Abstoßungskraft wirken. Nach RUTHERFORD ist die Schale mit polarisierten He-Atomen angefüllt. Nach einer allgemeineren Annahme ist die Schale mit einer großen Anzahl von α - u. β -Teilchen besetzt, so daß die Gesamtladung Null ist. Aus den Betrachtungen geht hervor, daß das Maß für den Zerfall gleich der Stärke der Auslg. aus den dünnen Schalen ist. Die wellenstatist. Formel liefert die Größe, bei der die α -Teilchen aus dem festen Kerninnern in die Schale eintreten. Wird diese Größe mit der Zahl der in einem angeregten Zustand befindlichen u. in einer bestimmten dünnen Schale vorhandenen α -Teilchen multipliziert, so läßt sich die Zerfallskonstante formelmäßig angeben. (Current Sci. 4. 154—55. Sept. 1935. Calcutta, Presidency College.)

G. SCHMIDT.

K. C. Kar, *Bemerkung über die Potentialschwelle*. Die vom Vf. gemeinsam mit GANGULI gegebene Theorie des radioaktiven α -Zerfalls (C. 1934. I. 999) kommt ohne Benutzung der Unbestimmtheitsrelation (GAMOW) oder die Annahme negativer Energie innerhalb des Potentialwalls (SEXL u. a.) aus; dabei hat sie gewisse Ähnlichkeiten mit dem ursprünglichen Modell von RUTHERFORD. (Current Sci. 4. 93—94. Aug. 1935. Calcutta, Presidency College, Physical Lab.)

HENNEBERG.

A. Dauvillier, *Probleme der kosmischen Physik*. (Vgl. C. 1934. II. 3224.) Zusammenfassende Darst. der Theorie des Vf. über den Ursprung der kosm. Strahlen u. der magnet. Störungen des Erdmagnetismus in Zusammenhang mit den Sonnen-elektronen u. der Aktivität der Sonne. (Rev. sci. 73. 73—82. 1935.) KLEVER.

Gordon S. Brown, *Höhenstrahlenstoßerscheinungen*. Nach allgemeiner Darst. der verschiedenen Methoden zum Nachweis der Höhenstrahlen wird auf die Folgerungen aus neuen Beobachtungen über die Stoßerscheinungen der Höhenstrahlen eingegangen. Die Häufigkeit der Stöße einer bestimmten Anzahl von Ionen nimmt mit der Höhe in angenähert gleichem Maße wie der Gesamtdurchschnitt der Erzeugung von Ionen zu. Die Größe der in einer bestimmten Höhe beobachteten größten Stöße nimmt schneller mit der Höhe als die durchschnittliche Größe der Erzeugung von Ionen zu. Die beobachteten Stöße tragen weniger als 1% zur Gesamtionisation bei. Die physikal. Dimensionen der Ionisationskammern haben noch nicht die physikal. Dimensionen der Stöße überschritten. Im Anschluß an diese Folgerungen werden noch einige im Zusammenhang mit den Höhenstrahlen-Stoßerscheinungen stehenden Fragen diskutiert. (Sci. Monthly 41. 347—49. Okt. 1935. Massachusetts Inst. of Technology.) G. SCHMIDT.

H. Geiger, *Die Sekundäreffekte der kosmischen Ultrastrahlung*. Zusammenfassender Bericht. (Ergebn. exakt. Naturwiss. 14. 42—78. 1935. Tübingen.) SKALIKS.

D. Blochinzew und F. Halperin, *Über die Absorption und Streuung der Röntgenstrahlen*. Es wird der Koeff. der wahren photoelektr. K-Absorption in Metallen berechnet, ohne Berücksichtigung der Feinstruktur bzw. der period. Änderungen des Gitterfeldes. Die erhaltene Gleichung für den Absorptionskoeff. steht in guter Übereinstimmung mit früheren experimentellen Ergebnissen anderer Autoren. Auf Grund der Differenzen zwischen den berechneten wahren Absorptionskoeff. u. den experimentellen Werten des vollen Absorptionskoeff. werden die Größen der Streukoeff. abgeschätzt. Es zeigt sich, daß die Massenstreukoeff. von der Atomnummer abhängig sind, was auf ein Fehlen der Additivität der Streuung einzelner Elektronen hinweist. (Physik. Z. Sowjetunion 7. 175—88. 1935. Moskau, Univ., Forschungsinst. f. Physik.) SKALIKS.

Horia Hulubei, *Neue Nichtdiagrammlinien in den K α -Spektren der Elemente zwischen Cu(29) und Rh(45) einschließlic*. Mit einem Fokussierungsspektrographen von 40 cm Durchmesser mit Quarzkrystall (C. 1935. II. 478), Auflösung etwa 5 X-E./mm in 1. Ordnung, hat Vf. die Struktur von K $\alpha_{3,4}$ untersucht. Die Ergebnisse für Cu, Zn, As, Se, Br, Rb, Sr, Y u. Rh werden in einer Tabelle mitgeteilt. Bei Cu, Zn u. As wurden Triplets beobachtet, bei den übrigen Elementen bis Zr(40) Doublets, doch scheint die Struktur noch komplexer zu sein. (C. R. hebd. Seances Acad. Sci. 201. 544—47. 30/9. 1935.) SKALIKS.

J. Shearer, *Wellenlängenmessung der NiL $\alpha_{1,2}$ - und NiL β_1 -Linien von metallischem Nickel und von Nickelsalzen*. Die Wellenlängen u. Strukturen der beiden Emissionslinien wurden mit einem Spektrographen mit Konkavkrystall bei metall. Ni u. den Verbb. Ni₂O₃, NiO u. NiS (auf einer Cu-Platte auf der Antikathode aufgetragen) photograph.-photometr. gemessen. Die Wellenlängen des Maximums u. der kurzwelligen Grenze sind bei allen 4 Substanzen auf etwa $\frac{1}{300}$ übereinstimmend. Mit derselben Genauigkeit wurde festgestellt, daß der Frequenzunterschied zwischen den L-Linien des Metalles ebenso groß ist wie zwischen den Linien NiK α_1 u. NiK α_2 . Die Spektren der Verbb. werden genauer beschrieben. (Philos. Mag. J. Sci. [7] 20. 504—13. Sept. 1935.) SKALIKS.

Leo Pincherle, *Über die Intensität der Röntgenlinien des Goldes*. (Physica 2. 597—605. 1935. Rom, Inst. f. Physik, Kgl. Univ. — C. 1935. II. 1658.) GOTTFRIED.

Leo Goldberg, *Relative Multiplettstärken bei der LS-Koppelung*. Vf. berechnet die relativen Stärken der Linien innerhalb verschiedener Multipletts für 65 Übergangsschemata, die für die Astrophysik von Interesse sind. Die Berechnung erfolgt teils (in den Fällen, wo das springende Elektron zu einer Gruppe von 3 oder mehr äquivalenten Elektronen gehört) nach der näher beschriebenen Methode von CONDON u. UFFORD (C. 1934. I. 2552), teils durch die auf das vorliegende Problem übertragenen KRONIGSchen (Z. Physik 33 [1925]. 261) Formeln. Ferner wird gezeigt, daß man bei der Benutzung der ersterwähnten Methode nur die Zustände nullter Ordnung einer einzigen Konfiguration hinzuschreiben braucht, u. zwar von derjenigen mit der kleinsten Anzahl von Termen. (Astrophysic. J. 82. 1—25. 1935.) ZEISE.

W. S. Wilson und R. B. Lindsay, *Wellenfunktionen für einige angeregte Zustände des Heliumatoms*. Ausführliche Wiedergabe der C. 1935. II. 3203 referierten Arbeit. (Physic. Rev. [2] 47. 681—86. 1935. BROWN Univ.) GÖSSLER.

Michinori Kurihara, *Zur Theorie der Calciumchromosphäre*. Vf. erörtert 2 in der Theorie der Ca-Sonnenchromosphäre von WOLTJER (B. A. N. 167 [1929]) enthaltene Voraussetzungen: 1. daß eine vertikale Kraft von konstantem Betrag auf die Ca^+ -Ionen wirkt; 2. daß die Übergänge von Ca^+ zum Ca^{++} oder Ca vernachlässigt werden können. Vf. zeigt, daß der Lichtdruck auf sich bewegende Ionen ca. 2-mal so groß ist wie der Lichtdruck auf ruhende Ionen, wenn die Geschwindigkeit der ersteren ca. 70 km/Sek. beträgt (entsprechend einer Höhe von 6800 km), während WOLTJER einen von der Geschwindigkeit unabhängigen Lichtdruck annimmt. (Mem. Coll. Sci., Kyoto Imp. Univ. Ser. A. 17. 51—58. 1934. Kyoto, Inst. f. Astrophysik. [Orig.: dtseh.]) ZEISE.

A. J. Mee, *Die Struktur von Molekülen*. Es wird ein durch Beispiele erläutertes Überblick über die Struktur (Elektronenanordnung, Gestalt) von Moll. u. die Methoden zu ihrer Best. gegeben. (Sci. Progr. 29. 624—38. 1935.) ZEISE.

Richard M. Badger, *Die Beziehung zwischen Kernabständen und den Kräftekonstanten zweiatomiger Moleküle*. Nach zwei früher von dem Vf. angegebenen Gleichungen (vgl. C. 1934. I. 3010) werden die Kernabstände einiger zweiatomiger Moll. berechnet u. mit den beobachteten Werten verglichen. Die Übereinstimmung ist gut. Die Berechnung geschah für die folgenden Moll.: JCl, Br₂, PN, SO, HCl, HJ, SiO, CS u. PbO. (Physic. Rev. [2] 48. 284—85. 1/8. 1935. California Inst. of Technology, Gates chem. Labor.) GOTTFRIED.

H. Hellmann, *Eine neue Näherungsmethode für das Vielelektronenproblem*. Vf. deutet eine an anderer Stelle (C. 1935. II. 645) ausführlicher beschriebene neue Methode zur näherungsweise Lsg. des Vielelektronenproblems an. Sie besteht darin, den Atomkern mit den abgeschlossenen Elektronenschalen nach THOMAS-FERMI u. die Valenzelektronen nach SCHRÖDINGER zu behandeln. Diese Methode erlaubt die Best. der gesamten Potentialfunktion aus experimentellen Daten. Für K₂ u. KH werden hier nach Näherungswerte des Kernabstandes u. der Bindungsenergie errechnet. (J. chem. Physics 3. 61. 1935. Moskau, KARPOV-Inst. f. physikal. Chemie.) ZEISE.

Helmut Löhner, *Über quantenhafte Geschwindigkeitsverluste langsamer Elektronen und Wirkungsquerschnitte in Molekülgasen*. Aus den Messungen des Vf. über quantenhafte Energieverluste langsamer Elektronen in den Gasen H₂, N₂, NO, CO, N₂O, CO₂ mit Hilfe der LENARDSchen Gegenspannungsmethode ergibt sich, daß in diesen Gasen die unelast. Reflexion bei den folgenden Elektronenenergien einsetzt: in H₂ bei 4,25 V; in N₂ bei 2,45 V; in CO bei 2,4 V; in NO bei 3,65 V; in N₂O bei 7,2 V u. in CO bei 7,1 Volt. Der zwischen den gemessenen Energieverlusten der Elektronen u. dem Verlauf der Wirkungsquerschnittkurven bestehende enge Zusammenhang wird eingehend besprochen (Zerlegung des Wirkungsquerschnitts). (Ann. Physik [5] 24. 349—60. 13/10. 1935.) KOLLATH.

E. Olsson, *Das Emissionsspektrum des Te₂*. Aufnahmen des Emissionsspekt. von Te₂ mit großer Dispersion (ca. 1 Å/mm) zeigen, daß die nicht überlagerten starken Banden im allgemeinen 5 Kanten aufweisen, die nur als Isotopieeffekt gedeutet werden können. Dadurch ist die Existenz der Moll. Te¹³⁰Te¹³⁰, Te¹³⁰Te¹²⁸, Te¹²⁸Te¹²⁸, Te¹³⁰Te¹²⁶, Te¹²⁸Te¹²⁶ u. Te¹²⁶Te¹²⁶ festgestellt. Ferner spricht für die Existenz eines Mol. Te¹²⁸Te¹²⁴ die Tatsache, daß die letzte beobachtete Kante stärker ist als die Kanten für Te¹²⁸Te¹²⁵ u. Te¹³⁰Te¹²⁵, die nach ASTON (C. 1931. II. 2105) u. BAINBRIDGE (C. 1932. II. 650) zu erwarten sein sollten. Die gefundene Isotopieaufspaltung ist erheblich (maximal ca. 40 cm⁻¹); dies beruht darauf, daß die Moll. aus ungefähr gleich schweren Atomen bestehen. — Bei der Ausmessung des ganzen Emissionsspektrums bis ca. 4900 Å ergeben sich zwischen 4475 u. 4500 Å die schärfsten Bandenkanten (also die kleinsten Isotopieeffekte). Im langwelligen Gebiet gibt Vf. eine andere Einordnung der Banden als ROSEN (C. 1927. II. 782). Die Banden lassen sich am besten durch die Schwingungsformel:

$$v_e = 22\,189 + 169,2(v' + \frac{1}{2}) - 0,92(v' + \frac{1}{2})^2 - 251,5(v'' + \frac{1}{2}) + 1,0(v'' + \frac{1}{2})^2$$
 beschreiben. Wenn man diese Formel für Banden mit nicht aufgel. Isotopiestruktur benutzen will, dann muß man sie dem Mol. Te¹²⁸Te¹²⁶ zuordnen. — Störungen von gleicher Stärke u. Häufigkeit wie im S₂-Spektrum treten bei Te₂ nicht auf; im Bandenzug $v' - v'' = 0$ scheinen nur $v' = 16$ u. vielleicht die letzten v' gestört zu sein. Im Einklang

mit der von HIRSCHLAFF (C. 1932. II. 334) im Absorptionsspektrum gefundenen Prädissoziationsgrenze bei $\nu' = 24$ ergibt sich im Emissionsspektrum $\nu' = 22$ als letzte deutliche Bande, während $\nu' = 23$ schon sehr schwach ist. (Z. Physik 95. 215—20. 1935. Stockholm, Univ., Physikal. Inst.) ZEISE.

P. Goldfinger und W. Lasareff. *Dissoziationsenergie des CO-Moleküls und die Sublimationswärme des Kohlenstoffs.* Aus spektroskop. Daten finden Vf. für die Dissoziationsenergie des CO in n. Atome einen Wert von 11 eV = 253,6 kcal, wobei der Fehler wahrscheinlich nicht größer als 0,1 eV ist. Mittels dieses Wertes ergibt sich für die Sublimationswärme des C 7,26 eV = 167 kcal. (Nature, London 135. 1077. 1935. Lättich, Univ. Labor. f. Physikal. Chem.) GEHLEN.

B. Rosen. *Dissoziationsenergie des CO-Moleküls und die Sublimationswärme des Kohlenstoffs.* (Vgl. vorst. Ref.) Vf. weist darauf hin, daß die Anwendung der Überlegungen von HERZBERG (C. 1933. II. 665; 1935. I. 1978) auf die von SCHMID u. GERÖ (C. 1935. I. 3382) beobachtete Prädissoziation des CO für die Dissoziationsenergie des CO in n. Atome den Wert $11,06 \pm 0,005$ eV liefert. (Nature, London 135. 1077. 1935. Lättich, Univ. Astrophysikal. Inst.) GEHLEN.

Folke Norling. *Über die Bandenspektren der ionisierten Halogenwasserstoffe. I. Bromwasserstoffbanden.* Mit einem verbesserten Hohlkathodenrohr, das ein besonders starkes negatives Glimmlicht liefert (die aus Cu gefertigte Hohlkathode u. die Kühlröhren sind durch Pyrexgläsern umgeben, so daß das negative Glimmlicht vollständig in den Hohlraum gezwungen wird), erhält Vf. in HBr von niedrigem Druck durch 10-std. Belichtung ultraviolette Banden zwischen 3000 u. 4000 Å in der 2. Ordnung eines großen Gitters (Dispersion 1 Å/mm), die dem ionisierten Mol. HBr⁺ zugeschrieben u. in Analogie zu den von KULP (C. 1931. I. 2582) analysierten HCl⁺-Banden im UV durch einen Übergang $^2\Sigma - ^2\Pi$ gedeutet werden können. Die Dublett-aufspaltung beträgt 2653 cm^{-1} . Für die Rotationskonstanten B, Trägheitsmomente I u. Kernabstände r ergeben sich folgende Werte:

Term	$\Sigma (\nu' = 0)$	$\Sigma (\nu' = 1)$	$\Pi_{1/2}$	$\Pi_{3/2}$
B (cm^{-1})	5,85	5,60	7,98	7,93
I (10^{-40} gcm^2)	4,72	4,94	3,47	3,49
r (Å)	1,70	1,74	1,45	1,46

(Z. Physik 95. 179—88. 1935. Stockholm, Univ., Physikal. Inst.) ZEISE.

Alfredo Maione. *Ultrarotabsorption des Wasserstoffsuperoxyds.* Im ultraroten Gebiet bis $5,5 \mu$ sind die Banden des W. bei $1,5 \mu$, 2μ , die als Teile der dreifachen Bande 3μ angesehen werden können, etwas nach höheren Wellenlängen verschoben; es wird ein neues Maximum bei $4,4 \mu$ beobachtet; die Bande $4,6 \mu$ ist wahrscheinlich nach $4,85 \mu$ verschoben. (Nuovo Cimento [N. S.] 12. 358—60. 1935. Neapel, Univ., Physikal. Inst.) R. K. MÜLLER.

Maria Battista. *Über das Verhalten einiger wässriger Sulfatlösungen im ultraroten Spektrum.* Vf. untersucht das Absorptionsspektrum des W. im Ultraroten bei $1-5,5 \mu$ in Ggw. von $\text{SO}_4^{''}$ in Form von CuSO_4 , FeSO_4 u. MnSO_4 . Die Banden bei $1,5 \mu$ u. $2,0 \mu$ treten bei CuSO_4 - u. FeSO_4 -Lsgg. wie bei W. auf, die Bande bei $3,0 \mu$ ist etwas verschoben nach höheren Werten, auch die Bande bei $4,6 \mu$ ist verändert u. verschoben. Bei Ggw. von MnSO_4 wird bei unverändertem Auftreten der W.-Banden bei $1,5 \mu$, $2,0 \mu$ eine Absorptionsverminderung bei $1,3-1,5 \mu$, bei $2,6-3,5 \mu$ u. von $4,3 \mu$ an beobachtet, die auch die Banden bei 3μ , $4,6 \mu$ (verschoben nach $4,7 \mu$) trifft. Es zeigt sich somit ein charakterist. Einfluß des Kations. (Nuovo Cimento [N. S.] 12. 342—47. 1935. Neapel, Inst. f. Experimentalphysik.) R. K. MÜLLER.

A. Simon und F. Fehér. *Ramaneffekt und Konstitution beim Wasserstoffsuperoxyd.* Es wird die Konst. des H_2O_2 diskutiert u. auf Grund des Dipolmomentes sowie des Ramanspektrums auf eine Form geschlossen, bei der die OH-Valenzen einen Winkel von 110° mit der O—O-Achse (einfache Bindung) einschließen, die beiden OH aber um 90° aus der Ebene heraus gegeneinander verdreht sind. Dieser Form entspricht die Symmetrie C_1 u. damit sind nach den PLACZEKschen Auswahlregeln 6 ramanaktive Frequenzen zu erwarten. $99,5\%/\text{ö.g.}$ H_2O_2 wird untersucht u. ergibt 3 Ramanlinien bei 877 , 1421 (Bande) u. 3395 (Bande) cm^{-1} . 877 dürfte die O—O-Valenzschwingung, 3395 die OH-Bande sein, während 1421 cm^{-1} als Deformationsschwingung aufgefaßt wird. In $3\%/\text{ö.g.}$ H_2O_2 -Lsg., in der die Linie 877 cm^{-1} noch deutlich auftritt, kann sie

durch Zusatz von NaOH zum Verschwinden gebracht werden. Offenbar tritt in diesem Falle nicht nur Dissoziation in H u. HO₂, sondern auch eine Lockerung der O—O-Bindung ein. (Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. 41. 290—93. 1935. Dresden, Inst. f. anorg.-techn. Chemie, Techn. Hochschule.) DADIEU.

Arakel Tchakirian und Henri Volklinger, *Über die Ramanspektren der Bromverbindungen des Germaniums und des Zinns*. Es wurde das Ramanspektrum des GeBr₄ aufgenommen u. nach kurzer Zeit ein sehr starkes Spektrum mit den Frequenzen 78, 111, 234 u. 328 cm⁻¹ erhalten. Es gleicht in seinem Typus vollkommen dem der anderen Tetrahalogenide. Außerdem wurde auch das Germanochloroform (erhalten durch Auflösung von GeS in 40%ig. HBr) aufgenommen. Das Ramanspektrum ist schwach u. verwaschen u. besteht aus den Linien 80, 110, 180, 200 u. 232 cm⁻¹. Die analoge Sn-Verb. wurde durch Einw. von 40%ig. wss. HBr-Lsg. auf metall. Sn hergestellt u. eine wss. Lsg. aufgenommen. Es ergab 5 Frequenzen bei 60 (Bande), 95, 160, 180 u. 215 cm⁻¹. Der Verb. dürfte die Struktur [SnBr₃]-H⁺ zukommen, also ionogener Charakter. Dafür spricht auch das Fehlen einer (hohen) Sn-H-Frequenz. Beim Germanochloroform sprechen die allgemeinen chem. Eigg. für Ähnlichkeit mit dem gewöhnlichen bzw. Silicochloroform, wiewohl auch hier nach Meinung der Vff. die Abwesenheit einer Ge-H-Frequenz auf ionogene Bindung des H an den Mol.-Rest hinweist. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 200. 1758—60. 1935.) DADIEU.

Jean-Marie Delfosse und Raphaël Goovaerts, *Ramanspektrum des Silicobromofoms*. Sorgfältig getrockneter HBr wurde bei Rotglut über amorphes Si geleitet, aus dem entstehenden SiBr₄-SiHBr₃-Gemisch über fraktionierte Dest. gewonnen u. das Ramanspektrum dieser Substanz aufgenommen. Man erhält Ramanlinien bei 2236, 999, 770, 470, 362, 166 u. 115 cm⁻¹. Das Spektrum weist vollkommen den Chloroformtypus auf. Faßt man das Mol. als regelmäßige dreiseitige Pyramide auf (SiH als Spitze), dann ergibt sich in Analogie zu den anderen Chloroformen folgende Zuordnung $\nu_1 = 362$, $\nu_2 = 166$ sind die beiden einfachen Schwingungen, welche die Symmetrie der Pyramide nicht ändern, $\nu_3 = 470$ u. $\nu_4 = 115$ cm⁻¹ sind die beiden doppelten Frequenzen, welche die Pyramidensymmetrie verändern. Die Linie 2236 cm⁻¹ entspricht der Si-H-Bindung. Endlich werden bei starker Exposition noch drei schwache neue Linien bei 3057, 2977 u. 2918 cm⁻¹ gefunden, die nicht erklärt werden können. (Bull. Acad. roy. Belgique, Cl. Sci. [5] 21. 410—13. 1935. Lab. de Physique, Univ. de Louvain.) DADIEU.

* **R. T. Dufford**, *Nachweis einer schwachen Asymmetrie des Kohlenstoffatoms durch den Ramaneffekt*. Die Prüfung einer großen Zahl von Ramanspektren einfacher Kohlenstoffverb. führt zur Annahme zweier schwach verschiedener Bindekräfte am C-Atom. Auch bei N u. O scheinen ähnliche Verhältnisse vorzuliegen, wogegen bei Elementen in höheren Horizontalreihen des period. Systems nichts derartiges zu beobachten ist. (Bull. Amer. physic. Soc. 9. Nr. 5. 7. 1934. Missouri, Univ.) DADIEU.

S. M. Mitra, *Untersuchungen über die Polarisation von Streustrahlung*. I. Teil. *Rayleighstrahlung*. Es wird eine eingehende experimentelle Unters. über die Polarisationsdispersion in Fil. (Bzl. u. CS₂) angestellt. Die unter allen Vorsichtsmaßregeln (Berücksichtigung der Rotationsramanstreung usw.) ausgeführten Verss. zeigen, daß eine Abhängigkeit der Polarisation der Rayleighstreuung von der Wellenlänge des gestreuten Lichtes nicht besteht. Auch tritt negative Polarisation, wie sie so oft in der durch gelöste Farbstoffe ausgesandten Fluoreszenzstrahlung beobachtet wird, nicht auf. Anomale Polarisation scheint bei der Lichtstreuung ebenfalls nicht aufzutreten. (Z. Physik 96. 29—33. 1935. Dacca.) DADIEU.

Frank Matossi und Hans Fesser, *Über das Reflexionsvermögen von wässrigen Lösungen im Ultrarot*. Es werden die Ergebnisse der Unters. des Reflexionsvermögens von W. u. einigen Salzlsgg. (LiCl, NaCl, KCl, NaBr, NaJ, CaCl₂, LiNO₃) bei 3 u. 6 μ mitgeteilt. Diese Grundschwingungen ν_1 u. ν_3 des W.-Mol. sind in den Lsgg. gegenüber reinem W. verlagert. Das Reflexionsvermögen wird erhöht. Die Annahme einer depolarisierenden u. hydratisierenden Wrkg. der Ionen auf die W.-Moll. erklärt diese Veränderungen. Bei den Kationen wächst sowohl die Depolymerisation als auch die Hydratation mit fallendem Ionenradius stark an. Die Anionen zeigen geringe Hydratation, die depolymerisierende Wrkg. nimmt mit dem Ionenradius zu. Der Einfluß dieser beiden Effekte auf die Reflexionsbanden ist je nach der Schwingungsform der beiden

*) Spektrum organ. Verb. vgl. S. 984.

Grundfrequenzen in charakterist. Weise verschieden. Die Versuchsanordnung ist eingehend beschrieben. (Z. Physik 96. 12—28. 1935. Breslau, Physikal. Inst. d. Univ.)

DADIEU.

Robert Guillien, *Über die elektrische Doppelbrechung von flüssigem Sauerstoff und Stickstoff*. Es wurde die KERR-Konstante B für 97,6%₀ ig. fl. Sauerstoff u. 99,8%₀ ig. Stickstoff bei verschiedenen Temp. für $\lambda = 5461 \text{ \AA}$ bestimmt. Ausgegangen wurde von einer KERR-Konstante von $3,577 \times 10^{-7}$ für CS_2 bei 20°. Für O_2 ergab sich bei der Temp. des Kp. (90,15° abs.) $B = (22,38 \pm 0,2) \times 10^{-9}$, u. für N_2 bei 77,40° abs. $B = (8,06 \pm 0,08) \times 10^{-9}$. Nach der Theorie von LANGEVIN errechnen sich als Werte $25,5 \times 10^{-9}$ bzw. $15,6 \times 10^{-9}$. Der Verlauf der Konstanten in Abhängigkeit zur Temp. ist linear, u. zwar umgekehrt proportional. (C. R. heb. Séances Acad. Sci. 200. 1840 bis 1841. 1935.)

GOTTFRIED.

J. H. C. Thompson, *Über das Spektrum der Normalfrequenzen eines polaren Krystallgitters*. I. Eine früher (C. 1935. I. 2943) angegebene Methode wird zu einer allgemeinen Theorie des Schwingungsspektrums eines polaren Krystallgitters ausgearbeitet, die eine numer. Berechnung ermöglicht. (Proc. Roy. Soc., London. Ser. A. 149. 487 bis 505. 1935. Oxford, Merton-College.)

ZEISE.

Edwin E. Jelley, *Pleochroismus von Krystallen von seltenen Erdsalzen als Beweis der Nichtrotation gewisser Elektronenbahnen*. Es wurden die Absorptionsspektren für verschiedene Schwingungsrichtungen in Krystallen von Neodym-, Praseodym-, Samarium- u. Cerammonsulfat aufgenommen. Während beim Übergang der Schwingungsrichtungen parallel Z zu solchen, die zwischen Z u. X liegen, keine Änderung der Absorptionsspektren eintritt, treten deutliche Änderungen auf bei dem Übergang von parallel Y zu solchen zwischen Y u. X . Besonders bemerkenswert ist, daß die Banden an gewissen Punkten schwächer werden, u. daß die Richtungen minimaler Absorption nicht mit einer Achse des FRESNELSchen Ellipsoids zusammenfallen. Es folgt hieraus, daß die Elektronenbahnen einiger N-Elektronen — die Absorptionsbanden der seltenen Erden werden bedingt durch die nicht voll besetzte N-Schale — festgelegt sind in bezug zur Krystallstruktur. Da es sich hierbei nicht um Valenzelektronen handelt, wird als wahrscheinlich angenommen, daß die Metallionen als Ganzes nicht frei im Krystall rotieren können. (Nature, London 136. 335—36. 1935. Harrow, Kodak Research Lab.)

GOTTFRIED.

Sterling B. Hendricks und W. Edwards Deming, *Über die optische Anisotropie von Molekülgittern, behandelt an einigen Oxalaten*. Die Methoden zur Berechnung der Doppelbrechung von Ionenkrystallen haben annähernde Kugelsymmetrie der Ionen zur Voraussetzung u. versagen bei Molekülgittern. Vff. leiten einige allgemeine Beziehungen für die opt. Anisotropie u. den mittleren Berechnungsindex eines Systems von Moll. ab. Zur Prüfung dieser Beziehungen wären polymorphe Formen bestimmter Molekülgitter am besten geeignet, doch bestehen Schwierigkeiten in der Best. der betreffenden Strukturen. Daher verwenden Vff. für die Prüfung eine Gruppe polarer Verb. mit gemeinsamem anisotropem Ion: die vor kurzem (C. 1935. II. 2653) untersuchten Oxalate. Es zeigt sich, daß die beobachteten opt. Anisotropien der Oxalatkristalle aus der Anisotropie u. der Orientierung der Oxalatgruppe in den verschiedenen Gittern mit befriedigender Übereinstimmung abgeleitet werden können. Die molekulare Wechselwrg. macht sich nur bei Anwesenheit stark polarisierbarer Ionen stärker bemerkbar. (Z. Kristallogr., Kristallgeomet., Kristallphysik, Kristalchem. [Abt. A. d. Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr.] 91. 290—301. Sept. 1935. Washington [D. C.], Bureau of Chemistry and Soils.)

SKALIKS.

G. F. Kossolapow und A. K. Trapesnikow, *Röntgenographische Untersuchung der thermischen Ausdehnung des Cadmiums*. Nach der Rückstrahlmethode unter Verwendung von ebenem Film haben Vff. an polykrystallinem Cd im Temp.-Intervall 26—189° die Änderung des Achsenverhältnisses c/a sowie die Ausdehnungskoeff. senkrecht zur Hauptachse u. parallel zu derselben (α_{\perp} u. α_{\parallel}) bestimmt. Die Gitterkonstanten a u. c bei 26° stimmen mit den von STENZEL u. WEERTS (C. 1933. I. 1573) ermittelten u. denen von KOŽINA u. ROWINSKY (demnächst zu veröffentlichende Ergebnisse) genügend gut überein. Die Kurve der Änderung von c/a zeigt, daß die Abweichung von der dichtesten Kugelpackung mit steigender Temp. größer wird, daß aber bei höheren als den angewandten Temp. eine Sättigung zu erwarten ist. Die aus den Messungsergebnissen berechneten linearen Ausdehnungskoeff. betragen für das untersuchte Temp.-Gebiet: $\alpha_{\perp} = 1,7\text{--}2,2 \cdot 10^{-5}$; $\alpha_{\parallel} = 4,8 \cdot 10^{-5}$. α_{\perp} wächst

mit steigender Temp., während α_{11} (langsamer) abnimmt. Aus den linearen Koeff. wurde der *Volumenausdehnungskoeff.* β berechnet. Die Änderung von β mit der Temp. stimmt mit den von UFFELMANN (C. 1931. I. 235) nach der opt. Methode erhaltenen Ergebnissen gut überein. (Z. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristallchem. [Abt. A. d. Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr.] 91. 410—23. Okt. 1935. Moskau, Röntgenlabor. W. J. A. M.)

V. Caglioti, *Über die Struktur des Eisenphosphats*. Aus FeCl_3 -Lsg. mit Na_2HPO_4 in Ggw. von Na-Acetat gefälltes u. bei 600° geglühtes FePO_4 (schwach gelblich weiß, D. 3,10) zeigt bei Röntgenunters. Quarzstruktur mit $a_0 = 5,035$, $c_0 = 5,588$, $c/a = 1,11$. Durch Erhitzen auf 900° wird das Spektrum nicht verändert, wohl aber durch Schmelzen unter NaCl. Im Gegensatz zu AlPO_4 (vgl. HUTTENLOCHER, C. 1935. II. 1661) scheint FePO_4 nur in einem Gittertyp zu kristallisieren. (Atti R. Accad. naz. Lincei, Rend. [6] 22. 146—49. 1935. Rom, Univ., Chem. Inst.)

SKALIKS.

R. K. MÜLLER.

H. Braekken, *Die Kristallstruktur von Arsen- und Antimontribromid*. Vorl. Mitt. AsBr_3 ist rhomb., Raumgruppe V^4 , mit folgenden Gitterkonstanten: $a = 10,15$, $b = 12,07$, $c = 4,31 \text{ \AA}$. Die Elementarzelle enthält 4 Moll. Die Atome besetzen vierzählige Lagen mit etwa folgenden Parametern: 4 As: $x = 0,300$, $y = 0,215$, $z = 0$; 12 Br: $x_1 = -0,193$, $y_1 = 0,123$, $z_1 = 0,262$; $x_2 = 0,133$, $y_2 = 0,123$, $z_2 = -0,262$; $x_3 = 0,482$, $y_3 = 0,123$, $z_3 = -0,250$. Die Struktur ist aus pyramidenförmigen AsBr_3 -Moll. aufgebaut. SbBr_3 hat dieselbe Struktur. (Kong. Norske Vidensk. Selsk. Forhandl. 8. Nr. 10. 1 Seite. 1935.)

SKALIKS.

W. Feitknecht und **W. Lotmar**, *Die Struktur des grünen basischen Kobaltbromids*. 11. Mitt. *über basische Salze*. (10. vgl. C. 1935. II. 1819.) Im Laufe einer systemat. Unters. der bas. Salze der zweiwertigen Metalle, deren Hydroxyde im C 6-Typ (CdJ_2) kristallisieren (vgl. C. 1935. II. 1818. 1819), wurde eine Gruppe von isomorphen hochbas. Halogeniden gefunden: das bas. Zinkbromid III, grüne Kobaltchlorid u. Kobaltbromid. Während das Chlorid unbeständig ist u. nur in hochdisperser Form erhalten werden konnte, ließ sich das Bromid in mikrokristallinem Zustand gewinnen u. wurde deshalb als Ausgangsstoff für die Strukturermittlung der isomorphen bas. Salze gewählt. — Die Pulverdiagramme der 3 erwähnten Halogenide sind relativ linienarm u. zeigen Ähnlichkeit mit den Diagrammen der bas. Zinkhalogenide $\text{ZnBr}_2 \cdot 4 \text{Zn(OH)}_2$ u. $\text{ZnCl}_2 \cdot 4 \text{Zn(OH)}_2$: sie können aus den letzteren durch Wegfall einer Anzahl von Linien gedacht werden. — Vom bas. *Zinkchlorid* konnten millimetergroße Kristalle gezüchtet werden, deren röntgenograph. Unters. (Dreh-, Schwenk- u. LAUE-Aufnahmen) folgendes ergab: Rhomboedr. Translationsgruppe: $a = 6,34$, $c = 23,60 \text{ \AA}$. 1 Mol. in der rhomboedr. Elementarzelle. Raumgruppe wahrscheinlich D_{3d}^5 . Sehr wahrscheinlich bilden die Zn-Atome hexagonale Netze der Kantenlänge $a/2$ u. im Abstand $c/3$, d. h. Schichten derselben Struktur wie im hexagonalen $\alpha\text{-Zn(OH)}_2$, aber mit größerem Abstand voneinander u. rhomboedr. verschoben. Das ziemlich linienreiche Diagramm ließ sich sicher indizieren, wodurch dann auch eine eindeutige Indizierung der durch Wegfall einiger Linien „unvollständigen“ Diagramme der 3 hochbas. isomorphen Halogenide gelang. In diesem fehlen alle Linien mit h oder k ungerade, die Translationsgruppe ist auch rhomboedr., die a -Achse kann aber halbiert werden. — Eine genaue Vermessung des bas. *Kobaltbromids* in einer Kamera von $91,7 \text{ mm}$ Durchmesser ergab: $a = 3,13 \pm 0,01$, $c = 24,7 \pm 0,1 \text{ \AA}$. Mit der D. 3.18 u. dem Mol.-Gewicht 527,8 berechnen sich 0,76 Moll. im Elementarkörper. Es kommen also auf die rhomboedr. Zelle 1 $\text{Co(OH)}_2 \cdot \frac{1}{4} \text{Co(OH)Br}$. Es liegt nahe, den ganzzahligen Anteil der Formel auf feste Gitterplätze zu verteilen, die nur in Bruchteilen vorhandenen Atome aber, also das Co(OH)Br , als mehr oder weniger ungeordnet anzunehmen. 1 Co läge dann in (0 0 0) u. 2 (OH) in $\pm (u u u)$. Intensitätsberechnungen zeigen, daß u zwischen 0,364 u. 0,370 betragen muß. Dieser Wert ließ sich auch durch Vergleich mit Zn(OH)_2 stützen. Der Abstand Co—O liegt hiernach etwa zwischen 1,96 u. 2,05 \AA , ist also sicher kleiner als der von NATTA (C. 1929. I. 188) für das Hydroxyd berechnete Wert 2,17 \AA . Eine Aufnahme von Co(OH)_2 ergab auch etwas andere Identitätsperioden als nach NATTA: $a = 3,170 \pm 0,003 \text{ \AA}$, $c = 4,645 \pm 0,005 \text{ \AA}$. Intensitätsberechnung mit $u = \frac{1}{5}$ (entsprechend $\text{Co—O} = 2,05 \text{ \AA}$) ergab mindestens so gute Übereinstimmung als der Wert $\frac{1}{3}$ von NATTA. — Die Zelldimensionen des *grünen bas. Kobaltchlorids* sind $a = 3,13$, $c = 24,8 \text{ \AA}$; die Genauigkeit ist hier geringer. — Die Strukturen des bas. Kobaltbromids u. der isomorphen Substanzen bestehen also aus reinen Hydroxydschichten im Abstand 8,2 \AA , die durch ungeordnet eingelagertes Material zusammengehalten werden. Die Hydroxydschichten sind beim bas. Kobaltbromid u. -chlorid

in der *a*-Richtung um 0,04 Å gegenüber dem reinen Hydroxyd kontrahiert. Diese Kontraktion ist sicher reell u. dürfte mit der Trennung der Schichten in der *c*-Richtung von 4,65 auf 8,23 Å zusammenhängen. (Z. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristalchem. [Abt. A. d. Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr.] 91. 136—41. Aug. 1935. Bern, Chem. Inst. u. Mineralog.-petrograph. Inst. d. Univ.) SKALIKS.

H. M. Powell und A. F. Wells, *Komplexanionenbildung durch dreiwertige Elemente: Die Struktur von Cäsiumthalliumneochlorid*. Cs₃Tl₂Cl₉ wird nach PRATT (Amer. J. Sci. [Silliman] 49 [1895]. 397) dargestellt u. röntgenograph. in bezug auf die Kristallstruktur untersucht. Es liegt hexagonale Struktur mit 6 Molekülen in der Elementarzelle oder rhomboedr. mit 2 Molekülen vor. $a_0 = 12,82$, $c_0 = 18,27$ Å oder $a_0 = 9,58$ Å, $\alpha = 83^\circ 56'$, C_{3v}^6 oder D_{3d}^6 ; Zwillingsbildg. Bei dem komplexen Anion Tl₂Cl₉ ist jedes Tl-Atom von 6 Cl-Atomen umgeben, u. die beiden entstehenden Oktaeder haben 1 Fläche gemeinsam. Die Tl-Atome liegen nicht im Zentrum der Oktaeder, sondern so, daß die Abstände Tl-Cl kleiner sind, wenn das Cl nur einem Oktaeder, als wenn es gleichzeitig beiden Oktaedern angehört. Um jedes Cs-Atom liegen 6 Cl. Jedes Cl-Atom hat 4 Cs u. 8 Cl in dichter Packung vic.; zwei Drittel von ihnen haben ein benachbartes Tl, ein Drittel 2 Tl. Diskussion der Zusammenhänge zwischen Struktur u. Eig. (J. chem. Soc. London 1935. 1008—12. Oxford, Univ. Mus., Dep. of Mineral.) ELST.

O. Kraus, *Untersuchungen über das Kristallgitter von Heteropolysäuren und deren Salzen*. I. Das Gitter von Kieselschwefelsäure, Borwolframsäure und Ammoniumborwolframat. Es wird über die Herst. u. röntgenograph. Unters. der Verb. H₂SiW₁₂O₄₀·31 H₂O, B₂O₃·24 WO₃·66 H₂O u. (NH₄)₆BW₁₂O₄₀·26 H₂O mit Hilfe von LAUE-, Drehkristall- u. Schwenkaufnahmen berichtet. Die D. der Kristalle wurde nach der Pyknometermethode mit Bromnaphthalin als Fl. bestimmt. Für die Röntgenaufnahmen wurden die unbeständigen Kristalle meist zwischen zwei Deckgläsern in Vaseline eingebettet. — *Borwolframsäure*: Aus den Röntgenaufnahmen ergibt sich, daß die bisher übliche Aufstellung der Kristalle geändert werden muß, weil der auf diese Aufstellung bezogene Elementarkörper basiszentriert ist; die Fläche (111) der tetragonalen Bipyramide bekommt das Symbol (101). Gitterkonstanten: $a = 12,83$, $c = 18,38$ Å, oder pseudokub. $a' = a\sqrt{2} = 18,14$, $c = 18,38$ Å. $D. = 3,78$. 1 Mol. im Elementarkörper. Aus verschiedenen Gründen, u. a. aus dem strukturellen Vergleich mit NH₄-Borwolframat ist es aber sehr wahrscheinlich, daß der Verb. die Formel H₂BW₁₂O₄₀·31 H₂O zukommt. Raumgruppe D_{4h}^6 . Das Verf. von GIEBE-SCHIEBE zur Best. der Klassenzugehörigkeit versagte, da die Kristalle elektr. leitend sind. — *NH₄-Borwolframat*: Gitterkonstanten $a = 12,80$, $c = 18,40$ Å, oder pseudokub.: $a' = 18,10$, $c = 18,40$ Å. $D. = 3,76$. 2 Moll. im Elementarkörper. Dieselbe Raumgruppe wie bei Borwolframsäure. — *Silicowolframsäure*: Nach den Drehspektrogrammen liegt das gleiche Gitter vor wie bei den beiden anderen Verb. $a = 12,98$, $c = 18,52$ Å, oder pseudokub.: $a' = a\sqrt{2} = 18,35$ Å. 2 Moll. im Elementarkörper. — Das Stoffpaar Borwolframsäure-Ammoniumborwolframat ist ein ausgezeichnetes Beispiel für Isomorphie zwischen freier Säure u. zugehörigem Salz. Ähnlich wie das Monohydrat von HClO₄ als eine salzartige Verb. (OH₂)ClO₄ aufgefaßt werden kann, ist Borwolframsäure wahrscheinlich eine Hydroxoniumverb. der Formel (OH₂)₆·BW₁₂O₄₀·26 H₂O. (Z. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristalchem. [Abt. A d. Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr.] 91. 402—09. Okt. 1935. München.) SKAL.

H. Seifert, *Die anomalen Mischkristalle*. I. Die vorliegende Abhandlung setzt es sich zur Aufgabe „darzutun, daß die anomalen Mischkristalle des Kristallographen einen wesentlichen Anteil aller vorkommenden Produkte mit Fremdstoffgehalt ausmachen.“ Die wachsende Bedeutung derartiger Kristallisationsgebilde wird hervorgehoben u. eine einheitliche Theorie u. Systematik entwickelt. — 1. Statik u. Dynamik. 2. Kinetik der Bildungsvorgänge. — Schriftenverzeichnis. (Fortschr. Mineral., Kristallogr., Petrogr. 19. 103—82. 1935. Berlin.) SKALIKS.

Gunnar Hägg, *Feste Lösungen mit wechselnder Anzahl von Atomen in der Elementarzelle*. Es wird eine zusammenfassende Behandlung der Fälle unternommen, in denen eine mit der Zus. der festen Lsg. wechselnde Anzahl von Atomen im Elementarkörper beobachtet wurde. Hierbei werden die festen Lsgg. vom Additions- u. vom Subtraktionstypus als ein u. derselbe Typus behandelt, da sie in der Theorie nicht zu unterscheiden sind. Als zweckmäßige gemeinsame Bezeichnung für solche feste Lsgg. schlägt Vf. „Zwischenraumlösung“ („interstitial solution“) vor. — Es werden dann besprochen:

Strukturelle u. geometr. Bedingungen für die Bldg. von Zwischenraumslegg.; Bedingungen für elektrost. Neutralität; Zwischenraumslegg. u. elektr. Leitfähigkeit. Einzelheiten vgl. im Original. (Z. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristalchem. [Abt. A. d. Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr.] **91**. 114—22. Aug. 1935. Stockholm, Inst. f. allg. u. anorgan. Chemie d. Univ.) SKALIKS.

H. E. Buckley, *Einige neue Feststellungen über die Habitusänderung von $KClO_4$ -Kristallen*. (Vgl. C. 1935. I. 1184 u. früher.) Es wird über 616 einzelne Kristallisationsverss. mit $KClO_4$ in Ggw. von verschiedenen Farbstoffen bzw. von einigen anorgan. Ionen als habitusändernden Fremdstoffen berichtet, u. die Beziehungen zu $KMnO_4$ u. Baryt werden besprochen. — Die Habitusänderung durch anorgan. Ionen erfolgt etwa in derselben Weise wie beim $KMnO_4$; die Flächen (0 1 1), (1 0 2) u. (1 0 0) werden von den meisten Ionen beeinflußt, (0 0 1) nur von $Cr_2O_7^{2-}$; {1 1 0} bleibt dagegen stets unverändert. Die großen organ. Farbstoffmoll. haben starke Wrkgg. auf {1 0 2} u. {0 1 1}, die größten Moll. (z. B. Ponceau 2 R) dagegen nur auf {1 0 2}. Die einzelnen Wrkgg., Einfl. der Farbstoffkonz. usw. werden genauer diskutiert, vgl. hierzu das Original. — Durch Methyloorange wird eine neue ausgezeichnete Spaltbarkeit {1 0 0} hervorgerufen. (Z. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristalchem. [Abt. A. d. Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr.] **91**. 375—401. Okt. 1935. Manchester [Engl.], Univ., Kristallograph. Abt.) SKALIKS.

N. Pisarenko, *Über die Streuung schneller Elektronen an Kristallen*. Die unelast. Streuung von schnellen Elektronen an einem Kristallgitter wird theoret. untersucht unter Berücksichtigung 1. der Anregung der Elektronenschalen der Kristallatome mit Hilfe der FRENKELschen Methode der „Anregungswellen“ u. 2. der Wärmebewegung des Kristalls. Es wird gezeigt, daß in erster Annäherung die Kristallstruktur die unelast. Streuung nicht beeinflußt, u. daß der Einfluß der Wärmebewegung durch den gebräuchlichen DEBYESchen Wärmefaktor wiedergegeben werden kann. (Physik. Z. Sowjetunion **7**. 26—42. 1935. Leningrad, Physikal.-Techn. Inst.) KOLLATH.

G. P. Thomson, *Elektronenbeugung als Untersuchungsmethode*. Zusammenfassender Bericht über Elektronenbeugung als Mittel zur Unters. von dünnen Schichten auf Unterlagen. (Nature, London **135**. 492—95. 1935.) BOERSCH.

W. I. Kassatotschkin, *Beugung langsamer Elektronen an sublimiertem Wolfram*. Die Streuung von langsamen Elektronen (40—400 V) an sublimiertem W wird nach der Methode des konstanten Winkels untersucht. Die gefundenen Maxima lassen sich in 2 Gruppen trennen, die sich durch den Wert des inneren Potentials ($\Phi = 10,5 \pm 2$ V bzw. $\Phi = 0$) unterscheiden. Die Intensitäten u. die Häufigkeit des Auftretens der Maxima sind in beiden Gruppen ungefähr dieselben. Das Vorhandensein zweier Maximagruppen wird erklärt durch Elektroneninterferenzen innerhalb des Kristalls bzw. an dessen stufenartiger Oberfläche. Einige Maxima sind nicht erlaubten Indices zuzuordnen; halbe Reflexionsordnungen wurden jedoch in keinem Fall beobachtet. Der Vergleich der Resultate mit den Ergebnissen von MEIBOM u. RUPP (C. 1933. II. 3239) u. SPROULL (C. 1933. II. 3806) an Wolframeinkristallen weist darauf hin, daß die Streuung in beiden Fällen nicht an einem reinen Einkristall erfolgte, sondern daß der Einkristall mit einer Schicht nichtorientierter Mikrokryställchen bedeckt war. (Acta physicochimica U. R. S. S. **2**. 317—36. 1935. Moskau, KARPOW-Inst. f. physikal. Chemie.) BOERSCH.

E. J. W. Verwey, *Die Struktur der elektrolytisch hergestellten Oxydschicht auf Aluminium*. Bei der elektrolyt. Oxydation von Al tritt unter gewissen Bedingungen ein kub. Al_2O_3 auf (von Vf. mit γ' - Al_2O_3 bezeichnet), das sich beim Erhitzen in γ - Al_2O_3 umwandelt (vgl. BURGERS, CLAASSEN u. ZERNIKE, C. 1932. I. 2820). Das γ' - Al_2O_3 wurde von Vf. röntgenograph. untersucht, u. es wurde ein flächenzentriertes Gitter mit der Gitterkonstanten $a = 3,95$ Å gefunden. Der Elementarkörper enthält 4 O-Ionen, zu denen also $2\frac{2}{3}$ Al-Ionen gehören müßten. Diese Al^{+++} sind statist. derart auf die Zwischenräume zwischen den O-Ionen verteilt, daß 70% der Al eine Koordinationszahl 6 haben u. 30% eine Koordinationszahl 4 relativ zu O. γ - Al_2O_3 u. γ' - Al_2O_3 sind beide als intermediäre Zustände zwischen dem amorphen u. dem vollkommen geordneten Zustand aufzufassen. (Z. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristalchem. [Abt. A. d. Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr.] **91**. 317—20. Sept. 1935. Eindhoven [Holl.], Naturwiss. Labor. d. N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken.) SKALIKS.

W. L. Bragg, *Atomanordnung in Metallen und Legierungen*. (Vgl. C. 1935. II. 1498.) Vortrag: Kennzeichen von Metallen u. Legierungen; Gitter der Phasen;

Phasen u. chem. Verbb.; Regel von HUME-ROTHERY; Theorie von JONES (C. 1934. I. 2871); Verteilung der Atome auf die Gitterplätze einer Phase; Thermodynamik der Umwandlung geordneter Zustand — ungeordneter Zustand; Beziehung dieser Umwandlung zu Phasenänderungen; Relaxationszeit einer Legierung (bei Wärmebehandlungen). (J. Inst. Metals 56. 275—99. 1935.) SKALIKS.

William Hume-Rothery und Herbert M. Powell, *Zur Theorie der Überstrukturen in Legierungen*. In der Einleitung wird zunächst eine kurze Übersicht über einige wichtige bisherige Erfahrungen u. theoret. Ansichten gegeben. Als „*n. metall. Überstruktur*“ wird ein Gitter bezeichnet, in dem die verschiedenen Atomarten regelmäßige Lagen einnehmen, die (falls die Unterschiede zwischen den Atomen außer Betracht gelassen werden) mit denen in der ursprünglichen festen Lsg. (mit statist. Atomverteilung) übereinstimmen oder aus ihnen durch eine geringfügige Deformation hervorgehen. Bei gewissen Zus. haben diese Gitter die elektr. u. anderen Eigg. eines reinen Metalls. Als *Überstrukturen mit Wechselwrgk.* („interaction superlattice“) können dann die Gitter bezeichnet werden, die durch abnorme Eigg. der Legierungen gekennzeichnet sind, obwohl die Charakteristica einer Überstruktur erhalten geblieben sind (z. B. Cu₃Pt). Fälle mit noch ausgeprägterer Änderung, wie z. B. die Cu-Pd-Legierung 1:1, werden als *Wechselwirkungsstrukturen* („interaction structure“) bezeichnet. Höchstwahrscheinlich gehen diese 3 Typen ineinander über, u. der 3. Typus hat große Ähnlichkeit mit Körpern, die man gewöhnlich als intermetall. Verbb. oder „Elektronenverbb.“ („electron compounds“ nach BERNAL, Chemical Society Annual Reports 1933. 391) benennt. — Vff. geben dann die experimentellen Ergebnisse von BRADLEY u. JAY (C. 1933. II. 1084) wieder, sowie die theoret. Erörterungen von W. L. BRAGG (C. 1933. II. 2638). Vff. haben unabhängig von BRAGG ähnliche Überlegungen angestellt, die in vorliegender Veröffentlichung mitgeteilt werden. — Zunächst werden solche feste Lsgg. behandelt, in denen der Atomdurchmesser der gel. Atome größer ist als der der Lösungsm.-Atome, so daß also bei der Bldg. der festen Lsg. Expansion des Gitters erfolgt. Für diesen Fall wird angenommen, daß die Einführung eines verhältnismäßig großen Atoms im Gitter Spannungen in der unmittelbaren Umgebung erzeugt, u. daß die durch lange Wärmebehandlung bei niedrigen Tempp. sich einstellende stabilste Idealstruktur durch höchstmögliche Gleichförmigkeit der Spannungsverteilung im Gitter ausgezeichnet ist. In einer gegebenen Struktur ist für jedes Atom die Anzahl der Nachbaratome in bestimmter Entfernung angebar; z. B. sind im kub.-raumzentrierten Gitter 8 Atome im Abstand $a/2\sqrt{3} = 0,866 a$ vorhanden, 6 Atome im Abstand a , 12 Atome im Abstand $a\sqrt{2} = 1,414 a$ usw. Diese verschiedenen Gruppen von Atomen mit gleichem Abstand werden als „Zonen“ benachbarter Atome bezeichnet u. in der Reihenfolge wachsender Abstände numeriert. Im obigen Beispiel bilden dann die Atome mit dem Abstand a die 2. Zone. In jeder festen Lsg. vom Substitutionstypus mit gegebener Zus. läßt sich eine bestimmte Zone angeben, welche die größte mögliche Annäherung der Lösungsatome (B) darstellt. So ist im kub.-raumzentrierten Gitter z. B. eine feste Lsg. möglich, bei der nur die höheren Zonen von der 3. aufwärts besetzt sind; wird in einer solchen Lsg. mit den gel. Atomen (B) im Abstand $a\sqrt{2}$ eine Überstruktur gebildet, so kann diese als „Überstruktur der 3. Zone“ bezeichnet werden. Die für bestimmte Abstände $B-B$ geltenden maximalen Verhältnisse der Atomanzahlen B/A werden angegeben. — Vff. führen nun folgende Annahmen ein: 1. Die Bldg. einer n . metall. Überstruktur findet in der Weise statt, daß die gel. Atome die höchste relativ zueinander mögliche Zone einnehmen. 2. Im Vergleich mit einer rein statist. Anordnung nimmt die relative Stabilität einer Überstruktur mit steigender Zonennummer rasch ab. 3. Die Tendenz einer festen Lsg. zur Bldg. einer Überstruktur nimmt mit wachsendem Unterschied der Durchmesser der Lösungsm.-Atome u. der gel. Atome zu. 4. Wenn das Mengenverhältnis des gel. Elementes B über den zu einer bestimmten Zonennummer n gehörenden Maximalwert gesteigert wird, dann sind 2 Fälle in Betracht zu ziehen: a) Die Änderung kann kontinuierlich erfolgen. Die Struktur der Zonennummer n bleibt bestehen, u. die zusätzlichen Atome werden in der Zone ($n - 1$) untergebracht. b) Der Übergang von einer zur anderen Zone kann nicht kontinuierlich erfolgen. — Die allgemeinen Betrachtungen, die als vorläufiger Natur anzusehen sind, werden nun auf verschiedene Beispiele angewandt; die Überstrukturen Fe₃Al, FeAl, Cu₃Au u. CuAu. Einzelheiten hierüber im Original. (Z. Kristallogr., Kristallogr., Kristallphysik, Kristallchem. [Abt. A. d. Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr.] 91. 23—47. 1935. Oxford, Univ.-Museum.) SKALIKS.

Alois Gatterer und Joseph Junkes, Funkenspektrum des Eisens von 4650—2242 AE. auf 13 photogr. Taf. Hergest. im Astrophysik. Laboratorium d. Vatikan. Sternwarte. Castel Gandolfo: Selbstverl. d. Specola Vaticana. Berlin: Hirschwaldsche Buchh. 1935. (10 S.) 4°. Geh. u. in Hlw. Mappe M. 10.—
 Gustav Korfm, Das optische Verhalten gelöster Elektrolyte. Stuttgart: Enke 1936. (106 S.) 4°. = Sammlung chem. u. chem.-techn. Vorträge. N. F. H. 26. M. 8.20.

A., Elektrizität, Magnetismus. Elektrochemie.

G. Busch und P. Scherrer, *Eine neue seignette-elektrische Substanz*. Die anomalen dielekt. u. piezoelekt. Eigg. des Seignettesalzes wurden bisher nur noch an Mischkrystallen aus K-Na-Tartrat u. K-NH₄-Tartrat beobachtet. Unter Zugrundelegung eines theoret. Bildes kamen Vff. durch systemat. Unters. verschiedener Stoffe unter besonderer Beachtung ihres Krystallwassergeh. zu einem neuen Stoff, dessen DE. einen dem Seignettesalz analogen Temp.-Verlauf zeigt: das primäre Kaliumphosphat KH₂PO₄, welches tetragonal-skalenoedr. Krystalle bildet u. kein Krystallwasser besitzt. Die Haupt-DE. in der krystallograph. c-Achse besitzt eine bemerkenswerte Temp.-Abhängigkeit. Von einem Wert von etwa 30 bei Zimmertemp. bis zu —50° steigt sie stark an auf etwa 155 bei —130° bis etwa —190°, von wo aus ein sehr schroffer Abfall auf etwa 7 bei —210° erfolgt. In Analogie zum Seignettesalz können zwei Curiepunkte festgestellt werden, u. zwar bei etwa —130 u. —195°; der Temp.-Verlauf ist der gleiche, dagegen sind die absol. DE.-Werte beträchtlich kleiner als dort. — Eine qualitative Prüfung der piezoelekt. Aktivität ergab bis zur Temp. der fl. Luft für den piezoelekt. Modul einen parallelen Verlauf mit der DE. Eine wesentliche Strukturänderung tritt am oberen Curiepunkte nicht ein. — Als Unters.-Objekte dienten Krystallplättchen von 1 qcm bei 1 mm Dicke, auf welche Al-Folien als Elektroden aufgeklebt waren. Die DE.-Messung erfolgte mit einer Kapazitätsmeßbrücke. — Weitere Unters. der Piezoelektrizität, an KH₂PO₄, sowie der Erscheinungen an den isomorphen NH₄H₂PO₄, KH₂AsO₄ u. NH₄H₂AsO₄ sind in Vorbereitung. (Naturwiss. 23. 737. 25/10. 1935. Zürich, Physikal. Inst. d. Techn. Hochsch., Ausführung der Arbeit zum Teil in Charlottenburg, Physikal. Inst. d. Techn. Hochsch.) ETZRODT.

A. v. Hippel, *Der elektrische Durchschlag in Gasen und festen Isolatoren*. Einheitliche Darst. der aus den Unters. des Vf. unter Berücksichtigung der Literatur sich ergebenden Gesichtspunkte zum Verständnis des elektr. Durchschlags. (Ergebn. exakt. Naturwiss. 14. 79—129. 1935. Kopenhagen.) SKALIKS.

P. Selényi, *Elementare Ableitung des Gesetzes der Raumladungsströme*. Es wird gezeigt, daß man die Gesetze der im Hochvakuum oder in einem dichten gas fließenden Raumladungsströme, bis auf einen unwesentlichen Zahlenfaktor, aus elementaren Überlegungen richtig ableiten kann. (Z. Physik 97. 395—97. 18/10. 1935. Ujpest b. Budapest, Tungram-Forschungs-Labor.) KOLLATH.

H. Beck, *Über die Kathodenperlenentladung*. (Vgl. C. 1934. II. 23.) Über die Kathodenperlenentladung werden weitere Versuchsergebnisse mitgeteilt. Es wird die Strom-Spannungscharakteristik der Entladung aufgenommen. Für das Zustandekommen der Perlenbildg. wurde die weitere Bedingung gefunden, daß das Kathodenmaterial mit einer Oxidschicht überzogen sein muß. Ferner wird festgestellt, daß die Erscheinung auch in Zn- u. Cd-Dampf, jedoch nicht in Na- u. J-Dampf erhalten wird: Die M. des Elementes ist also für die Perlenbildg. nicht ausschlaggebend. Auf Grund der magnet. Beeinflussung der Erscheinung wird ein Deutungsvers. gemacht. (Z. Physik 97. 376—81. 18/10. 1935. Jena, Phys. Inst. d. Univ.) KOLLATH.

A. J. Nikiforow und T. M. Swiridow, *Die Kathode als Strombegrenzer und Strom-ausschalter*. Es werden die Ergebnisse der Unters. einer Hg-Kathode mit sehr kleiner Oberfläche, die durch Wolframwände begrenzt ist, mitgeteilt. Ein solcher Kathodentyp wirkt als Strombegrenzer u. Stromausschalter. Der Ausschalteffekt wird durch die SCHOTTKY-V. ISSENDORFSche Gleichung u. momentanen Abbruch der Elektronenemission aus dem Leuchtfleck erklärt. (Z. Physik 97. 398—401. 18/10. 1935. Moskau.) KOLLATH.

A. L. Reimann, *Das Kontaktpotential zwischen reinem und sauerstoffbedecktem Wolfram*. Das Kontaktpotential von ganz schwach elektronegativ verunreinigtem W gegen W, das mit einer solchen adsorbierten Sauerstoffschicht bedeckt ist, welche die Austrittsarbeit möglichst weit heraufsetzt, beträgt etwa 1,7 V bei Zimmertemp.

*) Dipolmoment organ. Verbb. vgl. S. 983.

Dies stimmt überein mit früheren Ergebnissen, aus welchen sich 1,75 V bei 1500° absol. ergibt. Diese Werte sind als unterste Grenze des Kontaktpotentials zwischen vollkommen reinem W u. dem wirksamsten mit Sauerstoff bedecktem W anzusehen. Ein Verlust der Elektronegativität von mit Sauerstoff bedecktem W durch Abdampfen des O₂ wurde zuerst bei 1300° absol. mit Sicherheit festgestellt; darüber hinaus wächst der Abdampf betrag schnell mit der Temp. Zwischen sauerstoffbedeckten W-Oberflächen, die auf verschiedene Weise (auf k. u. auf h. Wege) hergestellt waren, war weder hinsichtlich der Elektronegativität noch hinsichtlich der Flüchtigkeit des O₂ ein Unterschied festzustellen. Von den verschiedenen Bedeckungsgraden, welche im Vakuum beständig sind, scheint derjenige, bei dem die Austrittsarbeit am höchsten ist, der vollkommenste zu sein. (Philos. Mag. J. Sci. [7] 20. 594—607. Okt. 1935. Wembley, Research Staff of the M. O. Valve Comp.)

ETZRODT.

H. Grayson Smith und J. O. Wilhelm, *Supraleitfähigkeit*. Zusammenfassende Arbeit über die gegenwärtigen empir. u. theoret. Kenntnisse auf dem Gebiet der Supraleitung. Inhalt: I. Teil. Experimentelles: Das Phänomen Supraleitfähigkeit; die supraleitenden Metalle, Elemente, Legierungen u. Verb., Krystallvollkommenheit, supraleitende Kontakte; Zerstörung der Supraleitfähigkeit durch ein Magnetfeld, der magnet. Schwellenwert, Feldrichtung, Maximalstrom der Supraleitung, Hypothese von SILSBEE; Verteilung des Magnetfeldes rings um einen Supraleiter, Diamagnetismus des supraleitenden Zustandes, der MEISSNER-Effekt, Rückverteilung des äußeren Feldes, Rückverteilung des Stromes, spontane Vertreibung des magnet. Flusses, permanentes magnet. Moment, Eindringen des Magnetfeldes in einen Supraleiter, magnet. Hystereseeffekte, allgemeine Schlüsse; Strom im geschlossenen supraleitenden Kreis, Gesetz des konstanten magnet. Flusses, supraleitendes Galvanometer, verzweigte Kreise; Thermoelektrizität, THOMSON-Effekt; spezif. Wärme, n. spezif. Wärme, calor. Eigg. im Magnetfeld, magnetocalor. Effekt; therm. Leitfähigkeit; Supraleitfähigkeit in dünnen Schichten, Übergangspunkte von dünnen Schichten, Mehrschichten, magnet. Schwellenwert, Ansprechen auf Stromanstieg; anomale supraleitende Legierungen, n. u. anomale Supraleiter, magnet. Eigg., Einfluß der Stromstärke, spezif. Wärme u. therm. Leitfähigkeit, Metalle der anomalen Gruppe. II. Teil. Theoret.: Theorien der Supraleitung, Einleitung, ältere Vorstellungen; Thermodynamik, Gleichung von RUTGERS, Kreisprozeß von GORTER u. CASIMIR, Entropie im supraleitenden Zustande, Elektrodynamik, Beschleunigungstheorie, Stromverteilung, spezielle Probleme; LONDONSche Theorie, Versagen der Beschleunigungstheorie, die Übergangskurve; Spontanstromtheorie, Modifikation der Beschleunigungstheorie, Einwände gegen die Spontanstromtheorie, kleinste Abmessungen für die n. Supraleitung; quantenmechan. Behandlungen, Theorie von BRILLOUIN, von PAPAPETROU, von SCHACHENMEIER, Beitrag der Quantenmechanik zur Beschleunigungstheorie; abschließende Diskussion. (Rev. mod. Physics 7. 237—71. Okt. 1935. Toronto, Univ., Mc Lennan Lab.)

ETZRODT.

Hermann Fahlenbrach, *Bemerkungen zum Ionendiamagnetismus im festen Zustand und in der Lösung*. Zu den Arbeiten von FRIVOLD u. Mitarbeitern (C. 1935. II. 2340 2341) bemerkt Vf., daß sich die beobachteten Unterschiede zwischen dem Diamagnetismus in W. u. A. bzw. im gel. u. festen Zustande durch die Depolymerisation des W. deuten lassen. Allgemein ist zu sagen, daß man für derartige Probleme aus Unters. bei nur einer Temp. wenig Aufschlüsse erwarten kann, da die Effekte zu klein sind. Wertvoller dürfte die Best. der Temp.-Abhängigkeit sein. (Ann. Physik [5] 24. 485 bis 488. 1/11. 1935. Greifswald, Univ.)

KLEMM.

S. Ramachandra Rao und K. C. Subramaniam, *Diamagnetismus von Thallium-einkristallen*. Es wurde zunächst die diamagnet. Suszeptibilität von Thallium-einkristallen bei 30° parallel u. senkrecht zur hexagonalen Achse bestimmt zu $\chi = 0,407 \times 10^{-6}$ bzw. $0,163 \times 10^{-6}$. Hieraus ergibt sich eine magnet. Anisotropie von 2,50. Wird der Krystall erhitzt, so bleibt die Suszeptibilität konstant für die beiden Richtungen bis zu 235°. Bei dieser Temp. nimmt der Mittelwert plötzlich ab auf $0,170 \times 10^{-6}$, u. zwar ist er bei allen Orientierungen des Krystalls im magnet. Feld der gleiche. Beim F. des Thalliums ergab sich ein Wert von $0,153 \times 10^{-6}$. (Nature, London 136. 336—37. 1935. Annamalai, Univ., S. India.)

GOTTFRIED.

P. S. Varadachari, *Einfluß der Bildung von Hydraten auf den Diamagnetismus chemischer Verbindungen*. Es werden verschiedene Systeme auf ihr diamagnet. Verh. geprüft u. aus Abweichungen vom additiven Verh. Schlüsse auf die Bldg. von Hydraten gezogen. — Im System H₂SO₄-W. sind bei Säurekonz. oberhalb 86% die diamagnet. Suszeptibilitäten größer (d. h. χ ist stärker negativ), als additivem Verh. entspricht,

unterhalb 86% sind sie kleiner. Aus den maximalen Abweichungen schließt Vf. auf folgende Hydrate in der Lsg.: $2 \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; $\text{H}_2\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; $\text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$; $\text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ u. $\text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 18 \text{H}_2\text{O}$. — Im System *Essigsäure-W.* findet sich keine meßbare Abweichung von der Additivität, obwohl eine Verb. beim Mol.-Verhältnis 1:1 bekannt ist. — $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$ wird sowohl in Lsg. wie im festen Zustande untersucht. Der Übergang des Dekahydrats in das Anhydrid bedingt keine Änderung des Magnetismus. Das W. ist also hier viel lockerer gebunden als bei der Schwefelsäure. — Am Schlusse beschäftigt sich Vf. mit den Unterss. von CABRERA u. FAHLENBRACH (C. 1934. II. 917). Gegen einige Schlüsse dieser Autoren werden Einwände erhoben. (Proc. Indian Acad. Sci. Sect. A. 2. 161—75. Aug. 1935. Annamalainagar [Ind.], Univ.) KLEMM.

Jeanne Liquier-Milward, *Magnetische Suszeptibilität von Cerchlorid in wässriger Lösung und ihre Änderung mit der Temperatur*. Zur experimentellen Prüfung der HUND-VAN VLECKschen Berechnung der magnet. Momente der Ionen der seltenen Erden sind Messungen der Suszeptibilitäten bei verschiedenen Temp. unerlässlich. Vf. führt Messungen an wss. Lsgg. von CeCl_3 aus, da gerade bei Ce (III)-Salzen die experimentellen Bestst. untereinander u. von der Theorie besonders stark abweichen. Benutzt wurde eine Steighöhenapparatur. Für verschiedene Lsgg., deren CeCl_3 -Geh., berechnet auf das wasserfreie Salz, zwischen 8 u. 37,5% lag, galt zwischen 7 u. 70° das WEIZSACHE Gesetz $\chi_{\text{Mol.}}(T + \Delta) = C = 0,762$. Dies entspricht nach der Formel $\mu = 14,07 \cdot \sqrt{\chi_{\text{Mol.}}(T + \Delta)}$ einem Moment μ von 12,36 WEIZSACHen Magnetonen, während HUND 12,5, VAN VLECK 12,7 Magnetonen berechnet. Die Messungen ergaben, daß die C-Werte unabhängig von der Konz. sind, während die Δ -Werte sich bei steigender Konz. von 45 auf 63° änderten. Dementsprechend variieren die nach der Formel $n_{\text{eff.}} = 14,07 \cdot \sqrt{\chi_{\text{Mol.}} \cdot T}$ berechneten „effektiven“ Magnetonzahlen von 11,41—11,16. — Außerdem werden einige Angaben über die Dichten von CeCl_3 -Lsgg. bei Zimmertemp. gegeben. (Proc. phys. Soc. 47. 559—70. 1/7. 1935. Birmingham, Univ.) KLEMM.

R. M. Bozorth, *Der augenblickliche Stand der Theorie des Ferromagnetismus*. Vf. berichtet über den augenblicklichen Stand der ferromagnet. Forschung, u. zwar über ihre geschichtliche Entw., über die den Ferromagnetismus bedingenden Kräfte (Austausch-u. Krystallkräfte), über die ferromagnet. Elementargebiete, die Deutung der THIESZEN-BITTERSchen Streifen, über die energet. Deutung der Hysteresekurven, über die Wrkg. mechan. Verspannungen u. über die neueren techn. Anwendungen (Ausscheidungshärtung etc.). (Electr. Engng. 54. 1251—61. Nov. 1935. New York, Bell Tel. Lab.) FAHLENBRACH.

A. Carrelli, *Über das im Innern der ferromagnetischen Stoffe wirkende Feld*. Im Anschluß an eine Unters. von WEIZSÄCKER (C. 1934. I. 1003) wird gezeigt, daß die Best. des im Innern eines ferromagnet. Stoffes wirkenden Feldes nur mit einer gewissen Unsicherheit erfolgen kann; der Wert dieses Feldes kann durch den Vektor der Magnetisierungsintensität gegeben werden; dies wird durch das Verh. der ferromagnet. Stoffe im magnetoopt. Feld u. im HALL-Effekt bestätigt. (Nuovo Cimento [N. S.] 12. 337—41. 1935.) R. K. MÜLLER.

R. B. Janes, *Magnetische Suszeptibilitäten von Salzen der Elemente der Eisengruppe*. (Vgl. C. 1935. I. 674.) Vf. mißt die Suszeptibilität einer Reihe von Cr-, Ni-, Co- u. Cu-Salzen zwischen -191 u. +20° u. vergleicht die Ergebnisse mit den theoret. Ansätzen von PENNEY u. SCHLAPP (C. 1933. II. 1155) u. JORDAHL (C. 1933. II. 2901). Nach PENNEY u. SCHLAPP sollte für *Cr(III)-Salze* gelten:

$$\chi = (15 N \cdot \beta^2 / 3 k T) (1 - 2 \lambda / 5 D)^2.$$

Setzt man für die Bahn-Spinkoppelung $\lambda = 87 \text{ cm}^{-1}$, so findet man nach Leidener Messungen für Chromalaun $D = 3730 \text{ cm}^{-1}$. Für $\text{K}_2\text{Cr}(\text{SCN})_6 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$, das neu gemessen wurde, gilt die obige Gleichung ebenfalls, D lag bei 2 Präparaten zwischen 1480 u. 1720 cm^{-1} . Für *Ni(II)-Salze* sollte gelten:

$$\chi = (8 N \cdot \beta^2 / 3 k T) (1 - 4 \lambda / 5 D) + 4 N \cdot \beta^2 / 5 D.$$

Für $\text{NiSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$ ist nach Leidener Messungen für $\lambda = 335 \text{ cm}^{-1}$ $D = 1103 \text{ cm}^{-1}$. Für das vom Vf. gemessene $\text{NiSO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ wird $D = 1208 \text{ cm}^{-1}$, für $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ gilt $D = 1064 \text{ cm}^{-1}$. $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4 \text{NH}_3$ folgt der obenstehenden Formel nicht genau. $\text{Ni}(\text{CN})_2 \cdot \text{C}_6\text{H}_6 \cdot \text{NH}_3$ erfüllt die Formel ebenfalls nicht. Die Magnetonenwerte sind hier kleiner, als sich für den Spin berechnet, namentlich bei tiefen Temp. Offenbar bildet sich bei tiefen Temp. ein dem diamagnet. $\text{K}_2\text{Ni}(\text{CN})_4$ ähnlicher Zustand. Bei NiO ist eine theoret. Behandlung zurzeit noch nicht möglich. — Für *Co(II)-Salze* läßt sich eine einfache theoret. Formel noch nicht geben. Gemessen werden $\text{K}_2\text{Co}(\text{SCN})_6 \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$;

$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{NH}_3$; $\text{CoSO}_4 \cdot 6\text{NH}_3$ u. $\text{Co}(\text{CN})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. Hier liegen die Verhältnisse kompliziert. Mehrfach findet sich bei tiefen Temp. ein sehr starker Abfall der $\gamma \cdot T$ -Werte. — Von *Cu(II)-Verb.* werden $\text{Cu}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$; $\text{CuK}_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ u. $\text{CuSO}_4 \cdot 4\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ gemessen u. mit den Berechnungen von JORDAHL verglichen. Eine genaue Best. der Parameter ist jedoch aus den mittleren Suszeptibilitäten allein nicht möglich. (Physic. Rev. [2] 48. 78—83. 1/7. 1935. Univ. of Wisconsin.) KLEMM.

Georges Chaudron, *Einige Anwendungen der thermomagnetischen Analyse für die Untersuchung der Eisenoxyde*. Zusammenfassender Vortrag. (Bull. Soc. chim. Belgique 44. 339—50. 1935. Lille, Univ.) KLEMM.

H. Falkenhagen, *Struktur elektrolytischer Lösungen*. Zusammenfassender Bericht. (Ergebn. exakt. Naturwiss. 14. 130—200. 1935. Köln.) SKALIKS.

M. Hlasko und A. Salitówna, *Über die unmittelbare Bestimmung der Grenzleitfähigkeit starker Elektrolyte und über die Leitfähigkeit stark verdünnter schwacher Elektrolyte*. Vff. beschreiben eine Anordnung zur Gewinnung von dest. W. von höchstem Reinheitsgrad; das W. wird nacheinander über $\text{KMnO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4$, $\text{Ba}(\text{OH})_2$, H_3PO_4 u. dreimal für sich dest., wobei die zutretende Luft sorgfältig durch Waschflaschen mit KOH , H_2PO_4 usw. gereinigt wird. — Durch eine mit Druckluft betriebene Anlage wird die Verdünnung der im Leitfähigkeitsbest.-Gerät enthaltenen Lsg. ohne Herausnahme aus dem Thermostaten ermöglicht (Ausführung in Pyrexglas oder Quarz). — Vff. teilen tabellarisch die Ergebnisse von Leitfähigkeitsmessungen an wss. Lsgg. von $\text{Ba}(\text{OH})_2$, TlOH , NH_3 , HCl u. *Essigsäure* mit, die mit dem angewandten App. bis herab zu höchster Verdünnung ($5 \cdot 10^{-8}$ -n.) durchgeführt werden können. Die Formel von KOHLRAUSCH liefert die Grenzleitfähigkeit von verd. Lsgg. schwacher Elektrolyte u. auch mit befriedigender Genauigkeit ($0,2\%$) die Grenzleitfähigkeit starker Elektrolyte, wenn die Werte der Äquivalentleitfähigkeit von relativ konz. Lsgg. zugrunde gelegt werden. Für Präzisionsmessungen der elektr. Leitfähigkeit von Säuren muß ein völlig aus Quarz gebautes Gerät verwendet werden. (Roczniki Chem. 14. 1038—51. 1934. Wilna, Univ., Inst. f. anorgan. Chemie.) R. K. MÜLLER.

M. Hlasko und A. Salitówna, *Über die elektrolytische Leitfähigkeit der Alkalihydroxyde in stark verdünnten wässrigen Lösungen*. (Vgl. vorst. Ref.) Der Grenzwert der elektrolyt. Leitfähigkeit wird in Alkalihydroxydlsgg. bei folgenden Konz. erreicht: $\text{LiOH } 2 \cdot 10^{-6}$ -n., $\text{NaOH } 4 \cdot 10^{-6}$ -n., $\text{KOH } 5 \cdot 10^{-6}$ -n., $\text{RbOH } 8 \cdot 10^{-6}$ -n., $\text{CsOH } 1 \cdot 10^{-5}$ -n.; bei weiterer Verdünnung ändert sich die molekulare Leitfähigkeit nicht mehr. Die äußerste Verdünnung, bei der noch genaue Leitfähigkeitsmessungen durchgeführt werden können, liegt bei etwa 10^7 , bei noch weiterer Verdünnung ist die Leitfähigkeit des W. größer als die des Elektrolyten. Die experimentell gefundenen Grenzleitfähigkeiten entsprechen mit einer Genauigkeit von $0,2\%$ den nach der Formel von KOHLRAUSCH berechneten. — Wird die Beweglichkeit des Ions K^+ gleich 74,7 gesetzt (MEYER u. FRIEDRICH, Z. physik. Chem. 102 [1922]. 387), dann ergeben sich für die Beweglichkeit der anderen Ionen folgende Werte: $\text{Li}^+ 40,0$, $\text{Na}^+ 50,9$, $\text{Rb}^+ 77,6$, $\text{Cs}^+ 78,5$, $\text{OH}^- 200,2$. — Die Leitfähigkeitskoeff. $f_\mu = \lambda_0 : \lambda_\infty$ weichen nur um $0,5$ — 1% von den nach der Formel von ONSAGER berechneten ab; sie nehmen zu in der Reihenfolge $\text{LiOH} \rightarrow \text{NaOH} \rightarrow \text{KOH} \rightarrow \text{RbOH} \rightarrow \text{CsOH}$. (Roczniki Chem. 15. 153—62. 1935.) R. K. MÜLLER.

Giovanni Semerano, *Die Diffusionsstromstärke in ihrer Beziehung zur Größe und Erneuerungsperiode der Kathodenoberfläche*. Unter Mitarbeit von T. Ziccardi. Die Diffusionswellen von Cd u. Ba bei der Abscheidung an der Hg-Tropfkathode hängen in ihrer Höhe nicht nur von der Tropfperiode des Hg, sondern auch von dessen Tropfengröße ab. Die Diffusionswellen werden mit zunehmender Kathodenfläche u. Tropfgeschwindigkeit höher, gleichzeitig tritt eine Verschiebung des Abscheidungspotentials der Metallionen nach positiveren Werten ein. Die Stärke der Diffusionsschicht an der Kathode wird zu etwa 36 — 65μ berechnet. Die Abnahme der Wellenhöhe u. die Zunahme der Dicke der erschöpften Schicht mit abnehmender Tropfgeschwindigkeit werden immer geringer, von einer bestimmten Tropfperiode an nimmt die Änderung dieser Größen innerhalb 1 Sek. einen konstanten Wert an. Im Galvanometeraussschlag überlagern sich auch bei der Mindesttropfengröße die Diffusionswellen zweier aufeinanderfolgender Tropfen, so daß auch in diesem Falle der Strom nicht auf Null sinkt; bei genügend großer Ausschlagperiode des Galvanometers muß die Ausschlagbreite in konstantem Verhältnis zur Tropfperiode stehen. Die größte Genauigkeit polarograph. Messung von Konz. erzielt man bei Vergleich von Diffusionswellen, die unter sonst gleichen Bedingungen vor u. nach Zusatz bekannter Mengen des zu bestimmenden

Stoffes erhalten werden. (Gazz. chim. ital. **65**. 289—98. 1935. Padua, Univ., Inst. f. physikal. Chemie.) R. K. MÜLLER.

Zoltán Szabó, *Über das Diffusionspotential und den Aktivitätskoeffizienten der Ionen*. Antwort an URMÁNCZY (C. 1936. I. 289). (Magyar chem. Folyóirat **41**. 130—32. Sept. 1935. Szeged, Ungarn, Univ. Inst. f. theoret. Physik. [Orig.: ung.]) SAILER.

Antal Urmánczy, *Über das Diffusionspotential und den Aktivitätskoeffizienten der Ionen*. (Vgl. vorst. Ref.) Polemik. (Magyar chem. Folyóirat **41**. 132—33. Sept. 1935. Szeged, Ungarn, II. Chem. Inst. d. Univ. [Orig.: ung.]) SAILER.

M. Haissinsky, *Über die Anwendung des elektrochemischen Gesetzes von Nernst auf außerordentlich verdünnte Lösungen. Normalpotentiale des Wismuts und des Poloniums*. Gekürzte Wiedergabe der C. 1935. II. 2500 referierten Arbeit. (C. R. hebdomadaire Acad. Sci. **199**. 1397—99. 1934.) GAEDE.

D. Maturo, *Thermodynamik der Säule in heterogenen Systemen*. Für reversible Säulen leitet Vf. nach einem Überblick über die klass. Beziehungen eine Determinantengleichung ab, die von Systemänderungen unabhängig ist u. den allgemeinsten Ausdruck darstellt, der durch gleichzeitige Anwendung der beiden Hauptsätze der Thermodynamik auf das Verh. reversibler Säulen erhalten werden kann. (Rev. Fac. Quím. Ind. Agríc. Santa Fe **3**. 159—67. 1934.) R. K. MÜLLER.

D. Maturo, *Die Konzentrationszelle und die Nernstsche Formel*. (Vgl. vorst. Ref.) Vf. untersucht einerseits die Beziehung zwischen EK. u. Konz. von Konz.-Ketten auf Grund einer Ableitung aus der entwickelten Formel u. vergleicht andererseits die so gefundene Beziehung $E = (1/nF) F(C) + E_0$ mit der NERNSTschen Formel $E_c = (RT/nF) \cdot \log \pi_c/\pi_0$. Es wird gezeigt, daß die Funktion $F(C) = d\pi/C$ für die Theorie der Säulen von wesentlicher Bedeutung ist. (Rev. Fac. Quím. Ind. Agríc. Santa Fe **3**. 168—76. 1934.) R. K. MÜLLER.

O. Jessin und M. Lotzmanowa, *Zur Frage der Metallpotentiale in fremdionigen Lösungen*. (Chem. J. Ser. A. J. allg. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. A. Shurnal obschtschei Chimii] **4** (66). 1138—46. 1934. Swerdlowsk. — C. 1934. I. 1292.) KLEVER.

Zoltán Szabó, *Über die Ionenaktivitäten der Salzsäure*. (Vgl. C. 1936. I. 290.) Vf. beschreibt Vers., bei denen er die Ionenaktivitäten mit Hilfe der EK. der Fl.-Ketten mit Überführung bestimmt. Wichtig ist dabei, daß die Diffusionspotentiale genügend genau bekannt sind. Sie werden folgendermaßen bestimmt: Die gefundene EK. der Salzsäurekonz.-Kette $E_g = RT/\mathcal{F} \cdot \ln (f_1 m_1)/(f_2 m_2) + \varepsilon$. f_1 u. f_2 sind die Ionenaktivitätskoeff. bei den Konz. m_1 u. m_2 , γ_1 u. γ_2 die entsprechenden mittleren Aktivitätskoeff. u. ε das Diffusionspotential. Es wird eine fiktive EK. E_b durch die Gleichung definiert: $E_b = RT/\mathcal{F} \cdot \ln (\gamma_1 m_1)/(\gamma_2 m_2)$. Die experimentellen Werte von $E_g - E_b$ ergeben, daß sie bis zur Konz. 0,2-mol. eine lineare Funktion von $\log m$ bilden. Die Neigung der Geraden $E_g - E_b = F(\log m)$ ist gleich der Neigung von $\varepsilon = (E_g + E_g')/2 = f(\log m)$ ($E_g = \text{EK. der Kationenkette}$, $E_g' = \text{EK. der Anionenkette}$). Diese Gleichung muß bei sehr großen Verdünnungen (unter 0,01-mol.) die Diffusionspotentiale angeben. Es lassen sich auf diese Weise die Diffusionspotentiale zwischen verschiedenen konz. HCl-Lsgg. experimentell bestimmen. Die Werte weichen von den nach HENDERSON berechneten um etwa 3% ab. Es werden danach die Ionenaktivitätskoeff. bestimmt. Es zeigt sich, daß sie bis 0,2-mol. einander u. den mittleren Aktivitätskoeff. gleich sind. (Z. physik. Chem. Abt. A. **174**. 22—32. 1935. Szeged, Theoret.-physikal. Inst. d. Univ.) GAEDE.

Zoltán Szabó, *Über Konzentrationsabhängigkeit der Diffusionspotentiale*. I. (Vgl. vorst. Ref.) Um die bei der Unters. der HCl | HCl-Ketten erhaltenen Ergebnisse auch auf anderem Wege zu prüfen, untersucht Vf. die Konz.-Abhängigkeit von verschiedenen Diffusionspotentialen mit Hilfe von Fl.-Ketten mit zwei ident. Elektroden, z. B. Hg | HgCl, a-mol. HCl | x-mol. HCl | b-mol. KCl | a-mol. HCl, HgCl | Hg. Zwischen Lsgg. verschiedener Konz. eines Elektrolyten ist das Diffusionspotential von der Struktur der Übergangsschicht unabhängig, konstant u. reproduzierbar. Das Prinzip der Superposition ist streng gültig. Zur Erreichung von konstanten u. reproduzierbaren Diffusionspotentialen zwischen Lsgg. verschiedener Elektrolyte muß die Übergangsschicht eine zylindr. Symmetrie besitzen. Die Summe der Diffusionspotentiale in den genannten Ketten ist eine lineare Funktion des Logarithmus der HCl-Konz. bis 0,5 Mol. (Z. physik. Chem. Abt. A. **174**. 33—40. 1935.) GAEDE.

W. A. Plotnikow und **J. J. Gorenbein**, *Elektrochemische Untersuchung des Systems $AlBr_3-CuBr$ in Äthylbromid*. (Vgl. C. 1935. II. 556.) Das System $AlBr_3-CuBr$ in Äthylbromid zeigt eine gute Leitfähigkeit. Das Maximum der spezif. Leitfähigkeit ist $K = 8,2 \cdot 10^{-3}$, während sie in Bzl. $4,96 \cdot 10^{-3}$ beträgt. Der Verlauf der Leitfähigkeitskurve läßt auf die Bldg. eines Komplexes der Zus. $CuBr \cdot Al_2Br_6$ in bestimmten Konz.-Bereichen schließen. Mit Erhöhung der $CuBr$ -Konz. wächst die spezif. Leitfähigkeit. Sowohl die spezif. als auch die molekulare Leitfähigkeit der ternären Systeme fällt kontinuierlich mit zunehmender Verdünnung sowohl in Äthylbromid u. Bzl. als auch in den anderen untersuchten Lösungsm. mit kleiner DE. — Bei der Elektrolyse scheiden sich die einwertigen Cu -Ionen ab, wobei bei einer Stromdichte von 1,7 Amp./dem das Cu sich in dichter Schicht absetzt. Das Zers.-Potential ist gleich 1,13, wie in Bzl. (Chem. J. Ser. A. J. allg. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. A. Shurnal obschtschei Chimii] 4 (66). 1042—46. 1934. Kijew, Chem. Inst. d. Ukrain. Akad. d. Wiss.) KLEVER.

S. Glasstone und **A. Hickling**, *Electrolytic oxidation and reduction: inorganic and organic*. London: Chapman & H. 1935. (429 S.) 25 s.

A₃. Thermodynamik. Thermochemie.

Klaus Clusius, *Bemerkung über die Dampfdruckdifferenz der Ortho- und Para-modifikationen der Wasserstoffisotope*. (Vgl. C. 1935. II. 961.) Bei einer Abschätzung der Möglichkeit einer Isolierung von reinem Ortho- H_2 u. Para- D_2 stellt Vf. an Hand neuerer Literaturdaten fest, daß die Dampfdruckdifferenzen zwischen Para- H_2 (262,0 mm Hg) u. Ortho- H_2 (247,1) bei 17,13° absol. innerhalb der Fehlergrenzen mit der Dampfdruckdifferenz zwischen Ortho- D_2 (262) u. Para- D_2 (247) bei 20,38° absol. übereinstimmt ($\Delta p = 14,9$ bzw. 15 mm Hg). Während der Dampfdruckunterschied zwischen dem leichten u. schweren Isotop durch die Verschiedenheit der Nullpunktsenergien bedingt ist, sucht Vf. die Erklärung für den Unterschied zwischen den beiden Modifikationen jedes Isotops in einer Verschiedenheit der Molekularattraktion im nullquantigen (Para- H_2 ; Ortho- D_2) u. einquantigen (Ortho- H_2 ; Para- D_2) Rotationszustand: Dem Dispersionseffekt (gegenseitige Störung der Elektronen), der im nullquantigen Rotationszustand allein die Molekularattraktion liefert, müßte sich im einquantigen Zustand noch die Wechselwrkg. der Quadrupolmomente benachbarter Moll. überlagern; diese Momente sind für Ortho- H_2 u. Para- D_2 als gleichgroß anzusehen. — Der Dampfdruckunterschied sollte eine Trennung der beiden Modifikationen jedes Isotops in einer guten Rektifikations säule ermöglichen. (Z. physik. Chem. Abt. B. 29. 159—61. 1935. Würzburg, Chem. Univ.-Inst., Physikal.-chem. Abt.) ZEISE.

K. Clusius und **E. Bartholomé**, *Zur Rotationswärme des schweren Orthowasserstoffs*. (Vgl. vorst. Ref.) Die Rotationsanteile der spezif. Wärme von HD zwischen 35 u. 68° K werden auf Grund früherer (C. 1934. II. 2486. 2943) Messungen mitgeteilt. Ferner wird über neue calorimetr. Bestst. der Rotationswärme von 94%ig. Ortho- D_2 zwischen 35 u. 118° K berichtet. Der D_2 wird durch Elektrolyse einer Na_2CO_3 -haltigen D_2O -Lsg. gewonnen. Durch Ad.-u. Desorption an einer akt. Kohle wird ähnlich wie bei H_2 das der Temp. des Kältebades (fl. H_2) entsprechende Gleichgewicht der beiden D_2 -Modifikationen eingestellt; es sollte theoret. 97,8% Ortho- D_2 liefern. Die Abweichung vom obigen gefundenen Werte läßt sich in plausibler Weise erklären. Die Meßergebnisse sind tabellar. dargestellt. Während beim Para- H_2 nur der Anstieg der Rotationswärme über den klass. Wert R cal beobachtet worden ist, hat beim Ortho- D_2 das Maximum eine so günstige Lage, daß es vollständig durchgemessen werden konnte. Die Rückverwandlung des Ortho- D_2 in Para- D_2 ist bei den höheren Temp. des angegebenen Bereichs schon während der ca. 5 Stdn. dauernden Messung merklich. (Z. physik. Chem. Abt. B. 29. 162—69. 1935. Würzburg, Chem. Univ.-Inst., Physikal.-chem. Abt.) ZEISE.

N. A. Kolossowski und **W. W. Udowenko**, *Über die spezifischen Wärmen von Flüssigkeiten*. II. (I. vgl. C. 1935. II. 1319.) Es wurden die spezif. Wärmen (c_p) bei konstantem Druck einer Reihe von Fl. für die Temp. von 15—30° gemessen. Es zeigte sich, daß die molekulare Wärmekapazität C_p durch die Formel $C_p = a + bT$, wo a u. b Konstanten für die gegebene Fl. sind, mit ausreichender Genauigkeit wiedergegeben wird. Im einzelnen wurden die spezif. Wärmen folgender organ. Fl. bestimmt: Bzl. ($c_p = 0,4022$), Äthylbenzol (0,4028), Cumol (0,3959), Limonen (0,4380), Sabinen (0,4431), Tetrachlorkohlenstoff (0,1964), Brombenzol (0,2215), Benzaldehyd (0,3060), Methyläthylketon (0,5336), Linalool (0,5777), Pulegon (0,4530), Äthylformiat (0,4776), *n*-Buttersäure-Äthylester (0,4530), Essigsäure-Butylester (0,4985), Benzylacetat (0,3983),

Benzoesäure-Äthylester (0,3854), *Salicylsäure-Methylester* (0,3910), *Diäthylcarbonat* (0,4267), *Malonsäure-Diäthylester* (0,4251), *Bernsteinsäure-Diäthylester* (0,4639), *Acetessigsäure-Äthylester* (0,4597), *m-Nitrotoluol* (0,3530), *o-Toluidin* (0,4678), *m-Toluidin* (0,4841), *Dimethylanilin* (0,4236), *Diäthylanilin* (0,4398) u. *Chinolin* (0,3574). (Chem. J. Ser. A. J. allg. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. A. Shurnal obschtschei Chimii] 4 (66). 1027—34. 1934. Mittelasiat. Univ., Chem. Inst.) KLEVER.

J. H. C. Lismann und **W. H. Keesom**, *Die Schmelzkurve von Sauerstoff bis zu 170 kg/qcm*. Bei 48,2 kg/qcm ist der F. von O₂ 54,90° K, bei 167,7 kg/qcm 56,25° K. $\log(1081,8 + p) = 4,13811 \cdot \log T - 4,145465$. Der Tripelpunkt extrapoliert sich zu 54,32₅° K. Nach CLAPEYRON-CLAUSIUS berechnet sich die D. des festen Sauerstoffs (γ -O₂) beim Tripelpunkt zu 1,37₂. (Kon. Akad. Wetensch. Amsterdam, Proc. 38. 808 bis 809. 1935. Leiden, Kamerlingh Onnes Lab. Commun. Nr. 239a.) W. A. ROTH.

F. Henning, *Rahmentafeln für Wasser und Wasserdampf nebst Erläuterungen*. (Vgl. C. 1935. II. 2931.) Vf. gibt den Wortlaut des von den Konferenzteilnehmern anerkannten Berichtes über die Ergebnisse der dritten internat. Dampftafelkonferenz wieder (Washington, Boston u. New York; Sept. 1934). Fortsetzung der Tagungen in London (1929) u. Berlin (1930). Die früher herausgegebenen Rahmentafeln (Eigg. des W. u. des Dampfes im Sättigungszustand; spezif. Vol. des W. u. des überhitzten Dampfes; Enthalpie des W. u. des Dampfes) werden korrigiert u. stark erweitert. Die Fortsetzung der Forschungen wird organisiert. (Z. Ver. dtsh. Ing. 79. 1359—62. 9/11. 1935.) W. A. ROTH.

T. B. Douglas und **H. D. Crockford**, *Bemerkung über die Berechnung der Reaktionswärme aus der Gleichgewichtskonstante bei zwei Temperaturen*. Vff. zeigen, daß die zur Berechnung der Bildungswärme ΔH aus zwei Werten der Gleichgewichtskonstante u. den entsprechenden Temp. dienende Formel: $\Delta H = R T_1 T_2 \ln (K_1/K_2)/(T_2 - T_1)$ auch dann gilt, wenn ΔH eine lineare Funktion der Temp. ist. ΔH entspricht in diesem Falle einer bestimmten Temp. T_0 , die gegeben ist durch die Gleichung:

$$T_0 = T_1 T_2 \ln (T_2/T_1)/(T_2 - T_1)$$

Die Anwendung dieser Überlegung auf die von den Vff. kürzlich ausgeführte Best. der Ionisationskonstante gewisser Schwefelderivv. von Phenyllessigsäure (C. 1934. II. 2187) ergibt, daß die dabei ermittelten ΔH -Werte sich auf 12,1° beziehen. (J. Amer. chem. Soc. 57. 97. 1935. Chapel Hill, N. C. Univ. of North Carolina. Dep. of Chem.) GEHLEN.

A₁. Kolloidchemie. Capillarchemie

P. F. Michalew und **F. M. Schemjakin**, *Über die Emissionswellentheorie von periodischen Reaktionen*. V. *Untersuchung der periodischen Reaktionen nach der Methode der physikalisch-chemischen Analyse*. (IV. vgl. C. 1935. II. 1843.) Es wurde die Rk. zwischen $AgNO_3$ u. $K_2Cr_2O_7$ in Gelatine nach der von DUMANSKI ausgearbeiteten Methode der physikal.-chem. Analyse (Dreieckskoordinatensystem) untersucht. Dabei ergab sich, daß mit Verringerung der Konz. des Geles die Größe der Konstante sich dem theoret. Wert entsprechend der Formel $\lambda v = h N/M$ nähert. Ausgehend von der Beziehung für die theoret. Rk.-Konstante, die sich durch Extrapolation auf 0°/o Gelatine bestätigte, wurden für die in den früheren Arbeiten untersuchten Rkk. in Abwesenheit von Gelen die Konstanten berechnet u. mit den theoret. Konstanten der äußeren Komponenten verglichen. Die Größen der Konstanten von zwei period. Rkk. in Gelen von gleichen Eigg. u. Konz. stehen in umgekehrtem Verhältnis zu den Molekulargewichten der äußeren Elektrolyte dieser beiden Rkk. Weiter wird ein Modell der Bldg. von stehenden Wellen für period. Rkk. aufgestellt. Schließlich wurden nach der Methode von MORSE die period. Rkk. $AgNO_3 + K_2Cr_2O_7$ (u. K_2CrO_4) u. $Pb(NO_3)_2 + KJ$ in Gelatine u. ohne letztere u. nach der Methode der physikal.-chem. Analyse die Rkk. zwischen $K_2Cr_2O_7$ u. *Neutralrot*, $K_4[Fe(CN)_6]$ u. *Methylenblau*, sowie zwischen $K_2Cr_2O_7$ u. *Methylviolett* in Gelatine untersucht u. die optimalen Konz., bei denen period. Ndd. entstehen, ermittelt. (Chem. J. Ser. A. J. allg. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. A. Shurnal obschtschei Chimii] 4 (66). 1117—27. 1934. Moskau, Univ., Chem. Fak.) KLEVER.

W. Frankenburger und **A. Hodler**, *Über die Sorption von Wasserstoff an Wolfram*. Die in der Literatur beschriebene u. auch von den Vff. beobachtete „aktivierte Adsorption“ (C. 1932. II. 1118) ist von zahlreichen Faktoren abhängig. Eine genaue

*) Oberflächenspannung u. Diffusion organ. Verbb. vgl. S. 985.

Unters. der Versuchsbedingungen ergibt, daß die „aktivierte Adsorption“ nach Extremreinigung des W-Metallens u. des H_2 völlig verschwindet u. nur dann auftritt, wenn minimale Mengen von organ. Dämpfen u. von O_2 gleichzeitig anwesend sind. Die „aktivierte Adsorption“ kommt anscheinend dadurch zustande, daß in bestimmten Temp.-Gebieten die an der Oberfläche sorbierten Spuren organ. Verb. durch das Oberflächenoxyd oxydiert werden, wodurch eine „Selbstreinigung“ der Metalloberfläche erzielt wird. Messung der H-Sorption an reinem W ergibt, daß die maximal adsorbierte Menge etwa $\frac{1}{5}$ der Oberfläche bedeckt. Das sorptive Verh. des reinen W gegen reinen H_2 läßt sich durch eine einfache Formel wiedergeben. Die Änderung des Isobarenverlaufes bei der H-Sorption an reinem W im Temp.-Gebiet von -170 bis -100° spricht für das Einsetzen einer „echten aktivierten Adsorption“ bei etwa -170° . (Naturwiss. 23. 609. 30/8. 1935. Oppau, Wissenschaftl. Forschungslabor. d. I. G. FARBENINDUSTRIE AKT.-GES.) GEHLEN.

B. Anorganische Chemie.

H. Carlsohn, Beiträge zur Chemie des Broms. I. Mitt. Darstellung von Brom(1)-dipyridinperchlorat und Brom(1)-dipyridinnitrat. $[Br(C_5H_5N)_2]ClO_4$ wird dargestellt, indem zu einer Lsg. von $[Ag(C_5H_5N)_2]ClO_4$ (7,32 g) in (10 g) C_5H_5N u. 15 cem Chlf. eine Lsg. von Br (5,4 g) in 30 g Chlf. gegeben wird. Nach dem Entfernen des gebildeten AgBr wird das Salz aus der gelblichen Lsg. mit wasserfreiem A. gefällt. Das zur Darst. verwendete $Ag(C_5H_5N)_2$ ist in H_2O wl. u. kann aus einer Lsg. von $AgNO_3$ u. C_5H_5N durch Zusatz von $NaClO_4$ erhalten werden. Vf. gibt ferner eine Verbesserung für die Darst. von $[Br(C_5H_5N)_2]NO_3$, vgl. USCHAKOW u. TSCHISTOW (C. 1935. II. 3477) an, nach der man seine Lsg. langsam in eine Mischung von wasserfreiem A. mit wenig C_5H_5N gießen soll. Das Perchlorat ist im Gegensatz zu dem Nitrat an der Luft nicht zerflüchtig u. auch in H_2O ziemlich schwer l. Bei längerem Aufbewahren tritt Zers. ein. Über das chem. Verh. der Verb. wird in einer späteren Arbeit berichtet. (Ber. dtsh. chem. Ges. 68. 2209—11. 4/12. 1935. Leipzig.) ELSTNER.

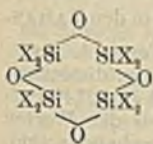
H. Carlsohn, Beiträge zur Chemie des Broms. II. Darstellung, Eigenschaften und Konstitution einer Aquo-Pyridinverbindung des Brom(1)-oxyds. (Vorl. Mitt.) (I. vgl. vorst. Ref.) Durch die Einw. von NaOH auf die in I beschriebenen Brom-Pyridinsalze erhält man bei geeigneten Bedingungen eine gelbe Substanz. Das Nitrat scheint nach $[Br(C_5H_5N)_2]NO_3 + NaOH = [Br(C_5H_5N)_2]OH + NaNO_3$ reagiert zu haben u. das entstehende $[Br(C_5H_5N)_2]OH$ leicht H_2O u. C_5H_5N abzugeben. Man erhält schließlich ein Prod. der Zus. $Br_2O \cdot H_2O \cdot C_5H_5N$. Um es rein darzustellen, muß man sehr schnell arbeiten u. einen Alkaliüberschuß vermeiden; das $[Ag(C_5H_5N)_2]ClO_4$ eignet sich wegen seiner Schwerlöslichkeit nicht als Ausgangsprod. Die Trocknung des mit H_2O zu waschenden Prod. muß schnell im Vakuum über Ätzkali vor sich gehen; H_2SO_4 würde das stabilisierende Pyridin entziehen. Die Substanz ist nicht hygroskop.; der Geruch der reinen Verb. erinnert an CCl_4 . Vf. nimmt an, daß es sich um ein salzartiges Prod. der Formel $[Br(OH)_2(C_5H_5N)] [OBr]$ handelt. (Ber. dtsh. chem. Ges. 68. 2212—14. 4/12. 1935. Leipzig.) ELSTNER.

Priyadarajan Ray und **Anil Kumar Mazumdar**, Hydrazinate von Metallthiosulfaten. Vff. stellen die folgenden Verb. dar: $[Co(N_2H_4)_3]S_2O_3$ (I), $[Ni(N_2H_4)_3] \cdot S_2O_3 \cdot 0,5H_2O$ (II), $[Ni(N_2H_4)_2]S_2O_3 \cdot 1,5H_2O$ (III), $[Zn(N_2H_4)_3]S_2O_3$ (IV) u. $[Cd(N_2H_4)_3] \cdot S_2O_3$ (V). Sie gehen dabei im allgemeinen von einer eiskalten Lsg. aus, die das Metallacetat, $Na_2S_2O_3$ u. CH_3COONH_4 enthält, u. lassen diese in eine konz. N_2H_4 -Lsg. eintropfen; bei der Darst. von III wird von einer Lsg. von Nickelthiosulfat u. $(NH_4)_2S_2O_3$ ausgegangen u. die N_2H_4 -Lsg. tropfenweise dieser zugefügt. I ist gelb, II rosa, III hellblau u. IV u. V sind weiß. In W. sind die Verb. wl. oder unl., durch Säuren werden sie leicht zers., in sd. H_2O werden sie mehr oder weniger schnell unter Bldg. der Metallhydroxyde hydrolysiert. (J. Indian chem. Soc. 12. 50—52. 1935. Calcutta, Univ. Coll. of Science, Chem. Lab.) ELSTNER.

A. von Antropoff, Das Atomgewicht des Neons. (Nach Versuchen von R. Jungbluth-Ficht und M. Hoepfener.) Unters. über die Trennung von Ne u. He durch akt. Kohle führten Vff. mit fortschreitender Reinigung des ursprünglich 82% Ne u. 18% He enthaltenden Gasgemisches zu reinem Ne, wie durch interferometr., spektr. u. zuletzt durch D.-Best. festgestellt wurde. Die Auswertung der D.-Best. ergab als Atomgewicht des Ne den Wert $20,183 \pm 0,01$ in Übereinstimmung mit den Angaben

von BAXTER u. STARKWEATHER (C. 1928. I. 1610). (Ber. dtsh. chem. Ges. 63. 2389 bis 2391. 4/12. 1935. Bonn, Univ., Physikal.-chem. Abt. d. Chem. Inst.) WEIBKE.

Heinrich Rheinboldt und **Werner Wisfeld**, *Oxyhalide des Siliciums*. Bei der Unters. der bei der Oxydation von SiCl_4 bzw. SiBr_4 mit O_2 entstehenden Reaktionsprodd. weisen Vff. außer dem Si_2OCl_6 die Entstehung von $\text{Si}_4\text{O}_4\text{Cl}_8$, Si_2OBr_8 u. $\text{Si}_4\text{O}_4\text{Br}_8$ nach. Bei der Ausführung der Verss. wird eine bestimmte Menge des auf eine bestimmte Temp. erhitzten Halogenids durch einen trockenen O_2 -Strom von bekannter Strömungsgeschwindigkeit unter Beobachtung der Überführungsdauer u. der überdestillierenden Menge durch ein auf bestimmte Temp. erhitztes Rohr aus schwer-schmelzendem Glas oder Porzellanmasse geleitet u. der Prozeß zur Anreicherung der höher sd. Oxydationsprodd. mehrere Male wiederholt. Für die Oxydation des SiBr_4 kam nur das Temp.-Intervall $670\text{--}695^\circ$ in Frage. Bereits nach der zweiten Überführung erscheinen im Rückstand Krystalle in Form von wasserklaren Spießen. Durch Fraktionierung der nach mehreren Überführungen erhaltenen Rückstände werden sie in größerer Ausbeute isoliert. Sie schm. bei $123,5^\circ$ u. besitzen die Zus. SiOBr_2 . Kp.₁₅ 170° , bei 760 mm sd. die Substanz etwa bei 297° . Nach Mol.-Gew.-Bestst. (kryoskop. u. aus der DD.) liegt in ihnen das *Octabromtetrasiletroxan*, $\text{Si}_4\text{O}_4\text{Br}_8$, vor. Die Verb. ist außerordentlich reaktionsfähig. An der Luft rasche Zers. unter Entw. von HBr, mit H_2O u. Alkali spontane Zers., wobei die Krystalle sich häufig mit einer Haut von Kieselsäuregel beziehen, die explosionsartig unter Entw. von HBr zerrissen wird. Die üblichen organ. Lösungsmm. lösen $\text{Si}_4\text{O}_4\text{Br}_8$, werden aber meist langsam zers. Die aus 6 Oxydationsansätzen vereinigten Mutterlaugen dieser Krystalle werden in 4 Fraktionen, Kp.₁₉ $50\text{--}75^\circ$, Kp.₁₈ $75\text{--}142^\circ$, Kp.₁₅ $142\text{--}175^\circ$, Kp.₁₅ $>175^\circ$ zerlegt. Aus der dritten Fraktion wird weiteres $\text{Si}_4\text{O}_4\text{Br}_8$ gewonnen, aus der zweiten bei weiterem Fraktionieren *Hexabromdisiloxan*, Si_2OBr_6 . Tafelförmige Krystalle, F. $28,5^\circ$; bei 15 mm sd. die Substanz bei etwa 120° . Mit Methylalkohol u. A. entstehen ansehnlich Kieselsäureester. — Die Oxydation des SiCl_4 erfordert einen höheren Temp.-Bereich. Oberhalb 1000° entstehen hochpolymere, glasartige Oxydationsprodd., bei 900° vorwiegend Si_2OCl_6 , bei 800° verläuft die Rk. sehr langsam. Als geeignetstes Temp.-Gebiet für die Entstehung mittlerer Oxydationsstufen wird das von $950\text{--}970^\circ$ angewendet. Hier verläuft die Oxydation des SiCl_4 schneller als die des SiBr_4 , bei den dort angewandten Versuchsbedingungen; nach 3-maliger Überführung war sie im wesentlichen beendet. Nach dem Entfernen eines bis 100° übergehenden Vorlaufes wird zunächst das Si_2OCl_6 , Kp. 137° , abdestilliert ($100\text{--}160^\circ$). Der Rest wird bei 15 mm mehrere Male der fraktionierten Dest. unterworfen u. liefert schließlich beim



Abkühlen säulenförmige Krystalle von *Octachlorotetrasiletroxan*, $\text{Si}_4\text{O}_4\text{Cl}_8$, Kp.₁₅ 92° , F. 77° . Die Verb. wird durch H_2O zers. u. ist in den üblichen organ. Lösungsmm. l. — Während bei der Oxydation des SiBr_4 das $\text{Si}_4\text{O}_4\text{Br}_8$ dem Si_2OBr_6 gegenüber als Hauptprod. auftritt, entsteht bei der des SiCl_4 in der Hauptsache Si_2OCl_6 . Für die Octahalogenotetrasiletroxane wird vorläufig der Strukturformel, wie sie das nebenst. Formelbild zeigt, vor anderen der Vorzug gegeben.

(Liebigs Ann. Chem. 517. 197—211. 1935. São Paulo [Brasilien], Univ. Chem. Inst.)

ELSTNER.

S. Żeromski und **Z. Słubicki**, *Untersuchungen über das System $\text{CaSO}_4\text{--CaO--SO}_3$ ($\text{SO}_2 + \frac{1}{2}\text{O}_2$)*. In einer schon früher (ZAWADZKI, C. 1932. II. 163) benutzten Apparatur wird der Druckverlauf beim Glühen von CaSO_4 untersucht. Der Zers.-Druck steigt beim Erhitzen auf über 1000° zunächst an, nimmt aber nach einiger Zeit ($1\text{--}2$ Stdn.) — auch bei Steigerung der Temp. — wieder ab. Vff. vermuten, daß es sich nicht um eine Umwandlung von zwei krystallinen Phasen, sondern um Oberflächenerscheinungen handelt. Das System ist monovariant. Die beobachteten Zers.-Drucke entsprechen scheinbaren Gleichgewichten von instabilen Systemen von kurzer Lebensdauer, wie instabilen festen Lsgg. oder Keimen der entstehenden neuen Phase. (Roczniki Chem. 14. 849—56. Warschau, Techn.Hochsch., Inst. f. anorgan.-chem. Technologie.)

R. K. MÜLLER.

M. Iliński, *Untersuchung des Verlaufes der Reaktion zwischen CaO und SO_2 nach der Strömungsmethode*. (Vgl. vorst. Ref.) Vf. untersucht die Rk. zwischen CaO u. einem Strom von $\text{SO}_2 + \text{N}_2$. Das System ist monovariant. Vers.-Ergebnisse, die diesem Befund scheinbar widersprechen, werden nach ZAWADZKI u. BRETSZNAJDER (C. 1933. II. 1130) auf eine vorübergehende Bldg. instabiler Systeme (fester Lsgg., Gasadsorption an der festen Oberfläche) zurückgeführt. Verschiedene CaO -Präparate

zeigen Unterschiede in der Rk.-Geschwindigkeit. (Roczniki Chem. 14. 857—64. Warschau, Techn. Hochsch., Inst. f. anorgan.-chem. Technologie.) R. K. MÜLLER.

D. R. Chesterman, *Komplexe Eisenverbindungen*. Teil I. *Die Bildung und Lösung von Ferrochlorid in nichtwässrigen Flüssigkeiten*. Vf. untersucht bei einer Reihe von organ. Fl. die Fähigkeit, HCl zu lösen u. die Leitfähigkeit der entstehenden Lsgg., um Beiträge für die Erklärung dafür zu bekommen, warum in ihnen HCl metall. Fe zu lösen vermag oder nicht. Es ergibt sich eine Einteilung in drei Gruppen: (I) (H₂O), CH₃OH, C₂H₅OH, Isopropylalkohol, (CH₃)₂CO, (II) CH₃CO·OCH₃, CH₃CO·OC₂H₅, (C₂H₅)₂O, Chlf., (III) CCl₄, CS₂, Leichtpetroleum, Bzn. In den bas. Lösungsm. der Gruppe I, in denen Fe von HCl unter Wärmeentw. u. Bldg. ll. Koordinationsverb. schnell gel. wird, ist HCl stark dissoziiert, so daß Fe in einer Ionenrk. angegriffen wird. Bei denen der Gruppe II wird Fe langsam angegriffen, die Wärmeentw. ist gering u. die entstehenden Koordinationsverb. sind wl. oder unl. Hier ist die HCl höchstens wenig ionisiert. Primär scheinen sich die HCl-Moleküle an die Oberfläche des Metalls anzulagern (vgl. H₂O an Na, HORIUTI u. SZABO, C. 1934. I. 2706). Die Rk. in Chlf. findet nur bei Ggw. von Spuren von W. statt (Luftfeuchtigkeit), die anscheinend katalyt. wirken; die Leitfähigkeit bleibt während der Rk. so niedrig wie sie vorher war. Mit Ä. findet die Rk. auch bei vollkommener Abwesenheit von H₂O statt unter H₂-Entw. u. Bldg. einer weißen Koordinationsverb., während der Ä. vollständig nichtleitend bleibt. Wenn trockene Luft zutreten kann, steigt die Leitfähigkeit, anscheinend weil eine ionisierte Ferriverb. entsteht. Da wasserfreier Ä. FeCl₂ nicht löst, andererseits aber das Fe in trockenem Ä. ziemlich heftig angegriffen wird, nimmt Vf. an, daß primär eine koordinative Anlagerung stattfindet. — Die kleineren Moleküle scheinen geeigneter zu sein, mit FeCl₂ koordinative Bindungen einzugehen als die größeren; bei analogen Versuchsbedingungen wird einerseits FeCl₂·4 CH₃OH u. andererseits FeCl₂·CH₃·CH·(CH₃)OH gebildet. In den Fl. der Gruppe III gel., greift HCl Fe nicht an. Nachweis der Entstehung von: FeCl₂·2 CH₃·OH, FeCl₂·4 CH₃OH, FeCl₂·C₂H₅OH, FeCl₂·CH₃CH(CH₃)OH, FeCl₂·CH₃CO₂CH₃, FeCl₂·(C₂H₅)₂O. (J. chem. Soc. London 1935. 906—10. London, S. E. 18, Woolwich Polytechnic.) ELSTNER.

D. M. Bose, *Einige magnetische und Ramanspektrum-Beweise über die Struktur der komplexen Cyanide*. (Vgl. C. 1931. I. 428.) Vf. kam auf Grund seiner Unters. über die magnet. Eigg. der komplexen Cyanide zu dem Ergebnis, daß diese aus mK⁺, n(CN)⁻, dem paramagnet. Zentralatom Me u. n(CN)-Gruppen aufgebaut sind. (CN) u. (CN)⁻ bilden zusammen (NC:CN)⁻-Gruppen (Fall A: K₃⁺[Co(CN:CN)₃⁻]) oder, wenn mehr (CN)⁻-Gruppen vorhanden sind, sättigen sich diese untereinander paarweise ab. (Fall B: K₄⁺[Fe(NC:CN)₂⁻]). Diese beiden Fälle können auch in den RAMAN-Spektren unterschieden werden. Man findet hauptsächlich folgende Werte: 1. $\Delta\nu = 2087$; dieser Wert deutet auf freie (CN)⁻, die Doppelcyanide sind in Lsgg. dissoziiert. 2. $\Delta\nu = 2059$; dieser Wert entspricht etwa dem CN in (SCN)⁻. 3. $\Delta\nu = 2140$ entspricht dem CN in einem mit organ. Radikal verbundenen (SCN). Aus den Werten folgt, daß in Komplexsalzen die Cyangruppen in Form von (NC:CN)⁻ vorhanden sind, wobei sich das (CN)⁻ verhält wie der S im (SCN). Salze mit 4 (CN)⁻ u. 2 (CN) zeigen nahe beieinanderliegende Werte: $\Delta\nu = 2153 \text{ cm}^{-1}$, der einem (NC:CN)⁻ entspricht u. $\Delta\nu = 2195 \text{ cm}^{-1}$, der von einem (NC:CN)⁻ herrührt (Fall B). Unters. an KAg(CN)₃, K₂Ni(CN)₃, K₂Ni(CN)₄, K₂Zn(CN)₄, K₂Cd(CN)₄, K₃Cu(CN)₄, K₃Co(CN)₆, K₃Rh(CN)₃, K₃Cr(CN)₆, K₄Cr(CN)₆, K₄Fe(CN)₆, K₄Ru(CN)₆. (Indian J. Physics Proc. Indian Ass. Cultivat. Sci. 9. 277—86. 1935.) ELSTNER.

Abani K. Bhattacharya, *Zusammensetzung von Berlinerblau und Turnbullsblau*. Teil III. (II. vgl. C. 1935. II. 817.) Vf. untersucht die Absorption von oxalsauer Lsgg. der beiden Verb. im sichtbaren, infraroten u. ultravioletten Gebiet. Die Gestalt der Absorptionskurven ($K = J/c \cdot 0$ gegen λ aufgetragen) ist sehr ähnlich, die Absorptionskurven sind jedoch etwas gegeneinander verschoben, u. zwar absorbiert Turnbullsblau stärker als Berlinerblau. Die Unterschiede werden in gealterten Lsgg. kleiner. Diese Befunde stehen in Einklang mit denen der analyt. Unters. u. sprechen dafür, daß die Moleküle ähnlich gebaut sind, u. daß die Zus. der alternden Lsgg. sich immer mehr gleicht. — Die stärkere Absorption von frisch bereitetem Turnbullsblau wird auf das Vorhandensein von überschüssigem Fe⁺⁺ zurückgeführt. (J. Indian chem. Soc. 12. 143—51. 1935. Barcilly, Chem. Dep., Bareilly College.) ELSTNER.

G. Scagliarini, *Die Farbreaktion zwischen Nitroprussid und Sulfid (Bödekersche Reaktion)*. Vf. hat die Rk.-Prodd. von Nitroprussiden u. Sulfiten in fester Form weder

durch Fällung mit A. oder Methylalkohol, noch mit Zn-, Cd-Salzen u. dgl. erhalten; im letzteren Falle lassen sich aber Salze der Zus. $\text{Me}_2[\text{Fe}''(\text{CN})_5\text{NO}''\text{SO}_3] \cdot 12\text{H}_2\text{O} \cdot 2\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$ (Me = Zn, Cd) darstellen, analog auch $\text{Ni}_2[\text{Fe}''(\text{CN})_5\text{NO}''\text{SO}_3] \cdot 8\text{H}_2\text{O} \cdot 2\text{C}_6\text{H}_{12}\text{N}_4$, wenn konz. Lsgg. von $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}]$ u. Na_2SO_3 in der Kälte mit konz. Lsgg. von Me-Acetat (1 Mol) u. Urotropin (2 Mole) versetzt werden; die u. Mk. kristallinen homogenen Ndd. sind in feuchtem Zustand blutrot, in trockenem Zustand rotviolett, in W. prakt. unl. Die Rk. kann dargestellt werden durch $[\text{Fe}''(\text{CN})_5\text{NO}''] + \text{SO}_3 + 2 \ominus = [\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NOSO}_3]'''$. Das *Oxydations-Red.-Potential* dieser Rk. wird in N_2 -Atmosphäre mit Hg- u. Hg_2Cl_2 -Elektrode bei 21° an $1/10$ -molaren Lsgg. der Komponenten zu 0,468 V bestimmt. (Atti R. Accad. naz. Lincei, Rend. [6] 22. 155—59. 1935. Ferrara, Univ., Inst. f. allg. Chemie.) R. K. MÜLLER.

Osius Binder und Pierre Spacu, *Beitrag zur Kenntnis einiger komplexen Sulfo-cyanide des Eisens mit Pyridin*. In Ergänzung der C. 1934. I. 3331 referierten Arbeit von G. SPACU u. der Auseinandersetzung mit ROSENHEIM (vgl. l. c.) haben Vff. röntgenograph. Pulveraufnahmen von folgenden Verbb. hergestellt: $\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_4(\text{SCN})_2$ (I), $\text{Fe}_3(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_{10}(\text{SCN})_8$ (II) nach ROSENHEIM, $\text{Fe}(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_3(\text{SCN})_3$ (III) nach BARBIERI u. PAMPANINI. — I u. III gaben charakterist. Röntgenspektren. Die gelbe u. schwarze Form von I waren röntgenograph. nicht zu unterscheiden. Aus diesem Befund u. dem Umwandlungsverbh. in organ. Lösungsm. wird auf Stereoisomeric geschlossen u. die *trans*-Konfiguration der stabileren gelben, die *cis*-Konfiguration der schwarzen Modifikation zugeschrieben. — II hat ein von I abweichendes Röntgenspektrum, das aber mit III übereinstimmt. Das ROSENHEIMSche Salz ist also ident. mit dem Salz von BARBIERI u. PAMPANINI, enthält aber noch Fe^{++} -Ionen, die Vff. mit dem Phosphormolybdatreagens von FONTES u. THIVOLLE nachweisen konnten. Das Salz von ROSENHEIM ist also in Übereinstimmung mit ASMUSSEN (C. 1934. II. 2380) u. SPACU (l. c.) als ein Gemisch von III u. etwas I aufzufassen. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 200. 1405—07. 1935.) SKALIKS.

O. Schmitz-Dumont und St. Pateras, *Über komplexe Pyrrylo- und Indylsalze*. Es werden die folgenden Verbb. dargestellt: I *Tetrapyrryloisen(II)-dikalium*, $[(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_4\text{Fe}]_2\text{K}_2$ (unter Mitarbeit von L. Hecht); II *Tetraindylonickel(II)-dikalium*, $[(\text{C}_8\text{H}_5\text{N})_4\text{Ni}]_2\text{K}_2$; III *Diindylaminokobalt(II)-kalium*, $[(\text{C}_8\text{H}_5\text{N})_2\text{Co} \cdot \text{NH}_2]\text{K}$; IV *Diamminaminotriindylchrom(III)-kalium*, $\left[\begin{array}{c} \text{H}_2\text{N} \\ | \\ (\text{H}_3\text{N})_2 - \text{Cr}(\text{NC}_8\text{H}_6)_3 \end{array} \right] \text{K}$ u. V *Diammino-hexa-indyl- μ -diaminodikobalt(III)-dikalium*, $\left[\begin{array}{c} (\text{C}_8\text{H}_5\text{N})_3\text{Co} \begin{array}{l} \text{NH}_2 \\ \text{H}_3\text{N} \end{array} \\ \text{H}_3\text{N} \begin{array}{l} \text{NH}_2 \\ \text{H}_2\text{N} \end{array} \text{Co}(\text{NC}_8\text{H}_6)_3 \end{array} \right] \text{K}_2$, die

als Analoga zu komplexen Halogeno- oder Cyanoverbb. aufgefaßt werden. Die Verbb. konnten nicht durch Vereinigung der gel. Komponenten dargestellt werden, sondern wurden durch Umsetzung von Salzen der betreffenden Metalle $\{\text{FeCl}_2, \text{NiSO}_4, \text{CoSO}_4, [(\text{NH}_3)_3\text{CoCl}]_2, [(\text{NH}_3)_6\text{Co}]_3\}$ mit $\text{K}(\text{NC}_4\text{H}_4)$ bzw. $\text{K}(\text{NC}_8\text{H}_6)$ in fl. NH_3 erhalten, was infolge der Unterschiede der Löslichkeiten in NH_3 — Schwerlöslichkeit der anorgan. Metallsalze u. Leichtlöslichkeit der Indol- bzw. Pyrrrolmetallverbb. — möglich ist. Die Umsetzungen u. auch bereits die Darst. des KNC_4H_4 bzw. KNC_8H_6 wurden bei gewöhnlicher Temp. (Eiskühlung) unter Vermeidung von Luftzutritt in einer geeigneten Druckapparatur (Pb-Rohr als Zuleitung) vorgenommen, die aus mehreren Schenkeln bestand, deren Inhalt mit fl. NH_3 in einen anderen Schenkel gespült u. so mit dessen Inhalt zur Rk. gebracht wurde. Das Reaktionsprod. wurde dann in einem besonderen Gefäß mit Glasfilter, abnehmbarer Kappe u. drei mittels Hahnen verschließbaren Zuleitungen gewaschen, filtriert, getrocknet u. in N_2 -Atmosphäre gewogen. — Da Dipyridyleisen allein in fl. NH_3 sofort Ammonolyse erleidet, muß dem Tetrapyrryloisen eine beträchtliche Stabilität zugeschrieben werden. Tetraindylkobaltoat konnte nicht dargestellt werden. Es scheint sich III gebildet zu haben, das so leicht der Ammonolyse unterliegt, daß es nicht analysenrein zu fassen war. Die bei den dreiwertigen Metallen erwarteten Verbb. mit sechs Pyrryl- bzw. Indylresten darzustellen, gelang ebenfalls nicht. Die Metalle waren zwar in den entstehenden Verbb. koordinativ sechswertig, drei Koordinationsstellen wurden aber von NH_3 -Molekülen bzw. zwei NH_3 -Molekülen u. einer NH_2 -Gruppe besetzt. Wenn man IV u. V als K-Salze mit dem dreiwertigen Metall als Zentralatom des Amins auffassen will, muß man annehmen, daß ein NH_3 als Aminogruppe mit dem Metallatom verbunden ist. Aminoverbb. können durch intramolekulare Ammonolyse von primär gebildetem $(\text{H}_3\text{N})_3\text{Cr}(\text{NC}_8\text{H}_6)_3$ u. $(\text{H}_3\text{N})_3\text{Co}(\text{NC}_8\text{H}_6)_3$ entstanden sein. Bei der Umsetzung von $[(\text{NH}_3)_6\text{Co}]_3$ mit KNC_8H_6

entstand erst eine braunrote Lsg. (wie bei der Cr-Verb.), die dann tief blau wurde u. nach dem Abdampfen ein gelbes Prod. hinterließ. Da auf 1 Co-Atom 1 K, 3 Indol u. 2 NH₃ gefunden wurden, wird sie als zweikernige Verb. angesprochen. Anscheinend ist erst die IV entsprechende Verb. entstanden u. die Neigung, eine zweikernige Verb. zu bilden, so stark, daß unter Abgabe von NH₃ V gebildet wird. — Die stark komplexe Natur der Verbb. spricht dafür, daß Durchdringungskomplexe vorliegen, bei denen die Bindungselektronenpaare der elektronegativen Liganden in sehr engem Verband mit dem Zentralatom stehen. — Die große Neigung der Pyrrol- u. Indolionen, sich komplex anzulagern, verhindert, daß die einfachen Metallpyrrol- bzw. -indolverbb. durch Umsetzung entsprechender Metallsalze mit KNC₄H₇ oder KNC₅H₉ erhalten werden können. Um gelegentlich die Rk. eines Metallamides mit Pyrrol oder Indol in fl. NH₃ untersuchen zu können, stellten Vf. aus (NH₃)₆Cr(NO₃)₃ u. KNH₂ VI (H₃N)₃Cr(NH₂)₃ dar. Es ist in fl. NH₃ unl., fleischfarben u. ziemlich beständig. (Z. anorg. allg. Chem. **224**. 62—72. 1935. Bonn, Anorg. Abt. d. Chem. Inst.) ELSTNER.

F. J. Garrick, Reinigung und Analyse von Purpureokobaltchlorid. Vf. empfiehlt zur Reinigung von Luteochlorid das rohe Purpureochlorid in Roseoxalat umzuwandeln, dieses dann in k. verd. NH₃ zu lösen, in dem das Luteooxalat ungel. zurückbleibt. Um das [Co(NH₃)₆Cl]₂ völlig frei von Cl-haltigen Verunreinigungen zu erhalten, fällt man es am besten aus k. wss. Lsg. Das so erhaltene Salz hat noch den Vorteil, sich schneller zu lösen, als das h. gefällte. — Zur exakten Ermittlung des ionisierbaren Cl wird vorgeschlagen, die an Cl⁻-Ionen etwa 0,02-n., mit HNO₃ angesäuerte eisgekühlte Lsg. tropfenweise unter ständigem Rühren mit einem höchstens 3⁰/jg. Überschuß an 0,1-n. AgNO₃ zu versetzen, den AgCl-Nd. durch heftiges Schütteln in der Kälte so schnell wie möglich zusammenzuballen u. nach mehrmaligem Dekantieren mit schwach salpetersaurem, eiskaltem H₂O zum Sieden zu erhitzen u. in der üblichen Weise weiter zu behandeln. (Z. anorg. allg. Chem. **224**. 27—28. 1935.) ELSTNER.

Taku Uémura und Hidéo Suéda, Untersuchungen über die Konzentration der Wasserstoffionen, die in den wässrigen Lösungen der komplexen Kobaltamine enthalten sind, und über ihre Absorptionsspektren. I. Vf. untersuchen das Absorptionsvermögen wss. Lsgg. von Kobaltiamminkomplexen in Abhängigkeit von der Wellenlänge des eingestrahnten Lichtes (230—470 mμ) u. dem pH der Lsg. Die pH-Messungen werden mit einer Sb-Elektrode ausgeführt u. liefern, im Gegensatz zu Messungen mit einer H-Elektrode, reproduzierbare Werte. Es ergibt sich dabei, daß diejenigen Salze, die kein W. im Komplex gebunden haben, in ihrem Absorptionsvermögen weitgehend unabhängig vom pH der Lsgg. sind. Auch die Aquoverbb. ändern ihre Absorption nicht wesentlich, solange die Lsgg. sauer sind. In alkal. Lsgg. tritt das Hydroxylradikal an Stelle des W. in den Komplex. Dasselbe gilt für die Chlorokomplexe, bei

enen auch die Rückrk. möglich ist: [Co(NH₂)₂Cl]₂ $\xrightleftharpoons[\text{pH} < 7]{\text{pH} > 7}$ [Co(NH₃)₆(OH)]Cl₂. Die

Sulfate der Aquoverbb. können auch in alkal. Lsgg. nur ein Molekül des im Komplex gebundenen W. gegen Hydroxyl austauschen. Die Absorptionsbande der Hydroxoverbb. ist gegenüber den Aquoverbb. gegen größere Wellenlängen verschoben u. das Absorptionsvermögen größer. Die Verss. werden durchgeführt mit [Co(NH₃)₆]Cl₂, [Co(NH₃)₅(H₂O)]Cl₃, [Co(NH₃)₄Cl]₂, [Co(NH₃)₄OH]Cl₂, [Co(NH₃)₄(H₂O)₂]Cl₃, [Co(NH₃)₄(H₂O)Cl]₂, [Co(NH₃)₄(H₂O)OH]Cl₂, [Co(NH₃)₄(H₂O)₂](SO₄)₃, [Co(NH₃)₄(H₂O)·Cl]SO₄, [Co(NH₃)₄(H₂O)OH]SO₄, [Co₂(NH₃)₈(OH)₂]Cl₄, [Co₂(NH₃)₈(OH)₂](SO₄)₂. (Bull. chem. Soc. Japan **10**. 50—73. 1935. Lab. de Chim. minérale, Fac. des Arts et Metiers de Tokyo [Tokyo Kogō-Daigaku]. [Orig.: franz.]) ELSTNER.

Taku Uémura und Hidéo Suéda, Untersuchungen über die Konzentration der Wasserstoffionen, die in den wässrigen Lösungen der komplexen Kobaltamine enthalten sind, und über ihre Absorptionsspektren. II. (I. vgl. vorst. Ref.) Es werden die Verbb. [Co(NH₃)₃(H₂O)₃]Cl₃ (cis u. trans), [Co₂(NH₃)₆(OH)₂]Cl₄, [Co(Co(NH₃)₄(OH)₂)₃]Cl₆, [Co(NH₃)₃(H₂O)Cl]₂Cl (blau, grau u. schwarz), [Co(NH₃)₃(H₂O)₂Cl]₂, [Co(NH₃)₃·(H₂O)₂]ClSO₄ (violett u. blaugrau) u. [Co(NH₃)₃(H₂O)Cl]₂SO₄H untersucht. Sie ändern alle in gel. Zustände ihr Absorptionsvermögen nicht, so lange das pH der Lsg. kleiner ist als 7. Bei höheren pH-Werten scheinen besonders die Kobalttriamminkomplexe sich in mehrkernige Komplexe umzulagern, die drei OH-Radikale enthalten. Diese Umlagerung ist unabhängig von den anderen Bestandteilen des komplexen Kations. Die mehrkernigen Komplexe sind vom pH der Lsg. unabhängig, ihr Absorptionsver-

mögen ist größer als das der einfachen Komplexverb. Je mehr H_2O -Moleküle im Komplex eingebaut sind, um so größer wird das Absorptionsvermögen der Lsg., u. das Maximum der Absorption wird nach größeren Wellenlangen verschoben. Eine gleichsinnige weitere Verschiebung scheint auch dann stattzufinden, wenn H_2O -Moleküle des Komplexions durch negative Ionen, wie Cl u. OH, ersetzt werden. (Bull. chem. Soc. Japan 10. 85—96. 1935. [Orig.: franz.]) ELSTNER.

E. Neusser, *Über Vanadate einiger Kobaltammoniakkomplexsalze*. Durch Hinzufügen einer Lsg. eines II. Salzes des betreffenden Kations zu Kaliummetavanadatlg. werden die folgenden vl. Salze erhalten: I $[Co(NH_3)_6](VO_3)_3$; II $[Co(NH_3)_5H_2O](VO_3)_3$; III $[Co(NH_3)_4 \cdot H_2O \cdot OH](VO_3)_2$; IV $[Co(NH_3)_5Cl](VO_3)_2 \cdot H_2O$; V $[Co(NH_3)_5NO_2](VO_3)_2 \cdot H_2O$; VI $[Co(NH_3)_5CSN](VO_3)_2$; VII $[Co(NH_3)_4(C_2O_4)]VO_3$. (Z. anorg. allg. Chem. 223 417—21. 1935. Wien, Techn. Hochsch., Inst. f. anorg. u. analyt. Chem.) ELSTNER.

G. Spacu und D. Drăgulescu, *Über die Quecksilbersulfite des Ammoniums. Potentiometrische Untersuchungen*. Vff. titrieren $HgCl_2$ -Lsgg. potentiometr. mit $(NH_4)_2SO_3$ -Lsgg., die zur Vermeidung von Oxydation unter CH_4 -Gas aufbewahrt werden, unter Verwendung eines elektrolyt. mit Hg überzogenen Pt-Drahtes als Indicatorelektrode u. einer Kalomelvergleichselektrode. Sie finden bei Anwendung von 0,1-mol. $HgCl_2$ u. 0,1-mol. $(NH_4)_2SO_3$ nur einen einzigen, der Verb. $(NH_4)_2[Hg(SO_3)_2]$ entsprechenden Potentialsprung, hingegen bei den Konz. 0,1-mol. $HgCl_2$ u. 1-mol. $(NH_4)_2SO_3$ oder 0,2-mol. $HgCl_2$ u. 1-mol. $(NH_4)_2SO_3$ vor dem Sprung für $(NH_4)_2[Hg(SO_3)_2]$ noch einen bei der Bldg. von $NH_4[Hg(SO_3)Cl]$. Durch die Ggw. von A. wird der Verlauf der Potentialkurve nicht geändert; beim Arbeiten in alkoh. Lsg. bei 0° wird die Ausscheidung der beiden Salze erreicht, die gut krystallisieren u. ziemlich beständig sind. (Z. anorg. allg. Chem. 224. 273—79. 4/10. 1935. Cluj [Rumanien], Anorgan.- u. analyt.-chem. Lab. d. Univ.) ELSTNER.

Fr. Hein und H. Regler, *Optisch aktive Silberkomplexe*. Vff. stellen Silberdi-8-oxychinolin-komplexsalze der Formel $[Ag(C_9H_8N \cdot OH)_2]_x$ dar als weiße bzw. farblose Deriv. der krystallisiert zu erhaltenden, intensiv gelb gefärbten Anhydrobase $[Ag < \begin{smallmatrix} O \cdot C_9H_8N \\ O \cdot C_9H_8N \end{smallmatrix}]$. Bei dem α -Brom-d-campher- π -sulfonat erhalten sie zwei Krystallfraktionen verschiedener opt. Aktivität. Aus den Drehungswerten — in Chlf. mit 10⁰/₆ Pyridin + $1,25^\circ \pm 0,02$ u. $1,60^\circ \pm 0,02$ — ergeben sich die spezif. Drehungen $[\alpha]_D^{19} = +37,4$ u. $47,8^\circ$. Danach wird für das Salz tetraedr. Struktur angenommen. (Naturwiss. 23. 320. 1935. Leipzig, Chem. Lab. d. Univ.) ELSTNER.

H. Brintzinger und H. Osswald, *Kupfer(2)-ammoniakate und Kupfer(2)-acidoammoniakate*. Die Unters. der komplexen Ammoniakationen, die sich in ammoniakal. Lsgg. von $Cu(NO_3)_2$, $CuCl_2$, $Cu(SCN)_2$, $Cu(C_2H_3O_2)_2$, $CuSO_4$, $CuSeO_4$ u. $Cu_3(PO_4)_2$ bilden (2-n. NH_3 u. $1/2$ -, 1- u. $1/2$ -std. Dialysieren), ergibt in den ersten vier Fällen die Ggw. des Kupfertetramminkation $[Cu(NH_4)_4]^{2+}$. In den das Nitrat, Chlorid u. das Rhodanid enthaltenden Lsgg. werden die Ionengewichte zu klein gefunden; hier nehmen Vff. an, daß wegen geringer Hydratisierung bei Verwendung des wasserfreien $S_2O_3^{2-}$ als Bezugssion zu geringe Werte gefunden werden. In den ammoniakal. Lsgg. der Salze, die das leichter komplexbildende SO_4^{2-} , SeO_4^{2-} u. PO_4^{3-} enthalten, sind nach den gefundenen Dialysenkoeff. die nicht dissoziierenden komplexen Verb. $[Cu(NH_4)_4SO_4]$, $[Cu(NH_4)_4SeO_4]$, $[Cu_3(NH_4)_4(PO_4)_2]$ anzunehmen. Einen Beweis dafür, daß in den ammoniakal. Lsgg. des $CuSO_4$ die nicht dissoziierte Komplexverb. vorliegt, sehen Vff. darin, daß derselbe Dialysenkoeff. auch gefunden wird, wenn gleichzeitig $(NH_4)_2SO_4$ vorliegt, wenn man also von $[Cu(NH_4)_4]^{2+}$ vielleicht erwarten könnte, daß es als Zentralion wirkend sich mit weiteren SO_4 -Ionen zur Bldg. eines komplexen Anions, z. B. $[Cu(NH_4)_4(SO_4)_6]^{6-}$, verbinden würde. (Z. anorg. allg. Chem. 223. 393—96. 9/8. 1935. Jena, Univ.) ELSTNER.

H. D. K. Drew und H. J. Tress, *Plato- und Platidiammine, die Methylamin enthalten*. I β -(cis)-Pt(CH_3NH_2) $_2$ Br $_2$ wird dargestellt, indem unter Rühren eine wss. Lsg. von K_2PtCl_4 bei 0° mit wss. CH_3NH_2 versetzt wird. Es wird von dem gleichzeitig entstehenden Pt(CH_3NH_2) $_4$]PtBr $_4$ (grüne Nadeln) getrennt, indem die h. Lsg. des Gemisches mit [Pt(NH_3) $_4$]Cl $_2$ versetzt u. so das [Pt(NH_3) $_4$]PtBr $_4$ ausgefällt wird; bei dem Ausscheiden des Diamins bleibt das Tetramin in Lsg. Aus verd. HBr scheidet sich I in Form rechteckiger gelber Nadeln aus. Das entsprechende Chlorid II β -Pt(CH_3NH_2) $_2$ Cl $_2$ erhalten Vff. aus I nach dem Umsetzen mit AgNO $_3$; sie filtrieren zunächst vom AgBr ab, versetzen dann mit HCl, extrahieren den entstehenden Nd.

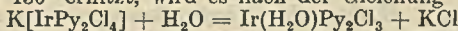
mit sd. H_2O u. krystallisieren die Verb. aus verd. HCl in blaßgelben Nadeln mit schrägen Enden aus. Außerdem wird aus dieser Verb.-Reihe das α -Thiocyanat $III \beta$ - $Pt(CH_3NH_2)_2 \cdot (NCS)_2$ cremegelb auf entsprechende Weise dargestellt. Daß II bisher auf dem üblichen Wege aus CH_3NH_2 u. K_2PtCl_4 nicht erhalten wurde, wird auf seine große Löslichkeit zurückgeführt. Es ist auch so darzustellen, aber nur in sehr geringer Ausbeute. Die β -Verbb. I—III werden mit den entsprechenden α -Verbb. (trans) verglichen. Die Isomeren zeigen zum Unterschied zu entsprechenden (NH_3) -Verbb. keinen Unterschied in der Farbe. Die β -Verbb. mit Äthylamin sind intensiver gefärbt als die α -Verbb. — Die Verbb. I—III u. die entsprechenden α -Verbb. geben bei der Oxydation (H_2O_2 in der sauren Lsg.) die entsprechenden Tetrachloride u. Thiocyanate, $IV \alpha$ - $Pt(CH_3NH_2)_2Cl_4$ u. $V \beta$ - $Pt(CH_3NH_2)_2Cl_4$ u. VI u. die entsprechenden Thiocyanate $Pt(CH_3NH_2)_2(NCS)_4$. — Es ergibt sich aus dem Verh. gegenüber HCl , H_2SO_4 u. Phenoxytellurindibisulfat, daß β - $Pt(C_2H_5NH_2)_2Cl_2$ u. β - $Pt(C_2H_5)_2Br_2$ u. wohl auch die analogen Methylaminverbb. I u. II wie β - $Pt(C_2H_5)(NH_2)Cl_2$ (siehe Formelbild; vgl. C. 1935. I. 1028) gebaut sind. (J. chem. Soc. London 1935. 1212—14. Univ. of London, Queen Mary College.)

ELSTNER.

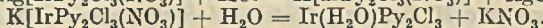
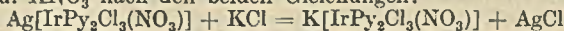
H. D. K. Drew und **H. J. Tress**, *Wolframs rotes Salz und die Möglichkeit dreiwertigen Platins*. Das von WOLFFRAM (Diss. Königsberg 1900) durch Oxydation von $[Pt(C_2H_5 \cdot NH_2)_4]Cl_2 \cdot 2H_2O$ mittels H_2O_2 erhaltene rote Salz $Pt(C_2H_5 \cdot NH_2)_4Cl_3 \cdot 2H_2O$, das von REIHLEN u. FLOHR (C. 1935. I. 991) als Doppelsalz $[Pt(C_2H_5 \cdot NH_2)_4]Cl_2 + [Pt(C_2H_5 \cdot NH_2)_4]Cl_2$ aufgefaßt wird, dessen rote Farbe durch einen bestimmten Gittertypus bestimmt ist, wird erneut untersucht. Vff. kommen zu der Ansicht, daß die Verbb. $[Pt(C_2H_5 \cdot NH_2)_4]Cl_3 \cdot 2H_2O$ (F. 180°) u. $[Pt(C_2H_5 \cdot NH_2)_4]Br_3 \cdot 2H_2O$, F. 182° , monomer mit dreiwertigem Pt sind, u. bei den entsprechenden wasserfreien Salzen dimere Struktur mit vierwertigem Pt u. einer Pt-Pt-Bindung anzunehmen ist. Beim Lösen in H_2O soll eine teilweise Spaltung in zwei- u. vierwertiges Pt stattfinden. Sie stützen diese Ansicht durch chem. Umsetzungen u. gewisse Farbänderungen beim Entwässern, Auflösen etc. auch an analogen Verbb. Die neu dargestellte entsprechende Propylaminverb. u. auch einige andere Verbb. sollen ebenfalls dreiwertiges Pt enthalten oder dimer gebaut sein. (J. chem. Soc. London 1935. 1244—51. London, Univ. Queen Mary College.)

ELSTNER.

Marcel Delépine, *Über die Iridium-III-aquodipyridintrichloride $Ir(H_2O)Py_2Cl_3$* . Wenn man Ir -III-aquo-dipyridintetrachloride, z. B. $K[IrPy_2Cl_4]$, einige Zeit im Autoklaven mit H_2O auf 130° erhitzt, wird es nach der Gleichung



in das Trichlorid umgewandelt. Aus dem orangefarbenen cis-Dipyridintetrachlorid entsteht die gelbe Verb. $Ir(H_2O)Py_2Cl_3 + 0,5H_2O$ (I), die mit 130 Teilen H_2O eine gelbe Lsg. liefert. Wenn man von dem roten trans-Tetrachlorid ausgeht, entsteht außer der orangefarbenen Verb. $Ir(H_2O)Py_2Cl_3 + 1H_2O$ (II) in feinen Nadeln das in W . unl. $IrPy_2Cl_3$ (III). II ist weniger l. als die gelbe Verb. u. liefert orangerote Lsgg. Die beiden Isomeren I u. II zeigen saure Rk. Sie lösen sich leicht in Alkali. Wenn $NaOH$ oder KOH in großem Überschuß vorhanden ist, scheiden sich Krystalle aus, in denen $H[IrPy_2(OH)Cl_3]$ vorzuliegen scheint. Bei 140 — 145° geben I u. II ihr Krystallwasser u. ihr Konst.- W . ab, ebenso wie die entsprechenden Rh -Verbb., denen sie sich auch in anderen Beziehungen analog verhalten. Wie diese reagieren sie mit $AgNO_3$. Es entstehen dabei $HAg[IrPy_2(OH)_2]$ (IV) in orangefarbenen oder rot gefärbten Nadeln; wenn man in salpetersaurem Medium arbeitet, erhält man je nachdem, ob man von I oder II ausgeht, gelbe oder rosa Nadeln von $Ag[IrPy_2Cl_3NO_3] + H_2O$ (V). Die ersteren geben ihr H_2O bei 105 — 110° ab, die letzteren nicht. Sie liefern mit KCl wieder $Ir(H_2O)Py_2Cl_3$ u. KNO_3 nach den beiden Gleichungen:



Man kommt auf diese Weise zu der Ausgangsverb. zurück. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 200. 1373—75. 1935.)

ELSTNER.

C. Mineralogische und geologische Chemie.

S. Rösch, *Die Abteilungen 548 und 549 der deutschen Gesamtausgabe der Dezimalklassifikation*. Die Ergebnisse der Kommissionstätigkeit über die Abteilungen 548 (Mineralog. Wissenschaften) u. 549 (Minerographie. Spezielle Mineralkunde) werden als

Vorschläge zur Kritik mitgeteilt. (Fortschr. Mineral., Kristallogr., Petrogr. **19**. 73—102. 1935. Wetzlar.) SKALIKS.

H. Ungemach, *Über die Syntaxie und die Polytypie*. Als *Syntaxie* bezeichnet Vf. einen besonderen Fall der Epitaxie: Anordnung zweier polymorpher Modifikationen ein- u. derselben chem. Substanz mit parallelen Achsen, wobei rationale Verhältnisse zwischen den Parametern der beiden Elementarkörper u. zwischen den kristallograph. Parametern bestehen, während alle übrigen kristallograph. Charakteristica der beiden Gitter durchaus verschieden sind. Diese vom Vf. bei Coquimbit u. Paracoquimit näher untersuchte Erscheinung hat sich als weitgehend ähnlich mit den Verhältnissen bei den 3 SiC-Modifikationen herausgestellt. Es handelt sich um einen Fall von *Polytypie* (nach ZAMBONINI) oder *Plurimodismus* („plurimodisme“), wie Vf. lieber sagen würde. Es läßt sich zeigen, daß gewisse Substanzen die Erscheinung der Polytypie aufweisen können, ohne Syntaxie zu zeigen. Dagegen ist bei Syntaxie stets zugleich Polytypie vorhanden. — Als 3. Fall von Syntaxie werden die Verhältnisse bei *Parisit* u. *Synchisit* besprochen. Unter Benutzung der röntgenograph. Ergebnisse von OFTEDAL (C. 1931. II. 2442) zeigte sich u. a., daß die Substanz $[\text{CO}_3]_2(\text{CeF})_2\text{Ca}$ in mindestens 3 Formen auftreten kann, von denen die eine (rhomboedr.) β -Parisit genannt werden könnte; die beiden anderen Formen wären dann α - u. γ -Parisit. Der Name *Synchisit* sollte zweckmäßig fallen gelassen werden. — Das Auftreten von Syntaxie bzw. Polytypie ist nach Vf. noch in einigen anderen Fällen wahrscheinlich: *Nickelin*, *Korund*, Al_4C_3 . Es werden noch verschiedene andere Beispiele in Betracht gezogen, bei denen die Wahrscheinlichkeit für Syntaxie aber wesentlich geringer ist. (Z. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristallchem. [Abt. A. d. Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr.] **91**. 1—22. 1935. Straßburg.) SKALIKS.

H. Ungemach, *Über die Vorteile der Anwendung von vier Indices bei Kristallen mit rhomboedrischer Symmetrie*. (Z. Kristallogr., Kristallgeometr., Kristallphysik, Kristallchem. [Abt. A. d. Z. Kristallogr., Mineral., Petrogr.] **91**. 97—113. 1935. Straßburg.) SKALIKS.

V. M. Goldschmidt, *Grundlagen der quantitativen Geochemie*. II. *Seltene Elemente in Meteoriten*. (I. vgl. C. 1933. II. 2805.) Zusammenfassender Bericht mit Schrifttumsverzeichnis. (Fortschr. Mineral., Kristallogr., Petrogr. **19**. 183—216. 1935. Göttingen.) SKALIKS.

William A. Cunningham, *Dolomit in permischen Kalksteinen von West-Texas*. Von einer großen Anzahl von perm. Kalksteinen von West-Texas wurde der CaO- u. MgO-Geh., sowie das Mol.-Verhältnis $\text{CaCO}_3 : \text{MgCO}_3$ u. damit der Prozentgeh. an Dolomit bestimmt. Der Dolomitgeh. ist mit ganz geringen Ausnahmen sehr hoch — wenigstens 75% Dolomit —, so daß der Kalkstein dieses Permbeckens als dolomit. Kalkstein anzusprechen ist. Es werden weiter kurz die Entstehungsmöglichkeiten von Dolomit ganz allgemein besprochen. (Bull. Amer. Ass. Petrol. Geologists **19**. 1678—92. Nov. 1935. San Angelo, Texas.) GOTTFRIED.

E. Sanero, *Über das Vorkommen von Prehnit am Monte Loreto in Ligurien*. Kristallkugeln von faserig-strahligem Aussehen (D. ²⁰ 2,860), die auf einer mikrokrystallinen Quarzablagerung auf Diabasgestein gefunden wurden, werden als Prehnit identifiziert, der damit in dem Dolomitvork. von Loreto zum ersten Male nachgewiesen ist. (Atti R. Accad. naz. Lincei, Rend. [6] **22**. 170—72. 1935.) R. K. MÜLLER.

L. de Leenheer, *Über Stainerit*. II. (I. vgl. C. 1935. II. 987). Vf. gibt eine eingehende Beschreibung des mineralog. u. erzmkr. Befundes. Die D. wird zu 4,367, die Härte zwischen 4 u. 5 bestimmt. Die chem. Analyse entspricht der Formel $13\text{Co}_2\text{O}_3 \cdot 1\text{CuO} \cdot 15\text{H}_2\text{O}$ oder $8(\text{Co}_2\text{O}_3 \cdot \text{CuO}) \cdot 9\text{H}_2\text{O}$. Die Kurve der Gewichtsänderung beim Erhitzen zeigt zwei Haltepunkte bei ca. 500—800° u. über 900°; D. nach dem Glühen 5,54 (Umwandlung $2\text{Co}_2\text{O}_3 \rightarrow 4\text{CoO} + \text{O}_2$). Das Verh. des Minerals wird mit dem der reinen chem. Verb. $\text{Co}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ u. des entsprechenden kolloidalen Minerals Mindigit verglichen. (Natuurwetensch. Tijdschr. **17**. 148—56. 1 Tafel. 16/10. 1935. Gent, Univ., Mineralog. Lab.) R. K. MÜLLER.

W. Belousoff, *Les problèmes de la géologie et de la géochimie de l'hélium*. Paris: Hermann et Cie. 1935. (38 S.) 10 fr.

Allred C. Hawkins, *The book of minerals*. London: Chapman & H. 1935. (161 S.) 8^o. 7 s. [russ.] Die Ssolikamskschen Carnallite. Sammlung von Aufsätzen. Moskau-Leningrad: Onti 1935. (416 S.) Rbl. 7.50.

D. Organische Chemie.

D., Allgemeine und theoretische organische Chemie.

Mario Betti, *Entwicklungen und Orientierungen der heutigen organischen Chemie*. Vortrag. Übersicht über die derzeitige organ. Chemie in ihren Verknüpfungen mit der biol. u. physikal. Chemie. (Chim. e Ind. [Milano] 17. 637—46. Okt. 1935.) BEHRLE.

Samuel P. Mulliken und **Reginald L. Wakeman**, *Ein Verfahren für die Klassifizierung mit Kohlenwasserstoffen*. Dieses Verf. beruht auf der Mischbarkeit der KW-stoffe mit Nitromethan, Anilin u. Benzylalkohol, auf der Best. der Ungesättigtheit durch Bromid-Bromatitrierung u. auf den üblichen Konstanten, nämlich D., Kp. u. F. Die KW-stoffe werden danach in das folgende Schema eingeordnet: A. Gasförmige KW-stoffe. — B. Fl. KW-stoffe. 1. Aromat.; 2. ungesätt. nichtaromat. (außer Alkenen); 3. Alkene; 4. Cycloalkane; 5. Alkane. — C. Feste KW-stoffe. 1. Aromat.; 2. nichtaromat. — Bzgl. Einzelheiten muß auf das Original verwiesen werden. (Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 7. 275—78. 1935. Cambridge [Mass.], Inst. of Technol.) LB.

Volmar und **Wagner**, *Die Kennzeichnung der Ungesättigtheit von Äthylenverbindungen*. Vff. besprechen die üblichen Methoden (Literatur s. Original) zur Best. der Ungesättigtheit von Äthylenverbb., die auf der Addition von J_2 (ohne Katalysator u. in Ggw. von Hg^{II} -Salzen bzw. $HgCl$) oder Br_2 beruhen oder sich des SCN-Radikals bedienen. Die Brauchbarkeit dieser Methoden wird vergleichend an *Hexadecen*, *Allylalkohol*, *Allylbromid*, *Ölsäure*, *Linolsäure*, *Zimtsäure* u. *Dial* (*Diallylbarbitursäure*) geprüft u. der Einfluß der Temp. u. funktioneller Gruppen (Alkoholgruppe, Halogenfunktion, Carboxylgruppen, konjugierte Doppelbindungen u. aromat. Kerne) diskutiert. Es zeigte sich, daß eine Methode nicht generell auf alle ungesätt. organ. Verbb. anwendbar ist, so sollten die Methoden, die J_2 ohne Katalysator anwenden (MARGOSCHES, ESSAFOVA) nur auf Substanzen mit elektronegativen Radikal angewandt werden, während die Anwendung eines Katalysators, z. B. $HgCl_2$ (HÜBL) bei Ölen u. zu Nahrungsmitteln dienenden Fetten gute Resultate liefert, bei trocknenden Ölen jedoch zu verwerfen ist. Das SCN-Radikal eignet sich gut zur Best. ebbarer Fette u. vornehmlich von Äthylen-KW-stoffen; die Methode von WIJS u. BOESEKEN-GELBER, die das dem J_2 an Aktivität überlegene JCl anwenden, ist brauchbar zur Best. offenkettiger Äthylenverbb., doch versagt die Methode von WIJS bei der Best. halogenierter Deriv. (Allylbromid). Die Methoden von HANUS (mit BrJ) bzw. WINKLER (mit Br_2) liefern gute Resultate bei der Best. von Ölen, Seifen u. Harzen, erstere ist auf ungesätt. aromat. Säuren (Zimtsäure) nicht anwendbar, letztere hat den Nachteil der zwei nicht mischbaren Phasen, wodurch die Rk. mit aromat. Verbb. event. unvollständig verlaufen bzw. das Br_2 mit dem Lösungsm. in Rk. treten kann. Die von VOLMAR u. SAMDAHL (C. 1928. I. 1920) ausgearbeitete Methode (Anwendung von Br_2 direkt) liefert exakte Resultate bei allen Verbb. mit Äthylenbindungen; sie liefert ebenfalls zuverlässige Werte bei Medikamenten u. Gewebe (JZ. des Blutes); Anwesenheit mehrerer Doppelbindungen oder von Halogenatomen im Molekül ist ohne Einfluß. Darüber hinaus ermöglicht sie es, mit kleineren Substanzmengen zu arbeiten, gestattet eine mehrmalige Best. mit der gleichen Substanzprobe u. verläuft ohne Nebenrkk. (Bull. Soc. chim. France [5] 2. 826—44. Mai 1935.) SCHICKE.

L. Keffler und **J. H. Mc Lean**, *Reindarstellung von langkettigen Verbindungen in Hinblick auf die Bestimmung ihrer Energiegehalte*. I. Ölsäure. Zur Unters. der Energieverhältnisse von Fettsäuren u. ihren Deriv., die nur an absol. reinen Substanzen vorgenommen werden kann, prüfen Vff. die bekannten Reinigungsverf. für Ölsäure u. ihre Ester. — Vorversuch. Der Verlauf der Reinigung von Ölsäureestern durch Dest. wird mittels der *Verbrennungswärme* (V.-W.) festgestellt. Zur schnelleren Feststellung des Reinheitsgrades wird daneben die *Jodrk.* angewandt u. bei Fraktionen, die nach dieser Rk. übereinstimmende Werte ergeben, wird anschließend die V.-W. bestimmt. Fraktionen, die bei Weiterreinigung weder Jodzahl, noch V.-W. ändern, werden als rein angesehen. (Tab. der Fraktionen, ihrer Jodzahlen u. V.-W. s. Original.) Die *Polyäthylenverbb.*, die als Verunreinigungen auftreten, verteilen sich in den mittleren Fraktionen, d. h. sie gehen mit der Ölsäure, während *Palmitin-* u. *Stearinsäure* in den Spitzenfraktionen leicht abgetrennt werden können. Die *Polyäthylenverbb.* sind daher zweckmäßig vor der Esterdest. zu entfernen. *Bleifällung*. Die Bleifällung mit überschüssigem Bleiacetat ist für die Entfernung der gesätt. Fettsäuren nicht geeignet. — *Reinigung über die Lithiumsalze*. Die l. Bleisalze werden

nach HCl-Zusatz in alkoh. Lsg. mit LiOH in die Lithiumsalze übergeführt. Der Nd. wird 12 mal aus 80%ig. A. umkristallisiert, bis Nd. u. Filtrat die gleiche Jodzahl besitzen (Tab. s. Original). Zur Erhöhung der Wirksamkeit dieser Methode wird die Lsg. der Li-Salze fraktioniert gekühlt (Tab. s. Original), die Vorteile werden jedoch auf Kosten von schlechten Ausbeuten erzielt. Auch durch fraktionierte Verdampfung einer gesätt. Li-Salzlsg. tritt keine bessere Reinigung ein. Die Entfernung der geringen (4%) Menge an gesätt. Fettsäuren durch erneute Bleisalzfallung ist auch bei Anwendung geringer Pb-Acetatmengen ergebnislos. — Durch *langsame Dest.* der Alkyl-ester des Säuregemisches in einer Spezialapparatur (Beschreibung s. Original, 1 Tropfen in 5 Sek., Druckeinstellung auf 0,05 mm) können alle Verunreinigungen (gesätt. Fettsäureester) entfernt u. reine Ölsäureester erhalten werden (Tabb. der Jodzahl u. V.-W. für Methyl-, Athyl-, n-Propyl u. n-Butylester s. Original). (J. Soc. chem. Ind., Chem. & Ind. 54. Trans. 362—67. 1/11. 1935. Liverpool, Anorgan. Dep. Thermochem. Lab.)

VETTER.

Otto Schmidt, *Der Mechanismus einiger wichtiger organischer Reaktionen. 2. Die Dissoziation von Kohlenstoffbindungen.* (1. vgl. C. 1933. II. 1858.) Es wird dargelegt, wie die Spaltung von Zucker (*Glucose*) durch Enzyme oder Alkalien, die Hydrierung von *Hexiten* unter Druck u. der *Crackprozeß* von KW-stoffen von der Doppelbindungsregel beherrscht werden (vgl. C. 1935. I. 1769). (Chem. Reviews 17. 137—54. Okt. 1935.)

BEHRLE.

J. C. Warner und Earl L. Warrick, *Die kinetischen Medium- und Salzeffekte bei Reaktionen zwischen Ionen von entgegengesetztem Vorzeichen. Die Reaktion zwischen Ammonium- und Cyanation.* Vf. messen die Umwandlungsgeschwindigkeit von Ammoniumcyanat in Harnstoff bei 50° in W. (DE. 69,85) u. in Gemischen von W. mit Methylalkohol, A., Isopropylalkohol u. Dioxan mit den DEE. 65, 60, 55, 50, 45 u. 40. Der primäre Salzeffekt zeigt in jedem Lösungsm.-Gemisch gute Übereinstimmung mit der Theorie von BRÖNSTED-CHRISTIANSEN für eine Rk. zwischen 1-wertigen Ionen entgegengesetzter Ladung. Die Unterschiede zwischen den Geschwindigkeitskonstanten in den verschiedenen Lösungsm.-Gemischen bei gleicher DE. werden auf Grund des Aussalzeffektes nicht wss. Isgg. erklärt. Es zeigt sich, daß der Einfluß der DE. der Lösungsm. auf die Geschwindigkeitskonstanten besser als erwartet mit der Theorie von SCATHARD u. CHRISTIANSEN (vgl. C. 1932. II. 9) übereinstimmt. (J. Amer. chem. Soc. 57. 1491—95. Aug. 1935. Schenley Park, Pittsburgh, Pa., Chem. Lab. College of Engineering, CARNEGIE Inst. of Technology.)

GAEDE.

D. H. Peacock, *Der Einfluß der Substitution auf die Aktivierungsenergie.* Vf. widerspricht den zu einfachen Folgerungen von HERTEL u. DRESSEL (C. 1934. I. 673) in bezug auf die Aktivierungsenergie. Wenn in einer Reihe von ähnlichen Rkk. die Gleichung $\log K = -A/T + B$ etwa gleiche B-Werte resultieren, sind die A-Werte doch recht verschieden, u. man kommt bei strenger Interpretation zu anderen Schlüssen als HERTEL u. DRESSEL. (J. chem. Soc. London 1935. 1326. Sept. Cambridge, Univ., Chem. Lab. u. Rangoon, Univ. Coll.)

W. A. ROTH.

Darrell V. Sickman und O. K. Rice, *Die thermische Zersetzung von Propylamin.* Vf. untersuchen die therm. Zers. von n-Propylamin bei 500, 520 u. 540° durch Druckmessung in einem Pyrexgefäß bei Anfangsdrücken von 209—0,1 mm. Eine etwa 7-fache Vergrößerung der Oberfläche durch Füllen des Rk.-Gefäßes mit kurzen Glasrohrstücken hat oberhalb 200 mm keinen Einfluß auf die Rk., vermindert aber unterhalb etwa 4 mm, wo die Rk. nach erster Ordnung verläuft, die Rk.-Geschwindigkeit um etwa 40%. Ebenso wirkt Atzung der Oberfläche (Chromsäure) hemmend auf die Rk.-Geschwindigkeit. Es handelt sich wahrscheinlich um eine Kettenrk. (J. Amer. chem. Soc. 57. 22—24. 1935. Cambridge, Mass., Harvard Univ. Chem. Labor.)

GEHLEN.

R. G. W. Norrish, *Eine Theorie der Verbrennung von Kohlenwasserstoffen.* Die von BONE (C. 1932. II. 2282) entwickelte „Hydroxyltheorie“ der Verbrennung von KW-stoffen erklärt zwar die analyt., aber nicht die kinet. Beobachtungen, während die von verschiedenen Autoren modifizierte „Peroxydationstheorie“ von CALLENDAR (Engineering 123 [1927]. 147. 182. 210) nicht einmal alle analyt. Befunde richtig wiedergibt. Dagegen gelingt es, wie Vf. zeigt, durch eine relativ geringfügige Abänderung der BONESCHEN Theorie allen experimentellen Tatsachen Rechnung zu tragen. Diese Abänderung besteht in der Einführung des Begriffs der Kettenfortpflanzung der freien Radikale u. Atome. Nach dem „Atomkettenmechanismus“ des Vf. treten abwechselnd O-Atome u. freie Radikale in Wirksamkeit. Bei tiefen Temp. (300—500°) gehen die Ketten von den O-Atomen an der Oberfläche aus, die aus den während der Induktions-

periode dort entstandenen Spuren von Aldehyden herrühren. Bei höheren Temp. können aus den KW-stoffen direkt freie Radikale entstehen, z. B. bei 800° CH₂ aus CH₄. Hiernach läßt sich die Fortsetzung der Methankette durch die abwechselnd stattfindenden Rkk.: $O + CH_4 = CH_2 + H_2O$ u. $CH_2 + O_2 = HCHO + O$ deuten, während die Verzweigung durch die Rk.: $HCHO + O_2 = HCOOH + O$ erfolgen kann. Die Ketten enden entweder an der Gefäßwand oder durch DreierstöÙe, wie z. B.: $X + CH_4 + O = X' + CH_3OH$. Durch letztere Rk. entsteht bei der Verbrennung unter hohem Druck Methylalkohol. Somit stellt Formaldehyd das Primärprod. bei der CH₄-Oxydation dar, das dann zu Ameisensäure weiteroxydiert werden kann. Diese Prodd. zerfallen in CO u. H₂O oder H₂. — Ähnliche Mechanismen können auch für die anderen KW-stoffe entwickelt werden. Für die Explosion von Olefin-O₂-Gemischen im Verhältnis C_nH_{2n}: (^{n/2}) O₂ gilt allgemein: $C_nH_{2n} + (\frac{n}{2}) O_2 = n CO + n H_2$. Dies u. die Tatsache, daß in olefinreichen Gemischen auch freies C u. H₂O entstehen, lassen sich durch die obige Theorie leicht deuten. (Proc. Roy. Soc., London. Ser. A. 150. 36—57. 1/5. 1935.)

ZEISE.

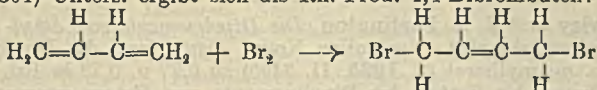
E. Briner und J. Carceller, *Untersuchungen über die Rolle des Ozons als Oxydationskatalysator*. VIII. *Ozonisation von Propan und Butan*. (VII. vgl. C. 1933. II. 3533.) In den früheren Arbeiten war gezeigt worden, daß Ozon bei der Einw. auf Aldehyde oder Sulfite neben seiner eigenen oxydierenden Wrkg. auch als Oxydationskatalysator zu wirken vermag. Vff. untersuchen nun, ob Ozon bei der Einw. auf KW-stoffe eine ähnliche Wrkg. auszuüben vermag (die im Schrifttum bekannten Unterss. geben keine Unterlagen zur Klärung dieser Frage). In der vorliegenden Mitt. beschäftigen sich Vff. mit der Einw. von Ozon auf Propan oder Butan (^{2/3}n- u. ^{1/3} Isobutan) bei Ggw. von O₂ (Unterss. an CH₄ u. Hexan werden angekündigt). — Der ozonisierte O₂ wird mit dem KW-stoff gemischt durch ein elektr. beheiztes Rohr geschickt; die Oxydationsprodd. werden in Bädern von 0°, —80° u. —180° ausgeschieden. Die Oxydationsprodd. sind neben W. CO₂, CO, Alkohole, Aldehyde (auch Aceton), Säuren u. Prodd. peroxyd. Natur, die sich bei der Behandlung mit h. W. in Aldehyde u. Säuren zers. — O₃ wirkt auf Propan u. Butan bereits bei gewöhnlicher Temp. ein; mit steigender Temp. steigt die Oxydationsausbeute, um schließlich 100% (bezogen auf eingesetztes O₃) zu überschreiten, d. h. O₃ wirkt dann katalyt. Bei 310° z. B. beträgt die Oxydationsausbeute im Falle des Butans 2470%. Hervorzuheben ist eine Besonderheit der Rk.: Während bei 240° (bereits intensive Wrkg. des O₃) die Rk. nach Beendigung der O₃-Zugabe sich verlangsamt, behält sie bei Temp. um 300° ihre Intensität bei — auch nachdem die O₃-Zufuhr abgestellt ist. Ohne anfänglichen O₃-Zusatz kommt die Rk. aber bei diesen Temp. nicht in Gang. Dieser Effekt wird bei Propan nicht beobachtet; mit der Beendigung der O₃-Zufuhr sinkt die Intensität der Rk. ab. Die katalyt. Wrkg. des O₃ setzt bei Propan bei niedrigeren Temp. ein als bei Butan (bei Methan bei noch niedrigeren Temp.). — Neben den sauerstoffhaltigen Verbb. entstehen in großer Menge ungesätt. KW-stoffe: so wurden bei einem Vers. mit 8 l/h Propan, 13 l/h O₂ u. 60 ccm/h O₃ in 1 Stde. bei 330° fast 2 l ungesätt. KW-stoffe erhalten. — Vff. nehmen an, daß das O₃ bei der Oxydation der KW-stoffe ähnlich wie bei der Autoxydation der Aldehyde u. Sulfite durch Auslg. von Rk.-Ketten wirkt; im Falle der KW-stoffe zeigt sich die katalyt. Wrkg. erst bei Temp., bei denen die KW-stoffe einer langsamen Oxydation unterliegen. Vff. stellen sich den Rk.-Ablauf so vor, daß zunächst der KW-stoff mit O₃ reagiert, wobei sich ein Radikal bildet; der weitere Rk.-Ablauf soll dann gemäß den Anschauungen von NORRISH (vorst. Ref.) erfolgen. (Helv. chim. Acta 18. 973—81. 1/7. 1935. Genf. Univ. Labor. f. techn. Chem.)

LORENZ.

E. Briner und A. Gelbert, *Untersuchungen über die Rolle des Ozons als Oxydationskatalysator*. IX. *Die Ozonisation von Anisaldehyd, Vanillin und Heliotropin*. (VIII. vgl. vorst. Ref.) Ozon reißt bei der Oxydation den Sauerstoff, in dem es gel. ist, mit. Zur quantitativen Abschätzung der Teilnahme des durch O₃ angeregten Sauerstoffs wird der in Rk. getretene Sauerstoff, bezogen auf das verbrauchte Gewicht an Ozon = 100, ermittelt (Oxydationsausbeute). Überschreitet die Menge des fixierten Sauerstoffs 100, so hat eine katalysierende Wrkg. des Ozons stattgehabt. Zur Feststellung einer infolge Autoxydation in Abzug zu bringenden Sauerstoffmenge wiederholen Vff. ihre Verss. in Abwesenheit von O₃. Frühere Arbeiten (C. 1932. II. 3827) hatten gezeigt, daß bei Ersatz von Sauerstoff durch Stickstoff die Oxydationsausbeute auf 33% zurückging, d. h. das Ozon oxydierte direkt. Vff. untersuchen die Einw. von O₃/O₂-Gemischen auf Lsgg. von Anisaldehyd, Vanillin, Äthyl- u. Methylvanillin n. Heliotropin in CCl₄, dessen Veränderung durch O₃ zu vernachlässigen ist. Es wurden jeweils 2 verschiedene Konz.

an O₃ angewandt; die Oxydationsausbeuten lagen bei Vanillin u. seinen Derivv. unter 100% (30—86), bei Anisaldehyd betragen sie 210 u. 240% (4 bzw. 2,4% O₃) u. bei Heliotropin 63 u. 204% (3,6 bzw. 2% O₃). (Helv. chim. Acta 18. 1239—42. 1/10. 1935. Genf, Lab. f. techn., theoret. u. Elektrochem. d. Univ.) WEIBKE.

G. B. Heisig und John L. Wilson, *Die Wirkung von Brom auf Butadien*. Die Wrkg. von Br₂-Dampf auf Butadien (C₄H₆) wird bei gleichgroßen Partialdrucken (2—30 mm α-Bromnaphthalin) in reinen oder mit Paraffin ausgekleideten oder mit Glasperlen gefüllten Glasgefäßen von verschiedener Größe (53, 275, 512 ccm) bei 25° manometr. untersucht. Geschwindigkeitskonstanten werden aus dem anfänglichen Partialdruck a jedes Rk.-Partners, aus der Druckabnahme x in der Zeit t (Min.) nach der Beziehung $k = x/at(a - x)$ unter der Annahme berechnet, daß die Rk. bimolekular verläuft u. die Rk.-Teilnehmer nur schwach adsorbiert werden. Wie in einer früheren (C. 1933. I. 3304) Unters. ergibt sich als Rk.-Prod. 1,4-Dibrombuten:



Der Dampfdruck des Rk.-Prod. wird zu 12,7 mm α-Bromnaphthalin angenommen (D. 1,488). Abgesehen von einer Vers.-Reihe werden nur diejenigen Meßdaten zur Berechnung von k verwendet, die sich nach der Sättigung der Gase mit dem Rk.-Prod. ergeben. Die Rk.-Geschwindigkeit nimmt so lange zu, bis der Dampfdruck des Prod. erreicht u. die Gefäßwand mit einer unimolekularen Schicht des Prod. bedeckt ist; dann wird k konstant derart, daß sich für alle benutzten Gefäße ohne u. mit Paraffinüberzug für das Prod. $k \cdot d$ (d = Gefäßdurchmesser) stets derselbe Wert ergibt. Hiernach muß die Rk. mehr an der Adsorptionsschicht des Rk.-Prod. als an der Gefäßwand selbst verlaufen. Hierfür sprechen auch die in den Gefäßen mit Paraffinüberzug der Wand gefundenen kleinen k -Werte; in diesen Gefäßen wird offenbar eine zur Bedeckung der Gefäßwand unzureichende Menge des Rk.-Prod. gebildet. Auch die in den mit Glasperlen ausgefüllten Gefäßen erhaltenen großen k -Werte sind ein Beleg dafür, daß die Rk. an jener Schicht vor sich geht. Ähnliches dürfte auch für die Vers. von NORRISH (C. 1926. I. 1367) gelten. (J. Amer. chem. Soc. 57. 859—63. 8/5. 1935. Minneapolis, School of Chem.) ZEISE.

Cecil W. Davies, *Die Reaktion von Malonsäuren mit metallischen Basen*. Es wird gezeigt, daß man die Leitfähigkeitsmessungen an wss. Kupfermalonatlgg. auf die Dissoziationsrk. $\text{CuM} \rightleftharpoons \text{Cu}'' + \text{M}''$ u. $\text{CuM}_2'' \rightleftharpoons \text{CuM} + \text{M}''$ ($K = 2,5 \cdot 10^{-6}$ bzw. $2,8 \cdot 10^{-3}$) zurückführen kann, ohne daß man mit dem Vorhandensein wesentlicher Mengen Cu(OH)₂ oder bas. Salze zu rechnen braucht. Bei den sauren Kupfermalonatlgg. gilt dies mit geringerer Genauigkeit. Es wird berechnet: $K = [\text{Cu}'][\text{OH}']/[\text{CuOH}] = 3 \cdot 10^{-9}$. Dagegen zeigt sich bei der potentiometr. Umsetzung von CuSO₄ mit Natriumdiäthyl- oder -dipropylmalonat, daß hier infolge beträchtlicher Hydrolyse die Leitfähigkeitsmessungen nicht so leicht zu deuten sind. (J. chem. Soc. London 1935. 910—12. Battersea Polytechnic.) ELSTNER.

Dalziel Ll. Hammick und Godfrey Sixsmith, *Komplexbildung zwischen Polynitroverbindungen und aromatischen Kohlenwasserstoffen*. I. Endliche Reaktionsgeschwindigkeiten. In methylalkoh. Lsg. wird aus 2 Molekülen Methyl-4:6:4':6'-tetranitrodiphenyl u. 1 Molekül Inden eine feste Verb. erhalten, die in CCl₄-Lsg. nicht mit Br reagiert. Es war daher möglich, bei 38° in CCl₄ die Geschwindigkeit der Bldg. aus den Komponenten u. der Zers. durch Best. des freien Indens aus seinem Br₂-Verbrauch zu untersuchen, Vff. berechnen die Konstanten des sich einstellenden Gleichgewichtes auf Grund der Annahme, daß in der Lsg. das gebundene Inden hauptsächlich in Form einer binären Verb. mit dem Nitroester vorliegt. (J. chem. Soc. London 1935. 580—84. Oxford, The Dyson Perrins Laboratory.) ELSTNER.

Marjan Puchalik, *Dipolmoment und chemische Struktur*. Die durch Substitution in Moll. mit symm. Kernen (wie in isocycl. Verbb.) hervorgerufene momentenerregende Asymmetrie nennt Vf. Substitutionsasymmetrie. So sind C₆H₄R (R = Cl, Br, J, NO₂, NH₂), sowie α- u. β-Naphthol polar. Bei heterocycl. Verbb., wie Thiophen u. Pyridin, ist das vorhandene Dipolmoment auf eine Kernasymmetrie zurückzuführen. Das vom Vf. am Tetralinmolekül gefundene hohe Dipolmoment mit $1,66 \times 10^{-18}$ (C. 1935. I. 3914) führt er auf die asymm. Verteilung der an den Naphthalinring angehängten H-Atome zurück, die eine asymm. Lage der Doppelbindungen nach sich ziehen soll. Vf. vergleicht das von ihm gemessene polare 1,4-Dihydronaphthalin (C. 1935.

II. 3370) mit dem von NAKATA (C. 1931. II. 2701) als unpolar gefundenen 1,4-Dichlor-naphthalin. Aus diesen Werten wird gefolgert, daß die asymm. Lage der Doppelbindungen in isocycl. Kernen mit der Entstehung eines Dipolmomentes in enger Beziehung zu stehen scheint. — Zur Unterstützung dieser Annahme werden *Cyclopenten* (I) u. *Cyclohexen* (II) in C_6H_{12} , sowie in CCl_4 bei 25° gemessen. Lsgg. von I in Bzl. sind in folge Wechselwrgk. der Moll. ungeeignet. — Werte für I in C_6H_{12} bzw. CCl_4 : 0,97 bzw. 0,92, für II 0,75 bzw. $0,63 \times 10^{-18}$ cl. stat. E. (Fehler ca. 10%). Durch Vergleich der Momente der kernasymm. Moll. des Pyridins (2,25) u. Isochinolins (2,54) einerseits mit den durch asymm. Lage der Doppelbindungen polaren Verb. II (0,75) u. 1,2-Dihydronaphthalin (1,4) zeigt, daß der Anbau des symm. Kernes des unpolaren Bzl. an den asymm. Kern einer polaren Mol. eine Vergrößerung des Dipolmomentes bewirkt. (Acta phys. polon. 4. 145—50. 1935. Lemberg, Univ., Inst. f. Experimental-G. P. WOLF.)

E. G. Cowley und J. R. Partington, *Die Dipolmomente von Athyl- und Isoamylborat und Triphenylphosphat*. Vorläufige Notiz. OTTO fand die Dipolmomente von n-Butylborat u. n-Amylborat (C. 1935. II. 3495) zu 0,77 u. 0,79 in Bzl. bei 25°. Vff. fanden im Rahmen der Best. der Dipolmomente von Estern anorgan. Säuren für Athyl- (I) u. Isoamylborat (II) 0,75 bzw. 0,81 bei 20°. Für Triphenylphosphat (III) wurde 2,79 gefunden. I u. II wurden mehrmals fraktioniert; III wurde zweimal aus PAe. umkrystallisiert. (Nature, London 136. 643. 19/10. 1935. London, Univ.) G. P. Wo.

H. I. Waterman und J. J. Leendertse, *Die spezifische Refraktion als Voraussage der Zusammensetzung gesättigter synthetischer Kohlenwasserstoffgemische*. (Vgl. C. 1935. II. 36. 361.) Bei gesätt. Polymerisationsprodd. aus Penten-(2), Methyläthyläthylen, Isobutylen u. Tetrahydronaphthalin stimmen die gefundenen Analysenwerte mit den nach Vlugter, Waterman u. van Westen (C. 1932. II. 481. 1933. I. 165) aus der spezif. Refraktion berechneten gut überein. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 54 ([4] 16). 725—27. 15/10. 1935. Delft, Univ.) OSTERTAG.

H. v. Euler, K. M. Brandt und G. Neumüller, *Zur Kenntnis der Fluorescenz von Pyrimidin-, Purin- und Pyrimidazinderivaten*. Vff. geben pH -Fluorescenzkurven der folgenden Verb. wieder: Alloxazin, 6,7-Dimethoxyalloxazin, 3-Methyl-4,5-diamino-2,6-dioxypyrimidin, Diisobarbitursäure, Di-uracilpyridazin, Diphenylmethylpyrimidin, Phenanthramethylpyrimidazin, Dioxindol, Acridin. (Biochem. Z. 281. 206—14. 21/10. 1935.) BREDERECK.

Victor Henri und C. H. Cartwright, *Absorptionsspektrum des Benzols bei hoher Temperatur*. Benzoldampf wird bei einem Druck von 3 mm Hg bei 20° in 3 Absorptionröhren von 25, 96 u. 396 mm Länge, die untereinander verbunden waren, eingeschmolzen. Die Absorption wurde im Gebiet von 36500—44500 cm^{-1} bei Temp. von 20, 170, 240, 330, 360, 420 u. 460° mit einem Hilgerspektrographen E —383 studiert. Als Lichtquelle diente ein Wasserstoffrohr. Das untersuchte Gebiet enthält die Hauptbanden von A bis H. Folgende Beobachtungen wurden gemacht: 1. Mit Erhöhung der Temp. verschwindet sukzessive die Feinstruktur der hochfrequenten Banden H, G, F u. E u. zwar pro 100° Temp.-Steigerung etwa gerade bei einer Bande. 2. Die allgemeine Absorption nimmt mit steigender Temp. beträchtlich zu (Expositionszeit von ca. 7 Stdn. bei 460° gegen 15 Minuten bei 20°). 3. Das Spektrum des einfachen Benzoldampfes konnte nach Erhitzung auf 460° u. stundenlanger Bestrahlung wieder erhalten werden. Aus diesen Ergebnissen lassen sich folgende Schlüsse ziehen: Die Erscheinung einer starken Prädissoziation u. einer allgemeinen Absorption von der Temp. 170° an beweist, ebenso wie die Tatsache des therm. Zerfalles bei 600°, daß es sich um ein Schwingungsphänomen handelt, das einer Energie kleiner als 500 cm^{-1} entspricht. Diese Schwingung dürfte im n. Mol. fundamental u. anharmon. sein, noch anharmonischer in angeregtem Mol. Aus der Tatsache, daß weder die KOHLRAUSCHSche Annahme von 16 ramanakt. Frequenzen, noch die von WOOD u. COLLINS ermittelten 20 Ramanfrequenzen eine mögliche Erklärung für den Verlauf der spezif. Wärme ergeben, beweist, daß nicht die gesamten Ramanlinien Grundfrequenzen zugeordnet werden dürfen. Dagegen ist nach Meinung der Vff. die MANNEBACKSche Frequenzzuordnung in guter Übereinstimmung mit dem Verh. der spezif. Wärme. Die MANNEBACKSche Theorie allein erlaubt auch die Annahme von 2 Frequenzen unter 500 cm^{-1} . Eine dieser Frequenzen soll einer Faltung des Benzolkernes entsprechen u. könnte bei 600° eine therm. Dissoziation des Bzl. in 2 C_2H_3 -Reste hervorrufen. Diese Reste sollen sich bei tieferer Temp. wieder vereinigen, was mit der Feststellung der ganz

n. Benzolabsorption nach Erwärmung u. Bestrahlung vollständig in Einklang steht. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. **200**. 1532—35. 1935.) DADIEU.

Harumi Ōeda, *Acetonverbindungen einiger α -Oxysäuren und deren Raman-spektren*. Es wurden die Acetonverbb. der α -Oxypropionsäure u. der α -Oxyvaleriansäure u. *Phenylmilchsäure* (Strukturtypus I) durch Dehydratation mit H_2SO_4 bzw. $ZnCl_2$ hergestellt u. die Ramanspektren dieser Verbb. aufgenommen. Die $C=O$ -Frequenz ist in den Spektren dieser Verbb. gegenüber den Werten in Ketonen u. Säuren stark (auf ca. 1790 cm^{-1}) erhöht, eine ähnliche Erscheinung, wie sie auch bei den Anhydriden 2-basischer Carbonsäuren beobachtet wurde. Verschiedene charakterist. Frequenzen werden diskutiert u. zugeordnet. (Bull. chem. Soc. Japan **10**. 187—92. 1935. [Orig.: engl.] DADIEU.)

Taku Uemura und Yasuo Inamura, *Die Absorptionsspektren von gemischten Azoverbindungen und ihrer Isomeren*. Nach der Methode HARTLEY-BALY wurden die ultravioletten Absorptionsspektren einer Reihe „gemischter“ Azokörper ($Ar-N=N-R$) u. zwar Azobenzol, Phenylazomethan, -äthan, -propan, -butan, Phenylazophenylmethan, -Azotoluol u. ihrer Isomeren (Formaldehydphenylhydrazon, Acetaldehyd-, Butylaldehydphenylhydrazon, Butanon-, Benzaldehydphenylhydrazon, Benzolbenzylhydrazon, Diazoaminobenzol, Dimethyldiphenyltetrazon, Hydrazobenzol), Diphenylamin, Benzolazin u. Benzolanilin aufgenommen. An Hand einer Reihe von Absorptionskurven wird gezeigt, daß dem Azokomplex in Konjugation mit dem Benzolkern 2 charakterist. Absorptionsbanden zukommen. Die Lage der beiden Bandenzentren ist von der Länge des angehängten Alkylrestes unabhängig. Während der „Azotyp“ 2 Banden liefert, weist der „Hydrato“-Typ nur eine einzige auf. Das Spektrum des „Hydrato“-Typus ist von der Form der Alkylkette (normal oder verzweigt) unabhängig. Das Absorptionsvermögen des Azoradikals wird bei gemischten Azokörpern durch Einführung eines Phenyls in das vorhandene Alkyl herabgesetzt. Das Azoradikal geht langsam in den viel stabileren Hydrazontypus über. Der spektrochem. Einfluß des NH -Radikals wird studiert, er besteht in einer Verschiebung der Banden nach längeren Wellen. Auch das Absorptionsvermögen des Chromophors $-CH=N-$ wird gemessen. (Bull. chem. Soc. Japan **10**. 169—82. 1935. Lab. de Chimie mineral, Faculté des Arts et Metiers de Tokyo. [Orig.: franz.] DADIEU.)

Maurice Chaix, *Ultraviolette Absorptionsspektren einiger methylierter Thioniumaryle*. Die Chloride u. Nitrate einiger methylierter Thioniumaryle (Formel I) werden auf ihr ultraviolettes Absorptionsspektrum untersucht. Die Aufnahmen erfolgten meist in wss. Lsg. bei Konz. $\frac{1}{2000}$ -mol. im Gebiete von 2500—2900 Å. Die Spektren der Chloride u. Nitrate ein u. derselben Base sind nahezu ident. Die Einführung von 2 oder 3 CH_3 -Gruppen in p-Stellung zum S (Phenyl-p,p-ditolythionium) u. p,p,p'-Tritolythionium verursacht eine leichte Verschiebung der Banden (ca. 20 Å) gegen lange Wellen; bei Tri-(dimethyl-2,4-phenyl)-Thionium u. Tri-(dimethyl-3,4-phenyl)-Thionium beträgt die Verschiebung in derselben Richtung fast 80 Å. Änderungen der Konz. sowie des pH -Wertes der wss. Lsg. haben nur geringen Einfluß auf die Absorption. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. **200**. 1537—38. 1935.) DADIEU.

J. H. C. Merckel, *Über die Oberflächenspannung homologer Reihen*. Bei kleinen Konz. ist die Oberflächenspannung-/Konz.-Kurve linear; der \log des Tangens des Winkels dieser Geraden mit der negativen c -Achse ($\log \tan \alpha$) ist ein quantitatives Maß für die Capillarakt. Eigg. eines Stoffes. In homologen Reihen steigt dieser Wert linear mit der C -Atomzahl, wobei die Geraden verschiedener Reihen (Fettsäuren, Alkohole, Ester) parallel sind. Isomere haben dieselben Werte. — Bei höheren Konz. lassen sich die σ -Werte für die Fettsäuren in eine lineare Beziehung der Form K_n („capillarakt. Zahl“) $= a + [(n-1)n/2] \cdot V$ bringen. Aus der Diskussion dieser Beziehung folgt, daß die Konstante C der SZYBOWSKISCHEN Gleichung kein quantitatives Maß der Capillaraktivität sein kann, weil diese aus dem ganzen Konz.-Bereich ermittelt ist, während der Zusammenhang zwischen Oberflächenspannung u. Kettenlänge konzentrationsabhängig ist. — Die Beziehung zwischen $\log \tan \alpha$ u. den „capillarakt. Zahlen“ ist auch für Seifen (bis auf Palmitat u. Stearat) linear. (Kon. Akad. Wetensch. Amsterdam, Proc. **38**. 387—93. 1935. Amsterdam, Chem. Lab. d. Univ., Kolloidchem. Abt.) LECKE.

Conmar Robinson, *Die Diffusionskoeffizienten von Farbstofflösungen und ihre Deutung*. Bereits früher (C. 1932. I. 584) hatte Vf. darauf hingewiesen, daß die Be-

rechnung der Mol.-Größe von Farbstoffen aus Diffusionsmessungen nach der EINSTEIN'schen Formel nur dann zu richtigen Werten führt, wenn wie bei anderen kolloiden Elektrolyten die elektr. Kräfte nicht vernachlässigt werden, wie es von vielen Autoren getan worden ist. — Vf. mißt die Diffusionskoeff. von Farbstoffen (Kongorot, m-Benzopurpurin, Benzopurpurin 4 B, Bordeaux Extra, Kongorubin, gereinigt durch mehrfaches Aussalzen mit Na-Acetat unter CO₂-Ausschluß) in Elektrolytlsgg. (NaCl); wegen der starken Adsorption der Farbstoffe an der Glasfritte ließ sich die NORTHROP'sche Methode nicht verwenden, wohl aber die (leicht modifizierte) Mikromethode von FUERTH, ULLMANN u. NISTLER. Je weniger Fremdelektrolyte der Farbstoff enthält, desto größer ist der Diffusionskoeff.; ein unterer Wert läßt sich aus Leitfähigkeitsmessungen berechnen. — Ggw. von Elektrolyten beeinflusst den Molekularzustand mancher Farbstoffe; wenn der Diffusionskoeff. sich jedoch in einem gewissen Bereich von Elektrolytkonz. nicht ändert (z. B. bei m-Benzopurpurin in 0,05—0,25-n. NaCl), kann man aus diesen konstanten Werten Rückschlüsse auf den Zustand in reinen Lsgg. ziehen. Höhere Konz. an NaCl führten teils zu Störungen der Diffusion durch Konvektionsströme (m-Benzopurpurin), teils zu Koagulation (Benzopurpurin 4 B). Aus den Diffusionskoeff. lassen sich die Partikelgrößen berechnen; für m-Benzopurpurin errechnet man z. B. ca. 17 Moll. pro Teilchen, während Bordeaux Extra monomolekular ist, was mit osmot. Verss., aber nicht ganz mit Messungen der Beweglichkeit übereinstimmt. Für die Abweichungen von den Ergebnissen der letzteren Verss. dürften vielleicht die interion. Kräfte zwischen den hochgeladenen Anionen u. auch deren Unsymmetrie verantwortlich zu machen sein. (Proc. Roy. Soc., London. Ser. A. 148. 681—95. 1935. London, The Sir William Ramsay Laboratories of Inorganic and Physical Chemistry, Univ. College, u. Imperial Chemical Ind., Ltd.) LECKE.

Aleksander Zmacyński, *Ebulliometrische und tonometrische Untersuchungen an reinen organischen Flüssigkeiten*. II. (I. vgl. C. 1933. II. 515.) Die Kpp. von W. u. Bzl. werden im Druckbereich 290—2250 mm Hg neu bestimmt, ebenso die Kondensationstemp. von Bzl.-Dampf. Die Ergebnisse werden nach den Gleichungen von YOUNG, von SMITH u. MENZIES u. von REGNAULT ausgewertet; für die vom Vf. benutzte Gleichung $t_{Bzl.} = A + B t_{H_2O} + C t_{H_2O}^2$ ergeben sich folgende Konstanten: $A = -27,0347$, $B = 0,98493$, $C = 0,0008652$. Die hiermit berechneten Kpp. werden tabellar. für Kpp. des W. in Abständen von 5° gegeben. Aus einer weiteren Tabelle der Koeff. $(d t/d p)_{Bzl.}$: $(d t/d p)_{H_2O}$ lassen sich, sobald die Werte für W. genügend genau bekannt sind, die absol. Werte für $d t/d p$ u. $d p/d t$ des Bzl. ermitteln; für den Temp.-Bereich 97—102° wird die Berechnung von $(d t/d p)_{Bzl.}$ durchgeführt. (Roczniki Chem. 14. 691—701. 1934. Warschau, Techn. Hochsch., Inst. f. physikal. Chem.) R. K. MÜLLER.

M. Łaźniewski, *Die Bestimmung der Konstanten der Siedepunkterhöhung von Äthylalkohol, Isobutylalkohol, Benzol und Chloroform*. (Vgl. C. 1932. II. 987.) Die Neubest. der ebullioskop. Konstanten mit Diphenylamin u. Azobenzol (A., Isobutylalkohol) bzw. Benzil u. Anthracen (Bzl., Chlf.) als gel. Stoffen führt zu folgenden Werten: A. 11,60, Isobutylalkohol 21,66, Bzl. 26,42, Chlf. 38,02. (Roczniki Chem. 14. 560—69. 1934. Warschau, Univ., Inst. f. physikal. Chemie.) R. K. MÜLLER.

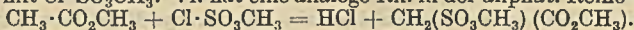
D., Präparative organische Chemie. Naturstoffe.

James P. Danehy, Richard R. Vogt und J. A. Nieuwland, *Die Reaktion von Äthylenoxyd mit acetylenischen Grignardreagenzien*. Es wird über die bei dieser Rk. (vgl. C. 1935. I. 2666) erhaltenen Prodd. quantitativ berichtet. — Zwei Moll. (192 g) Heptyn-1 werden in das GRIGNARD-Reagens übergeführt, mit einem geringen Überschuß Äthylenoxyd (90 g) behandelt u. hydrolysiert. Bei fraktionierter Dest. unter vermindertem Druck werden 65 g Heptyn-1, 95 g Äthylendibromhydrin u. 60 g 3-Nonyn-1-ol erhalten. Analog reagieren die GRIGNARD-Verbb. von Hexyn-1 u. Phenylacetylen mit Äthylenoxyd. (J. Amer. chem. Soc. 57. 2327. Nov. 1935. Notre Dame, Indiana. Univ.) BUSCH.

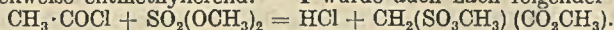
W. S. Batalin und P. G. Ugrjumow, *Die Gewinnung des Pseudobutylenchlorhydrins*. (Vgl. C. 1935. II. 2459.) Ein Vergleich der Gewinnungsmethoden von Pseudobutylenchlorhydrin aus dem bei der Kautschuksynthese von LEBEDEV abfallenden Pseudobutylem mit dem Verf. von MC ELROY (A. P. 1253616), Ausbeute 60—65%, ergab die Brauchbarkeit des letzteren. (Chem. J. Ser. A. J. allg. Chem. [russ.: Chimičeskij Šurnal. Sser. A. Šurnal obsčtschei Chimii] 4 (66). 871—74. 1934.) BERSIN.

Robert Levaillant, *Einwirkung von Chlorsulfonsäuremethylester auf Essigsäuremethylester; Einwirkung von Dimethylsulfat auf Acetylchlorid*. Nach FREREJACQUE

(C. 1931. I. 264) bilden sich Arylsulfonsäuremethylester durch Erhitzen von aromat. KW-stoffen mit $\text{Cl}\cdot\text{SO}_2\text{CH}_3$. Vf. hat eine analoge Rk. in der aliph. Reihe verwirklicht:



1 g.-Mol. $\text{Cl}\cdot\text{SO}_2\text{CH}_3$ auf 140—160° erhitzt, Spur ZnCl_2 zugefügt, innerhalb 2—3 Std. etwas über 1 g.-Mol. $\text{CH}_3\cdot\text{CO}_2\text{CH}_3$ eingetragen, nach Erkalten mit Eis-W. geschüttelt, untere Schicht mit absol. Ä. verd., über CaCl_2 getrocknet u. dest. Fraktion 155—165° (21 mm) war roher *Sulfoessigsäuremethylester* (I). Ausbeute 25—30%. Der gebildete HCl wirkt teilweise entmethylierend. — I wurde auch nach folgender Rk. erhalten:



1 g.-Mol. $(\text{CH}_3)_2\text{SO}_4$ u. Spur ZnCl_2 auf 140—150° erhitzt, etwas über 1 g.-Mol. $\text{CH}_3\cdot\text{COCl}$ eingetragen usw. wie oben. Ausbeute 20—25%. — Reiner I, $\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_5\text{S}$, ist eine farblose u. fast geruchlose Fl., Kp_{21-22} 157°, D_4^{20} 1,3935, D_4^{20} 1,370, $n_D^{21} = 1,439$. Wird durch h. NaOH leicht verseift. — Obige Rkk. werden sich wahrscheinlich sowohl auf die Methylester u. Chloride der homologen Fettsäuren, als auch auf andere wärmebeständige Chlorsulfonsäure- u. Schwefelsäureester ausdehnen lassen. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 200. 1053—55. 1935.)

LINDENBAUM.

W. J. Jones, D. P. Evans, T. Gulwell und D. C. Griffiths, *Einige physikalische Eigenschaften der Alkylverbindungen des Quecksilbers, Zinns und Bleis*. Entsprechend den früheren Unters. an Verb. des P, As, Sb u. Bi (vgl. C. 1932. II. 3544 u. früher) untersuchen Vff. die Abstufungen der physikal. Eigg. in der Reihe der Alkylverb. des Hg, Sn u. Pb. Eine Reihe von Verb. jeder Serie wurde neu dargestellt u. durch Derivv. charakterisiert. Es wurde festgestellt, daß die Atomrefraktionen — für die D-Linie — für Hg, Sn u. Pb bei Verknüpfung mit primären Alkylgruppen 12,84 bzw. 13,87 u. 18,33 sind. Bei Ggw. von sek. u. tert. Alkylgruppen tritt opt. Exaltation auf. Die Bldgs.-Wärmen der Hg- u. Sn-Verb. steigt mit steigender Kettenlänge der Alkylgruppen, doch differieren die Bildungswärmen der Verb. mit sek. Alkylgruppen beträchtlich von den entsprechenden Verb. mit primären Alkylgruppen.

Versuche. Hg-Dialkyle. *Di-n-amyliquecksilber*, $\text{C}_{10}\text{H}_{22}\text{Hg}$, neben n-Decan aus HgBr_2 u. n-Amyl-MgBr, $Kp_{0,5}$ 106°; mit J_2 entstand *n-Amylquecksilberjodid*, $\text{C}_8\text{H}_{17}\text{JHg}$. — *n-Amylquecksilberthiocyanat*, $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{NSHg}$, aus n-Amyl-HgOH mit NH_4SCN in A., F. 108°. — *Di-d,l-amyliquecksilber*, aus d,l-Amyl-MgBr u. HgBr_2 , Kp_1 93°, als Nebenprod. entstand d,l-Amyl-HgBr, $\text{C}_5\text{H}_{11}\text{HgBr}$, Platten aus A., F. 119°; mit J_2 *d,l-Amylquecksilberjodid*, Platten aus A., F. 128°; *d,l-Amylquecksilbersulfat*, $\text{C}_{10}\text{H}_{22}\text{O}_4\text{SHg}_2$, aus d,l-Amyl-HgOH u. verd. H_2SO_4 , Platten aus W., F. 180° (Zers.) — *Di-n-hexyliquecksilber*, $\text{C}_{12}\text{H}_{26}\text{Hg}$, neben n-Hexyl-HgBr u. n-Dodecan aus n-Hexyl-MgBr u. HgBr_2 , $Kp_{0,5}$ 110—112°. — *Di-n-butyliquecksilber*, aus n-Butyl-HgBr u. N-n-propoxyd in n-Propanol, Kp_{10} 105°; mit J_2 : *n-Butylquecksilberjodid*, aus A. F. 116°. — Hg wurde in den Hg-Alkyljodiden in folgender Weise bestimmt: 0,3 g des Jodids wurden mit einem Gemisch von 20 cem rauchender H_2SO_4 u. 10 cem rauchender HNO_3 u. darauf tropfenweise mit 20 cem W. versetzt. Nach Zugeben von festem Na_2CO_3 u. 50 cem W. fiel HgJ_2 aus, das mit verd. KJ-Lsg. in Lsg. gebracht wurde. Nach Neutralisation mit verd. H_2SO_4 u. Kochen der Lsg. wurde mit $(\text{NH}_4)_2\text{S}$ als HgS gefällt. — Sn-Tetraalkyle. — *Tetra-n-butyzzinn*, $\text{C}_{18}\text{H}_{36}\text{Sn}$, aus wasserfreiem SnCl_4 (in Bzl.) u. n-Butyl-MgBr (in A.), Kp_{10} 145°; als Nebenprod. n-Octan, Kp_{10} 18°; mit Br_2 *Tri-n-butyzzinnbromid*, $\text{C}_{12}\text{H}_{24}\text{Br}_2\text{Sn}$, Kp_{12} 163°; *Tri-n-butyzzinnjodid*, mit J_2 in CCl_4 , Kp_{10} 172°. — In analoger Weise wurden weitere Stannane (s. unten) u. aus diesen folgende Derivv. dargestellt: *Tetra-β-phenyläthylzinn*, $\text{C}_{32}\text{H}_{36}\text{Sn}$, $Kp.$ 288°; *Tri-n-amyzzinnbromid*, $\text{C}_{18}\text{H}_{33}\text{Br}_2\text{Sn}$, Kp_{13} 189°; *Tri-n-amyzzinnjodid*, $\text{C}_{16}\text{H}_{33}\text{J}_2\text{Sn}$, Kp_{15} 198°; *Di-n-propylzinnbromid*, $\text{C}_6\text{H}_{14}\text{Br}_2\text{Sn}$, aus CCl_4 F. 53°. — Durch Umsetzung von Trialkylzinnbromiden mit Grignardverb. wurden mehrere neue gemischte Alkylzinnverb. (s. unten) dargestellt. — Pb-Tetraalkyle. — Eine Tri- u. Tetra-n-butylblei-haltige äth. Lsg. wurde erhalten durch Kochen von PbCl_4 mit überschüssigem n-Butyl-Grignardreagens, Zers. der Lsg. mit W. u. Sättigen der getrockneten äth. Lsg. bei —10° mit Cl_2 ; aus der Lsg. schied sich *Di-n-butylbleidichlorid*, $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{Cl}_2\text{Pb}$, hellgelbe, glänzende Platten aus A., Zers. 108°, aus. — *Di-n-butylbleidibromid*, $\text{C}_8\text{H}_{18}\text{Br}_2\text{Pb}$, aus vorigem mit überschüssigem Ag_2O u. verd. HBr, hellgelbe Nadeln aus A., Sintern u. Weißfärbung bei 110°. — Mit Alkylgrignardverb. wurden aus vorigem nach GRÜTTNER u. KRAUSE (Ber. dtsh. chem. Ges. 49 [1916]. 1546) Pb-Tetraalkylverb. (s. unten) dargestellt. — *Di-n-amybleidichlorid*, $\text{C}_{10}\text{H}_{22}\text{Cl}_2\text{Pb}$, analog der Butylverb., glänzende Platten aus A., Zers. 123—125° (Gelbfärbung); mit h. Lösungsm. Zers. unter Bldg. von PbCl_2 . — *Di-n-amybleidibromid*, $\text{C}_{10}\text{H}_{22}\text{Br}_2\text{Pb}$,

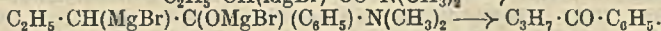
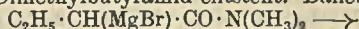
entsprechend dem Dichlorid durch Zugeben von Br₂ zu der äth. Lsg. von Tri- u. Tetra-n-amyblei bei -10°, glänzende, hellgelbe Platten aus A., Sintern bei 89°; bei langem Stehen u. mit h. Lösungsm. partielle Zers. — Verss. zur Darst. von Di-n-amybleidijodid lieferten nur ein instabiles Jodid, das sich leicht unter Bldg. von J₂ u. PbJ₂ zers. — *Di-n-amybleisulfat*, C₁₀H₂₂O₄SPb, aus Di-n-amybleidihydroxyd mit H₂SO₄, unl. Pulver, sintert bei 177°. — Aus Di-n-amybleidichlorid wurden mit Alkylgrignard-verb. eine Reihe von Pb-Tetraalkylverb. (s. unten) dargestellt; *Di-n-amyldi-n-hexyblei*, C₃₂H₄₈Pb, Kp._{0,5} 180°, $d^{20}_4 = 1,153$. — *Di-d,l-amybleidichlorid*, C₁₀H₂₂Cl₂Pb, analog der entsprechenden n-Butylverb., hellgelbe Platten aus A., teilweises Schmelzen bei 67°, leichte Zers. zu PbCl₂. — Dimethyldi-n-amyblei reagiert mit konz. HCl bei 35° kaum, auf Zusatz von wenig Silicagel jedoch erfolgt Rk. unter Bldg. von PbCl₂, Di-n-amybleidichlorid u. *Methyldi-n-amybleichlorid*, C₁₁H₂₂ClPb, Nadeln, Sintern bei 121—122° unter Gelbfärbung (Zers.). — Nach CALINGAERT (vgl. Chem. Reviews 2 [1926]. 50) liefert Tetraalkylblei mit konz. HNO₃ Pb-Nitrat, während nach POLIS (Ber. dtsh. chem. Ges. 20 [1887], 716. 3331) Tetraaryl-Pb-Verb. mit HNO₃ Verb. der Zus. Ar₂Pb(NO₃)₂ · x H₂O geben. Vff. fanden, daß Tetraalkyl-Pb-Verb. (Alkyl größer als C₂H₅) mit k. konz. HNO₃ unter Bldg. von Dialkylbleidinitrat reagieren; durch wenig Silicagel oder A. wird die Rk. beschleunigt. *Di-n-butylbleidinitrat*, aus A.-A. Prismen des *Dihydrats*, Sintern bei 116—117°; über P₂O₅ das *wasserfreie Salz*, Pulver, bei 123,5° Schmelzen zu einer milchigen Fl. *Di-n-amybleidinitrat*, aus A.-A. hexagonale Platten des *Dihydrats*, Sintern bei 96—98°; über P₂O₅ das *wasserfreie Salz*. Die beiden Nitrate wurden auch aus den entsprechenden Dialkylbleidihydroxyden mit HNO₃ erhalten. Als einzigstes Prod. aus Tetraäthylblei u. HNO₃ wurde Pb-Nitrat isoliert. Mit gemischten Bleitetraalkylen (R₂PbR₂') lieferte konz. HNO₃ Dialkylbleidinitrate, so entstand Di-n-amybleidinitrat aus Dimethyldi-n-amyblei u. Di-n-butylbleidinitrat aus Dimethyldi-n-butylblei; Diäthyl-di-n-butylblei gab Di-n-butylbleidinitrat neben wenig Pb-Nitrat u. einem nicht zu identifizierenden Organo-Pb-Nitrat. Alle anderen Di-n-butyl-dialkylbleiverb. lieferten mit HNO₃ Gemische, die nicht getrennt werden konnten. In den Bleitetraalkylen u. ihren Br-Derivv. wurde Pb als Pb-Bromid bestimmt durch Zugeben von 10%_{ig} überschüssiger Br₂-Lsg. in CCl₄ zu der Verb. in CCl₄, Eindampfen bis fast zur Trockne, Kochen mit wenig A., Abkühlen in Eis u. Waschen des Pb-Bromids. In den Chloriden, Nitraten u. Sulfaten werden Pb als PbSO₄ bestimmt durch Erhitzen der Verb. mit konz. H₂SO₄-rauchender HNO₃, dann Abdampfen der HNO₃, Verdünnen mit H₂O u. Fällen mit A. — C d - D i a l k y l e. Die Verb. wurden nicht absolut rein erhalten, da selbst unter N₂ leicht Zers. unter Abscheidung von metall. Cd erfolgt; Cd wurde als Sulfid bestimmt. *Di-n-amyldcadmium*, C₁₀H₂₂Cd, aus wasserfreiem CdCl₂ mit äth. n-Amyl-MgBr, Kp.₂ 105°, $d^{20}_4 = 1,190$; in analoger Weise *Di-d,l-amyldcadmium*, Kp.₂ 94°, $d^{20}_4 = 1,176$. — Vor Ausführung der Messungen wurden die Verb. durch Dest. im Vakuum gereinigt, nötigenfalls unter Luftausschluß; die Verb. des Hg, Sn u. Pb waren klare, farblose, stabile Fl. Für die einzelnen Verb. sind die gefundenen Konstanten in folgender Reihenfolge angegeben: Kp.₁₀, d^{20}_4 , n_D^{20} , Molvol. bei 20°, LORENZ-LORENTZ Mol.-Refr. [R_L]_D u. die entsprechenden Atomrefraktionen [r_L]_D (im Original auch die Werte für n_F^{20} , n_C^{20} , [R_L]_F, [$R_L]_C, [r_L]_F u. [r_L]_C). Hg-Dialkyle: *Dimethyl*, 0°, —, 74,8, 23,72, 12,28; *Diäthyl*, 48°, —, —, 104,9, 33,26, 12,59; *Di-n-propyl*, 73°, 2,0208, 1,5170, 141,9, 42,93, 13,02; *Diisopropyl*, 63°, 2,0024, 1,5263, 143,2, 43,98, 14,07; *Di-n-butyl*, 105°, 1,7779, 1,5057, 177,0, 52,57, 13,43; *Diisobutyl*, 86°, 1,7678, 1,4965, 178,1, 52,06, 12,91; *Di-sek.-butyl*, —, —, 178,5, 53,48, 14,34; *Di-tert.-butyl*, —, —, 180,0, 54,80, 15,65; *Di-n-amylyl*, 133°, 1,6369, 1,4998, 209,4, 61,57, 13,19; *Diisocamylyl*, 125°, 1,6397, 1,4989, 209,1, 61,37, 12,99; *Di-d,l-amylyl*, —, 1,6700, 1,5014, 205,4, 60,51, 12,13; *Di-tert.-amylyl*, —, —, 207,9, —, —; *Di-n-hexylyl*, 158°, 1,5361, 1,4973, 241,4, 70,67, 13,06. Sn-Tetraalkyle: *Tetraäthyl*, 73°, —, 195,9, 54,90, 13,56; *Tetra-n-propyl*, 112°, —, —, 262,9, 73,95, 14,13; *Tetra-n-butyl*, 145°, 1,0572, 1,4730, 328,2, 92,07, 13,78; *Tetra-n-amylyl*, 181°, 1,0206, 1,4720, 394,9, 110,64, 13,88; *Tetra-d,l-amylyl*, 174°, 1,0222, 1,4730, 394,3, 110,60, 13,84; *Tetra-n-hexylyl*, 209°, 0,9959, 1,4706, 461,1, 128,78, 13,55; *Tetra-n-heptylyl*, 239°, 0,9748, 1,4698, 528,5, 147,40, 13,70; *Tetra-n-octylyl*, 268°, 0,9605, 1,4691, 594,8, 165,66, 13,48; *Triäthyl-n-propyl*, 77°, —, —, 213,8, 59,95, 13,99; *Triäthyl-isobutyl*, 86°, —, —, 230,8, 64,76, 14,18; *Methyltri-n-propyl*, 93°, —, —, 230,5, —, —; *Triäthylisocamylyl*, —, —, 247,5, 69,27, 14,07; *Äthyltri-n-propyl*, 101°, —, —, 246,1, 69,30, 14,10; *Triäthyl-n-amylyl*, 102°, —, —, 246,0, 69,13, 13,93; *Methyltri-n-butyl*, 121°, 1,0898, 1,4735, 279,8, 78,61, 14,17; *Tri-n-propyl-n-butyl*, 121°, —, —, 279,6,$

—, —; *Athyltriisobutyl*, 115°, —, —, 295,9, 83,12, 14,06; *Athyltri-n-butyl*, 129°, 1,0783, 1,4732, 295,8, 82,97, 13,91; *n-Propyltri-n-amy*, 163°, 1,0368, 1,4732, 361,7, 101,51, 13,99. — *Sn-Bromide: Tri-n-butyl*, —, 1,3365, 1,5000, 276,7, 81,39, 13,81; *Tri-n-amy*, —, 1,2678, 1,4963, 324,9, 94,98, 13,54; *Diäthylisobutyl*, —, —, —, 207,7, 62,72, 13,61; *Diäthylidibromid*, —, —, —, —, 52,30, 13,90; *Tetrabromid*, —, —, —, —, 130,4, 48,60, 13,14. — *Pb-Tetraalkyle: Tetramethyl*, 6°, —, —, 134,0, 40,18, 17,31; *Tetraäthyl*, 78°, 1,6524, 1,5195, 195,7, 59,45, 18,10; *Tetra-n-propyl*, —, —, —, 260,0, 78,60, 18,78; *Tetraisopropyl*, —, —, —, 258,6, 79,87, 20,05; *Tetra-n-butyl*, —, —, —, 1,3233, 1,5119, 329,9, 97,11, 18,82; *Tetra-n-amy*, —, 1,2457, 1,4966, 394,6, 115,39, 18,63; *Tetra-d,l-amy*, —, 1,2346, 1,4957, 398,2, 116,25, 19,49; *Tetraisoamy*, —, —, —, 398,4, 116,13, 19,37; *Trimethyläthyl*, 27°, —, —, 149,5, 45,07, 17,58; *Trimethyl-n-propyl*, 39°, —, —, 167,2, 49,95, 17,84; *Methyltriäthyl*, 60°, —, —, 180,7, 54,70, 17,97; *Trimethyl-n-butyl*, 58°, —, —, 184,4, 54,63, 17,90; *Dimethyläthyl-n-propyl*, 56°, —, —, 182,4, 54,66, 17,93; *Dimethyl-di-n-propyl*, 72°, —, —, 198,8, 59,28, 17,94; *Methyläthyl-n-propyl*, 72°, —, —, 197,0, 59,34, 18,00; *Triäthyl-n-propyl*, 93°, —, —, 212,4, 64,19, 18,23; *Methyltri-n-propyl*, 100°, —, —, 230,6, 68,93, 18,35; *Dimethyl-di-n-butyl*, 108°, 1,5210, 1,5049, 231,0, 68,52, 17,94; *Diäthyl-di-n-propyl*, 99°, —, —, 229,3, 69,04, 18,46; *Athyltri-n-propyl*, 111°, —, —, 246,0, 73,77, 18,57; *Dimethyl-di-n-amy*, 135°, 1,4398, 1,5009, 263,5, 77,63, 17,82; *Diäthyl-di-n-butyl*, —, 1,4580, 1,5093, 260,3, 77,55, 17,93; *Diäthyl-di-n-amy*, —, 1,3856, 1,5038, 294,1, 87,05, 18,00; *Di-n-propyl-di-n-butyl*, —, 1,3842, 1,5062, 294,4, 87,49, 18,43; *Di-n-butyl-diisobutyl*, —, 1,3258, 1,5021, 328,5, 96,96, 18,67; *Di-n-propyl-di-n-amy*, —, 1,3238, 1,5019, 329,0, 97,07, 18,78; *Diisobutyl-di-n-amy*, —, 1,2860, 1,4994, 360,0, 105,91, 18,31; *Di-n-butyl-di-n-amy*, —, 1,2825, 1,4984, 361,4, 106,01, 18,49; *Di-n-butyl-diisoamy*, —, 1,2798, 1,4982, 362,0, 106,20, 18,68; *Di-n-butyl-di-d,l-amy*, —, 1,2779, 1,4993, 362,7, 106,56, 19,03; *Di-n-amyldi-d,l-amy*, —, 1,2421, 1,4923, 395,8, 114,88, 18,12; *Di-n-amyldiisoamy*, —, 1,2438, 1,4959, 395,2, 115,43, 18,67. — Die Kpp. obiger Verb. bei 10 mm Druck t_{10} lassen sich bei geradkettigen Verb. nach folgenden Gleichungen berechnen (M = Mol.-Gew.): für Hg-Verb., $t_{10} + 273,1 = 3,378 M^{0,8200}$; für Sn-Verb., $t_{10} + 273,1 = 22,566 M^{0,5000}$; für Pb-Verb., $t_{10} + 273,1 = 0,867 M^{1,037}$ im Falle der Methylverb. stimmt berechneter u. gefundener Kp. nicht überein. Die Werte für V_{20} , sowohl für n-, wie auch iso-Alkylverb., sind nach folgenden Gleichungen zu berechnen (C = Anzahl der C-Atome im Molekül): für Hg-Dialkyle, $V_{20} = 41,10 + 16,66 C$, für Sn-Tetraalkyle $V_{20} = 64,35 + 16,55 C$, für Trialkylbromstannane $V_{20} = 75,87 + 16,55 C$, für Pb-Tetraalkyle $V_{20} = 66,10 + 16,55 C$. Die Werte für $[r_L]$ wurden durch Einsetzen der von EISENLOHR (Z. physik. Chem. 75 [1910]. 585) für C, H u. Br angegebenen Werte berechnet. Es wurde gefunden, daß bei diesen Verb. der reziproke Wert des absol. Kp. eine lineare Funktion des Logarithmus des Druckes ist, d. h. es gilt für $(C_2H_5)_2Pb$ die Gleichung $t + 273,1 = 2960,0/(9,4262 - \log_{10} p)$, für $(n-C_3H_7)_2Sn$ $t + 273,1 = 3167,8/(9,2463 - \log_{10} p)$ u. für $(C_2H_5)_2Hg$ $t + 273,1 = 2344,7/(8,3071 - \log_{10} p)$. Durch Kombination dieser Gleichungen u. unter der Annahme, daß das Verhältnis der absol. Kpp. zweier verschiedener Alkyle eines Metalles unter einem bestimmten Druck gleich dem Verhältnis der Kpp. der beiden Verb. unter einem anderen Druck ist, ist es möglich, den angenäherten Kp. jeder Hg-, Pb oder Sn-n-Alkylverb. unter jedem Druck zu berechnen. Die annähernde Gleichheit der Koeff. von C in den Gleichungen für das Mol.-Vol. zeigt die Konstanz des Volumens der CH_2 -Gruppe in diesen Fl.; mit Hilfe dieser Gleichungen kann die D. berechnet werden. Bei den n-Alkylderiv. des Hg u. Pb steigt die Atomrefraktion mit steigendem Mol.-Gew. bis zum Butyl an, daß Inkrement sinkt jedoch bei weiterem Anstieg der Reihe. Die Atomrefraktion für Hg ist gewöhnlich die gleiche, wenn die Verb. primäre Isoalkylgruppen oder die entsprechenden n-Alkylgruppen enthält u. dieses gilt auch für die Atomrefraktion des Pb in den entsprechenden Verb.; bei Anwesenheit von sekundären Alkylgruppen tritt jedoch eine Exaltation auf, die bei tertiären Alkylgruppen noch mehr in Erscheinung tritt. Es werden schließlich Verbrennungs- u. Bildungswärmen einiger Verb. (in kg-cal/g.-Mol.) wiedergegeben u. zwar für $(CH_3)_2Hg$, 431, —36; $(C_2H_5)_2Hg$, 734, —13; $(n-C_3H_7)_2Hg$, 1036, +11, $(iso-C_3H_7)_2Hg$, 1050, —3; $(n-C_4H_9)_2Hg$, 1342, +31; $(iso-C_4H_9)_2Hg$, 1341, +32; $(iso-C_5H_{11})_2Hg$, 1653, +46; $(C_2H_5)_2Sn$, 1521, +59; $(n-C_3H_7)_2$, 2163, +69; $(n-C_4H_9)_2Sn$, 2773, +111; $(n-C_5H_{11})_2Sn$, 3384, +152. Die Differenz der Bildungswärmen von Iso- u. n-Propyl-Hg (sek. u. prim. Alkylgruppe) erinnert an die Differenz der Mol.-Refr. dieser Verb., während die Gleichheit der Bildungswärmen von Iso- u. n-Butyl-Hg (2 prim. Gruppen) der Gleichheit der Refraktionen der n- u.

der entsprechenden prim. Isoalkylverbb. parallel geht. (J. chem. Soc. London 1935. 39—47. Cardiff, University College. Tatem Laboratories.) SCHICKE.

S. Sabetay, Darstellung von Äthern der Oxyaldehyde durch Oxydation von α -Äthern des Glycerins mit Bleitetraacetat. (Vgl. C. 1933. II. 509.) Die bisher ziemlich schwer zugänglichen Aldehyde mit Ätherfunktion lassen sich leicht u. mit guter Ausbeute durch Oxydation von α -Äthern des Glycerins mit Pb-Tetraacetat in Bzl. darstellen. Die α -Äther des Glycerins erhält man durch Einw. von Alkyl- oder Aralkylhalogeniden auf das hauptsächlich aus dem α -Mononatriumderiv. bestehende Prod. der Einw. von NaOC₂H₅-Lsg. auf Glycerin. Beispiel: Benzyl-oxyacetaldehyd, C₆H₅·CH₂·O·CH₂·CHO. aus Glycerin- α -benzyläther (Kp.₂ 156—157°) u. Pb-Tetraacetat in wasserfreiem Bzl. bei gewöhnlicher Temp. Semicarbazon, F. 119°. (Bull. Soc. chim. France [5] 2. 1744—46. Okt. 1935. Paris, Inst. Catholique.) OSTERTAG.

Sou Phou Ti, Einwirkung von Phenylmagnesiumbromid auf N-Dimethyl- α -brombutyramid. (Vgl. C. 1931. II. 836 u. früher.) Genanntes Amid [Kp.₁₇ 123—124°; aus α -Brombutyrylbromid u. NH(CH₃)₂ in Ä. bei —10°] lieferte mit C₆H₅MgBr in Toluol reichlich N-Dimethylbutyramid (Kp. 162—165°), N-Dimethylcrotonamid (Kp. ca. 200°, unrein), eine Spur Propylphenylketon u. 3-Dimethylamino-4,4-diphenylbutanol-(4), C₂H₅·CH(N(CH₃)₂)·C(OH)(C₆H₅)₂. Letzteres entspricht dem l. c. erhaltenen tertiären Aminoalkohol u. war, über sein Perchlorat (F. 182°) gereinigt, weiß, F. 58°; Pikrat, F. 155°. Liefert mit CH₃·COCl in Chlf. das Hydrochlorid des O-Acetylderiv.; entsprechendes Pikrat, F. 138°. Wird durch 48%ig. HBr in NH(CH₃)₂ u. Äthylbenzhydrilketon gespalten. — Die Bldg. der 3 anderen Prodd. läßt sich wie folgt erklären: Ein Teil des bromierten Amids bildet mit Mg-Überschuß C₆H₅·CH(MgBr)·CO·N(CH₃)₂, durch dessen Hydrolyse das N-Dimethylbutyramid entsteht. Daneben tritt folgende Rk. ein:



Das N-Dimethylcrotonamid entsteht wohl aus dem bromierten Amid durch HBr-Abspaltung unter der Wrkg. von Mg(OH)₂ bei der Hydrolyse. (Bull. Soc. chim. France [5] 2. 1799—1800. Nov. 1935. Peiping, Frankochines. Univ.) LINDENBAUM.

Yoshiyuki Toyama und Tomotarô Tutiya, Linolsäuredithiocyanat und Linolensäuredithiocyanat. Das Linolsäuredithiocyanat der Konst. CH₃·(CH₂)₄·CH·CH·(CH₂)·CH(SCN)·CH(SCN)·(CH₂)₇·CO₂H wurde erhalten durch 24-std. Stehen von 10 g Linolsäure mit 500 ccm $\frac{1}{3}$ -n. Rhodan in Essigsäure. Seine Konst. ergab sich aus der Ozonolyse, die Capronsäure u. Thiocyanverbb. lieferte, die bei Eliminierung des Rhodanrestes ein Gemisch von Decendicarbonsäure C₁₂H₂₀O₄ u. dem zugehörigen Halbaldehyd C₁₂H₂₀O₃ ergaben. Weitere Oxydation des Gemischs mit KMnO₄ lieferte Azelainsäure. — Ebenso wurde dargestellt Linolensäuredithiocyanat, CH₃·CH₂·CH·CH·CH₂·CH(SCN)·CH(SCN)·(CH₂)₇·CO₂H, aus 10 g Linolensäure mit 1 l $\frac{1}{3}$ -n. Rhodan in Essigsäure. Seine Ozonolyse ergab als Hauptprod. Propionsäure, Propylaldehyd u. Thiocyanverbb., aus denen nach Rhodanabspaltung Tridecadiendicarbonsäure C₁₅H₂₄O₄ u. ihr Halbaldehyd C₁₅H₂₄O₃ gewonnen wurde. Oxydation dieses Gemischs mit KMnO₄ lieferte Azelainsäure neben anderen Prodd. (J. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 38. 35 B—36 B. 1935. [Nach engl. Ausz. ref.]) BEHRLE.

Yoshiyuki Toyama und Tomotarô Tutiya, Über die Produkte der partiellen Bromierung von Linol- und Linolensäure. (Vgl. vorst. Ref.). 12,13-Dibrom- $\Delta^{9,10}$ -octadecensäure, C₁₈H₃₂O₂Br₂ = CH₃·CH₂·CHBr·CHBr·CH₂·CH·CH·(CH₂)₇·CO₂H, aus Linolsäure mit etwa der halben theoret. Menge Brom (ca. 1 Mol Br auf 1 Mol Säure) in PAc. als Hauptprod. Ozonolyse ergab Azelainsäure u. Bromverbb., deren Entbromierung u. nachfolgende Red. zu Nonansäure führte. — 15,16-Dibrom- $\Delta^{9,10,12,13}$ -octadecadiensäure, C₁₈H₃₀O₂Br₂ = CH₃·CH₂·CHBr·CHBr·CH₂·CH·CH·CH₂·CH·CH·(CH₂)₇·CO₂H, als Hauptprod. bei der Behandlung von Linolensäure mit ca. 1 Mol Brom in Ä. Ozonolyse lieferte Azelainsäure, CO₂, Acetaldehyd u. Bromverbb., deren Debromierung Hexensäure ergab. — 12,13,15,16-Tetrabrom- $\Delta^{9,10}$ -octadecensäure, C₁₈H₃₀O₂Br₄ = CH₃·CH₂·CHBr·CHBr·CH₂·CHBr·CHBr·CH₂·CH·CH·(CH₂)₇·CO₂H, als Hauptprod. aus Linolensäure mit ca. 2 Mol Brom in Ä. Ozonolyse führte zu Azelainsäure u. Bromverbb., deren Entbromierung u. Red. Nonansäure ergab. (J. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 38. 36 B—38 B. 1935. Tokyo Imp. Ind. Res. Inst. [Nach engl. Ausz. ref.]) BEHRLE.

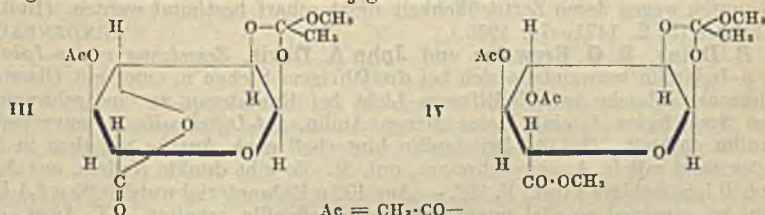
J. M. van der Zanden, β , β -Disulfo-glutarsäure. Durch Einw. von Sulfit auf Glutinsäure u. β -Chlorglutaconsäure wurde früher (vgl. C. 1935. II. 207) β -Sulfo-gluta-

consäure erhalten, wobei bereits festgestellt wurde, daß beim Erhitzen von Glutinsäure mit 2 oder mehr Mol Sulfrit auf 100—125° ein Mehrverbrauch von Sulfrit erfolgte, als der Bldg. von Sulfoglutaconsäure entsprach. Unter geeigneten Bedingungen wurde nun aus der Sulfoglutaconsäure wie auch aus den beiden obigen Säuren direkt ohne Isolierung der letzteren eine Disulfoglutarinsäure vom F. 162° (Zers.) erhalten, die von der durch direkte Sulfonierung der Glutarsäure dargestellten Disulfonsäure (vgl. C. 1934. II. 588) verschieden war. Die Säure wurde durch einige Salze charakterisiert; wahrscheinlich stehen beide Sulfogruppen in β -Stellung, eine Aufspaltung in akt. Verb. gelang nicht.

Versuche. Aus 0,1 Mol des Di-K-Salzes der Sulfoglutaconsäure mit 0,1 Mol K-Bisulfrit bei 100° (60 Stdn.) nach Zusatz von BaCl_2 u. Abfiltrieren des ausgeschiedenen BaSO_4 das *Ba-Salz* der β, β -Disulfoglutarinsäure, $\text{C}_5\text{H}_4\text{O}_{10}\text{S}_2\text{Ba}_2$. In entsprechender Weise aus dem K-Salz der β -Chlorglutaconsäure bzw. Glutinsäure (0,1 Mol) mit 0,2 Mol Bisulfrit das *Tri-K-Salz*, $\text{C}_5\text{H}_2\text{O}_{10}\text{S}_2\text{K}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Mit der äquivalenten Menge H_2SO_4 aus dem *Ba-Salz* die *freie Säure*, $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_{10}\text{S}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, F. 162° (Zers.); durch direkte Titration sind nur 3 Säuregruppen nachweisbar, man erhält jedoch stimmende Werte, wenn man BaCl_2 anwendet, wobei sich das neutrale *Ba-Salz* abscheidet u. die äquivalente Menge HCl in Freiheit gesetzt wird. *Pb-Salz*, $\text{C}_5\text{H}_4\text{O}_{10}\text{S}_2\text{Pb}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, aus der Säure mit Pb-Acetat ; *Tl-Salz*, $\text{C}_5\text{H}_4\text{O}_{10}\text{S}_2\text{Tl}_4$, aus der Säure mit Tl-Hydroxyd ; *Sr-Salz*, $\text{C}_5\text{H}_4\text{O}_{10}\text{S}_2\text{Sr}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, aus dem *Na-Salz* mit SrCl_2 , SrCO_3 neutralisiert nur 3 Säuregruppen der freien Säure; *Ca-Salz*, $\text{C}_5\text{H}_4\text{O}_{10}\text{S}_2\text{Ca}_2 \cdot 5\frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$, aus dem *Na-Salz* mit CaCl_2 , CaCO_3 verhielt sich wie SrCO_3 ; *Ag-Salz*, $\text{C}_5\text{H}_4\text{O}_{10}\text{S}_2\text{Ag}_4$, aus der Säure nach Neutralisieren mit NaOH mit AgNO_3 , aus dem *K-Salz* entsteht mit AgNO_3 neben dem *Tetra-Ag-Salz* auch das *Tri-Ag-mono-K-Salz*; *Salz mit Anilin*, $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_{10}\text{S}_2 \cdot 3\text{C}_6\text{H}_5\text{NH}_2$, aus den Komponenten, umkristallisierbar aus 96%ig. A.; *Strychninsalz*, $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_{10}\text{S}_2 \cdot 2\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{O}_2\text{N}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, aus den Komponenten, $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_{10}\text{S}_2 \cdot 3\text{C}_{21}\text{H}_{22}\text{O}_2\text{N}_2 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$, aus 0,01 Mol des *Distrychninsalzes* mit 0,01 Mol *Strychnin*, Lsgg. der Salze in NaOH waren inakt. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 54 ([4] 16). 561—65. 1935. Groningen, Univ.)

SCHICKE.

Walther F. Goebel und Frank H. Babers, *Derivate der Glucuronsäure*. 5. Die *Synthese von Glucuroniden*. (4. vgl. C. 1934. II. 3242.) Aus *Diacetylchlorglucuron* (I) u. *Triacetylchlorglucuronsäuremethylester* (II) entstehen bei Umsetzung mit Methanol u. Silbercarbonat die entsprechenden acetylierten Methylglykoside. Diesen muß die Konst. III bzw. IV mit o-Essigsäurestruktur zuerkannt werden, da bei der Verseifung in wss. Aceton eine Acetylgruppe fest haften bleibt u. weil die glykosid. Gruppe schon in 0,005-n. HCl enthaltend 95%ig. Dioxan schnell abgespalten wird. Mit p-Nitrobenzyl-A. liefern I u. II in Ggw. von Ag_2O bzw. Ag_2CO_3 wirkliche Glykoside. Diese Deriv. spalten mit Basen alle Acetylgruppen ab u. werden durch 0,005-n. HCl in 95%ig. Dioxan nicht hydrolysiert. III u. das p-Nitrobenzylglykosid von I wirken reduzierend, wohl wegen des Lactonringes; das Red.-Vermögen verschwindet, wenn der Ring durch Einw. von alkoh. NH_3 geöffnet wird.



Versuche. *Diacetylmethylglykosid des Glucurons*, $\text{C}_{11}\text{H}_{14}\text{O}_8$ (III). Nadeln (aus Ä.), F. 110—111° (unkorr.). $[\alpha]_{\text{D}}^{23} = +112,5^\circ$ (Chlf.; $c = 0,6$). Geht beim Aufbewahren in Methanol zum größten Teil in den entsprechenden Methyl ester über. Reduziert FEHLINGSche Lsg. Bei der Hydrolyse mit 0,005-n. HCl in 95%ig. Dioxan entstehen äquimolekulare Mengen von kristallinem *Diacetylglucuron*, $[\alpha] = +115^\circ$ (95%ig. Dioxan) u. ein Öl gleicher Elementarzus., $[\alpha] = +143^\circ$ (95%ig. Dioxan). Die strukturelle Beziehung dieser beiden Verb. ist noch unklar. *Triacetylmethylglykosid des Glucuronsäuremethylesters*, $\text{C}_{14}\text{H}_{20}\text{O}_{10}$ (IV). Kub. Kristalle (aus Ä.), F. 118° (unkorr.). $[\alpha]_{\text{D}}^{25} = +54,0^\circ$ (Chlf.; $c = 0,6$). FEHLINGSche Lsg. wird nicht reduziert. Bei der Hydrolyse mit 0,005-n. HCl in 95%ig. Dioxan entstehen äquimolekulare

Mengen von kristallinem *Triacetylglucuronsäuremethylester*, F. 126°, $[\alpha]_D^{20} = +146,8^{\circ}$ (95%_{ig}. Dioxan) u. eine ölige Verb. mit derselben Elementarzus., $[\alpha] = +76^{\circ}$ (95%_{ig}. Dioxan). Die strukturelle Beziehung zwischen diesen beiden Verb. ist noch unbekannt. — *Diacyl-p-nitrobenzylglykosid des Glucurons*, C₁₇H₁₇O₁₀N. Krystalle (aus A.), F. 133 bis 134° (unkorr.). $[\alpha]_D^{24} = +39,9^{\circ}$ (Chlf.; c = 1). Reduziert FEHLINGSche Lsg. — *Triacetyl-p-nitrobenzylglykosid des Glucuronsäuremethylesters*, C₂₀H₂₃O₁₂N. Bläugelbe Nadeln (aus A.), F. 175—176° (unkorr.). $[\alpha]_D^{25} = -57,8^{\circ}$ (Chlf.; c = 0,6). Reduziert nicht FEHLINGSche Lsg. Hat vermutlich β -Konfiguration. (J. biol. Chemistry 110. 707—17. 1935. New York, Rockefeller Inst. f. Med. Res.) ELSNER.

Sam Morell, Lorenz Baur und Karl Paul Link, *Derivate der d-Galakturonsäure*. 2. Die Synthese von α -Acetobrom-d-galakturonsäuremethylester und seine Umwandlung in β -Methyl-d-galakturonid. (1. vgl. C. 1935. I. 3412.) α -d-Galakturonsäure (I) wurde über den α -Acetobrom-d-galakturonsäuremethylester (II) mit Hilfe der Rk. von KOENIGS u. KNORR in β -Methyl-d-galakturonid (III) verwandelt. II entsteht bei der Einw. von trockenem HBr auf Tetraacetyl-d-galakturonsäuremethylester in Acetanhydrid. Bei 0° hält sich II längere Zeit (4 Monate) unverändert. Die Umwandlung von I verläuft also normal, ohne Bldg. von Derivv. der o-Essigsäure (vgl. vorst. Ref.).

Versuche. II, C₁₃H₁₇O₈Br. Krystalle (aus Aceton + Ä.), F. 129,5—130,5°. $[\alpha]_D^{25} = +248^{\circ}$ (Chlf.; c = 1). — 2,3,4-Triacetyl- β -methyl-d-galakturonsäuremethylester, C₁₄H₂₀O₁₀. Krystalle (aus 20%_{ig}. A.), F. 118—120°. $[\alpha]_D^{25} = +15,3^{\circ}$ (Chlf.; c = 1,5). — III, C₈H₁₂O₇. Aus der vorst. Verb. durch Verseifung mit Ba(OH)₂ unter Durchleiten von N₂. Nadeln + 1 H₂O (Monohydrat) (aus 95%_{ig}. A.), F. 163—165° (große Krystalle), 159—161° (kleine Krystalle). $[\alpha]_D^{25} = -39,6^{\circ}$ (W.; c = 1,5—2,0). Für die wasserfreie Form $[\alpha]_D^{25} = -43,0^{\circ}$. (J. biol. Chemistry 110. 719—25. 1935. Madison, Wisconsin- Univ., Departm. of Agricult. Chem.) ELSNER.

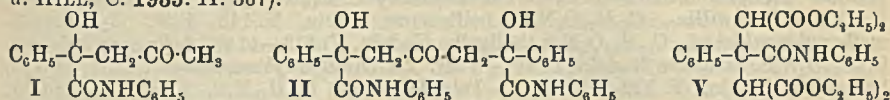
Léon Palfray, *Über einige neue Mineralsalze des Harnstoffs*. Vf. hat folgende Salze dargestellt: *Harnstoffsulfat*, 2 CH₄ON₂, H₂SO₄. 2 Moll. Harnstoff in 1 Mol. 66-grädiger H₂SO₄ lösen (bei größeren Mengen anfangs kühlen), kristallines Prod. in möglichst wenig W. von nicht über 75° lösen. Beim Erkalten orthorhomb., sehr zerfließliche Krystalle; im H₂SO₄-Vakuum trocknen. Einige kristallograph. Daten im Original. — *Harnstoffhydrobromide*. 1. 2 CH₄ON₂, HBr. Harnstoff in HBr (D. 1,48) lösen, im Vakuum bei nicht über 75° verdampfen. Sehr zerfließliche Krystalle. — 2. CH₄ON₂, HBr. Aus je 1 Mol. Harnstoff u. HBr-Gas in absol. Ä., wobei sich 2 Schichten bilden; Ä. im Vakuum entfernen, auf poröser Platte abpressen, im KOH-Vakuum trocknen. Krystallin, sehr zerfließlich. — *Harnstoffhydrojodid*, CH₄ON₂, HJ. 1 Mol. Harnstoff in 1 Mol. HJ (D. 1,7) lösen, im Vakuum bei 70—75° verdampfen, auf poröser Platte im KOH-Vakuum trocknen. Sehr zerfließliche Krystalle. — Die Lsgg. dieser Salze zers. sich schon bei 80° unter Bldg. von NH₄-Salzen. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 200. 1051—53. 1935.) LINDENBAUM.

Léon Palfray und Paul Baechlin, *Einige neue Mineralsalze des Harnstoffs*. Etwas ausführlichere Wiedergabe der im vorst. Ref. beschriebenen Unters. Die FF. der Salze konnten wegen deren Zerfließlichkeit nicht scharf bestimmt werden. (Bull. Soc. chim. France [5] 2. 1471—74. 1935.) LINDENBAUM.

F. B. Dains, R. Q. Brewster und John A. Davis, *Zersetzung von p-Jodanilin*. Reines p-Jodanilin verwandelte sich bei dreijährigem Stehen in einer mit Glasstopfen verschlossenen Flasche in halbdiffusum Licht bei Raumtemp. in eine schwarze Fl., die eine Spur freies J, eine kleine Menge Anilin, 2,4-Dijodanilin u. unverändertes p-Jodanilin enthielt. Das 2,4-Dijodanilin hinterließ nach Auszug aus dem in Säure unl. Rückstand mit h. A. eine schwarze, unl. M. Es gibt dunkle Nadeln, aus Ä., aus I.g. ein hell lobefarbiges Prod., F. 95°. — Aus 400 g Rohmaterial wurden 95 g 2,4-Dijodanilin u. ca. zweimal so viel unverändertes p-Jodanilin erhalten. (J. Amer. chem. Soc. 57. 2326—27. Nov. 1935. Lawrence, Univ. of Kansas.) BUSCH.

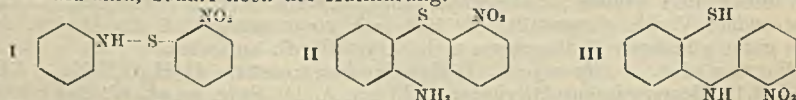
John V. Scudi und H. G. Lindwall, *Kondensationen von Benzoylformanilid mit Aceton, Phenyllessigsäureäthylester und Malonsäurediäthylester*. Aceton u. Benzoylformanilid kondensieren sich in Ggw. von Diäthylamin zu 2-Phenyl-2-oxo-4-pentanonanilid (I) (vgl. BASHOUR u. LINDWALL, C. 1935. I. 3931). I dissoziiert beim Erhitzen mit Alkalien; es bildet ein Phenylhydrazon u. kondensiert sich mit Benzoylformanilid zu 2,6-Dioxy-2,6-diphenyl-4-heptanonanilid-1,7 (II). Mit Phenyllessigsäureäthylester bzw. Malonsäurediäthylester kondensiert sich Benzoylformanilid unter Bldg. von α,β -Diphenylmaleinanil (III) bzw. 2-Phenyl-2-formanilid-1,1,3,3-tetracarboäthoxypropan (V). III wird zu α,β -Diphenylsuccinanil (IV) (vgl. LAPWORTH u. MCRAE, J. chem. Soc. London 121

[1922]. 1699) reduziert. V zers. sich beim Erhitzen im Vakuum zu α -Carbäthoxy- β -phenylmaleinanil (VI) u. Malonsäurediäthylester; Red. führt zu α -Carbäthoxy- β -phenylsuccinanil (VII). Letzteres gibt bei der Verseifung mit HCl unter Decarboxylierung Phenylsuccinanil. Vff. verweisen auf ähnliche Kondensationen zwischen Isatin u. Aceton bzw. Malonsäurediäthylester (vgl. BRANDE u. LINDWALL, C. 1933. I. 1944; LINDWALL u. HILL, C. 1935. II. 367).



Versuche. 2-Phenyl-2-oxo-4-pentanonanilid, C₁₇H₁₇O₃N (I), aus Benzoylformanilid u. Aceton bei Zimmertemp. mit Diäthylamin als Katalysator. Aus Toluol Nadeln, F. 137—138°. Phenylhydrazon, C₂₃H₂₃O₂N₃, F. 174—175° (Zers.). — 2,6-Dioxy-2,6-diphenyl-4-heptanondianilid, C₃₁H₂₈O₅N₂ (II), aus I, Benzoylformanilid u. Diäthylamin in A., bei Zimmertemp. 2 Wochen stehen; Ausbeute 25%. Aus A. Nadeln, F. 171—172°. — α,β -Diphenylmaleinanil, C₂₂H₁₅O₂N (III), aus Phenylessigsäureäthylester; nach 3 Monaten 90% Ausbeute; gelbe Nadeln, aus A. F. 178—179°. — α,β -Diphenylsuccinanil, C₂₂H₁₇O₂N (IV), aus III in A. durch Red. mit Hyposulfit in der Wärme; ausfallen mit W.; aus A. Nadeln, F. 234—235°. — 2-Phenyl-2-formanilid-1,1,3,3-tetracarbäthoxypropan, C₂₈H₃₃O₉N (V), wie I u. III aus Malonsäurediäthylester; F. 107—108°. — α -Carbäthoxy- β -phenylmaleinanil, C₁₉H₁₅O₄N (VI), durch therm. Zers. von V im Vakuum. Rückstand in Ä. lösen u. mit PAc. fällen; aus 80%ig. A. Rhomben, F. 111°. — α -Carbäthoxy- β -phenylsuccinanil, C₁₉H₁₇O₄N (VII), aus vorigem durch Red. mit Natriumhyposulfit in sd. A.; fällen mit W., Nadeln F. 104—105°. — Phenylsuccinanil aus VII u. HCl; eindampfen, mit W. extrahieren u. einengen, F. 137—138°. (J. Amer. chem. Soc. 57. 2302—03. Nov. 1935. New-York.) HÄNEL.

Maurice L. Moore und Treat B. Johnson, Die molekulare Umlagerung von Sulfaniliden. II. (I. vgl. C. 1935. II. 3902.) 2-Nitrophenylsulfanilid (I) ergab beim Kochen mit NaOH in ausgezeichneter Ausbeute das Na-Salz des arom. Mercaptans (III), dessen Thiomethyläther mit der Verb. übereinstimmt, die WIGHT u. SMILES (C. 1935. II. 684) durch Methylierung des Umlagerungsprod. aus 2-Nitrophenyl-2'-formamidodiphenylsulfid (mit NaOH) erhielt. 2-Nitrophenylsulf-o-toluidid u. -p-toluidid ergaben, unter den gleichen Bedingungen wie I behandelt, die entsprechenden Mercaptodiphenylamine. Die 2-Nitrosulfanilide ergeben also sowohl o- als auch p-Umlagerung, die erstere durch Alkali, die letztere durch Hitze. 2-Nitrophenyl-5'-methyl-2'-aminophenylsulfid, sowie die durch Umlagerung der entsprechenden Sulfanilide durch Hitze erhaltenen Verb. 2-Nitrophenyl-4'-aminophenylsulfid u. 2-Nitrophenyl-3'-methyl-4'-aminophenylsulfid ergaben mit Alkali keine Umlagerungsprodd. Diese Ergebnisse stimmen mit denen von SMILES überein. Ob Verb. vom Typus II Zwischenprodd. der Umlagerung von I in III sind, bedarf noch der Aufklärung.



Versuche. Thiomethyläther des Mercaptans aus: 2-Nitrophenylsulfanilid, F. 97 bis 98°; 2-Nitrophenylsulf-o-toluidid, F. 94°; 2-Nitrophenylsulf-p-toluidid, F. 84—85°. (J. Amer. chem. Soc. 57. 2234—36. Nov. 1935. New Haven, Conn., Yale Universität.) HEIMHOLD.

Zen'ichi Horii, Über die Hydrazone und Semicarbazide, die sich vom p-Rhodanphenylhydrazin ableiten lassen. p-Rhodanphenylhydrazin, C₇H₇N₃S. 5 g p-Rhodaninilin in 200 cem konz. HCl suspendieren, im Kältegemisch diazotieren, eisgekühlte Lsg. von 30 g SnCl₂ in 50 cem konz. HCl einrühren, nach 1 Stde. Nd. des Hydrochlorids absaugen, aus W. oder A. umkrystallisieren; Nadeln, Zers. 188°. Aus der wss. Lsg. desselben mit Soda die Base, aus verd. A. Nadeln, F. 95—96°. — Das Hydrazin verbindet sich mit Aldehyden, Ketonen u. Zuckern in alkoh. oder benzol. Lsg. leicht zu scharf schm. Hydrazonen, ferner mit Isocyanaten u. Senfölen zu Semicarbaziden u. Thiosemicarbaziden. Von letzteren wurden keine labilen Formen beobachtet. — p-Rhodanphenylhydrazone: Aceton-, C₁₀H₁₁N₃S, farblose Nadeln, F. 128,5—129°. Acetonyl-p-rhodanphenylhydrazin- (aus Chloracetone), C₁₇H₁₆N₆S₂, hellgelbe Nadeln, F. 217°. Brenztraubensäure-, C₁₀H₉O₂N₃S, hellgelbe Nadeln, F. 191—191,5°. Aceto-

phenon, $C_{15}H_{13}N_3S$, hellgelbe Tafeln, F. 109—110°. *Benzaldehyd*, $C_{14}H_{11}N_3S$, hellgelbe Nadeln, F. 135—136°. *Salicylaldehyd*, $C_{14}H_{11}ON_3S$, hellgelbe Nadeln, F. 172 bis 173°. *m*-u. *p*-*Oxybenzaldehyd*, $C_{14}H_{11}ON_3S$, farblose u. hellgelbe Nadeln, FF. 167 u. 154°. *o*-*Methoxybenzaldehyd*, $C_{15}H_{13}ON_3S$, hellgelbe Tafeln, F. 147—148°. *Anisaldehyd*, $C_{15}H_{13}ON_3S$, hellbraune Nadeln, F. 129—129,5°. *Piperonal*, $C_{15}H_{11}O_2N_3S$, farblose Nadeln, F. 153—154°. *Veratrumaldehyd*, $C_{10}H_{15}O_2N_3S$, hellgelbe Tafeln, F. 117°. *Isovanillin*, $C_{15}H_{13}O_2N_3S$, hellbraune Tafeln, F. 148—149°. *3*-*Athoxy*-*l*-*methoxybenzaldehyd*, $C_{17}H_{17}O_2N_3S$, hellgelbe Nadeln, F. 113—114°. *β* -*Resorcyaldehyd*, $C_{11}H_{11}O_2N_3S$, hellgelbe Nadeln, F. 191—192°. *2,4*-*Dimethoxybenzaldehyd*, $C_{10}H_{15}O_2N_3S$, hellgelbe Nadeln, F. 129—129,5°. *p*-*Tolylaldehyd*, $C_{15}H_{13}N_3S$, hellgelbe Nadeln, F. 118—119°. *Cuminaldehyd*, $C_{17}H_{17}N_3S$, hellgelbe Säulen, F. 140°. *o*-, *m*- u. *p*-*Nitrobenzaldehyd*, $C_{14}H_{10}O_2N_3S$, orangefarbene Nadeln, gelbe Würfel u. orangefarbene Nadeln, FF. 171, 161—162 u. 185—186°. *p*-*Dimethylaminobenzaldehyd*, $C_{10}H_{18}N_3S$, hellgelbe Schuppen, F. 158—159°. *m*-*Chlorbenzaldehyd*, $C_{14}H_{10}N_3ClS$, hellgelbe Nadeln, F. 125 bis 125,5°. *5*-*Chloralicylaldehyd*, $C_{14}H_{10}ON_3ClS$, hellgelbe Nadeln, F. 217—218°. *3,5*-*Dichloralicylaldehyd*, $C_{14}H_8ON_3Cl_2S$, hellgelbe Säulen, F. 223—224°. *Zimtaldehyd*, $C_{16}H_{13}N_3S$, gelbe Säulen, F. 139—140°. *Furfural*, $C_{12}H_8ON_3S$, gelbe Säulen, F. 124°. *2*-*Naphthol*-*1*-*aldehyd*, $C_{18}H_{13}ON_3S$, gelbe Nadeln, F. 207—208°. *d*-*Galaktose*, $C_{12}H_{17}O_6N_3S$, farblose Nadeln, F. 181,5°. *d*-*Mannose*, $C_{12}H_{17}O_6N_3S$, farblose Tafeln, F. 185—186°. *l*-*Arabinose*, $C_{12}H_{15}O_6N_3S$, farblose Nadeln, F. 160—160,5°. — *l*-*[p*-*Rhodanphenyl*]-*semicarbazid*, $C_8H_8ON_4S$, farblose Nadeln (auch die folgenden), F. 217°. *4*-*phenylsemicarbazid*, $C_{14}H_{12}ON_4S$, F. 239—239,5°. *4*-*o*-, *4*-*m*- u. *4*-*p*-*tolylsemicarbazid*, $C_{16}H_{14}ON_4S$, FF. 188—189, 230 u. 238—239°. *l*-*[p*-*Rhodanphenyl*]-*thiosemicarbazid*, $C_8H_8N_4S_2$, farblose Nadeln, F. 187°. *4*-*phenylthiosemicarbazid*, $C_{14}H_{12}N_4S_2$, Tafeln, F. 190—191°. *4*-*o*-, *4*-*m*- u. *4*-*p*-*tolylthiosemicarbazid*, $C_{16}H_{14}N_4S_2$, Tafeln, Nadeln u. Tafeln, FF. 163—164, 177—178 u. 170—171°. (J. pharmac. Soc. Japan 55. 165—68. Sept. 1935. Tokushima, Techn. Hochsch. [Nach dtsch. Ausz. ref.]) Lb.

D. Vorländer und Carmen Bittins, Zur Kenntnis des asymm. Diphenylhydrazins (Schmelzunterkühlung und Molekelgestalt). Das asymm. Diphenylhydrazin (I) muß wegen seiner molekularen Dissymmetrie eine weit größere Neigung haben, im geschm. Zustand zu verharren, als Phenylhydrazin u. Hydrazobenzol. Dies trifft auch zu, obwohl I bei 44°, Phenylhydrazin bei 19—20° schm. Dagegen ergibt sich, in Übereinstimmung mit der Theorie, eine Beziehung zur Symmetrie der Krystallgestalt, indem der niedrigen Symmetrie der Krystalle die größere Unterkühlbarkeit der Schmelze entspricht: Hydrazobenzol rhomb., Phenylhydrazin monoklin, I triklin. — Bei den Acylderiv. des I findet man etwa Folgendes: Das *N*-*Formyl*deriv. (F. 117°) läßt sich leicht unterkühlen, das *N*-*Acetyl*deriv. (F. 186°) dagegen fast nicht, während sich das *N,N*-*Diacyl*deriv. (F. 125—126°) durch Abschrecken der Schmelze auf 15—20° amorph unterkühlt erhalten ließ. Das *N*-*Propionyl*deriv. (F. 179°) ist kaum, das *N,N*-*Dipropionyl*deriv. (F. 99—101°) dagegen leicht unterkühlbar. — Vff. haben die noch unbekannte asymm. Diphenylhydrazinoessigsäure, $(C_6H_5)_2N \cdot NH \cdot CH_2 \cdot CO_2H$, u. einige andere Verb. dargestellt. Es läßt sich voraussagen, daß die Deriv. des I selbst unter günstigen Bedingungen nicht krystallin-fl. auftreten.

Versuche. *Na*-*asymm. Diphenylhydrazinoacetat*, $C_{14}H_{13}O_2N_2Na + 5 H_2O$. 9,2 g I, 4,1 g Bromessigsäureäthylester u. 25 ccm A. in $1\frac{1}{2}$ Stde. im sd. W.-Bad erhitzen, A. abdest., mit überschüssiger 10—15%_{ig} wss. NaOH $\frac{1}{2}$ Stde. auf 90—100° erhitzen, beim Erkalten ausfallendes Salz mit A. waschen oder aus W. + NaOH umfällen. Man kann auch äquivalente Mengen I-Hydrochlorid, Na-Bromacetat u. C_2H_5ONa -Lsg. in A. umsetzen. Aus Aceton-wenig W. Blättchen, F. ca. 80° im Krystallwasser, wasserfrei Zers. ab 180—185°, auch l. in A., Chlf., Bzl., Pyridin, kaum in Ä. In A. mit $FeCl_3$ rotviolett. — *asymm. Diphenylhydrazinoessigsäure* oder α,α -*Diphenylhydrazin*- β -*essigsäure* (II), $C_{14}H_{14}O_2N_2$. Aus der wss. Lsg. des vorigen mit Essigsäure; stehen lassen oder ausäthern. Erst ölig, allmählich krystallin erstarrend (Unterkuhlung!); auch durch Tropfen der alkoh. Lsg. auf Eis oft ölig, sonst weißes Krystallpulver. Enthält nach Trocknen im Vakuum über H_2SO_4 noch $\frac{1}{5}$ —1 H_2O u. wird erst über P_2O_5 langsam wasserfrei. F. 87° trübe, bei ca. 96° klar. Mikrobeobachtung: Krystallpulver verwandelt sich in doppelbrechende, 4-seitige Blättchen, welche in der unterkühlten Schmelze nicht impfend wirken; beim Reiben mit dem ursprünglichen Präparat krystallisiert die Schmelze langsam (Dimorphie?). II ist l. in W. u. Alkalien, dagegen nur teilweise in k. verd. HCl. In Chlf. mit HCl-Gas das *Hydrochlorid*, $C_{14}H_{16}O_2N_2Cl$, weiße Nadelchen. Färbung mit $FeCl_3$ wie beim Na-Salz. Reduziert $AgNO_3$ -Lsg. in

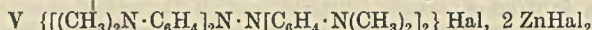
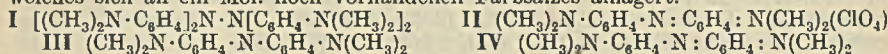
der Wärme. Mit konz. H_2SO_4 dunkelmoosgrüne Lsg.; diese Färbung ändert sich beim Verdünnen der H_2SO_4 ganz ähnlich wie die tief blaue H_2SO_4 -Lsg. des I (Näheres vgl. Original). Lsg. der II in Eg. farblos, auf Zusatz von etwas PbO_2 tief rot, dann rotviolett, ziemlich beständig, während dieselbe Lsg. bei I schnell bräunlich wird. — *N-Acetyl-II*, $C_{16}H_{16}O_2N_2$. Aus dem wasserfreien Na-Salz oder aus II selbst mit Acetanhydrid bei ca. 95° ($\frac{1}{2}$ Stde.); dann W. zugeben. Durch Tropfen der Eg.-Lsg. auf Eis oder aus W.-wenig A. Nadeln, F. 185° (bleibt leicht unterkühlt), II. in Alkalien, unl. in verd. HCl. In Eg. mit PbO_2 tief rot (Acetyl-I blau, dann violett). H_2SO_4 -Lsg. moosgrün. — *Dinitroderiv.*, $C_{16}H_{14}O_7N_4$. In Eg. mit HNO_3 (D. 1,4) unter Kühlung, erst tief grüne, schließlich rote Lsg.; nach 1 Stde. mit W. fallen. Aus A. + W. Nadelchen, F. gegen 210° (Zers.).

Bei Vers. zur Darst. der II mittels Brom- oder Chloressigsäure (bzw. -äthylester) in Ggw. von W., Soda- oder Na-Acetatlg. bildet sich ein in W. u. Alkalien unl. Nebenprod., welches man auch durch mehrstd. Kochen von I u. II in W. erhält. Es ist vermutlich das *asymm. Diphenylhydrazinoessigsäurediphenylhydrazid*, $C_{26}H_{22}ON_4 = (C_6H_5)_2N \cdot NH \cdot CH_2 \cdot CO \cdot NH \cdot N(C_6H_5)_2$, u. bildet nach Verreiben mit A. aus Pyridin-W. fast farblose Nadeln, F. ca. 214° (Zers.). In Eg. mit PbO_2 blauviolett. H_2SO_4 -Lsg. tief blaugrün. Aus der Chlf.-Lsg. mit HCl-Gas ein *Hydrochlorid*, $C_{26}H_{25}ON_4Cl$, Nadeln. Durch Erhitzen mit Acetanhydrid ein *Acetylderiv.*, $C_{28}H_{26}O_2N_4$, aus Eg. + W. Nadeln, F. 229° ; in Eg. mit PbO_2 rot; H_2SO_4 -Lsg. leuchtend hellgrün, nach 2 Tagen dunkelblau. — LÄßt man überschüssige Bromessigsäure auf I in A. einwirken, oder erhitzt man das Na-Salz der II mit Na-Bromacetat in wenig W., so entsteht α, α -*Diphenylhydrazin- β, β -diessigsäure* als in W. wl., in Alkalien l. Öl. Mit $FeCl_3$ rotviolett, aber sofort mißfarbig. In Eg. mit PbO_2 tief rot. H_2SO_4 -Lsg. dunkelgrün, nach 2 Tagen mit W. violette, in Eg. rubinrot l. Flocken. — Während sich $C_6H_5 \cdot NH \cdot NH \cdot CO \cdot CH_3$ mit p-Nitro- u. 2,4-Dinitrophenyldiazoniumsalz in Eg. nicht kuppeln ließ, konnten mit Derivv. des I die folgenden Kuppelungen durchgeführt werden. Auch bei großem Überschuß an Diazoniumsalz trat nur e i n Phenyl in Rk. — β -[p-Nitrobenzolazophenyl]- β -phenyl- α -acetylhydrazin, $C_{20}H_{17}O_3N_5 = NO_2 \cdot C_6H_4 \cdot N : N \cdot C_6H_4 \cdot N(C_6H_5) \cdot NH \cdot CO \cdot CH_3$. Eiskalte Lsg. von p-Nitrophenylnitrosaminatrium in Eg. in eisgekühlte Lsg. von N-Acetyl-I in Eg. tropfen, nach $\frac{3}{4}$ Stdn. mit W. fallen. Aus A. dunkelrote, goldgelb glänzende Nadeln, F. 241° , unl. in Alkalien u. verd. Säuren. Lsg. in konz. H_2SO_4 blutrot, in konz. HCl dunkelviolettrot. — β -[p-Nitrobenzolazophenyl]- β -phenyl- α -acetylhydrazin- α -essigsäure, $C_{22}H_{19}O_5N_5$. Ebenso mit N-Acetyl-II. Aus Eg. + Eis leicht öblig, sonst dunkelrotes Kristallpulver. Alkal. Lsgg. gelb. Lsg. in konz. H_2SO_4 dunkelblauviolett, in konz. HCl rotviolett. (Ber. dtseh. chem. Ges. 68. 2269—76. 4/12. 1935. Halle, Univ.)

LINDENBAUM.

Ernst Weitz und Ludwig Müller, *Über den Ammoniumcharakter des Tetra-[dimethylaminophenyl]-hydrazins*. (II. Mitt. über den Ammoniumcharakter der Tetra-arylhidrazine.) (I. vgl. C. 1927. II. 244.) Wie WIELAND (Ber dtseh. chem. Ges. 48 [1915]. 1078) gezeigt hat, dissoziiert das Tetra-[p-dimethylaminophenyl]-hydrazin (I) besonders leicht in 2 Moll. des Diarylstickstoffs. Mit Säuren bildet I farblose Salze, in welchen wohl jede $(CH_3)_2N$ -Gruppe durch 1 Äquivalent Säure belegt ist. In ihnen ist die leichte Dissozierbarkeit des I verschwunden. Vff. haben sich nun bemüht, farbige Hydraziniumsalze des I bei Ausschluß freier Säure darzustellen. Mit ClO_4 (aus $AgClO_4$ u. J) entstand ein schwer zu reinigendes grünes Prod. Daher haben Vff. versucht, das edlere Tri-p-tolyamin aus seinem Aminiumperchlorat mittels I zu verdrängen. Tatsächlich trat in Brombenzollsg. glatte Rk. ein unter Bldg. eines bronze-glänzenden, grün l. Salzes. Dieses war jedoch nicht das gesuchte Hydraziniumsalz, denn es enthielt, wie die Titrierung mit Bis-N-äthylkollidinium (vgl. I. Mitt.) ergab, auf 1 Mol. I 2 ClO_4 -Reste; die so gebildete gelbe Lsg. enthielt wieder I. Die nähere Unters. zeigte, daß eine Verb. vom halben Mol.-Gew., nämlich das *Bindschedlergrünperchlorat* (II), vorlag. Vermutlich reagiert der aus I durch Dissoziation zunächst gebildete Diarylstickstoff (III) in der tautomeren Form IV des Bindschedlergrünradikals u. verdrängt das Tri-p-tolyamin aus seinem Perchlorat. — Durch Einw. einer ungenügenden Menge von Cl oder Br auf I kann man die *Bindschedlergrünhalogenide* erhalten. Mit J entsteht dagegen ein „*Dijodid*“, welches aber wohl eher als Doppelsalz von je 1 Mol. Jodid u. „*Trijodid*“ aufzufassen ist. Das „Bindschedlergrünjodidhydrojodid“ von DREW u. HEAD (C. 1933. I. 3451) ist mit diesem „*Dijodid*“ ident. — Die Red. der Bindschedlergrünsalze zu I, welches als dimere Form des Radikals dieser Salze erscheint, gelingt auch mit Zn-Staub oder Na-Amalgam in Pyridin- oder

Acetonlsg. I ist aus den so erhaltenen Lsgg. zwar bisher nicht isoliert, aber seine Bldg. ist sicher nachgewiesen worden. Bei der Red. der Bindschedlergrün-ZnHal₂-Doppelsalze mit Zn-Staub in Pyridin treten zwischendurch dunkelblaue Lsgg. auf, aus welchen sich mit Ä. tief blaue Salze von der Zus. V fällen lassen. Dieselben sind sehr unbeständig; das Jodid zers. sich schon während der Darst. 1 Mol. derselben verbraucht 1 Äquivalent Bis-N-äthylkollidinium. Sie sind somit die gesuchten Hydraziniumsalze u. bilden sich vielleicht so, daß aus einem Teil des Farbsalzes das Radikal IV entsteht, welches sich an ein Mol. noch vorhandenen Farbsalzes anlagert.

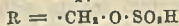
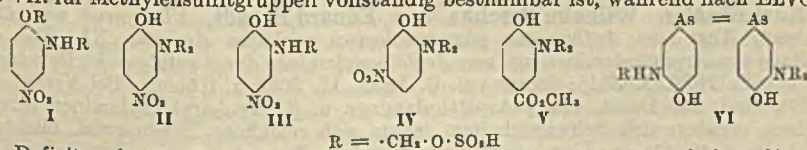


Versuche. *Bindschedlergrünperchlorat* (II), C₁₆H₂₀O₄N₃Cl. I. I (roh, noch mit Ag u. Na₂SO₃ vermischt) in wenig C₆H₅Br lösen, Hauptmenge mit C₆H₅Br-Lsg. von Tri-p-tolylaminiumperchlorat (C. 1926. II. 2711) bis zur bleibenden Blaufärbung versetzen, diese mit dem Rest der I-Lsg. fortnehmen, Nd. mit Ä. waschen. 2. Aus k. gesätt. Lsg. von Bindschedlergrün-ZnCl₂-Doppelsalz (WIELAND, l. c.) mit NaClO₄-Lsg. Aus Aceton + Ä. bronzglänzende Nadeln. — *Bindschedlergrünchlorid*, C₁₆H₂₀N₃Cl. I in Bzl. lösen, mit Ä. verd. u. vorsichtig Cl einleiten. Aus Pyridin + Ä. grünglänzende Nadeln. — *Bindschedlergrünbromid*, C₁₆H₂₀N₃Br. Ebenso mit äth. Br-Lsg. (Unterschub). Wie voriges. — *Bindschedlergründijodid*, C₁₆H₂₀N₃J₂ bzw. C₁₆H₂₀N₃J, C₁₆H₂₀N₃J₂. Mit äth. J-Lsg. bis eben farblos. Aus Aceton + Ä. stahlblaue Krystalle. — *Bindschedlergrünbromid-Zinkbromid*, C₁₆H₂₀N₃Br, ZnBr₂. Aus dem ZnCl₂-Doppelsalz mit KBr. Kupferrote Krystalle, zwl. in W. — *Tetra-[p-dimethylaminophenyl]-hydraziniumchlorid-Zinkchlorid* (nach V), C₃₂H₄₀N₆Cl, 2 ZnCl₂. Rk.-Gemisch einige Min. schütteln, schnell filtrieren, stark abkühlen u. mit eiskaltem absol. Ä. versetzen, Nd. mit Ä. waschen, sofort aus Aceton + Ä. umfällen, schwarzblaue Krystalle im H₂SO₄-Vakuum trocken. Wird durch W. oder Ä. schnell zers. — *Tetra-[p-dimethylaminophenyl]-hydraziniumbromid-Zinkbromid*, C₃₂H₄₀N₆Br, 2 ZnBr₂, wie voriges, noch zersetzlicher. (Ber. dtsh. chem. Ges. 68. 2306—12. 4/12. 1935. Gießen, Univ.) LINDENBAUM.

Torizo Takahashi, Über die Synthese der *p*-[Benzylmercapto]-phenylarsinsäure. WALDRON u. REID (C. 1924. I. 1528) haben Na-*p*-Nitrothiophenolat mit Benzylchlorid in h. A. kondensiert, das Rk.-Prod. mit Fe u. Essigsäure reduziert u. das Red.-Prod. (Öl, D₂₅²⁵ 1,1321) ohne Analysen als [4-Aminophenyl]-benzylsulfid beschrieben. — *p*-Nitrophenylmercaptan. KOH in wenig W. gel., mit 90%_{ig} Ä. verd., mit H₂S gesätt., *p*-Chlornitrobenzol zugesetzt u. stehen gelassen; Selbsterwärmung u. tiefe Rotfärbung; mit verd. HCl gefällt. Aus A., F. 77°. — [4-Nitrophenyl]-benzylsulfid. C₁₃H₁₁O₂NS. Aus je 1 Mol. des vorigen u. Benzylchlorid mit KOH in sd. Ä. Fahlgelbe Tafeln, F. 123°. — [4-Aminophenyl]-benzylsulfid. Durch Kochen des vorigen in A. + etwas HCl mit 15%_{ig} TiCl₃-Lsg. Öl, im Vakuum allmählich zu Prismen. F. 75°, erstarrend. Hydrochlorid, C₁₃H₁₄NClS, F. 256°, wl. in k. W. — [4-Acetaminophenyl]-benzylsulfid, C₁₅H₁₆ONS. Aus dem Hydrochlorid mit Acetanhydrid. Es wurden 2 Formen erhalten: Prismen, F. 105°, ll. in Ä. u. Pyramiden, F. 133°, wl. in Ä. — [4-Benzaminophenyl]-benzylsulfid, C₂₀H₁₇ONS. Ebenso mit C₆H₅·COCl. Aus Aceton Prismen, F. 182°. — *p*-[Benzylmercapto]-phenylarsinsäure, C₁₃H₁₂O₃SA₃. Obiges Hydrochlorid diazotiert, unter Eiskühlung mit NaOH eben abgestumpft (Kongo), unter Rühren Na-Arsenitlsg. u. NaOH eingetropft, nach beendeter N-Entw. vom Harz filtriert, im Vakuum eingengt u. mit HCl angesäuert. Hellgelb, amorph, F. ca. 250° (Zers.). (J. pharmac. Soc. Japan 55. 163—65. Sept. 1935. Yonezawa, Techn. Hochsch. [Nach dtsh. Ausz. ref.]) LINDENBAUM.

W. J. C. Dyke und Harold King, Die Konstitution des Sulfarsphenamins. II. Eine neue Interpretierung. (I. vgl. C. 1934. I. 3732.) Auf Grund des Verh. des Sulfarsphenamins bei der S-Best. nach ELVOLVE (Publ. Health Rep. 40 [1925]. 1235) — es wurde angenommen, daß die zu SO₄ oxydierbaren Methylensulfitgruppen an Aminogruppen u. die nicht oxydierbaren an OH-Gruppen gebunden sind — betrachteten Vff. früher (l. c.) das käufliche Sulfarsphenamin als Na-Salz der 3,3'-Diamino-4,4'-dioxyarsenoben-*z*-*o*,*o'*,*N*-trimethylenschwefligen Säure. Bei Verss. zur Darst. eines vollkommen substituierten *o*,*o'*,*N*,*N'*-Tetramethylensulfits aus der Salvarsanbase durch Einw. von je 6 Mol Formaldehyd u. 6 Mol Na-Bisulfid wurde ein Prod. erhalten, das mehr als 3 gebundene Methylensulfitradikale enthielt, von denen jedoch fast 3 nach ELVOLVE nicht zu SO₄ oxydierbar waren. Nach der früheren Auffassung müßten also diese

Gruppen an phenol. OH-Gruppen gebunden sein, von denen jedoch nur 2 vorhanden sind; damit ergab sich die Notwendigkeit, das Problem der Konst. des Sulfarsphenamins einer erneuten Unters. zu unterziehen. 4-Nitro-2-aminophenol lieferte ein kristallines Dimethylensulfit, das mit NaOH ein Tri-Na-Salz gab, das aus methylalkoh. Lsg. in der Zus. $C_6H_7O_3N_2S_2Na_3 \cdot 2H_2O$, $1\frac{1}{2}CH_3OH$ kristallisierte; Methanol ist zur Krystallisation dieses Salzes notwendig, denn mit anderen Alkoholen erfolgt keine Krystallisation. Durch Neutralisation des Tri-Na-Salzes mit 1 Äquivalent HCl wird obiges Dimethylensulfit regeneriert. Für letzteres kommt nur Konst. I oder II in Frage, wobei die Bldg. des Tri-Na-Salzes mehr für II spricht; diese Konst. wird bestätigt durch vergleichende elektrometr. Titration dieses Dimethylensulfits mit dem entsprechenden Mono-N-methylensulfit des 4-Nitro-2-aminophenols (III). Mit CH_2O u. Na-Bisulfit lieferten 5-Nitro-2-aminophenolhydrochlorid u. 4-Carbomethoxy-2-aminophenolhydrochlorid sowohl die Mono-N-methylensulfite wie auch die Di-,N-methylensulfite (IV bzw. V) in kristallisierter Form. Direkte Titration von V gab in Übereinstimmung mit der angenommenen Konst. einen Verbrauch von 1 Äquivalent Alkali. Es wurde nun die Anwendbarkeit der Methode von ELVOLVE auf diese kristallinen Dimethylensulfite untersucht u. gefunden, daß II wechselnde Werte zwischen 6,9 u. 9,2% S ergab, während in IV u. V 61 bzw. 64% des S als SO_4'' nachweisbar waren. Die auffallende Beobachtung, daß sich der S eines Mono-N-methylensulfits anders verhalten sollte als der eines N,N-Dimethylensulfits, wirft die Frage nach dem Schicksal des S auf, der sich der Oxydation zu SO_4'' entzieht. Zu diesem Zweck wurde das obige hochsubstituierte Sulfarsphenamin, von dessen S nur 12% mit J in alkal. Lsg. zu SO_4'' oxydierbar sind, untersucht. Wird das nach Abtrennung des $BaSO_4$ erhaltene saure Filtrat nach weiterem Zusatz von HCl $\frac{1}{2}$ Stde. gekocht, so entsteht kein Nd., wurde jedoch noch weitere $1\frac{1}{2}$ Stdn. erhitzt, so schied sich reichlich $BaSO_4$ aus. Wurde zu dem ursprünglichen sauren Filtrat die gleiche Menge HCl u. sodann die gleiche Menge des als Ausgangsmaterial angewandten Sulfarsphenamins gegeben u. die Lsg. gekocht, so erschienen nach 30 Min. Kochen 65% des S als Sulfat. Hieraus folgt, daß der nach ELVOLVE „unoxidierte“ S nicht als Sulfit oder Methylensulfit vorliegen kann, sondern in einer Form vorhanden ist, die beim Behandeln mit Mineralsäuren Sulfat liefert. Vff. sind der Ansicht, daß es sich um Dithionat handelt, denn eine Ba^{++} -haltige Dithionatlg. verhielt sich in gleicher Weise u. Dithionat wird durch Alkalionen nicht in Sulfat übergeführt. Es wird vermutet, daß die Nähe der beiden Methylensulfitgruppen die Dithionatldg. begünstigt. Die Wrkg. des alkal. J_2 auf diese N,N-Dimethylensulfite des o-Aminophenols ist also eine zweifache, ein Teil des S wird zu SO_4'' , ein anderer zu Dithionat oxydiert. Vff. sind jetzt der Ansicht, daß das käufliche Sulfarsphenamin am besten als Na-Salz der 3,3'-Diamino-4,4'-dioxyarsenobenzol-N,N'-trimethylenschwefligen Säure (VI) zu formulieren ist, womit die experimentellen Befunde in Einklang stehen u. wofür auch die Bldg. des N,N-Dimethylensulfits aus 4-Nitro-2-aminophenol mit je 4 Mol CH_2O u. Na-Bisulfit spricht, d. h. es wird in der Hauptsache die Aminogruppe angegriffen. Nach den Ergebnissen von NEWBERY u. PHILLIPS (vgl. C. 1928. I. 1759) sollten o-Aminophenolderivv. die spezif. Eig. besitzen, eine S-haltige Gruppe derart zu fixieren, daß sie durch alkal. J_2 nicht oxydiert wird. Vff. haben diese Verss. am Anilin, o-Anisidin, o-Aminophenol, p-Aminophenol, 4-Amino-2-oxyphenylarsinsäure u. Arspenamin wiederholt u. diese Ergebnisse nicht bestätigen können. Es wurde gefunden, daß Aniline ganz allgemein in saurer Lsg. mit der zweifach molaren Menge CH_2O u. Bisulfit Lsgg. liefern, deren S nach der Dest.-Methode der Vff. für Methylensulfitgruppen vollständig bestimmbar ist, während nach ELVOLVE



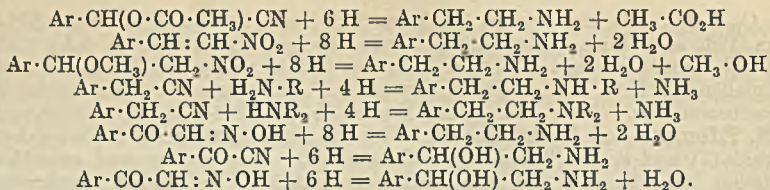
ein Defizit auftritt. Es folgt, daß es möglich sein sollte, N,N-Dimethylensulfite von Anilinen, die keine OH-Gruppen enthalten, zu isolieren, wenn man ihre Hydrochloride nacheinander mit CH_2O u. Na-Bisulfit umsetzt. Dies konnte im Falle des m-Nitroanilins verwirklicht werden u., wie vorauszusagen, zeigte das Di-Na-3-nitroanilin-N,N-Dimethylensulfit die Anomalien bei der S-Best. nach ELVOLVE in ausgeprägter Form. Es kann gesagt werden, daß Aniline ganz allgemein mit präformiertem Na-Formaldehydbisulfit fast ausschließlich Mono-N-methylensulfite liefern, deren gesamter S

mit alkal. J_2 zu $SO_4^{''}$ oxydierbar ist; wendet man jedoch ihre Hydrochloride an u. arbeitet man mit überschüssigem CH_2O u. Na-Bisulfit, so entstehen in der Hauptsache N,N-Dimethylensulfite, deren S nur teilweise durch alkal. J_2 oxydiert wird. Es ist von Interesse, daß ein aliph. Amin mit Formaldehydbisulfit ein Dimethylensulfit liefert, denn KNOEVENAGEL u. MERCKLIN (Ber. dtsch. chem. Ges. 37 [1904]. 4093) beschreiben die Darst. von Äthyliminobisacetonitril aus Äthylamin u. Formaldehydbisulfit u. nachfolgende Umsetzung mit KCN.

Versuche. *Na-5-Nitro-2-oxyanilin-N-methylensulfit* (III), $C_7H_7O_6N_2SNa_2$, 4,6 g 4-Nitro-2-aminophenol mit 9 g Na-Formaldehydbisulfit in 20 ccm W. bei 70—75° (30 Min.) kondensiert u. im Vakuum über H_2SO_4 bis zur beginnenden Krystallisation eingengt; es wurden 2 *Hydrate* mit $2\frac{1}{2}$ bzw. $1\frac{1}{2}$ Mol W. erhalten, orangefarbene, federartige Nadeln. — *Di-Na-5-Nitro-2-oxyanilin-N,N-dimethylensulfit* (II), 10 g 4-Nitro-2-aminophenol in 1 Mol 2-n. HCl mit 4 Mol 40% wss. CH_2O behandelt u. zu dem ausgeschiedenen klebrigen Nd. 4 Mol frisch bereitetes Na-Bisulfit (aus Na_2CO_3 u. SO_2) hinzugegeben; aus der erhaltenen klaren Lsg. überschüssiges SO_2 abgesaugt, Lsg. mit 50%ig. NaOH neutralisiert u. weiterhin 1 Mol 50%ig. NaOH u. Methanol zugesetzt, worauf sich orangefarbene Nadeln des *Tri-Na-Salzes*, $C_7H_7O_6N_2S_2Na_3 \cdot 2H_2O \cdot 1\frac{1}{2}CH_3OH$, ausschieden, umkrystallisierbar durch Lösen in dem gleichen Gewicht W. u. Zugabe des 5-fachen Vol. h. Methanols. Aus 19,7 g des letzteren mit 37,5 ccm n. HCl nach Einengen im Vakuum über H_2SO_4 das *Di-Na-Salz*, $C_7H_7O_6N_2S_2Na_2 \cdot 3\frac{1}{2}H_2O$, orange Prismen aus h. W.; wird auch direkt aus der neutralen Lsg. der obigen Kondensation durch fraktionierte Krystallisation erhalten. — *Na-4-Nitro-2-oxyanilin-N-methylensulfit*, aus 3,1 g 5-Nitro-2-aminophenol mit 6 g Na-Formaldehydbisulfit in 10 ccm W. bei 100° (30 Min.), rechteckige, hell orangebraune Prismen des *Trihydrats*, $C_7H_7O_6N_2SNa_3 \cdot 3H_2O$. — *Di-Na-4-Nitro-2-oxyanilin-N,N-dimethylensulfit* (IV), 5-Nitro-2-aminophenol in 2 Mol HCl mit 4 Mol 40%ig. CH_2O u. nach 30 Sek. mit 4 Mol 35%ig. Na-Bisulfit versetzt, nach Absaugen von freiem SO_2 , Neutralisieren u. Einengen im Vakuum das $2\frac{1}{2}$ -*Hydrat*, $C_7H_7O_6N_2S_2Na_2 \cdot 2\frac{1}{2}H_2O$, goldene, rechteckige Platten aus W.; aus den Mutterlaugen Na-4-Nitro-2-oxyanilin-N-methylensulfittrihydrat. — *Di-Na-2-Oxy-5-carbomethoxyanilin-N,N-dimethylensulfit* (V), 3-Amino-4-oxybenzoesäuremethylester in 1 Mol HCl mit 4 Mol 40%ig. CH_2O u. nach 40 Sek. mit 4 Mol 35%ig. wss. Na-Bisulfit versetzt, nach Aufarbeiten wie voriges aus W. Platten des Na-2-Oxy-5-carbomethoxyanilin-N-methylensulfits, aus den Mutterlaugen das *Dihydrat* von V, $C_{10}H_{11}O_9NS_2Na_2 \cdot 2H_2O$, feine Nadeln. — *Na-3-Nitroanilin-N-methylensulfit*, durch Kochen von 3,5 g m-Nitroanilin mit 7,5 g Na-Formaldehydbisulfit in 20 ccm W., gelbe Platten des *Dihydrats*, $C_7H_7O_6N_2SNa_2 \cdot 2H_2O$, aus W. — *Di-Na-3-Nitroanilin-N,N-dimethylensulfit*, 6,9 g m-Nitroanilin in 57 ccm n-HCl mit 3 Mol 40%ig. CH_2O u. nach 60 Sek. mit 3 Mol wss. Na-Bisulfit versetzt, freies SO_2 entfernt, Lsg. neutralisiert u. eingengt, ausgeschiedene rötlichgelbe Krystalle aus W.-Methanol (0,5:9) umkrystallisiert; seidige gelbe Nadeln des *Monoalkoholats*, $C_7H_7O_6N_2S_2Na_2 \cdot CH_3OH$. — Bezüglich der Darst. der *hochsubstituierten Sulfarsphenamine*, die nach CHRISTIANSEN (J. Amer. chem. Soc. 45 [1923]. 2184) erfolgte, der analyt. Zus. dieser Prodd. u. ihrem Verh. bei der S-Best. muß ebenso wie auch bezüglich der Ausführungen der Vff. über die Oxydations-Methode von ELVOLLE, ihre Grenzen u. ihren Mechanismus, auf das Original verwiesen werden. — Es werden schließlich die Ergebnisse der analyt. Nachprüfung der Rkk. von Anilinderivaten mit CH_2O dann Na-Bisulfit nach NEWBURY u. PHILLIPS (s. oben) zusammengestellt. (J. chem. Soc. London 1935. 805—13. London, Nat. Inst. for Med. Research.)

SCHICKE.

Karl Kindler, Wilhelm Peschke und Eduard Brandt, Über neue und über verbesserte Wege zum Aufbau von pharmakologisch wichtigen Aminen. XI. Über die Bereitung von Aryläthylaminen und von Aryläthanolaminen durch katalytische Reduktion. (IX. vgl. C. 1934. I. 3346; ferner vgl. C. 1935. II. 3083 u. früher.) Bei Verss., die katalyt. Red. zur Darst. von β -Aryläthylaminen u. β -Oxy- β -aryläthylaminen heranzuziehen, ergaben sich Schwierigkeiten, indem sich reichliche Nebenprodd. bildeten, welche die Aktivität des Katalysators verringerten. Diese Schwierigkeiten ließen sich durch ein Verf. umgehen, dessen Ausführung schon im D. R. P. 571 794 (C. 1933. I. 3496) beschrieben worden ist. Durch den H_2SO_4 -Zusatz wird zweierlei erreicht: Erstens bildet die H_2SO_4 mit vielen der zu reduzierenden Substanzen reaktionsfähige Molekülverb. ; zweitens verhindert sie, wenn α -Alkanoalkohole oder Imine als Zwischenprodd. auftreten, die Umsetzung dieser mit schon entstandenen primären Aminen. Mittels des Verf. wurden folgende Redd. durchgeführt:



Auch andere Aldoxime u. Ketoxime lassen sich so zu primären Aminen reduzieren, besonders auch Oxime von Arylalkylketonen, deren katalyt. Red. mit Pd bisher keine guten Erfolge gab. Ferner bewährt sich das Verf. für die Red. von Benzaldehydcyanhydrinen zu β -Oxy- β -aryläthylaminen: $\text{Ar} \cdot \text{CH}(\text{OH}) \cdot \text{CN} + 4 \text{H} = \text{Ar} \cdot \text{CH}(\text{OH}) \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{NH}_2$. Als Nebenprodd. bilden sich die β -Aryläthylamine.

Versuche. I. Red. der folgenden Ketoxime u. Aufarbeitung nach der früher (C. 1931. I. 2747) für die Acetylmandelsäurenitrile gegebenen Vorschrift. — α -Phenyläthylamin. Aus Acetophenonoxim. Ausbeute 83%. Kp. 187°. Hydrochlorid, F. 158°. — α -p-Tolyläthylamin. Aus p-Methylacetophenonoxim. 80%, Kp. 207°. Hydrochlorid, F. 167—168°. — α -[p-Methoxyphenyl]-äthylamin. Aus p-Methoxyacetophenonoxim. 70%. Hydrochlorid, F. 159°. — II. β -Oxy- β -[3,4-dimethoxyphenyl]-äthylamin. Lsg. von 6,2 g Veratrumaldehydcyanhydrin in 150 ccm Eg. in Suspension von 3 g Pd-Mohr in 70 ccm Eg. bei 18° u. 1 at H-Überdruck eingetropt u. bis zum beendeten H-Verbrauch hydriert, Filtrat im Vakuum eingedunstet, in W. gel., mit Bzl. gewaschen, mit KOH abgeschiedene Basen erst in Bzl., dann in absol. A. gel. u. jedesmal verdampft, schließlich mit A. gewaschen. 2,9 g = 47%. F. 76°. Pikrat, F. 148°. Aus der äth. Lsg. durch Dampfdest. 0,9 g = 18% β -[3,4-Dimethoxyphenyl]-äthylamin, Kp.₁₂ 155°; Pikrat, F. 165°. — β -Oxy- β -[3,4-diäthoxyphenyl]-äthylamin. Ebenso aus 3,4-Diäthoxybenzaldehydcyanhydrin. F. 93°. Pikrat, C₁₈H₂₂O₁₀N₄, F. 171°. Daneben 24% β -[3,4-Diäthoxyphenyl]-äthylamin, Kp.₂₆ 180°; Pikrat, F. 142—143°. — β -Oxy- β -3-methoxy-4-äthoxyphenyl]-äthylamin, C₁₁H₁₇O₃N. Aus 3-Methoxy-4-äthoxybenzaldehydcyanhydrin. 45%. F. 110°. Pikrat, aus W., F. 161°. Hydrochlorid, aus A.-Aceton, F. 176°. Homoveratroylderiv., C₂₁H₂₇O₆N, aus Bzl., F. 107°. Daneben 16% β -[3-Methoxy-4-äthoxyphenyl]-äthylamin, Kp.₁₀ 155°; Pikrat, F. 182°. (Ber. dtsh. chem. Ges. 68. 2241—45. 4/12. 1935. Hamburg, Univ.)

LINDENBAUM.

M. Tiffeneau, J. Lévy und E. Ditz, Über die semipinakolinartige Deaminierung des 1-p-Tolyl- und -1-[p-Methoxyphenyl]-1-phenyl-2-aminopropanols-(1). Vorzugsweise und ausschließliche Wanderung des Phenyls. MILLS u. Mitarbeiter (C. 1935. I. 385 u. früher) haben gezeigt, daß bei der Deaminierung der Aminoalkohole $\text{Ar}(\text{C}_6\text{H}_5)_2\text{C}(\text{OH}) \cdot \text{CH}(\text{NH}_2) \cdot \text{R}$ mit $\text{R} = \text{C}_6\text{H}_5$ oder Benzyl, $\text{Ar} = \text{p-Tolyl}$ oder α -Naphthyl, ferner $\text{R} = \text{CH}_3$, $\text{Ar} = \alpha$ -Naphthyl unter ausschließlicher Wanderung des C_6H_5 Ketone vom Typus $\text{Ar} \cdot \text{CO} \cdot \text{CHR} \cdot \text{C}_6\text{H}_5$ gebildet werden. Weitere Literatur vgl. Original. Vff. haben die analogen Aminoalkohole mit $\text{R} = \text{CH}_3$, $\text{Ar} = \text{p-Tolyl}$ u. p-Methoxyphenyl deaminiert u. festgestellt, daß auch in diesen Fällen ausschließlich das C_6H_5 wandert.

Versuche. 1-Phenyl-1-p-tolyl-2-aminopropanol-(1), $(\text{CH}_3 \cdot \text{C}_6\text{H}_4)(\text{C}_6\text{H}_5)\text{C}(\text{OH}) \cdot \text{CH}(\text{NH}_2) \cdot \text{CH}_3$, tritt in 2 diastereoisomeren Formen auf. α -Form aus α -Aminopropiophenonhydrochlorid u. p-Tolyl-MgBr. β -Form aus α -Amino-p-methylpropiophenonhydrochlorid u. $\text{C}_6\text{H}_5\text{MgBr}$. — Deaminierung: 1 g des vorigen in 10 ccm Eg. lösen, unter Kühlung die eben erforderliche Menge 10%ig. NaNO_2 -Lsg. zugeben, am folgenden Tag mit W. fallen, ausäthern usw. Teigiges Rohprod. lieferte ein Semicarbazon, aus A., F. 146°, ident. mit dem Semicarbazon des synthet. dargestellten p-Tolyl-[α -methylbenzyl]-ketons. — Synthese: p-Tolylbenzylketon. 136 g Phenyllessigsäure mit 125 g SOCl_2 umsetzen, 250 ccm Toluol u. allmählich 135 g AlCl_3 zugeben, 2 Std. auf W.-Bad erhitzen, mit Eis u. etwas HCl zers. usw. Aus A. weiß, krystallin, F. 109°. — p-Tolyl-[α -methylbenzyl]-keton. 10 g des vorigen in 100 ccm sd. Bzl. mit 2,6 g NH_2Na umsetzen, 7 g CH_3J zugeben, erwärmen, auf Eis gießen, ausäthern usw. Aus PAc., F. 43°. Semicarbazon, aus A., F. 148°. — 1-Phenyl-1-[p-methoxyphenyl]-2-aminopropanol-(1), $(\text{CH}_3\text{O} \cdot \text{C}_6\text{H}_4)(\text{C}_6\text{H}_5)\text{C}(\text{OH}) \cdot \text{CH}(\text{NH}_2) \cdot \text{CH}_3$. Darst. der beiden Formen analog den obigen. — Deaminierung wie oben ergab ein Keton C₁₆H₁₆O₂, aus Bzl. + PAc. weiße Krystalle, F. 55°, ident. mit synthet. dargestelltem [p-Methoxyphenyl]-[α -methylbenzyl]-keton. — Synthese: [p-Methoxyphenyl]-benzylketon. Wie oben bereitetes Phenylacetylchlorid mit 250 ccm PAc., 108 g Anisol, dann AlCl_3 versetzen usw. wie oben; mit PAc. ausziehen. Aus A., F. 77°. — [p-Methoxyphenyl]-[α -methylbenzyl]-

keton, $C_6H_5O_2$. 10 g des vorigen in 45 ccm Bzl. lösen, in Gemisch von 4 g NH_3Na u. 25 ccm Bzl. allmählich eintragen, $1\frac{1}{2}$ Stde. kochen, Gemisch von 6,3 g CH_3J u. 5 ccm Bzl. eintropfen usw. wie oben; Rohprod. in sehr wenig Bzl. lösen u. in -20° k. PAc. gießen. F. 55° . Aus A. derbe Krystalle, F. 80° , dann aus PAc. wieder F. 55° . Semicarbazon ölig. (Bull. Soc. chim. France [5] 2. 1871—76. Nov. 1935.) LB.

M. Tiffeneau und H. Cahnmann, Über die Deaminierung des 2-Phenyl-1-Amino-propanols-(2) und des 2-Phenyl-1-aminobutanols-(2). Vorzugsweise und ausschließliche Wanderung des Phenyls. Die Aminoalkohole $ArAr'(OH)\cdot CH_2\cdot NH_2$ verhalten sich bei der Deaminierung mit HNO_2 bzgl. der Natur des wandernden Radikals recht verschieden. Ist Ar = p-Tolyl, α -Naphthyl, p-Methoxyphenyl oder 3,4-Dimethoxyphenyl u. $Ar' = C_6H_5$, so wandert ausschließlich das Ar unter Bldg. der Ketone $C_6H_5\cdot CO\cdot CH_2\cdot Ar$. Man könnte danach vermuten, daß die Wanderungsfähigkeit der Radikale mit ihrer Affinitätsbeanspruchung parallel geht. Jedoch im Falle Ar u. $Ar' = o$ - u. p-Methoxyphenyl wandert das affinitätsschwächere o-Methoxyphenyl. Daß die Übereinstimmung von Wanderungsfähigkeit u. Affinitätsbeanspruchung in den obigen Fällen wahrscheinlich zufällig ist, folgt aus dem Verh. der homologen Aminoalkohole $Ar(C_6H_5)(OH)\cdot CH(NH_2)\cdot R$ mit $R = CH_3$ oder selbst Benzyl u. $Ar = p$ -Tolyl, p-Methoxyphenyl oder α -Naphthyl, bei welchen ausschließlich das affinitätsschwache C_6H_5 wandert. Literaturstellen vgl. Original. Es erhob sich nun die Frage, ob man solche widersprechenden Tatsachen wiederfinden würde, wenn sich Aryle u. Alkyle gegenüberstehen. Da man noch kein Beispiel der Deaminierung eines Aminoalkohols vom Typus $ArRC(OH)\cdot CH_2\cdot NH_2$ kennt, haben Vff. 2 derartige Fälle untersucht, u. zwar mit $Ar = C_6H_5$ u. $R = CH_3$ bzw. C_2H_5 . Es hat sich gezeigt, daß in beiden Fällen ausschließlich das C_6H_5 wandert unter Bldg. der Ketone $R\cdot CO\cdot CH_2\cdot C_6H_5$. Diese Aminoalkohole verhalten sich somit ebenso wie die Aminoalkohole $(C_6H_5)_2RC(OH)\cdot CH(NH_2)\cdot C_6H_5$ (McKENZIE u. Mitarbeiter, C. 1924. II. 37. 1927. I. 2906. 1929. II. 1529).

Versuche. 2-Phenyl-1-aminopropanol-(2), $(C_6H_5)(CH_3)C(OH)\cdot CH_2\cdot NH_2$. 1. ω -Aminoacetophenonhydrochlorid langsam in äth. CH_3MgJ -Lsg. (geringer Überschuß) eintragen, einige Stdn. kochen, mit Eis u. verd. HCl zers., wss. Lsg. mit NH_4OH alkalisieren, mit Ä. oder Bzl. ausziehen. Kp.₁₄ 133—140°. In Ä. mit äth. HCl das Hydrochlorid, F. (bloc) 153—153,5°. — 2. 2-Phenyl-1-oximinopropanol-(2), $(C_6H_5)(CH_3)C(OH)\cdot CH:N\cdot OH$. Äth. Lsg. von 1 Mol. Isonitrosoacetophenon langsam in 2 Moll. CH_3MgBr -Lsg. eintragen, 1 Stde. kochen, mit Eis u. verd. H_2SO_4 zers. u. ausäthern. Sirupös. — 15 g dieses rohen Oxims in 130 ccm absol. A. lösen, 24 g Na eintragen, 95%₀ig. A. bis zur Lsg. des Na zugeben, mit W. verd., mit HCl ansäuern, A. im Vakuum abdest., mit Ä. waschen, mit verd. NaOH alkalisieren, ausäthern u. fraktionieren. Fraktion Kp.₁₄ 90—92° (7,5 g) ist wahrscheinlich β -Phenylalylamin, $CH_2:(C_6H_5)\cdot CH_2\cdot NH_2$, gebildet durch Dehydratisierung; entfärbt Br u. $KMnO_4$; Hydrochlorid, aus Essigester, dann absol. A.-Essigester-Ä., F. (bloc) 143—144°; gibt mit CH_3J ein quartäres Salz $C_{12}H_{15}NJ$, F. (bloc) 160°. Fraktion Kp.₁₄ 133—140° (2 g) ist 2-Phenyl-1-aminopropanol-(2). — Deaminierung: Aminoalkohol in 25%₀ig. Essigsäure lösen, bei 0° wss. $NaNO_2$ -Lsg. eintropfen, am folgenden Tag ausäthern. Öliges Prod. erweist sich als reines Phenylacetone; Semicarbazone, aus A., F. (bloc) 199 bis 199,5°. — 2-Phenyl-1-oximinobutanol-(2). Aus Isonitrosoacetophenon u. C_2H_5MgBr wie oben. — Red. desselben mit Na u. A. wie oben. Fraktion Kp.₁₅ 110—115° ist wahrscheinlich β -Phenylcrotylamin oder 1-Amino-2-phenylbuten-(2), $CH_3\cdot CH:C(C_6H_5)\cdot CH_2\cdot NH_2$; entfärbt Br u. $KMnO_4$; mit äth. HCl das Hydrochlorid, $C_{10}H_{14}NCl$, aus absol. A., dann A.-Essigester-Ä., F. (bloc) 166,5—167°. Fraktion Kp.₁₅ 137—146° ist 2-Phenyl-1-aminobutanol-(2), $(C_6H_5)(C_2H_5)C(OH)\cdot CH_2\cdot NH_2$; $D^{19,5}$ 1,0404, $n_D^{19,5} = 1,5370$; mit äth. HCl das Hydrochlorid, $C_{10}H_{16}ONCl$, aus absol. A.-Essigester-Ä. Nadeln, F. (bloc) 184,5—185°. — Deaminierung dieses Aminoalkohols wie oben ergibt nur 1-Phenylbutanon-(2); Semicarbazone, aus A. Nadelchen, F. (bloc) 156,5—157°. (Bull. Soc. chim. France [5] 2. 1876—82. Nov. 1935. Paris, Faculté de Médecine.) LB.

Chr. W. Raadsveld, Nitro- und Bromnitroderivate des p-Aminoacetophenons. Diese Unters. ist in erster Linie ein weiterer Beitrag zur Kenntnis der verschiedenen Arten, wie man die NH_2 -Gruppe in arom. Verb. gegen die zerstörende Wrkg. der HNO_3 schützt. Ferner war mit der Möglichkeit einer Verdrängung der im Kern des p-Aminoacetophenons vorhandenen Acetylgruppe bei der Nitrierung u. Bromierung (indirekte Substitution) zu rechnen. Einschlägige Literatur im Original. Die Nitrierungen der N-Acetyl-, N-Carbomethoxy-, N-Carbothoxy- u. Äthylharnstoffderiv. des p-Aminoaceto-

phenons wurden verglichen. In allen Fällen gelingt es, durch Variieren des nitrierenden Agens 1 oder 2 NO₂-Gruppen in die o-Stellen der geschützten NH₂-Gruppe einzuführen. Anschließend wurden einige Bromierungen durchgeführt. Daß NO₂ u. Br tatsächlich in die o-Stellen zum NH₂ eintreten, wurde, wo es prakt. möglich war, durch Eliminierung des NH₂ auf dem Diazowege bewiesen.

Versuche. *p*-Aminoacetophenon (I). 19 g Anilin, 45 g Acetanhydrid u. 22 g ZnCl₂ 4 Stdn. kochen, mit konz. HCl kochen, mit NaOH neutralisieren, Anilin abtrennen. Aus A., F. 106°. — *p*-Acetaminoacetophenon (II). 29 g des vorigen mit 125 cem Acetanhydrid u. einigen Tropfen konz. H₂SO₄ erhitzen, in W. gießen. Aus verd. A., F. 171°. — *p*-Acetylphenylcarbamidsäuremethylester (III), C₁₀H₁₁O₃N. I in absol. A. mit Cl-CO₂CH₃ u. Na₂CO₃ 1/2 Stde. kochen, A. abdest., mit W. waschen. Aus Bzl. hellgelb, krystallin, F. 162°. — *athylester*, C₁₁H₁₃O₃N. Analog in sd. Bzl. Aus Bzl., F. 159°. — *N*-[4-Acetylphenyl]-*N'*-äthylharnstoff (IV), C₁₁H₁₄O₂N₂. 37 g I, 16 g Äthylisocyanat u. 60 cem Bzl. im Rohr 5 Stdn. auf 100° erhitzen. Aus A. hellgelb, krystallin, F. 157°. — 3-Nitro-4-acetaminoacetophenon, C₁₀H₁₀O₄N₂. 1 g II bei 0° in 5 cem absol. HNO₃ eintragen, nach kurzer Zeit auf Eis gießen, aus W. umlösen; Ausbeute gering; arbeitet man bei —20 bis —15° u. löst aus CCl₄ um, so erhält man auch das unten beschriebene 3,5-Dinitroderiv. (F. 222°). 2. 1 g II bei 0° in Gemisch von 5 cem absol. HNO₃ u. 10 cem Acetanhydrid eintragen usw.; Ausbeute über 90%. Aus A., F. 137°. Vgl. MAYER u. Mitarbeiter (C. 1932. II. 2963). Durch Erhitzen von I mit HNO₃-H₂SO₄ (1:1) auf 100° entsteht ein verkohltes Prod., aus welchem sich Pikrinsäure isolieren läßt. — 2-Nitro-4-acetylphenylcarbamidsäuremethylester, C₁₀H₁₀O₅N₂. Aus 1 g III u. 5 cem HNO₃ (D. 1,45) wie oben; mit CCl₄ extrahieren. Aus CCl₄ hellgelbe Krystalle, F. 107°. — *athylester*, C₁₁H₁₂O₅N₂. Ebenso. Aus Lg. hellgelb, F. 111°. — 2,6-Dinitro-4-acetylphenylcarbamidsäuremethylester, C₁₀H₈O₇N₄. Aus 3,2 g III u. 16 cem absol. HNO₃ bei 0° (1/2 Stde.). Aus A., F. 213°. — *athylester*, C₁₁H₁₁O₇N₄. Ebenso. Gelblich, F. 176°. — Werden die Rk.-Gemische in den letzten 4 Fällen 10 bis 15 Min. auf 50° erwärmt, so bilden sich andere, noch unaufgeklärte Prodd. — *N*-[2-Nitro-4-acetylphenyl]-*N'*-äthyl-*N'*-nitroharnstoff, C₁₁H₁₂O₆N₄. Aus 4 g IV u. 25 cem HNO₃ (D. 1,45) bei 0°, dann 2 Stdn. bei Raumtemp. Aus Lg., F. 91°. — *N*-[2,6-Dinitro-4-acetylphenyl]-*N'*-äthyl-*N'*-nitroharnstoff. Mit absol. HNO₃. Aus Chlf., F. 120° (Zers.), unbeständig. — Aus diesen Nitroharnstoffen kann der nichtaromat. Teil leicht entfernt werden. Mit CH₃OH u. A. entstehen die obigen nitrierten Carbamidsäureester, durch Kochen mit wss. Aceton die nachst. beschriebenen Amine. Der letztere Nitroharnstoff liefert durch 1-std. Kochen mit Anilin in trockenem Bzl. *N*-[2,6-Dinitro-4-acetylphenyl]-*N'*-phenylharnstoff, C₁₅H₁₂O₆N₄, F. 191°. — 3-Nitro-4-aminoacetophenon, C₈H₈O₃N₂. Durch kurzes Erhitzen der 2-Nitro-4-acetylphenylcarbamidsäureester mit konz. H₂SO₄ auf 100° oder besser durch 1-std. Kochen des 3-Nitro-II mit 6-n. HCl. Aus A. tiefgelbe Blättchen, F. 153°. Vgl. MAYER (l. c.). — 3,5-Dinitro-4-aminoacetophenon, C₈H₇O₅N₄. Aus den 2,6-Dinitro-4-acetylphenylcarbamidsäureestern mit konz. H₂SO₄ bei 100° (15 Min.); auf Eis gießen. Aus A. hellbraune Nadeln, F. 176°. — *N*-Acetylderiv., C₁₀H₈O₆N₃. Mit sd. Acetanhydrid + Spur H₂SO₄. Aus A. farblos, F. 222°.

Darst. von 3-Brom-II u. 3-Brom-I-hydrochlorid vgl. RAIFORD u. DAVIS (C. 1928. I. 1416). — 4-Acetamino-*o*-bromacetophenon, C₁₀H₁₀O₂NBr. Aus II mit 1 Mol. Br in Eg. bei 100°. Aus A. weiß, F. 192—193° (Zers.). Schon von JACOBS u. HEIDELBERGER (J. biol. Chemistry 21 [1915]. 459) aus Acetanilid, Bromacetylchlorid u. AlCl₃ dargestellt. — *p*-[Bromacetamino]-acetophenon, C₁₀H₁₀O₂NBr. 1 g I in 10 cem Eg.-gesätt. Na-Acetalsg. (1:1) lösen, 1,75 g Bromacetylchlorid bei ca. 0° eintropfen. Aus 50%ig. Essigsäure gelblichweiß, F. 157°. Reizt die Schleimhäute der Atmungswege. — 3-Brom-4-acetamino-5-nitroacetophenon, C₁₀H₈O₄N₂Br. 1,75 g 3-Brom-II bei —15 bis —10° in 10 cem absol. HNO₃ eintragen, in 40 cem eisgekühltes CCl₄ gießen, 40 cem Eiswasser eintropfen usw. Aus A. farblos, F. 203°. — 3-Brom-4-amino-5-nitroacetophenon, C₈H₇O₃N₂Br. Aus vorigem mit konz. H₂SO₄ oder in A. mit 6-n. HCl, ferner aus 3-Nitro-I in Eg. mit Br (über Nacht). Aus A. kanariengelb, F. 181°. — Diazoreaktionen. 0,5 g 3-Nitro-I in 10 cem konz. H₂SO₄ gel., unter Eiskühlung 25 cem W. zugefügt, 10 cem 10%ig. NaNO₂-Lsg. eingetropft, mit A. verd. u. gekocht. Beim Erkalten *m*-Nitroacetophenon, F. 80°. — Aus 3-Brom-I-hydrochlorid ebenso *m*-Bromacetophenon, F. 7—8°; durch Oxydation desselben mit sd. NaOBr-Lsg. *m*-Brombenzoesäure, F. 155,5°. — Die Konst. des 3,5-Dinitro-I wurde erstens durch Oxydation mit K₂Cr₂O₇-H₂SO₄ zur 3,5-Dinitro-4-aminobenzoessäure (Chrysanissäure) bewiesen. Die Diazotierung desselben gelang nur nach dem WITTschen Verf. (vgl.

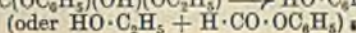
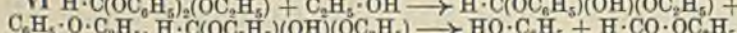
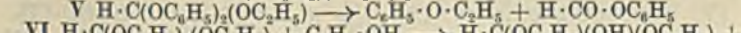
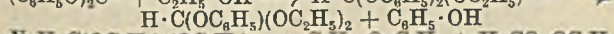
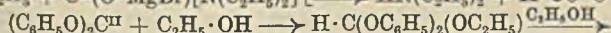
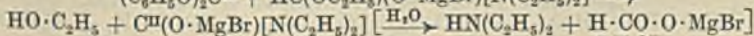
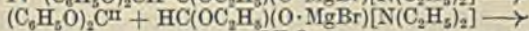
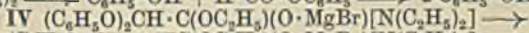
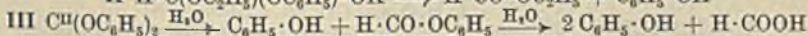
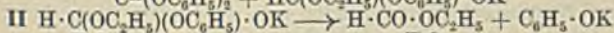
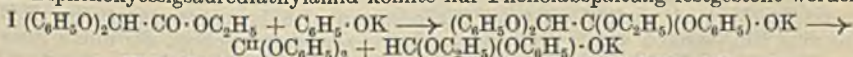
ELION, C. 1923. I. 1021); Oxydation des Rohprod. mit KMnO_4 ergab 3,5-Dinitro-4-oxybenzoesäure, F. (bloc) 243°; vgl. ELION. — 3-Brom-5-nitro-1 liefert, ebenso diazotiert, 3,5-Dinitrochlorbenzol, F. 73°. Demnach wird nicht nur das NH_2 eliminiert, sondern auch das Acetyl durch NO_2 verdrängt, in völliger Übereinstimmung mit den Befunden von ELION. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 54 ([4] 16). 813—27. 15/11. 1935.) Lb.

Chr. W. Raadsvel, *Étincive Derivate des p-Aminoacetophenons*. (Vgl. vorst. Ref.) N-[4-Acetylphenyl]-harnstoff, $\text{C}_9\text{H}_{10}\text{O}_2\text{N}_2$. p-Aminoacetophenon (I) durch Einleiten von HCl -Gas in die 12%/ig. alkoh. Lsg. in das Hydrochlorid umwandeln, 2 Teile desselben in gesätt. wss. Lsg. mit 1 Teil gesätt. K-Cyanatlg. umsetzen, aus dem kristallinen Prod. I mit Ä. entfernen. Aus W., F. 183°, bitter schmeckend. Das von FLORENCE (C. 1933. II. 2123) beschriebene Prod. (F. 148°) war wohl unrein. — N-[4-Acetylphenyl]-N'-phenylharnstoff, $\text{C}_{15}\text{H}_{14}\text{O}_2\text{N}_2$. Aus I u. Phenylisocyanat in sd. Bzl. (2 Stdn.). Aus A., F. 195°. — N-[4-Acetylphenyl]-N'- α -naphthylharnstoff, $\text{C}_{19}\text{H}_{18}\text{O}_2\text{N}_2$. Mit α -Naphthylisocyanat in sd. Ä. F. 209°. — Mit Phenylsenföf wurde nicht der erwartete Thioharnstoff, sondern ein gelbes, kristallines Prod. von F. 195° (aus Bzl.-A.) mit 9,6% S erhalten. — 2,4-Dinitro-4'-acetyldiphenylamin, $\text{C}_{11}\text{H}_{11}\text{O}_5\text{N}_3$. I mit 2,4-Dinitrochlorbenzol u. Na-Acetat in A. 1 $\frac{1}{2}$ Stde. kochen, Nd. mit W. waschen. Aus Eg., F. 192°. Vgl. GIUA u. ANGELETTI (C. 1921. III. 1273). — 2,4,6-Trinitro-4'-acetyldiphenylamin, $\text{C}_{11}\text{H}_9\text{O}_7\text{N}_5$. Ebenso mit Pikrylchlorid (2—3 Stdn.). Aus A. hellgelbe Kristalle, F. 162°. Vgl. WEDEKIND (Ber. dtsch. chem. Ges. 33 [1900]. 432). — [2,4-Dinitronaphthyl-(1)]-[4'-acetylphenyl]-amin, $\text{C}_{18}\text{H}_{13}\text{O}_5\text{N}_3$. Mit 1-Chlor-2,4-dinitronaphthalin. Aus Aceton rote Kristalle, F. 162°. — Durch Erhitzen von I mit Harnstoff auf 200—215° wurde nicht 4,4'-Diacetyldiphenylharnstoff, sondern ein rotbraunes Prod. mit 13,3% N erhalten. Durch Erhitzen von I mit CS_2 in A. auf 100° entstand kein 4,4'-Diacetyldiphenylthioharnstoff, sondern ein gelbes Prod. von F. 230 bis 235°. — Die folgenden Ketazine wurden nach dem Verf. von BRUINING (C. 1923. I. 319) dargestellt, d. h. durch Kochen äquivalenter Mengen von Keton u. N_2H_4 -Sulfat in A.-W. (2:1 Voll.); Konz. des Ketons 1 Mol. in 293 \times 75 ccm. Die Zeiten bis zur Erreichung des Gleichgewichts wurden ermittelt. Das 1. u. 5. Azin konnten so nicht erhalten werden, wohl aber durch längeres Kochen der Ketone mit 10 äquivalenten N_2H_4 -Sulfat in W. oder verd. A. 3-Nitro-4-aminoacetophenonazin, $\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}_4\text{N}_6$, F. 350°. 3-Nitro-4-acetaminoacetophenonazin, $\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{O}_6\text{N}_6$, F. 270°. 3,5-Dinitro-4-aminoacetophenonazin, $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_6$, F. 345°. 3-Brom-4-acetaminoacetophenonazin, $\text{C}_{20}\text{H}_{20}\text{O}_4\text{N}_4\text{Br}_2$, F. 280°. 3-Brom-4-amino-5-nitroacetophenonazin, $\text{C}_{16}\text{H}_{14}\text{O}_6\text{N}_6\text{Br}_2$, F. 315°. 3-Brom-4-acetamino-5-nitroacetophenonazin, $\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{O}_6\text{N}_6\text{Br}_2$, F. >350°. — Darst. der folgenden Hydrazone durch Lösen des Ketons in möglichst wenig Eg., Zusatz von 1 Mol. Phenylhydrazin, gel. in Eg. (0,08 g pro ccm), längeres Stehen u., wenn nötig, Fällen mit W. 3-Nitro-4-aminoacetophenonphenylhydrazon, $\text{C}_{14}\text{H}_{11}\text{O}_2\text{N}_4$, braun, F. 135—138°. 3,5-Dinitro-4-aminoacetophenonphenylhydrazon, $\text{C}_{14}\text{H}_9\text{O}_4\text{N}_5$, aus verd. Aceton, F. (bloc) 245°. 3-Brom-4-amino-5-nitroacetophenonphenylhydrazon, $\text{C}_{14}\text{H}_9\text{O}_2\text{N}_4\text{Br}$, dunkelrotbraun, F. 80°. — 3-Nitro-4-acetaminoacetophenonphenylhydrazon, $\text{C}_{16}\text{H}_{16}\text{O}_3\text{N}_4$, aus A., F. 160°. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 54 ([4] 16). 827—32. 15/11. 1935. Leiden, Univ.) LINDENBAUM.

Giovanni Semerano, *Die Reduktion von Desoxybenzoin und Benzoin an der Quecksilbertropfkathode und darauf bezügliche Probleme*. Das molare Reduktionspotential von Benzoin u. von Desoxybenzoin in einer Lsg. von 50% A. die $\frac{1}{10}$ -n. NH_4Cl enthält, beträgt —1,062 resp. —1,129 V, bezogen auf die HgCl -Elektrode. Das Potential wird in alkal. Lsg. etwas negativer, in saurer Lsg. deutlich positiver. Aus dem Verlauf der Polarisationskurve u. der Verschiebung des Reduktionspotential mit der Konz. der reduzierbaren Substanz u. der H^+ -Konz. schließt Vf., daß die Red. ein monovalenter Vorgang ist, da die entstehenden Stoffe die entsprechenden Pinakone sind. In den untersuchten Lsgg. liegen die Stoffe ausschließlich in Ketonform vor. Durch Vergleich des mol. Reduktionspotentials von Benzaldehyd u. Benzoin ergibt sich, daß bei der Benzoinkondensation das Oxydationsvermögen der aldehyd. CO-Gruppe nicht wesentlich geändert wird. Aus diesem Befund folgt die Möglichkeit der Konstitutionsbest. gemischter Benzoin. Die Löslichkeit von Benzoin in W. beträgt $1,75 \cdot 10^{-4}$ mol/Liter. (Gazz. chim. ital. 65. 273—88. April 1935. Padua, R. Univ. Physikal.-chem. Inst.) GEHRKE.

Helmuth Scheiber und Maximilian Depner, *Zur Kenntnis der Verbindungen des zweiwertigen Kohlenstoffs. XI. Über die bei chemischen Reaktionen erfolgende Kohlenoxydacetalspaltung der Ester und Amide der Diphenoxyessigsäure*. (10. Mitt. vgl. C. 1934.

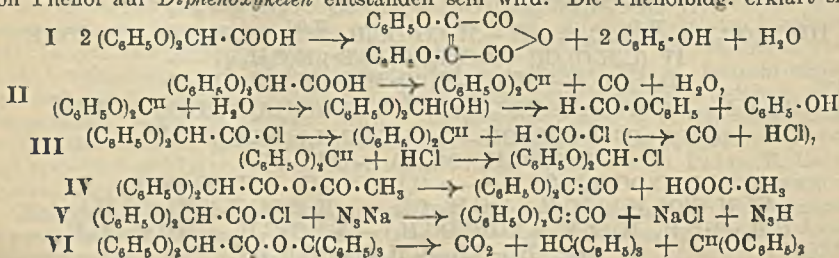
II. 3107.) Bei der Darst. von *Diphenoxyessigsäureäthylester* aus *Dichloressigsäureäthylester* war die Ausbeute schlechter als bei der Darst. von *Diphenoxyessigsäure* aus *dichloressigsäurem Na* (vgl. AUWERS u. HAYMANN, Ber. dtsh. chem. Ges. 27 [1894]. 2795), obwohl die Umsetzung in beiden Fällen in gleicher Weise mit *Na-Phenolat* in w. alkoh. Lsg. bewirkt wurde. Anscheinend wirkt *Na-Phenolat* nicht nur substituierend auf die Cl-Atome des *Dichloressigesters* ein, sondern es tritt auch mit der Estergruppe unter Anlagerung in Rk. Das so gebildete *Orthoessigsäureesterderiv.* konnte dann sofort die *Kohlenoxydacetalsspaltung* erleiden, wodurch die Verminderung der Ausbeute an *Diphenoxyessigester* eine Erklärung fände. — Um diesen Spaltungsvorgang aufzuklären, wurde die *Einw. von K-Phenolat* auf den *Äthylester* u. von *Na-Äthylat* auf den *Phenylester der Diphenoxyessigsäure* in Bzl. untersucht. In beiden Fällen entsteht *Ameisensäureäthylester*, aus dem Dest.-Rückstand nach Behandlung mit *W. Phenol* u. *ameisensaures Salz*. Die Umsetzung des *Äthylesters* dürfte sich nach I vollziehen. Aus dem neben *Kohlenoxyddiphenylacetal* gebildeten *Orthoameisensäurederiv.* entstehen durch weiteren Zerfall nach II *Ameisensäureäthylester* u. *K-Phenolat*. — *Kohlenoxyddiphenylacetal* ließ sich nicht isolieren, sondern nur seine Verseifungsprod.: *Ameisensäure* u. *Phenol*, entsprechend III. — Neben diesem Spaltungsvorgang erfolgt bei *Einw. von Na-Äthylat* auf den *Phenylester* noch die Rk., die bei *Einw. von Na-Äthylat* auf den *Diphenoxyessigsäureäthylester* zum *Diphenoxyketendiäthylacetal* führte. Anscheinend findet hier zunächst *Umesterung* zum *Äthylester* statt, der dann mit *Na-Äthylat* unter Bldg. des betreffenden *Ketenacetals* reagiert. Bei *Einw. von K-Phenolat* auf den *Äthylester* wurde dagegen nicht das *Ketenacetal Tetraphenoxyläthylen* erhalten; hier trat nur der Spaltungsvorgang ein. — Wesentlich schneller erfolgte die *Kohlenoxydacetalsspaltung* in alkohol. Lsg. Dies ist der Fall bei der Darst. von *Diphenoxyessigester* aus *Dichloressigsäureäthylester* mit *Na-Phenolat*, wobei *Na-Formiat* auf Kosten der Ausbeute gebildet wird. — Die *Kohlenoxydacetalabspaltung* läßt sich auch durch *Einw. von Diäthylaminomagnesiumbromid* auf *Diphenoxyessigsäureäthylester* nachweisen. Dabei wurde ein neutrales, unverseifbares Prod., *Kp.*₁₅ 85° erhalten, das *Äthoxylreste* enthielt. Vielleicht liegt hier *Orthoameisensäurephenyl-diäthylester* vor, der aus *Orthoameisensäurediphenyläthylester*, dem Anlagerungsprod. von 1 Mol. A. an *Kohlenoxyddiphenylacetal* durch *Umesterung* entstanden war. Eine solche Rk. setzt also die *Abspaltung* von A. voraus u. könnte nach IV verlaufen sein. — *Kohlenoxyddiphenylacetal* scheint also nicht in gleicher Weise wie *Kohlenoxyddiäthylacetal* zu einer kettenartigen Aneinanderreihung mehrerer Moll. unter Vermittlung von A. zu neigen. — Eine erheblich höhere Ausbeute an solchen neutralen, äthoxylhaltigen Vsrbb. wurde erzielt beim Erhitzen des Rk.-Prod. von *Diäthylaminomagnesiumbromid* + *Diphenoxyessigester* mit A. unter Druck auf 150°. Hierbei wurde außerdem noch *Phenol* erhalten, dessen Bldg. sich durch therm. Spaltung des *Orthoameisensäurediphenyläthylesters* nach V oder auch nach VI erklären läßt. — Um zu verhindern, daß der im Laufe der Rk. abgespaltene A. auf *Kohlenoxyddiphenylacetal* einwirkt, wurden an Stelle des *Äthylesters* der *Diphenoxyessigsäure* *äthoxylfreie Verb.*, der *Phenylester* u. das *Diäthylamid*, mit *Diäthylaminomagnesiumbromid* umgesetzt. Der *Phenylester* reagiert erst in Bzl. bei 150° unter Druck; neben *Phenol* wird auch *Ameisensäure* nachgewiesen, die ursprünglich als *Ameisensäurephenylester* vorgelegen haben kann. Die *Phenolabspaltung* wirkt hier also ebenso störend wie die Bldg. von A. aus dem *Äthylester*. Bei *Einw. von Diäthylaminomagnesiumbromid* auf *Diphenoxyessigsäurediäthylamid* konnte nur *Phenolabspaltung* festgestellt werden.



Versuche. *Diphenoxyessigsäurephenylester*, $C_{20}H_{18}O_4$; aus Diphenoxyessigsäure in Ä. + Pyridin + $SOCl_2$ + Phenol bei 50° ; aus A. u. Lg., F. 95° ; entsteht auch aus der Säure mit Phenylschwefligsäurechlorid in Ggw. von Pyridin. — Bei der Einw. von *K-Phenolat auf Diphenoxyessigsäureäthylester* in sd. Bzl. wurde im Rk.-Prod. die Ameisensäure bestimmt u. A. u. Phenol nachgewiesen. Bei Wiederholung des Vers. in alkohol. Lsg. wurden im Rk.-Prod. 91,9% des Ausgangsmaterials teils in Form von Ameisensäure, teils als Diphenoxyessigsäure wiedergefunden u. auch A. u. Phenol nachgewiesen (vgl. auch den theoret. Teil). — Bei der Einw. von *Na-Äthylat auf Diphenoxyessigsäurephenylester* in sd. Bzl. wurde A. nachgewiesen u. die gebildete Ameisensäure bestimmt (3,36% der angewandten Menge des Diphenoxyessigsäurephenylesters). Bei dem entstandenen äthoxylhaltigen Prod. handelt es sich wahrscheinlich um ein Gemisch von *Diphenoxyessigsäureäthylester* u. *Diphenoxyketendiäthylacetal*. — Bei der Einw. von *Diäthylaminomagnesiumbromid auf Diphenoxyessigsäureäthylester* in Ä. entsteht nach Eindampfen unter Zusatz von Bzl. unter vermindertem Druck das Prod. vom Kp.₁₆ 85° (s. o.). — Gibt bei Dest. bei 200° u. 0,5 mm u. Einw. von alkoh.-wss. KOH Diäthylamin u. Diphenoxyessigsäure. Diese Fraktion enthielt wahrscheinlich *Diphenoxyessigsäurediäthylamid*. — Eine erhaltene Fraktion vom Kp._{0,8} 125° enthielt Äthoxylgruppen. — Das Anlagerungsprod. von Diäthylaminomagnesiumbromid an den Ester gibt mit A. im Rohr bei 150° u. a. *Phenetol* u. Phenol. — Bei der Einw. von *Diäthylaminomagnesiumbromid* in Ä. auf *Diphenoxyessigsäurephenylester* in Bzl. entsteht nach Dest. des Ä.-Auszuges das Rk.-Prod. *Phenol* u. eine Fraktion (167—169/0,8 mm), die N enthielt u. mit Alkali Diäthylamin abspaltete. Bei Wiederholung des Vers. im Rohr bei 150° wurde bei der Dest. in der Phenol enthaltenden Fraktion Ameisensäure nachgewiesen. — *Diphenoxyessigsäurediäthylamid*, $C_{18}H_{21}O_3N$, aus Diphenoxyessigsäurediäthylester + Diäthylamin u. A. im Rohr bei 100° oder ohne A. bei 150° ; Krystalle, aus Chlf. + A., u. aus A., F. 137° . (Ber. dtsch. chem. Ges. 68. 2136—43. 6/11. 1935. Berlin, Techn. Hochsch.)

BUSCH.

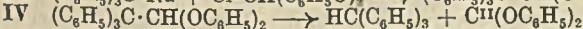
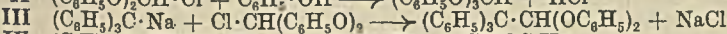
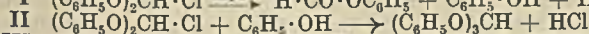
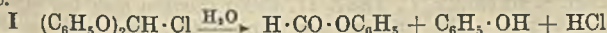
Helmuth Scheibler und Maximilian Depner, *Zur Kenntnis der Verbindungen des zweiwertigen Kohlenstoffs*. XII. Über die durch thermischen Zerfall bewirkte Kohlenoxydacetalspaltung der Diphenoxyessigsäure und ihrer Derivate. (11. Mitt. vgl. vorst. Ref.) *Diphenoxyessigsäure* ist nicht destillierbar; bei 120° beginnt Gasentw., die bei 150° sehr lebhaft wird; unter den Spaltprod. überwiegen Phenol u. CO_2 ; außerdem werden noch CO, W., Ameisensäurephenylester, Kohlensäurediphenylester u. ein hochsd. Prod. erhalten, bei dem es sich wahrscheinlich um *Diphenoxymaleinsäureanhydrid*, $C_{16}H_{10}O_6$, handelt, das nach I entstanden sein kann; letzteres dest. bei 160 — $180^\circ/15$ mm; Krystalle, aus Lg., Chlf. u. PAe., F. 153° ; reagiert sehr stark ungesätt. gegen sodal. Permanganatlsg., addiert Br; reagiert stark sauer u. bildet ein in W. ungl. Ag-Salz. — Die Kohlenoxydacetalspaltung II spielt bei der therm. Zers. der Diphenoxyessigsäure nur eine unbedeutende Rolle, da man neben CO nur den erhaltenen Ameisensäurephenylester auf diese Spaltung zurückführen kann. — *Diphenoxyacetylchlorid* spaltet bei 170 — 180° (vgl. SCHNEIDER, Diss. Zürich 1916 u. die nachst. Mitt.) CO ab u. geht bei der Dest. in *Diphenoxychlormethan* über; dabei entstehen wahrscheinlich zunächst *Kohlenoxyddiphenylacetal* u. *Formylchlorid*. Da letzteres sofort unter Bldg. von CO u. HCl zerfällt, so lagert sich dieser an das Kohlenoxyddiphenylacetal an, entsprechend III. — Bei dem Vers., das Azid der *Diphenoxyessigsäure* durch Umsetzung von *Diphenoxyacetylchlorid* in PAe. mit aktiviertem Na-Azid in Bzl. im CO_2 -Strom bei 80° herzustellen, trat zwar Abspaltung von NaCl ein, doch nahm die Rk. nicht den erwarteten Verlauf; nach V entstand *Diphenylketen* u. *Stickstoffwasserstoffsäure* N_3H . Aus dem Rk.-Gemisch wurde *Diphenoxyessigsäurephenylester* isoliert, der durch Einw. von Phenol auf *Diphenoxyketen* entstanden sein wird. Die Phenolbldg. erklärt sich



durch Verseifung eines Teiles der Diphenoxygruppen unter Einw. von Feuchtigkeits-
spuren in Ggw. von N₂H. — Die Bldg. von *Diphenoxyessigsäurephenylester*, F. 94°,
wurde gleichfalls bei Einw. von Ag₂O auf die Lsg. von Diphenoxyacetylchlorid in Bzl.
beobachtet. Auch hier muß durch Verseifung Phenol entstanden sein, das mit Diphen-
oxyketon oder mit unverbrauchtem Säurechlorid in Rk. getreten war.

V e r s u c h e. (Vgl. auch den Theoret. Teil.) *Diphenoxyacetylchlorid*, aus Diphen-
oxyessigsäure in Bzl. + SOCl₂ bei Siedetemp.; hellgelbes Öl; bräunt sich, wenn das
Ausgangsmaterial nicht rein u. trocken war, wird rötlich braun u. enthält dann schon
Diphenoxylchlormethan. — Das Diphenoxyacetylchlorid wird in Ä. durch Stehen an
der Luft verseift zur *Diphenoxyessigsäure*, in PAc. mit Anilin in *Diphenoxyacetanilid*,
C₂₀H₁₃O₂N, übergeführt; aus Lg. u. A., F. 124°. — *Essigsäurediphenoxyessigsäure-
anhydrid*, C₁₆H₁₄O₅, aus Diphenoxyacetylchlorid + Ag-Acetat oder aus diphenoxy-
essigsäurem Ag + Acetylchlorid; gibt mit Anilin *Diphenoxyacetanilid*; das ursprüng-
liche Prod. wird an feuchter Luft schnell zu Diphenoxyessigsäure u. Essigsäure ver-
seift. Das Anhydrid spaltet bereits bei der Darst. in Ä. sehr leicht Essigsäure ab u.
geht dabei nach IV in *Diphenoxyketen*, gelbes, stechend riechendes Öl, über. Daher
gab die äth. Lsg. mit Anilin nur das Anilid der Diphenoxyessigsäure u. kein Acetanilid;
freie Essigsäure ließ sich dagegen aus dem Rk.-Gemisch abdestillieren. — Diphen-
oxyacetylchlorid gibt in Ä. in Ggw. von Pyridin mit Benzanilin bei Siedetemp. das
Diphenoxyacetanilid, aus Ä., F. 120°. Das erwartete β-Lactam der α,α-Diphenoxy-
β-phenyl-β-anilidopropionsäure, das aus Diphenoxyketen u. Benzanilin hätte ent-
stehen können, wurde hierbei nicht erhalten. — Eine Abspaltung von HCl läßt sich
jedoch durch Einw. von *p-Oxyazobenzol* auf *Diphenoxyacetylchlorid* in Ä. erreichen.
Die ursprünglich gebildete Molekülverb. war unbeständig u. zerfiel sofort unter Bldg.
der bekannten *Anlagerungsverb. von HCl an p-Oxyazobenzol*, C₁₂H₁₁ON₂Cl, aus Essig-
säureäthylester, F. 169°; gibt beim Erhitzen mit Bzl. HCl ab unter Bldg. von *p-Oxy-
azobenzol*. Im Rückstand der Anlagerungsverb. war offenbar Diphenoxyketen ent-
halten; denn an feuchter Luft krystallisierte allmählich *Diphenoxyessigsäure* aus. —
Diphenoxyessigsäuretriphenylmethylester, C₃₃H₂₀O₄, aus diphenoxyessigsäurem Ag in
absol. Ä. + *Triphenylchlormethan* bei 15–20°; Krystalle, aus Ä. u. PAe., F. 112°. —
Zers. sich beim Erhitzen im Hochvakuum erst bei 160°. Als Spaltprodd. wurden
(vgl. VI) CO₂, *Triphenylmethan* u. Phenol nachgewiesen. Bei der hohen Rk.-Temp.
erleidet *Kohlenoxyddiphenylacetal* vollständige Zers. unter Verkohlung. (Ber. dtsh.
chem. Ges. 68. 2144–51. 6/11. 1935. Berlin, Techn. Hochschule.) BUSCH.

Helmuth Scheibler und **Maximilian Depner**, *Zur Kenntnis der Verbindungen
des zweiwertigen Kohlenstoffs. XIII. Über Diphenoxylchlormethan (Formylchloriddiphenyl-
acetal) und seine Umwandlung in Tetraphenoxyläthylen (Dikohlenoxytetraphenylacetal).*
(12. Mitt. vgl. vorst. Ref.) Das *Diphenoxylchlormethan*, das man als das *Diphenyl-
acetal des Formylchlorids* auffassen kann, besitzt ein sehr reaktionsfähiges Cl-Atom.
Durch Luftfeuchtigkeit wird es nach I zers. zu *Ameisensäurephenylester*, Phenol u.
HCl; ersterer wird leicht weiter verseift zu Phenol u. Ameisensäure. Das so entstandene
Phenol reagiert mit unverseiftem Diphenoxylchlormethan nach II unter Bldg. des
recht beständigen *Orthoameisensäuretriphenylesters*. — Bei dem vergeblichen Vers.
von SCHNEIDER (Diss. Zürich 1916), aus Diphenoxylchlormethan mit Tertiärbasen
HCl abzuspalten, um so zum Kohlenoxyddiphenylacetal zu gelangen, entstanden nicht
näher untersuchte Anlagerungsprodd., die den Keteniumverb. nahestehen dürften.
Die Abspaltung von HCl aus Diphenoxylchlormethan läßt sich jedoch nach III u. IV
bewirken. Das bei der Einw. von *Triphenylmethylnatrium* nach III zunächst ent-
standene *Triphenylacetaldehyddiphenylacetal* zerfällt sofort im Sinne der Gleichung IV,
u. das so neben Triphenylmethan gebildete monomere *Kohlenoxyddiphenylacetal*, das
unter den Rk.-Bedingungen nicht beständig ist, geht in die dimere Verb., das *Di-
kohlenoxytetraphenylacetal (Diphenoxyketendiphenylacetal oder Tetraphenoxyläthylen)*
(C₆H₅O)₂C:C(OC₆H₅)₂ über. In Übereinstimmung mit dieser Formulierung wird bei
Verseifung mit 30%ig. HBr in Eg. im Rohr bei 100° *Diphenoxyessigsäurephenylester*
gebildet.



V e r s u c h e. *Diphenoxylchlormethan*, C₁₂H₁₁O₂Cl, aus Diphenoxyacetylchlorid
bei 180°; Kp._{0,7} 130–132°. — *Tetraphenoxyläthylen*, C₂₈H₂₀O₄, aus Diphenoxylchlor-

methan + Triphenylmethylnatrium im N-Strom in Ä.; aus Chlf. + PAe., F. 168°; entfärbt sodaalkal. alkoh. Permanganatlg.; addiert Br in Chlf. — Neben dem Tetraphenyläthylen wurde unreines *Triphenylmethylperoxyd* u. *Triphenylmethan* erhalten. — Tetraphenoxyäthylen gibt mit Br in Chlf. nur *Tribromphenol*. (Ber. dtsh. chem. Ges. 68. 2151—53. 6/11. 1935. Berlin, Techn. Hochsch.) BUSCH.

Helmuth Scheibler und **Maximilian Depner**, *Über Diphenylketendiphenylacetal* und [*Diphenylvinyl*]-phenyläther. (XIX. Mitt. über Esterenolate und Ketenacetale.) (18. vgl. C. 1934. II. 2669.) In analoger Weise wie *Diphenylchloracetaldehyddiäthylacetal* konnte das *Diphenylacetal* aus dem entsprechenden Carbinol, dem Rk.-Prod. von Diphenoxyessigsäureäthylester mit C_6H_5MgBr , gewonnen werden. Während ersteres mit C_6H_5MgBr unter gleichzeitiger Bldg. von Chlorbenzol nach I eine Organomagnesiumverb. liefert, die die Kohlenoxydacetalspaltung erleidet, gibt *Diphenylchloracetaldehyddiphenylacetal* mit C_6H_5MgBr einen Enoläther, nämlich den α, α -*Diphenylvinylphenyläther* (vgl. II). Die gleiche, unter Abspaltung einer Phenoxygruppe erfolgende Rk. tritt auch bei Behandlung von Diphenoxylchloracetaldehyddiphenylacetal mit Zn in Ggw. von Pyridin u. Eg. ein. Es erfolgt hier also nicht die ursprünglich beabsichtigte Rk.: Ersatz des Halogenatoms durch H.

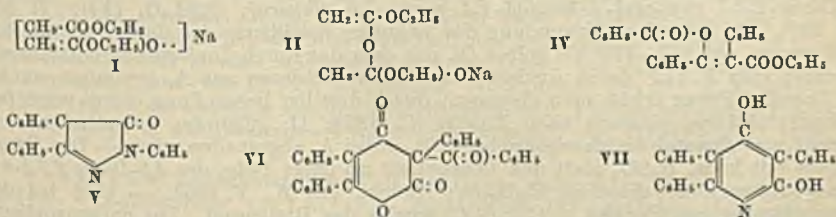
I $(C_2H_5O)_2CH \cdot C(C_6H_5)_2 \cdot Cl + C_6H_5 \cdot MgBr \rightarrow C_6H_5 \cdot Cl + (C_2H_5O)_2CH \cdot C(C_6H_5)_2 \cdot MgBr$,
 $(C_2H_5O)_2CH \cdot C(C_6H_5)_2 \cdot MgBr \rightarrow C^{II}(OC_2H_5)_2 + H \cdot C(C_6H_5)_2 \cdot MgBr$

II $(C_6H_5O)_2CH \cdot C(C_6H_5)_2 \cdot Cl + C_6H_5 \cdot MgBr \rightarrow C_6H_5 \cdot Cl + (C_6H_5O)_2CH \cdot C(C_6H_5)_2 \cdot MgBr$,
 $(C_6H_5O)_2CH \cdot C(C_6H_5)_2 \cdot MgBr \rightarrow C_6H_5O \cdot CH : C(C_6H_5)_2 + C_6H_5O \cdot MgBr$

Versuche. *Diphenyloxyacetaldehyddiphenylacetal*, $C_{20}H_{22}O_3$, aus Diphenoxyessigsäureäthylester + C_6H_5MgBr ; aus A. + PAe., F. 103°. — Gibt in Ä. mit Pyridin u. SOCl₂ bei Siedetemp. *Diphenylchloracetaldehyddiphenylacetal*, $C_{26}H_{21}O_2Cl = (C_6H_5O)_2CH \cdot C(C_6H_5)_2 \cdot Cl$; gelbes, viscoses Öl; erstarrt glasig; spaltet über 100° HCl ab; ist nicht destillierbar. — Gibt in Bzl. + Chinolin bei 160° *Diphenylketendiphenylacetal*, $C_{26}H_{20}O_2 = (C_6H_5O)_2C : C(C_6H_5)_2$; das gleiche Ketenacetal entsteht auch aus Diphenyloxyacetaldehyddiphenylacetal mit P_2O_5 in Ggw. von $(C_6H_5)_3N$ in Bzl. im Rohr bei 150° oder in sd. Bzl. in Ggw. von Pyridin u. P_2O_5 ; aus A., F. 112°; reduziert stark sodaalkal. Permanganatlg. u. addiert energ. Br; Kp._{0,5} 185° (unzers.). Die Abspaltung von HCl ließ sich auch durch Schwermetallsalze (Ag_2CO_3 , AgCN, HgCN) erzielen. — Diphenylketendiphenylacetal läßt sich zu *Diphenylessigsäure* bzw. zu deren Estern verseifen, u. zwar erhält man mit alkoh. HCl bei 15—20° in einer Druckflasche den *Äthylester*, $C_{16}H_{16}O_2$; aus PAe., F. 58°; Kp._{0,5} 120° (unzers.). — Einw. von HBr in Eg. auf das Ketenacetal ergab den *Diphenylessigsäurephenylester*, $C_{20}H_{16}O_2$; Kp._{0,5} 136°; aus Lg., F. 65°. — Einw. von Br in CCl_4 ergab denselben Phenylester neben *Tribromphenol*. — α, α -*Diphenylvinylphenyläther*, $C_{20}H_{16}O = C_6H_5O \cdot CH : C(C_6H_5)_2$, aus *Diphenylchloracetaldehyddiphenylacetal* mit C_6H_5MgBr oder mit Zn in Ggw. von Pyridin u. Eg.; Kp._{0,5} 165°; Krystalle, aus CH_3OH , F. 60°; reagiert stark mit Permanganat; addiert energ. Br; wird durch sd. H_2SO_4 oder alkoh. KOH nicht angegriffen. (Ber. dtsh. chem. Ges. 68. 2154—57. 6/11. 1935. Berlin, Techn. Hochsch.) BUSCH.

F. Adickes und **M. Meister**, *Esterkondensation und Ketenacetale*. (Vgl. C. 1932. I. 3165.) Bei der Nacharbeitung der Vorschriften von SCHEIBLER zur Herst. des primären Rk.-Prod. I konnte das *Ketendiäthylacetal* so wenig wie von WIEGREBE (Diss. Techn. Hochschule Braunschweig 1931) u. von SNELL u. MC ELVAIN (C. 1933. I. 3069) erhalten werden. Das nach der Vorschrift hergestellte Destillat bestand aus Alkohol, dessen Ketenacetalrk. (Ungesättigtheit gegen sodaalkal. $KMnO_4$ -Lsg.) je nach Sorgfalt der Dest. verschieden stark war, da sie von kleinen Mengen Acetessigester herrührte; ein Befund, der sich befriedigend aus der Vorschrift von SCHEIBLER erklären läßt. Ein *Ketendiäthylacetal* hätte, als eine neben dem Alkohol mit demselben Kp. entstehende Substanz, zweifellos durch Verseifung u. W.-Anlagerung in Essigsäure übergeführt u. so charakterisiert werden müssen. Auch das *Kohlenoxyddiäthylacetal* hatte, ehe es sich als Irrtum erwies, zufällig gerade den Kp. des Äthylalkohols. — Auch die anderen 5 aus „primären Rk.-Prodd.“ hergestellten substituierten *Ketenacetale* (vgl. SCHEIBLER, C. 1927. II. 2595) dürften sich bei einer Nachprüfung als Irrtum erweisen. Die angegebenen Mol.-Refr. sind nahezu dieselben wie die der betreffenden Alkohole. — Die Behandlung von nach SCHEIBLERS Vorschrift ohne Erhitzen hergestelltem „primären Rk.-Prod.“ mit CO_2 in Ä. gab keinen Anhaltspunkt für das Vorhandensein einer Verb. der CLAISENSchen Formel II neben Na-Äthylat u. Natracetessigester. — Auch die von SCHEIBLER immer wieder behauptete Anwesenheit einer Essigester-Alkoholatverb. $CH_3 \cdot C(ONa)(OC_2H_5)_2$ erwies

sich als unzutreffend, da kein Essigester entstand, der durch CO₂ hätte aus ihr in Freiheit gesetzt werden müssen. — Bei der Kondensation des Essigesters ist also das „primäre Rk.-Prod.“ in der Hauptsache ein Gemisch von Na-Äthylat u. Natracetessigester. Es enthält keine Verb. der Zus. Natracetessigester + Alkohol u. ebensowenig ein Additionsprod. von Essigester u. Na-Alkoholat. Auch in dem von SCHEIBLER u. FRIESE beschriebenen „primären Rk.-Prod.“ bei der CLAISENSCHEN Zimtsäuresynthese (C. 1926. I. 910) ist nach Verss. dies Additionsprod. aus Essigester u. Na-Äthylat nicht vorhanden. — Verss., *O-Benzoylphenylketenacetal* u. *O-Carbäthoxyphenylketenacetal* auf dem von SCHEIBLER angegebenen Weg aus *Kaliumphenylessigester* u. C₆H₅COCl bzw. Chlorkohlensäureester herzustellen, schlugen fehl; ersteres erwies sich als IV. Das *o*-Carbäthoxyphenylketenacetal sollte die für die Existenz der nach CLAISEN formulierten Zwischenverb. notwendige Eig. der Na-Alkoholataddition haben. Auch hier tritt aber keine Substitution am O ein, sondern die Rk. zwischen K-Phenylessigester u. Chlorkohlensäureester führt zum *Phenylmalonsäureester* u. dann zum Teil weiter zum *Phenylmethantricarbonsäureester*. Was SCHEIBLER als *O-Carbäthoxyphenylketenacetal* beschreibt, ist reiner *Phenylmalonsäureester*. Dieser Ester entfärbt sodaalkal. Permanganatlsg., die deshalb hier so wenig wie auch sonst ein genügendes Identifikationsreagens für *Ketenacetale* sein kann. Die von SCHEIBLER als C-Substitutionsprod., also als Phenylmalonester angesprochene Fraktion enthält diesen im Gemisch mit Phenylmethantricarbonsäureester. Die Ergebnisse der Verseifungsverss. von SCHEIBLER erklären sich durch Abspaltung von Carbäthoxygruppen mit Alkalialkoholaten als *Kohlensäurediäthylester*. — Wenn also auch eine Substitution am O der Esterenolate entgegen SCHEIBLERs Meinung nicht gelungen ist, so ist doch an der Existenz der Esterenolate nicht zu zweifeln u. dieser Gewinn der SCHEIBLERschen Arbeiten ist gesichert, auch wenn diese Verb. nicht so glatt präparativ herzustellen sind, wie SCHEIBLERs Mitteilungen das zuerst glauben machten (vgl. ARNDT, C. 1933. I. 1269 u. SCHLENK, C. 1931. II. 1415). Bei den *Esterkondensationen* u. analogen Rkk. ist also zwischen den Esterenolaten u. den Enolaten der Rk.-Prodd. keine Zwischenstufe der Rk. bekannt; es gibt weder ein chem. definiertes „primäres Rk.-Prod.“, nach dessen Spaltung in Ketendiäthylacetal u. Säuresalz.



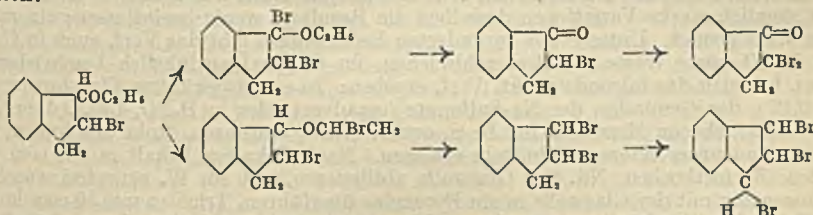
Versuche. I. Über das „primäre Rk.-Prod.“ bei der Acetessigestersynthese u. bei der CLAISENSCHEN Zimtsäuresynthese vgl. die Einleitung. — II. Das „*Ketendiäthylacetal*“. Der neben Alkohol erhaltene Acetessigester (vgl. die Einleitung), der die „*Ketenacetal*“eigg. verursacht, stammt aus dem Natracetessigester des „primären Rk.-Prod.“ — III. α, β -Diphenyl- β -benzoyloxyacrylsäureäthylester, C₂₄H₂₀O₄ (IV), das vermeintliche *O-Benzoylphenylketenacetal* (im folgenden kurz als „Acetal“ bezeichnet); die Analysen des nach SCHEIBLER hergestellten Körpers zeigten die Zus. von IV; F. 103°; beim Erhitzen etwas über den F. tritt eine Umwandlung in eine bei 112° schm., wohl polymorphe Form ein; beim Misch-F. beider Formen wurde offenbar wegen schneller Umwandlung nach Erweichung bei 100° F. 112° beobachtet. — Wird durch alkoh. KOH in 2 Mol. Benzoesäure u. 1 Mol. Phenylessigsäure, mit etwas konz. H₂SO₄ + W. in sd. Eg. oder konz. H₂SO₄ von 0° allein in 1 Mol. Benzoesäure u. 1 Mol. α -Phenyl- α -benzoylessigsäureester, mit Phenylhydrazin bei 100° ohne Lösungsm. in 1 Mol. Benzoylphenylhydrazin u. offenbar ein 1,3,4-Triphenylpyrazolon-5, C₂₁H₁₆ON₂ (V) gespalten; aus A., F. 204—205°. Aus Benzoylphenylessigester wurde in gleicher Weise das von WISLICENUS (C. 1924. I. 1797) auch so hergestellte bekannte 1,3,4-Triphenylpyrazolon-5 vom F. 193—194° erhalten, das von SCHLEIBER fälschlich als *Benzoylphenylessigsäurephenylhydrazid* beschrieben wurde; beim Umkrystallisieren aus A. stieg der F. auf 216°, Misch-F. mit obigem vom F. 204—205° war 193—194°, so daß dieser zunächst aus Benzoylphenylessigester erhaltene Körper ein Gemisch der beiden Isomeren zu sein scheint. — Das Acetal gibt mit 4 Mol. Anilin bei 195° ein Gemisch von

offenbar *Benzanilid* u. *Phenylbenzoylessigsäureanilid*. — Das Acetal gibt in Ä. bei der Hydrierung mit Pt-Katalysator nach ADAMS den α,β -Diphenyl- β -benzoyloxypropionsäureester, $C_{24}H_{22}O_4$; Nadeln, aus A., F. 170°; der durch Schmelzen umgelagerte Acrylsäureester vom F. 112° ergab dasselbe Hydrierungsprod. Gibt bei der Spaltung mit alkoh. KOH Benzoesäure u. Phenylzimtsäure. — Die Hydrierung der Verb. IV mit amalgamiertem Al in feuchtem Ä. führt zu demselben Körper. — *Synthesen u. Eig. der Formen von IV*: Ester vom F. 103°, aus Phenylbenzoylessigester unter A. + K-Pulver in der Kälte, dann auf dem W.-Bade oder durch $NaNH_2$ bei Siedetemp. u. Versetzen des so gebildeten Enolats mit C_6H_5COCl in Ä. Der Ester vom F. 105°, die dritte, offenbar stereoisomere Form, wurde aus Phenylbenzoylessigester in Chlf. mit C_6H_5COCl u. Pyridin erhalten. Der Körper vom F. 105° ergab mit den Isomeren vom F. 103° u. 112° F.-Depression; der Vers., ihn bei 180° in die anderen Formen umzulagern, mißlang. — Diese dritte Form läßt sich durch mit Pt aktivierten H nicht, mit Al in feuchtem Ä. nur schlecht hydrieren. — Die hydrolyt. Spaltung des Esters vom F. 105° in Eg. mit etwas konz. H_2SO_4 u. W. gelang nicht; durch konz. H_2SO_4 von 0° wurde Spaltung in 1 Mol. Phenylbenzoylessigester u. 1 Mol. Benzoesäure erzielt. — Auf einem nicht weiter verfolgten Weg der Synthese des Acetals wurde analog dem Methylester (vgl. MÜLLER, Ber. dtsh. chem. Ges. 26 [1893]. 662) der α,β -Dibrom- α,β -diphenylpropionsäureäthylester, $C_{17}H_{16}O_2Br_2$, erhalten; Krystallpulver aus A., F. 81—82°. — α,β -Diphenyl- β -benzoyloxypropionsäureäthylester, $C_{24}H_{22}O_4$ (Hydrierungsprod. des Acetals); aus α,β -Diphenyl- β -oxypropionsäureester in Chlf. + 2 Mol. Pyridin + 2 Mol. C_6H_5COCl bei Siedetemp.; aus A., F. 169—170°; ident. mit dem Hydrierungsprod. des Ketenacetals. — α,β -Diphenyl- β -benzoyloxyacrylsäureester, aus Phenyllessigester mit K-Pulver in absol. Ä. + C_6H_5COCl ; in den Mutterlaugen ist noch etwas Ester neben Phenylbenzoylessigester, Benzoesäure, Benzoesäureester u. Phenyllessigsäureester enthalten. — α -Phenyl- α -benzoylessigester, Bldg. durch Entbenzoylierung aus α,β -Diphenyl- β -benzoyloxyacrylsäureester mit konz. H_2SO_4 unter Eiskühlung. — Durch Erhitzen hat SCHEIBLER aus seinem „Ketenacetal“, also aus IV ein Brenzprod. erhalten, dem er die Formel eines *Enol- α -phenyl- β -benzyl-O-benzoyl- β -oxypropionsäurelactons* gab. Es erwies sich als die der Dehydracetsäure entsprechende Verb. *4-Dioxo-2,3,5-triphenyl-5-benzoyl-1,4-pyran-5,6-dihydrid*, $C_{30}H_{20}O_4$ (VI); F. 200 bis 201°. Bei sofortiger Anwendung des Vakuums destillierte der Ester zum größten Teil unzers. bei 250—270° als gelbes Öl, aus dem das durch Umlagerung entstandene Isomere vom F. 112° durch wiederholtes Umkrystallisieren aus A. gewonnen wurde. — Dasselbe Pyran erhält man ebensogut durch dieselbe Behandlung, die ja auch der Dehydracetsäuregewinnung nach ARNDT (C. 1924. II. 2020) im wesentlichen entspricht, aus *Benzoylphenyllessigester* bei 290°, wobei A. abgespalten wird. — Das Pyran spaltet mit konz. H_2SO_4 glatt den Benzoylrest ab unter Bldg. des *4,6-Dioxo-2,3,5-triphenyl-1,4-pyran-5,6-dihydrid*, $C_{25}H_{18}O_4$; Nadeln, aus A., F. 236°. — Gibt bei der Benzoylierung mit Pyridin u. C_6H_5COCl wieder das Brenzprod. Der entbenzoylierte Körper scheidet mit alkoh. KOH ein K-Salz ab. — Die entbenzoylierte Dehydracetsäure gibt in Chlf. mit Acetylchlorid u. Pyridin bei 15—20° das *4,6-Dioxo-2,3,5-triphenyl-5-acetyl-1,4-pyran-5,6-dihydrid*, $C_{25}H_{18}O_4$; gelbliche Nadeln, aus Eg. u. A., F. 182°. — *4,6-Dioxo-2,3,5-triphenylpyridin*, $C_{23}H_{17}O_4N$ (VII), aus den beiden beschriebenen Pyranen mit konz. NH_3 im Rohr bei 160°; Nadeln, aus Ameisensäure + etwas W., F. 288—289°; gibt mit $FeCl_3$ in A. tief rotbraune Färbung; ll. in verd. Laugen; gibt nach Benetzen mit wenig A. u. Lösen in konz. KOH das K-Salz. — Gibt mit CH_3COCl u. Pyridin in Chlf. bei 15—20° die *4,6-Diacetoxyverb.*, $C_{27}H_{21}O_4N$; Nadeln, aus A., F. 143—144°. — Um zu dem α,α -Dibenzoylphenyllessigsäureäthylester, dem C-Isomeren von IV zu kommen, das sich bei der Benzoylierung des Kaliumphenyllessigesters nicht feststellen ließ, wurde *Dibenzoylphenylmethan* mit $NaNH_2$ in Bzl. umgesetzt, das NH_3 mit W. vertrieben u. das tiefgelbe Na-Salz mit Chlorkohlensäureester gekocht; dabei entsteht jedoch *O-Carbäthoxyphenyldibenzoylmethan*enol, $C_{24}H_{20}O_4$; aus A., F. 139—140°. Daß Substitution am O eingetreten ist, statt der gewünschten am C, ergibt sich daraus, daß schon mit verd. Alkali Phenyldibenzoylmethan zurück-erhalten wird, während JAPP u. LANDER (J. chem. Soc. London 1896. 741) die Dibenzoylessigsäure als alkalibeständig beschrieben haben. — IV. *Kaliumphenyllessigester u. Chlorkohlensäureester*. Das *O-Carbäthoxyphenylketenacetal* ist *Phenylmalonsäureester* (vgl. auch die Einleitung). Die von SCHEIBLER als charakterist. u. für die Ketenacetalconst. beweisend angesehenen Spaltungsverss. mit K-Alkoholat führen zu den gleichen Mengen derselben Prodd., wenn man sie mit reinem Phenylmalonsäure-

ester statt des Acetals ausführt. (Ber. dtsh. chem. Ges. 68. 2191—2205. 4/12. 1935. Tübingen, Univ.)

BUSCH.

H. D. Porter und C. M. Suter, *Einige Bromderivate von Inden und Indan*. Dem Indenbromhydrin (I) kommt nach COURTOT, FAYET u. PARANT (vgl. C. 1928. I. 1767) sowie nach v. BRAUN u. WEISSBACH (vgl. C. 1931. I. 780) die Struktur des 1-Oxy-2-bromhydrinden zu, während JACOBI (vgl. C. 1931. I. 1754) das 1-Brom-2-oxyhydrinden annimmt. Zur Klärung der Widersprüche wird I durch W.-Entzug in 2-Brominden (II) übergeführt u. dessen Konst. durch Verwandlung über die 2-Äthoxyverb. in das 2-Indanon gesichert. Auch therm. Zers. von Indendibromid (III) gibt II, das JACOBI für 1-Brominden hielt, obwohl dieses mit anderen Eig. von GRIGNARD, BELLET u. COURTOT (Ann. Chim. 4 [1915]. 28) beschrieben ist. II addiert in Eg. HBr zu Indendibromid u. reagiert mit Br in CCl₄ unter Entw. von HBr u. Bldg. von 1,2,3-Tribrominden (V), das nur ein hydrolysierbares Br enthält u. zu Phthalsäure oxydiert werden kann. JACOBI'S Tribromindan scheint mit V ident. zu sein. III, mit A. gekocht, gibt ein Gemisch von 1-Äthoxy-2-bromindan (VI), II u. III; es wurde beobachtet, daß CaCl₂ die Ausbeute an II vermehrt. Strukturbeweis für VI durch Überführen in 1-Indanon. Das Br in VI ist sehr wenig reaktionsfähig. Bromierung in sd. CCl₄ gibt 2,2-Dibrom-1-indanon (VII) u. 1,2,3-Tribromindan (VIII). Die Rk. verläuft wahrscheinlich folgendermaßen:



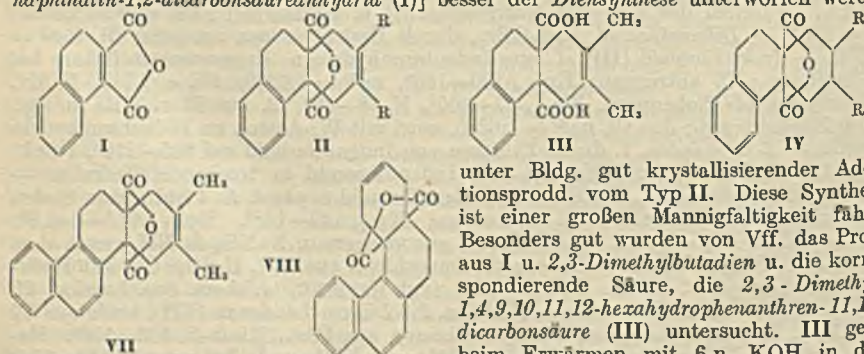
Hydrolyse von I gibt *trans-Indenglykol*, dessen Umwandlung in 2-Indanon bekannt ist (vgl. WALTERS, C. 1927. II. 69), da ferner durch diese Arbeit der Weg von I u. VI zum 1-Indanon gezeigt wird, sind nun beide Indanone zugänglich. Die Bldg. von 1- bzw. 2-Indanon, die eine gewisse Ähnlichkeit mit der Darst. von Aldehyden u. Ketonen aus Dibromiden hat (vgl. EVERS, ROTHROCK, WOODBURN, STAHLY u. WHITMORE, C. 1933. I. 3303) ist abhängig von den Substituenten in 2. I bildet mit großer Leichtigkeit Indenoxyd u. wird deshalb als *trans-Verb.* aufgefaßt (vgl. BARTLETT, C. 1935. I. 3132).

Versuche. *Indenbromhydrin*, C₉H₇Br (I), aus Rohinden u. Bromwasser, F. 126 bis 128°. — *2-Brominden*, aus I in CCl₄ u. P₂O₅. Kp.₂₂ 123—124°, aus Methanol F. 38 bis 39°; oder aus I durch Erhitzen auf 155—160°. — *2-Indanon*, 1. aus 2-Brominden u. Natriumäthylat, Hydrolyse mit 10%ig. H₂SO₄ u. W.-Dampfdest. aus PAe. F. 57—58°. 2. aus *trans-Indenglykol* u. H₂SO₄. F. 58—59°. — *Inden-2-carbonsäure*, aus II über Indenylmagnesiumbromid, F. 228—229°. — *Tribrominden*, C₉H₅Br₃ (VIII), aus II u. Br in CCl₄. Waschen der Lsg. mit Natriumbisulfid u. eindampfen; Öl, n_D²⁵ = 1,6615, d₂₅²⁵ = 2,12. — *Dibromindenol*, C₉H₆OBr₂, durch Hydrolyse aus vorigem; Öl, n_D²² = 1,6350. — *Indendibromid* (III), 1. aus Indenbromhydrin u. Bromwasserstoffsäure bei W.-Badtemp.; Öl abtrennen; Kp._{1,10} 100—105°, n_D²⁵ = 1,6290, d₂₅²⁵ = 1,747, F. 32°. 2-Brominden als Nebenprod. Kp._{1,10} 77—100°, F. 38—39°. 2. aus II u. HBr in Eg., 1 Tag Zimmertemp.; das Öl, n_D²⁵ = 1,6285, wird mit W.-Aceton zu Indenbromhydrin verseift. — *2-Brominden*, 1. durch Erhitzen von Indendibromid auf 200—210°, 1 Std., Kp.₁₃ 113—115°. 2. durch Kochen von Indendibromid in trockenem Tetralin. — *1-Äthoxy-2-bromindan*, C₁₁H₁₃OBr (VI), Indendibromid u. absol. A. 4 Stdn. zum Sieden erhitzen; Pyridin zugeben, Öl abtrennen; Kp.₁₉ 147—148°, Kp.₁₇ 143,5—144,5°, n_D²⁵ = 1,5515, d₂₅²⁵ = 1,344. — *1-Indanon*, aus vorigem u. NaNH₂ in NH₃; nach dem Abdest. des NH₃ mit Ä. extrahieren; W.-Dampfdest. aus 10% H₂SO₄; Öl. Mit Hydroxylaminchlorhydrat Oxim: F. 143—144° (vgl. KIPPING, J. chem. Soc. London 65 [1894]. 480). — *1,2,3-Tribromindan* (VIII) u. *2,2-Dibrom-1-indanon* (VII), beide aus VI in CCl₄ u. Brom; eindampfen, umkrystallisieren aus PAe., Misch.-F. 100—106°. Mechan. trennen. VII aus Methanol F. 133—134°; auch VIII aus Ä.-Bzl. zeigt F. 133—134° (vgl. R. MEYER u. W. MEYER, Ber. dtsh. chem. Ges. 51 [1918]. 1571). — *trans-Indenglykol* aus Indenbromhydrin u. konz. wss. Sodalsg., 3 Stdn. auf dem W.-Bad; F. 159°

(vgl. WEISSGERBER, Ber. dtsch. chem. Ges. 44 [1911]. 1436). — 1-Indanon, 1. aus Indenbromhydrin u. 7%_{ig}. H₂SO₄; W.-Dampfdest.; Kp.₁₅ 117—118°, aus PAe. F. 42°. 2. aus VI u. 10%_{ig}. H₂SO₄. (J. Amer. chem. Soc. 57. 2022—26. Nov. 1935. Evanston, Illinois.) HÄNEL.

Robert Lantz, *Untersuchung der Sulfonierung des Naphthalins. I. Bestimmung der relativen Mengenverhältnisse der α - und β -Naphthalinsulfonsäuren.* Durch starke Bromierung in saurer Lsg. (zweckmäßig HBr) unter bestimmten Bedingungen wird α -Naphthalinsulfonsäure quantitativ desulfoniert u. in ein unl. Polybromnaphthalin übergeführt, während β -Naphthalinsulfonsäure als Polybromnaphthalinsulfonsäure in Lsg. bleibt. Man könnte also das Mengenverhältnis der beiden Säuren ermitteln, indem man die durch Eliminierung der SO₃H-Gruppe aus der α -Säure herrührende H₂SO₄ bestimmt. Dies ist jedoch in den die Bromierungsprodd. enthaltenden Lsgg. prakt. schwer ausführbar, u. außerdem müßte die in dem zu untersuchenden Gemisch stets vorhandene H₂SO₄ zuvor entfernt werden. Es ist daher vorzuziehen, die Menge des aus der α -Säure gebildeten Bromnaphthalins zu bestimmen. Es handelt sich im wesentlichen um ein Tetrabromnaphthalin, während in die β -Säure 3 Br eintreten. Der Nd. wird mittels CrO₃-H₂SO₄ oxydiert. Die Verbrennung desselben erfordert so viel O-Atome, wie für die Verbrennung des Naphthalins, vermindert um die Hälfte des Bromierungsgrades, erforderlich ist. Die genaue Best. des letzteren ist unnötig, weil ziemlich starke Variationen desselben die Resultate wenig beeinflussen; ein mittlerer Wert genügt. Unter etwas veränderten Bedingungen gibt das Verf. auch in Ggw. von H₂SO₄ gute Werte. — Aus zahlreichen, im Original ausführlich beschriebenen Verss. hat sich das folgende prakt. Verf. ergeben: In ein eisgekühltes Einschmelzrohr ca. 0,17 g des Gemisches der Na-Sulfonate (gepulvert oder in H₂SO₄-Lsg.), dann die unten angegebenen Mengen HBr, Br u. event. H₂SO₄ einführen, Rohr zuschm. u. im sd. W.-Bad unter öfterem Schütteln erhitzen. Nach Erkalten Inhalt in 100 ccm W. gießen, Br fortkochen, Nd. auf Glaswolle abfiltrieren, mit sd. W. säurefrei waschen u. zusammen mit der Glaswolle in ein Pyrexglas überführen, Trichter mit 50 ccm konz. H₂SO₄ in das Glas hinein auswaschen. Nd. mit Glasstab zerdrücken, konz. CrO₃-Lsg. zugeben, bis zur völligen Lsg. (2¼ Stdn.) erhitzen, auf 250 ccm verd. u. 20 ccm mit 0,1-n. Thiosulfatlsg. titrieren; daneben blinder Vers. Für die Berechnung der Resultate wird angenommen, daß der Nd. bei den ohne H₂SO₄ ausgeführten Bestst. 4 u. bei den mit H₂SO₄ ausgeführten 4,5 Atome Br enthält. Man erfährt das Gewicht des vorhandenen α -Sulfonats, indem man die gefundenen ccm Thiosulfatlsg. durch 153,5 (ohne H₂SO₄) bzw. 151,3 (mit H₂SO₄) dividiert. Reagensmengen u. Rk.-Dauer: Ohne H₂SO₄ 0,5 bzw. 2 ccm 65%_{ig}. HBr; 0,8 ccm Br; 4 bzw. 3½ Stdn. Mit H₂SO₄ (ca. 0,8 ccm von 93%) 4 ccm HBr; 2 ccm Br; 5—6, 5, 4 Stdn., je nachdem die relative Menge des α -Isomeren über 75, 50—75 oder unter 50% beträgt. (Bull. Soc. chim. France [5] 2. 1913—32. Nov. 1935. Société des Mat. col. et Produits chim. de Saint-Denis.) LB.

Louis F. Fieser und Emanuel B. Hershberg, *Die Synthese von Phenanthren- und Hydrophenanthrenderivaten. II. Die Kohlenwasserstoffsynthese.* (I. vgl. C. 1936. I. 785.) An Stelle von o-Chinon können 1,2-Dicarbonsäureanhydride [z. B. 3,4-Dihydro-naphthalin-1,2-dicarbonsäureanhydrid (I)] besser der Diensynthese unterworfen werden



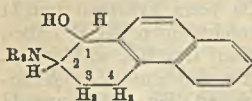
unter Bldg. gut krystallisierender Additionsprodd. vom Typ II. Diese Synthese ist einer großen Mannigfaltigkeit fähig. Besonders gut wurden von Vff. das Prod. aus I u. 2,3-Dimethylbutadien u. die korrespondierende Säure, die 2,3-Dimethyl-1,4,9,10,11,12-hexahydrophenanthren-11,12-dicarbonsäure (III) untersucht. III geht beim Erwärmen mit 6-n. KOH in das Dikaliumsalz über, mit h. Methanol bildet sich ein Monoester, mit Diazomethan der Dimethylester, der sehr stabil ist. Durch katalyt. Hydrierung von II bildet sich IV,

das ähnliche Eigg. besitzt wie II. II u. IV werden bei der Selendehydrierung in die ursprünglichen Komponenten gespalten, Einw. von Schwefel führt in beiden Fällen zu einer schwefelhaltigen Verb. (F. 73—74°). Auch mit Cu in Chinolinlg. gelingt die Decarboxylierung nicht. Nur die Schmelze von II mit KOH bei 320—400° liefert bei der Dest. *KW-stoffe*, ein Gemisch der *Hexahydro-* u. *Tetrahydroverb.*, das weder mit Pt noch Pd H₂ aufnimmt. Die Gasanalyse zeigt, daß keine einfache Decarboxylierung stattfindet, da erhebliche Mengen H₂ frei werden. Da beim Erhitzen von II auch CO abgespalten wird, bildet sich beim Erhitzen mit überschüssigem KOH neben CO auch Kaliumformiat oder Kaliumoxalat, so daß der Verlauf der Rk. unklar ist. IV bildet mit KOH erst bei wesentlich höheren Temp. gute Ausbeuten an *Hexahydro-* u. *Tetrahydrophenanthrenverb.*; das in engem Bereich sd. Rk.-Prod. aus II (R = H) u. KOH enthält *Hexahydrophenanthren*. Alle diese Gemische können mit Selen leicht dehydriert werden unter Bldg. reiner *Phenanthrenderiv.* So wurden *Phenanthren* u. *2,3-Dimethylphenanthren* (V) (Konst.-Beweis durch Oxydation zu *Pyromellitsäure*) dargestellt.

Versuche. 1. DIELS-ALDER-Rk. *2,3-Dimethyl-1,4,9,10,11,12-hexahydrophenanthren-11,12-dicarbonsäureanhydrid*, C₁₈H₁₆O₃ (II). 30 g *3,4-Dihydronaphthalin-1,2-dicarbonsäureanhydrid* mit 20—25 g frisch dest. *2,3-Dimethylbutadien* 20—25. Stdn. lang auf 100° erhitzen, Rk.-Prod. in A. mit Norit behandeln, A.-Rückstand bei 175 bis 185° u. 1 mm dest. Umkrystallisation des kryst. Destillats aus Bzl.-Pae. Prismen, F. 95—96°, Ausbeute 95%; ll. in Bzl. u. Ä., l. in A. u. PAc. — *1,4,9,10,11,12-Hexahydrophenanthren-11,12-dicarbonsäureanhydrid*, C₁₆H₁₄O₃. Analog oben mit 5-fachem Überschuß von Butadien, 85 Stdn. lang. Prismen, F. 83,5—84°, Ausbeute 63%. — *2,3-Dimethyl-1,4,11,12,13,14-hexahydrochrysen-13,14-dicarbonsäureanhydrid*, C₂₂H₂₀O₃ (VII). Analog, aber in Dioxanlg. (45. Stdn.) Prismen, F. 196—196,5°. — *5,6-Benz-1,4,9,10,11,12-hexahydrophenanthren-11,12-dicarbonsäureanhydrid*, C₂₆H₁₆O₃ (VIII). Aus 10 g *1,2-Dihydrophenanthren-3,4-dicarbonsäureanhydrid*, 15 cem Dioxan u. 15 g Butadien 160 Stdn. lang bei 100°. Prismen, F. 161,5—162°, l. in Bzl.; Ausbeute 76%. *2,3-Dimethylderiv.*, C₂₂H₂₀O₃. Analog oben. Prismen, F. 128—128,5°; Ausbeute 68%. — 2. Charakterisierung der Anhydride. *2,3-Dimethyl-1,4,9,10,11,12-hexahydrophenanthren-11,12-dicarbonsäure*, C₁₈H₂₀O₄ (III). Anhydrid mit wss. Alkali erhitzen, Lsg. des kryst. Kaliumsalzes ansäuern. III, Mikrokrystalle, F. 176—177°; ll. in A., swl. in Bzl. *Monomethylester*, C₉H₂₂O₄. Anhydrid (3 g) + 1 Äquivalent KOH in 150 cem Methanol 12 Stdn. lang erhitzen, mit W. verdünnen u. neutralisieren. Prismen aus Bzl.-Pae., F. 157—159°. *Dimethylester*, C₂₀H₂₄O₄. Aus obigem oder der freien Säure mit Diazomethan; Prismen aus Methanol, F. 93,5—94°. — *2,3-Dimethyl-1,2,3,4,9,10,11,12-octahydrophenanthren-11,12-dicarbonsäureanhydrid*, C₁₈H₂₀O₃ (VI). Aus II (R = CH₃) in Eg. mit ADAMS Katalysator. Oktaeder, F. 117—118°. Freie Säure, C₁₈H₂₂O₄ · ½ C₆H₆; Darst. analog oben. F. 183—184°. — 3. Decarboxylierung. 5,7 g II (R = CH₃), 11 g KOH u. 10 g W. langsam auf 200°, dann auf 325—350°, zuletzt 420° erhitzen. Fraktionierte Dest. des in Ä. getrockneten Rk.-Prod. Ausbeute an farblosem KW-stoff (Mischung von Tetrahydro- u. Hexahydroderiv.) vom Kp.₂₄ ca. 200° = 70—85%. Nimmt mit ADAMS Katalysator keinen H₂ auf, mit Pd etwa die Hälfte der für ein Hexahydroderiv. berechneten Menge. Pyrolyse des trockenen Kaliumsalzes ergibt unter CO-Entbindung eine gelbe KW-stofffraktion; Kp.₂₄ 213—218°, Ausbeute 64%. Der analoge Abbau von IV erfolgt erst bei 385°; KW-stofffraktion, Kp.₂₄ 200—210°, Ausbeute 80%. Analoge Behandlung von II (R = H) gibt *Hexahydrophenanthren*, C₁₄H₁₆, Kp.₂₃ 179—180°, Ausbeute 55%; liefert bei der Selendehydrierung *Phenanthren*, F. 96,5—97,5°, Ausbeute 86%. — 4. Dehydrierung. *2,3-Dimethylphenanthren*, C₁₆H₁₄. Obige Mischung (2,1 g) mit 3 g Selen 20 Stdn. lang auf 310° erhitzen. Dest. u. Krytallisation aus A. oder Pae.; fluoreszierende Platten, F. 78—78,5°, Ausbeute 78%. *Pikrat*; gelbe Nadeln, F. 146—147°. *Chinon*; orangefarbene Platten, F. 237,5—238,5°. *Chinozalinderiv.*; F. 208—209°. Alle diese FF. stehen in Übereinstimmung mit den FF. des Originalprod. von HAWORTH. — *Pyromellitsäureanhydrid*, 0,5 g *2,3-Dimethylphenanthren* mit 2 cem konz. HNO₃ u. 2 cem W. 12 Stdn. lang auf 180—200° erhitzen, nach Zusatz von rauchender HNO₃ konzentrieren. Rohsäure auf 250° erhitzen, Anhydrid im Vakuum sublimieren; F. u. Misch.-F. 279°. (J. Amer. chem. Soc. 57. 2192—96. Nov. 1935. Cambridge, Mass., Harvard Univ., Chem. Lab.) VETTER.

Erich Mosettig und Alfred Burger, *Untersuchungen in der Phenanthrenreihe*. IX. *Aminoalkohole, die sich vom 1,2,3,4-Tetrahydrophenanthren ableiten*. (VIII. vgl. C. 1935. II. 1170.) Es wird eine Reihe von Aminoalkoholen beschrieben, die sich vom

Tetrahydrophenanthren ableiten u. bei denen die alkoh. OH-Gruppe u. der N nicht in einer Seitenkette, sondern direkt am Phenanthrenkern sitzen. Solche *Aminoalkohole* sind strukturell dem Morphin noch ähnlicher u. dürften deshalb eine noch mehr morphinähnliche Wrkg. haben als die Aminoalkohole mit offener Kette. — Die Synthese wird bewirkt durch Austausch der Br-Atome in *1-Keto-2-brom-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren* u. in *3-Brom-4-keto-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren* durch die $(\text{CH}_3)_2\text{N}$ -, $(\text{C}_2\text{H}_5)_2\text{N}$ -, Piperidino- u. Tetrahydroisochinolinogruppe u. katalyt. Red. zu den entsprechenden Aminoalkoholen (s. nebenst. Formel). — Die Bromierung der *Tetanthrenone* erfolgt glatt mit 1 Mol. Br in absol. A. + etwas äth. HCl. — Die Bromketone geben (1 Mol) mit dem entsprechenden



Amin (3 Mol) bei Zimmertemp. die entsprechenden *Aminoketone*; die Dimethylamino- u. Piperidinoketone entstehen in über 80% Ausbeute, die Tetrahydroisochinolinoketone in 60–70% Ausbeute; die Tetrahydrochinolinoketone konnten nicht erhalten werden; die Diäthylaminoketone werden bei Zimmertemp. nur sehr langsam gebildet, besser in Bzl.-Lsg. bei 100° im Rohr, Ausbeute 20–30%. — In der 1,2-Serie können *1-Oxyphenanthren* u. ein anderes N-freies Prod. vom F. 119° aus der Rk.-Mischung mit 25% Ausbeute isoliert werden. Die Verb. vom F. 119° sublimiert leicht bei 90° im Hochvakuum u. wird durch kurzes Erwärmen mit alkoh. KOH in *1-Oxyphenanthren* u. *1-Tetanthrenon* umgewandelt. Es ist anscheinend eine Molekularverb. u. kann auch durch Krystallisieren der zwei Komponenten in molekularen Mengen aus CH_3OH erhalten werden. Die Molekularverb. hat ein der einfachen Formel $\text{C}_{14}\text{H}_{11}\text{O}$ entsprechendes Mol.-Gew. Das Oxyphenanthren wird augenscheinlich durch Abgabe von HBr aus dem Bromketon gebildet; für die Bldg. des Tetanthrenons konnte noch keine Erklärung gefunden werden. Bei der Rk. von *1,2-Bromtetanthrenon* mit *Diäthylamin* wird *1-Oxyphenanthren* (50%) u. die *Molekularverb.* vom F. 119° (30%) gebildet; weder bei dieser Rk. noch mit Diäthylamin konnte freies Tetanthrenon gefunden werden. Die Rk. von *3,4-Bromtetanthrenon* verläuft ebenso wie die des 1,2-Isomeren. Außer dem erwarteten Aminoketon wird *4-Oxyphenanthren* u. eine molekulare Verb. (1 Mol *4-Oxyphenanthren* + 1 Mol *4-Tetanthrenon*) isoliert. — Die Hydrochloride der Aminoketone der 3,4-Reihe können in CH_3OH mit Pt-Oxydkatalysator ohne Komplikation zu den entsprechenden Aminoalkoholen hydriert werden. Bei der 1,2-Reihe hängt der Erfolg von unkontrollierbaren Faktoren ab; in einigen Fällen wurde beträchtlich mehr H, bis zu 2 Mol, absorbiert. Indessen wurden bei Hydrierung der freien Aminoketone in CH_3OH genügende Resultate erhalten. — In allen Fällen wurde nur eine der zwei möglichen diastereomeren Formen erhalten. — *1,2,3,4-Tetrahydrophenanthren* ist pharmakol. wirksamer in jeder Beziehung, besonders bzgl. der analget. Wrkg., als irgendein anderes Phenanthren oder *1,2,3,4,5,6,7,8-Octahydrophenanthren*. Von den zwei *Tetanthrenonen* verhält sich das *1-Ketoisomere* ganz ungewöhnlich. In genügenden Dosen zeigt es eine deutliche u. steigende (bis zu 5 Stdn.) analget. Wrkg., ohne andere Folgen zu haben. Das *4-Ketoisomere* ist viel weniger wirksam. — Die *cycl. Aminoalkohole* sind allgemein mehr analget. als die mit offener Seitenkette $-\text{CHOH}-\text{CH}_2\text{N}-$ u. $-\text{CHOH}-\text{CH}(\text{CH}_3)-\text{N}-$; zwei von ihnen gleichen u. übertreffen selbst einige Morphin-derivv. Die wirksame analget. Dose von *2-Piperidino-1-oxy-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren* ist 20 mg per kg; die entsprechende Dosis von *3-Tetrahydroisochinolin-4-oxy-1,2,3,4-tetrahydrophenanthren* ist 15 mg per kg, vergleichbar mit den wirksamen Dosen von 10 u. 20 mg für Kodein u. Pseudokodein.

Versuche. *Deriv. von 1,2,3,4-Tetrahydrophenanthren: 1-Keto-2-brom-,* $\text{C}_{14}\text{H}_{11}\text{BrO}$; aus CH_3OH , F. (die F.-Angaben sind alle korr.) 84–85°. — *2-Dimethylamino-1-ketohydrochlorid*, $\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ONCl}$; Nadeln, aus A.-Ä., F. 218–220° (Zers.). — *Pikrat*, $\text{C}_{22}\text{H}_{20}\text{O}_8\text{N}_4$; gelbe Prismen, aus A., F. 180° (Zers.). — *2-Dimethylamino-1-oxy-,* $\text{C}_{16}\text{H}_{19}\text{ON}$; aus CH_3OH , F. 105–108°; sintert bei 95°; wird durch Hochvakuumsublimation bei 90° gereinigt. — *Hydrochlorid*, $\text{C}_{16}\text{H}_{20}\text{ONCl}$; aus A.-Ä., F. 223–224° (Zers.). — *Benzoylderiv.-Hydrochlorid*, $\text{C}_{23}\text{H}_{21}\text{O}_2\text{NCl}$; aus A.-Ä., F. 179–181° (Zers.); die Benzoyl- u. 3,5-Dinitrobenzoylderivv. der Aminoalkohole werden aus den Hydrochloriden der Basen + Acylchlorid in Pyridin bei Zimmertemp. erhalten. — *2-Diäthylamino-1-ketohydrochlorid*, $\text{C}_{18}\text{H}_{22}\text{ONCl}$; aus A.-Ä., F. 143–148°; das Rohprod. wird über die Base in das Perchlorat oder Benzoat u. wieder zurückverwandelt; es sintert bei 138° u. ist bei 156° vollständig geschm. — *2-Diäthylamino-1-oxy-,* $\text{C}_{18}\text{H}_{23}\text{ON}$; Schuppen, F. 70–72°; gereinigt durch Hochvakuumdest. bei 90°; schm. unscharf; erweicht bei 60°. — *Hydrochlorid*, $\text{C}_{18}\text{H}_{24}\text{ONCl}$, Schuppen aus A.-Ä., F. 221–223°

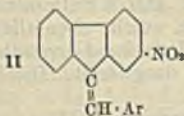
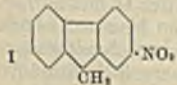
(Zers.). — *3,5-Dinitrobenzoylderiv.*, $C_{25}H_{25}O_6N_3$; schwachgelb, aus A., F. 209—211° (Zers.). — *2-Piperidino-1-keto-*, $C_{19}H_{21}ON$; gelbe Blättchen, aus CH_3OH , F. 138—140°. — *Hydrochlorid*, $C_{19}H_{20}ONCl$; aus A.-Ä., F. 236—238° (Zers.). — *2-Piperidino-1-oxyl-*, $C_{19}H_{23}ON$; aus A., F. 121—126°; gereinigt durch Hochvakuumsublimation bei 105°; schm. vollständig bei 132°; gibt kein Benzoyl- oder Dinitrobenzoylderiv. — *Hydrochlorid*, $C_{19}H_{22}ONCl$; aus A.-Ä., F. 259° (Zers.). — *2-1,2,3,4-Tetrahydroisochinolin-1-ketohydrochlorid*, $C_{23}H_{22}ONCl$; blaßgelb, aus A.-Ä., F. 226—227° (Zers.). — *2-1,2,3,4-Tetrahydroisochinolin-1-oxyl-*, $C_{23}H_{23}ON$; aus A., F. 155—156°; gibt kein Benzoylderiv. — *Hydrochlorid*, $C_{23}H_{22}ONCl$; aus A.-Ä., F. 227° (Zers.). — *3-Brom-2-keto-*, $C_{14}H_{11}OBr$; Prismen, aus CH_3OH , F. 104—105°. — *3-Dimethylamino-4-ketohydrochlorid*, $C_{16}H_{18}ONCl$; Blättchen, aus A.-Ä., F. 208—210° (Zers.). — *3-Dimethylamino-4-oxylhydrochlorid*, $C_{16}H_{20}ONCl$; aus A.-Ä., F. 230° (Zers.). — *Benzoylderiv.*, $C_{23}H_{23}O_2N$; aus verd. A., F. 89—90°. — *Benzoylderiv.-Hydrochlorid*, $C_{23}H_{21}O_2NCl$; aus A.-Ä., F. 177—178°. — *3-Diäthylamino-4-ketohydrochlorid*, $C_{18}H_{22}ONCl$; aus A.-Ä., F. 184 bis 185° (Zers.). — *Pikrat*, $C_{21}H_{21}O_8N_4$; gelbe Prismen, aus A., F. 173—174° (Zers.). — *3-Diäthylamino-4-oxylhydrochlorid*, $C_{18}H_{21}ONCl$; aus A.-Ä., F. 239,5—240° (Zers.). — *Pikrat*, $C_{24}H_{26}O_8N_4$; gelbe Nadeln, aus A., F. 206—208° (Zers.). — *Benzoylderiv.* — *Pikrat*, $C_{31}H_{30}O_8N_4$; gelbe Nadeln, aus A., F. 173—174° (Zers.). — *3,5-Dinitrobenzoylderiv.*, $C_{25}H_{25}O_6N_3$; blaßgelb, aus A., F. 216—217,5°. — *3-Piperidino-4-ketohydrochlorid*, $C_{19}H_{20}ONCl$; farblos, aus A.-Ä., F. 248—250° (Zers.). — *3-Piperidino-4-oxylhydrochlorid*, $C_{19}H_{22}ONCl$; aus A.-Ä., F. 246—247° (Zers.). — *Benzoylderiv.-Hydrochlorid*, $C_{23}H_{21}O_2NCl$; Nadeln, aus A., F. 181—182° (Zers.). — *3-1,2,3,4-Tetrahydroisochinolin-4-ketohydrochlorid*, $C_{23}H_{22}ONCl$; Nadeln, F. 164—166° (Zers.). — *Perchlorat*, $C_{23}H_{22}O_5NCl$; aus CH_3OH , F. 210° (Zers.). — *3-1,2,3,4-Tetrahydroisochinolin-4-oxylhydrochlorid*, $C_{23}H_{24}ONCl$; Nadeln, aus A.-Ä., F. 230—231° (Zers.); gibt kein Benzoylderiv.

1-Oxyphenanthren, $C_{14}H_{10}O$ (Bldg. vgl. theoret. Teil); aus verd. A., F. 153°; ident. mit 1-Oxyphenanthren aus 1-Tetanthrenon + Selen bei 295° (14 Stdn.). — *Verb.* $C_{14}H_9OH \cdot OC_{14}H_{12}$, aus CH_3OH , F. 119°; Mol.-Gew.-Best. ergab $C_{14}H_{11}O$. Semicarbazidacetat gibt das *Semicarbazon von 1-Tetanthrenon* u. das 1-Oxyphenanthren. Verd. KOH-Lsg. extrahiert 1-Oxyphenanthren aus der äth. Lsg. der Molekularverb. erheblich kohlsamer als aus einer gleich konz. Kontrollvorg. von 1-Oxyphenanthren. — *4-Oxyphenanthren*, $C_{14}H_{10}O$; aus Bzl.-Lg., F. 113°. — *Verb.* $C_{14}H_9OH \cdot OC_{14}H_{12}$, Bldg. auch aus molekularen Mengen von 4-Oxyphenanthren + 4-Tetanthrenon, aus CH_3OH , F. 107°. (J. Amer. chem. Soc. 57. 2189—92. Nov. 1935. Virginia, Univ. Cobb Chem. Lab.)

BUSCH.

Constantin Candea und Eugen Macovski, Nitroderivate des Fluorens. Über das *2-Nitrofluoren*. 2-Nitrofluoren (I) gibt ebenso wie einige arom. Dinitroverb. mit wss. KOH in Aceton eine rote Färbung (Rk. von JANOWSKY); in Methanol oder A. tritt kaum eine Färbung auf. I kondensiert sich in Ggw. von Piperidin bei 140—160° mit arom. Aldehyden zu Verb. II (vgl. auch LOEVENICH u. LOESER, C. 1927. II. 1955). Das 9-Benzal-2-nitrofluoren gibt keine Farbrk. mit KOH u. Aceton, dagegen gibt 9-Vanillal-2-nitrofluoren mit KOH in A. oder Aceton eine starke Rotfärbung, die beim Ansäuern verschwindet u. bei Alkalizusatz wieder auftritt; das Benzoylderiv. des Vanillalnitrofluorens gibt dagegen mit KOH u. Aceton nur eine schwache Rotfärbung. Es ist zu bemerken, daß die Färbungen außer beim Vanillalderiv. nicht sofort nach dem Alkalizusatz auftreten, sondern erst langsam stärker werden; beim Ansäuern u. nachfolgendem Alkalizusatz treten die Rotfärbungen sofort auf. Der Mechanismus der Rkk. scheint ziemlich kompliziert zu sein. — *2-Nitrofluoren* (I), Darst. nach DIELS (Ber. dtsh. chem. Ges. 34 [1907]. 1759). Krystalle aus Aceton, F. 160—160,5°. *9-Benzal-2-nitrofluoren*, $C_{20}H_{13}O_2N$ (H, Ar = C_6H_5), durch Erhitzen von I u. Benzaldehyd mit etwas Piperidin auf 140—145°. Gelbe Nadeln aus A. + Aceton, F. 155 bis 156°. *Dibromid*, $C_{20}H_{11}O_2NBr_2$, aus 9-Benzal-2-nitrofluoren u. Br in Chlf. Krystalle aus Bzl., F. 151—152° (Zers.). — *9-Vanillal-2-nitrofluoren*, $C_{21}H_{15}O_4N$, aus I, Vanillin u. etwas Piperidin bei 140—145°. Orangefarbene Krystalle aus A. + Aceton, F. 173—175°. *9-Benzoylvanillal-2-nitrofluoren*, $C_{26}H_{19}O_5N$, aus dem vorigen u. Benzoylchlorid in Pyridin. Gelbe Krystalle, F. 257—258°. (Bull. Soc. chim. France [5] 2. 1703—09. Okt. 1935. Timisoara [Rumänien], Polytechn. Schule.)

OSTERTAG.



aldehyd mit etwas Piperidin auf 140—145°. Gelbe Nadeln aus A. + Aceton, F. 155 bis 156°. *Dibromid*, $C_{20}H_{11}O_2NBr_2$, aus 9-Benzal-2-nitrofluoren u. Br in Chlf. Krystalle aus Bzl., F. 151—152° (Zers.). — *9-Vanillal-2-nitrofluoren*, $C_{21}H_{15}O_4N$, aus I, Vanillin u. etwas Piperidin bei 140—145°. Orangefarbene Krystalle aus A. + Aceton, F. 173—175°. *9-Benzoylvanillal-2-nitrofluoren*, $C_{26}H_{19}O_5N$, aus dem vorigen u. Benzoylchlorid in Pyridin. Gelbe Krystalle, F. 257—258°. (Bull. Soc. chim. France [5] 2. 1703—09. Okt. 1935. Timisoara [Rumänien], Polytechn. Schule.)

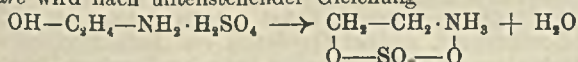
Ch. Marschalk, *Einige Fälle von substituierender Addition in der Anthrachinonreihe*. (Vgl. C. 1927. II. 1832.) Vf. hat gefunden, daß *1,4-Dioxyanthrachinon-2-sulfonsäure* (*Chinizarin-2-sulfonsäure*) (I) überraschend leicht mit Alkalicyaniden reagiert. Erwärmt man sie in schwach alkal. wss. Lsg. mit KCN, so verschwindet die bläuliche Färbung, u. es bildet sich eine Leukoverb., welche zu einem blauen Salz reoxydierbar ist. Die zugehörige freie Verb. ist *1,4-Dioxy-2,3-dicyanthrachinon* (II), welches sich glatt zur *1,4-Dioxyanthrachinon-2,3-dicarbonensäure* bzw. deren *Anhydrid* hydrolysieren läßt. Diese Säure wurde auch durch Oxydation des bekannten u. konstitutionell gesicherten *1,4-Dioxy-2,3-dimethylantrachinon* erhalten. Sie kann auffallend leicht zur bekannten *1,4-Dioxyanthrachinon-2-carbonsäure* u. weiter zum *Chinizarin* decarboxyliert werden. — I reagiert mit KCN schon bei Raumtemp., u. unter gewissen Bedingungen gelingt es, 2 Zwischenstufen zu isolieren, nämlich *1,4-Dioxy-3-cyananthrachinon-2-sulfonsäure* (III) u. *1,4-Dioxy-2-cyananthrachinon* (IV). Beide können durch nachträgliche Einw. von KCN in wss.-alkal. Lsg. leicht in II umgewandelt werden. — Diese Tatsachen erlauben, den Verlauf der Gesamtrk. zu verstehen. Die SO₂H-Gruppe der I aktiviert das Mol. u. befähigt es, HCN an die Doppelbindung 2,3 anzulagern, wobei das CN Stellung 3 einnimmt. Darauf wandern die in 2 u. 3 befindlichen H-Atome an die CO-Gruppen, so daß sich ein Leukoderiv. der III bildet. Dieses könnte in der alkal. Lsg. desulfoniert werden u. zu IV führen. Es ist aber auch möglich, daß IV durch direkten Austausch von SO₂H gegen CN entsteht. Ausgeschlossen ist dagegen, daß I durch das KCN zuerst zum Leukoderiv. reduziert wird, weil dieses durch das wie ein schwaches Alkali wirkende KCN zum Leuko-chinizarin desulfoniert wird. Aus diesen Überlegungen heraus leitet Vf. Luft durch das Rk.-Gemisch, um etwa gebildetes Leukoderiv. zu reoxydieren u. dadurch die Desulfonierung möglichst zu verhindern, d. h. die Bldg. der III zu begünstigen. — Als Haupterkennnis dieser Unters. erscheint die Tatsache, daß gewisse Substituenten wie SO₂H u. CN, ferner auch CO₂H, CO₂R u. CO·NH₂, eingeführt in Stellung 2 des Chinizarins, in dem Mol. einen Zustand von Ungesättigtheit hervorrufen, welcher sich durch gewisse substituierende Additionsrkk. ausdrückt. Die Addition von HCN ist nur ein Beispiel, denn IV addiert auch Na₂SO₃ sehr leicht u. geht in eine Sulfonsäure über, welche wahrscheinlich mit III ident. ist. Vf. hat weiter festgestellt, daß auch Chinizarin selbst zu einer analogen Rk. fähig ist, indem es mit KCN unter geeigneten Bedingungen außer anderen Prodd. eine gewisse Menge II in Form eines Leukoderiv. liefert.

Vf. bringt die von ihm beobachteten Erscheinungen in Beziehung zu schon bekannten Rkk. Sicher ist, daß Chinizarin in 2,3 eine spezif. Äthylenbindung enthält, deren Aktivität durch Einföhrung der oben angegebenen Funktionen in Stellung 2 verstärkt wird. Vf. hat daher geprüft, ob diese Chinizarinderivv. oder das Chinizarin selbst auch zu den DIELS-ALDERSchen „Diensynthesen“ befähigt sind. Unter den üblichen Bedingungen dieser Synthesen, d. h. in einem organ. Lösungsm., erfolgt keine oder anormale Rk. Dagegen reagieren I, IV, Chinizarin-2-carbonsäure u. Chinizarin selbst leicht mit Cyclopentadien in wss.-alkal. Lsg. bei 70—80°, IV auch mit Isopren. Im Falle I wird das SO₂H eliminiert; im übrigen bilden sich Leukoverbb. Die Ggw. von Alkali ist dabei unerläßlich. Es handelt sich wohl nicht um eigentliche Diensynthesen. Da die Rk.-Prodd. außerdem nicht homogen sind, hat Vf. diese Unters. nicht weiter fortgesetzt. Übrigens reagiert auch *Naphthazarin* als Na-Salz in wss. Lsg. sehr leicht mit Cyclopentadien unter Bldg. einer Leukoverb. Auch mit KCN reagiert *Naphthazarin* leicht. — *Chinizarin-2,6-disulfonsäure* scheint durch KCN in demselben Sinne umgewandelt zu werden wie I. Das Rk.-Prod. enthält noch 1 SO₂H. ist daher l. in W. u. gibt einen blauen Al-Lack. Durch Sulfonierung des II mit 20%ig. Oleum bei 140—150° entsteht eine Sulfonsäure, welche ebenfalls einen blauen Al-Lack gibt. — Mit P. Chiffert hat Vf. von der *1-Amino-4-oxyanthrachinon-2-sulfonsäure* aus das *1-Amino-4-oxxy-2,3-dicyanthrachinon* dargestellt. Die isomere 3-Sulfonsäure verhält sich analog.

Versuche. *1,4-Dioxy-2,3-dicyanthrachinon* (II), C₁₆H₆O₄N₂. Lsg. von 10 g Na-Salz der I, 5 g Na₂CO₃ u. 10 g KCN in 500 ccm W. 1/2 Stde. auf 90° erhitzen (jetzt olivgelbe Lsg.), Leukoverb. durch Zusatz von 3,5 g (NH₄)₂S₂O₈ oxydieren, auskristallisiertes bläuliches Salz abfiltrieren, mit 10%ig. NaCl-Lsg. waschen u. mit sd. verd. HCl zers. 7 g. Aus Chlorbenzol orangebraune Kristalle, F. > 300°. Lsg. in konz. H₂SO₄ orange, auf Zusatz von B(OH)₃ bläulich, stark rot fluoreszierend (charakterist. Absorptionsspektrum). Gibt mit 0,8%ig. NaOH ein darin unl., in sd. W. l. blaues Na-Salz, mit Hydrosulfit ein orangen l. Leukoderiv. — II aus Chinizarin:

5 g in Lsg. von 40 g KCN in 200 cem W. suspendieren, Luft durch N ersetzen, 5 Stdn. kochen, im Vakuum filtrieren, Lsg. mit $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ oxydieren, Nd. mit 0,8%_{ig} NaOH waschen u. mit sd. verd. HCl zers. 1,7—1,9 g. — *1,4-Dioxyanthrachinon-2,3-dicarbon-säureanhydrid*, $\text{C}_{16}\text{H}_6\text{O}_7$. II in 8 Teilen 90%_{ig} H_2SO_4 lösen, ca. 2 Stdn. auf 150° erhitzen, nach Erkalten orangebraune Krystalle auf Glas abfiltrieren, mit 60-grädiger H_2SO_4 , dann W. waschen u. trocknen. Unl. in W., ll. in verd. Laugen u. Alkalicarbonat-lsgg. unter Hydrolyse zur Säure. — *1,4-Dioxyanthrachinon-2,3-dicarbon-säure*, $\text{C}_{16}\text{H}_8\text{O}_8 + \text{H}_2\text{O}$. 1. Aus den alkal. Lsgg. des vorigen mit Säure. 2. 10 g II in Lsg. von 10 g $\text{B}(\text{OH})_3$ in 200 g 95%_{ig} H_2SO_4 eintragen, auf 140° erhitzen, bis eine Probe in sd. W. völlig l. ist, auf Eis gießen, evtl. aus sd. W. + HCl umkrystallisieren. 3. 4 g *1,4-Dioxy-2,3-dimethylantrachinon* bei 100° in Lsg. von 2,5 g $\text{B}(\text{OH})_3$ in 60 g konz. H_2SO_4 eintragen, nach Erkalten 6 g NaNO_2 zugeben, 8 Stdn. auf 140—150° erhitzen, in 500 cem W. gießen, sd. filtrieren, Rückstand mit sd. W. waschen; aus dem Filtrat goldorangene Blättchen. Lsg. in H_2SO_4 blaurot, in $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-B}(\text{OH})_3$ violettrot, stark fluoreszierend. Saurer Beizenfarbstoff; färbt chromierte Wolle pflaumenfarbig. Gibt blauroten, lichtechten Al-Lack. Geht bei 150—180° in das Anhydrid über. — *1,4-Dioxy-anthrachinon-2-carbonsäure*. 1. 5 g der vorigen (oder des Anhydrids oder auch II) mit 200 g konz. H_2SO_4 u. 5 g $\text{B}(\text{OH})_3$ 3 Stdn. auf 130—140°, 2 Stdn. auf 200° erhitzen, auf Eis gießen, kochen u. filtrieren. 2. 2 g obigen Anhydrids in 300 cem 5%_{ig} NaOH einige Zeit kochen, mit HCl fallen. 3. 10 g Anhydrid mit 1100 cem 1,5%_{ig} Sodalsg. 10 Min. kochen, 1100 cem W. zugeben, Filtrat bei nicht über 4° mit 4 g Na-Hydrosulfit versetzen, nach 1 Stde. (Luftabschluss) 60 cem 30%_{ig} NaOH zugeben, mit Luft oxydieren, mit HCl fallen, evtl. mit sehr verd. NaHCO_3 -Lsg. über das Na-Salz reinigen. Aus Nitrobenzol braune Krystalle, F. 245—247°. Wenn man bei dem 3. Verf. mit überschüssigem Hydrosulfit u. bei Raumtemp. arbeitet, so fällt *Dihydrochinizarin*, F. 158°, aus. — *1,4-Dioxy-3-cyananthrachinon-2-sulfonsäure* (III). 1. 20 g Anhydrid der I, 20 g Na_2CO_3 u. 16 g KCN in 4 l W. lösen, bei Raumtemp. während 5—6 Tagen sehr schwachen Luftstrom durchleiten, mit HCl ansäuern, sd. filtrieren u. mit KCl aussalzen. 2. 0,5 g mit 100 cem 4%_{ig} Na_2SO_3 -Lsg. ca. 1 Stde. auf 80° erwärmen, mit 100 cem W. verd., mit HCl ansäuern, Filtrat mit KCl aussalzen. Orangen, krystallin. — *1,4-Dioxy-2-cyananthrachinon* (IV), $\text{C}_{15}\text{H}_8\text{O}_4\text{N}$. 1. 10 g rohes Sulfonat III (dargestellt nach dem 1. Verf.), 10 g NaHCO_3 u. 10 g Na-Hydrosulfit in 350 cem W. 20 Min. auf 55—60° erwärmen, Filtrat mit Essigsäure ansäuern u. kochen, gewaschenen Nd. in alkal. Lsg. mit Luft oxydieren u. mit HCl fallen. 2. Weniger gut aus I u. KCN in sehr verd. NaOH bei Raumtemp. im verschlossenen Gefäß (4 Tage); mit Luft oxydieren, mit HCl fallen u. reinigen. Aus Eg. oder Bzl. orangene Nadelchen, F. 228 bis 229°. Na-Salz in 0,8%_{ig} NaOH blau l. (Unterschied von II). Lsg. in H_2SO_4 blaurot, in $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-B}(\text{OH})_3$ ebenso, rot fluoreszierend; Spektrum der letzteren Lsg. ähnlich dem des Chinizarins, aber stark nach rot verschoben (das von II noch mehr). — *1,4-Dioxy-anthrachinon-2-carbonsäureamid*. 1. 5 g IV mit 200 cem konz. H_2SO_4 auf W.-Bad erhitzen, auf Eis gießen. 2. Obige Säure durch Kochen mit SOCl_2 in das Chlorid umwandeln, dieses in Bzl. lösen u. NH_3 einleiten. Aus Nitrobenzol orangene Krystalle, F. > 300°. Lsg. in H_2SO_4 rot, in $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-B}(\text{OH})_3$ blaurot. Alkal. Lsgg. blau. IV u. das Amid werden durch $\text{H}_2\text{SO}_4\text{-B}(\text{OH})_3$ bei 190—200° zur Säure hydrolysiert. — *1-Amino-4-oxy-2,3-dicyananthrachinon*, $\text{C}_{16}\text{H}_8\text{O}_2\text{N}_2$. 30 g Na-1-Amino-4-oxyanthrachinon-2-sulfonat, 45 g KCN u. 10 g Na_2CO_3 in 2 l W. 3—4 Stdn. auf 90—95° erhitzen, 10 g $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ zufügen usw. wie bei II. Aus Nitrobenzol oder Chlorbenzol tief violette Nadeln, F. > 300°, wl. in Soda (blau). H_2SO_4 -Lsg. orangen, auf Zusatz von $\text{B}(\text{OH})_3$ orangert, beim Erwärmen grün. Lsg. in Pyridin blau, in Chlor- u. Nitrobenzol violett. Wird in konz. H_2SO_4 durch MnO_2 zu II oxydiert. — *1-Amino-4-oxyanthrachinon-2,3-dicarbon-säure*. Voriges mit konz. H_2SO_4 2—3 Stdn. auf 140—150° erhitzen, in W. gießen, aus Soda + HCl umfällen. Blauviolett. Geht bei 150°, auch durch Kochen in Nitrobenzol oder Eg. in das Anhydrid über. Al-Lack blau. (Bull. Soc. chim. France [5] 2. 1809—30. Nov. 1935. Villers-Saint-Paul, Etabl. KUHLMANN.) LINDENBAUM.

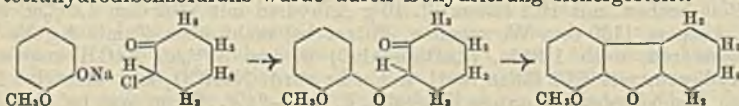
Henry Wenker, Die Darstellung von Äthylenimin aus Monoäthanolamin. β -Amino-äthylschwefelsäure wird nach untenstehender Gleichung



aus 10 Mol (610 g) *Monoäthanolamin* u. 1020 g 96%_{ig} H_2SO_4 bei 250° mit 71% Ausbeute erhalten u. gibt bei der Dest., 282 g mit 880 g 40%_{ig} NaOH-Lsg. *Äthylenimin*,

Kp. 55—56,5° mit 26,5% Ausbeute. (J. Amer. chem. Soc. 57. 2328. Nov. 1935. Elizabeth, N. J.) BUSCH.

Henry Gilman, E. W. Smith und L. C. Cheney, Dibenzofuran. VII. Derivate des Tetrahydrodibenzofurans. (VI. vgl. C. 1935. II. 1172.) Sulfonierung, FRIEDEL-CRAFTS-Rk. u. Nitrierung besetzen die 7- (oder 3')-Stellung des 1,2,3,4-Tetrahydrodibenzofurans. Metallierung liefert die 6- (oder 4')-Organometallverb. Bromierung bewirkt Dehydrierung zum Dibenzofuran. Die Konst. des Nitro-1,2,3,4-tetrahydrodibenzofurans wurde durch Dehydrierung zum 7- (bzw. 3')-Dibenzofuran bewiesen. Das von VON BRAUN (Ber. dtsh. chem. Ges. 55 [1922]. 3761) dargestellte 8-Nitrohexahydrodibenzofuran erwies sich nach den Interss. der Vff. als ident. mit 7-Nitro-1,2,3,4-tetrahydrodibenzofuran. Die Konst. des Sulfonierungsprod. als 1,2,3,4-Tetrahydrodibenzofuran-7(oder 3)-sulfonsäure wurde durch Überführung in das Sulfonamid des Dibenzofurans bewiesen, das auch aus 3-Nitrodibenzofuran dargestellt werden konnte. Ein entsprechender Beweis wurde für die 7-Acetylverb. geführt, die sich außerdem als ident. mit einem vorher als 8-Acetylhexahydrodibenzofuran erwies. Metallierung von Tetrahydrodibenzofuran mit Phenyl- oder p-Tolylolithium bzw. n-Butyllithium besetzte die 6-Stelle, was durch Überführung in die 6- (bzw. 4)-Dibenzofurancarbonsäure bewiesen wurde. Die Konst. des in der folgenden Rk.-Folge dargestellten 6-Methoxy-1,2,3,4-tetrahydrodibenzofurans wurde durch Dehydrierung sichergestellt.



Versuche. 1,2,3,4-Tetrahydrodibenzofuran, Kp.₁₅ 145°, Kp.₉ 135°, n_D²⁰ = 1,5795, D₂₀²⁰ 1,0938. — 3- (bzw. 7-)Nitro-1,2,3,4-tetrahydrodibenzofuran, C₁₂H₁₁O₃N, aus A. F. 124—125°. — 7-Acetamino-1,2,3,4-tetrahydrodibenzofuran, C₁₃H₁₅O₂N, aus dem vorigen durch Red. u. Acetylierung; F. 146°. — 7-Acetyl-1,2,3,4-tetrahydrodibenzofuran, C₁₄H₁₃O₂, aus Tetrahydrodibenzofuran u. Acetanhydrid mit SnCl₂ in Bzl. Nadeln aus PAc., F. 66—67°, Kp.₁₅ 210°. Behandlung mit J u. NaOH ergab 1,2,3,4-Tetrahydrodibenzofuran-7-carbonsäure, C₁₃H₁₂O₃, aus A. oder Eg. F. 247—248°. Methylester, aus verd. Methanol F. 72,5—73,5°. — Dibenzofuran-3-carbonsäuremethylester, C₁₄H₁₀O₃, aus PAc. F. 138°. — 1,2,3,4-Tetrahydrodibenzofuran-7-sulfonsäure, C₁₂H₁₂O₃S, aus Tetrahydrodibenzofuran mit Chlorsulfonsäure in CCl₄. Als Ba.-Salz isoliert. Sulfonamid, C₁₂H₁₂O₃NS, aus dem Na.-Salz der vorigen mit POCl₃ u. Umsetzung des Chlorids mit NH₃. Platten aus A. u. 60%ig. Essigsäure F. 207,5—208,5°. — Dibenzofuran-3-sulfonsäure, C₁₂H₈O₃S, aus der 3-Aminoverb. über die Sulfinsäure. Die Verb. sintert ohne zu schmelzen. Chlorid, C₁₂H₇O₃ClS, aus dem K.-Salz der vorigen u. PCl₅. Aus Bzl. u. PAc. F. 148,5°. Amid, C₁₂H₉O₃NS, aus 60%ig. Essigsäure F. 241—242°. — 1,2,3,4-Tetrahydrodibenzofuran-6-carbonsäure, C₁₃H₁₂O₃, aus der Li-Verb. mit CO₂. Aus Essigester F. 197°. — Tetrahydrodibenzofurancarbonsäure, C₁₃H₁₂O₃, aus Dibenzofuran-4-carbonsäure mit Na u. A. Große, silberglänzende Platten aus verd. Aceton, F. 168°. — Die Misch.-FF. der Pikrate des Hexahydrodibenzofurans VON BRAUNS (l. c.) u. EBELS (C. 1929. I. 1451) mit dem des Tetrahydrodibenzofurans ergaben deren Identität, so daß also die Hexahydroverbb. in Wirklichkeit nur Tetrahydroverbb. sind. — Dodecahydrodibenzofuran, C₁₂H₂₀O, aus Dibenzofuran durch katalyt. Red. Kp.₇₃₀ 258—259°, Kp.₇ 108—110°, n_D²⁰ = 1,5023, D₂₀²⁰ 1,0312. (J. Amer. chem. Soc. 57. 2095—99. Nov. 1935. Ames, Iowa, State Coll.) HEIMHOLD.

P. Pratesi und A. Zanetta, Über die Reaktion zwischen Pyrrol und Isatin. (Über die Pyrrolblaufarbstoffe. III.) (II. vgl. C. 1934. I. 2928; vgl. auch C. 1935. II. 1158.) Pyrrolblau B aus der Kondensation von Isatin u. Pyrrol liefert bei der Oxydation mit CrO₃ in Eg.-Lsg. als Endprodd. Isatin u. Maleinimid, während unter gleichen Bedingungen (sowie mit H₂O₂) aus Opsopyrrolblau Isatin u. Methyläthylmaleinimid entstehen. Pyrogene Zers. von Pyrrolblau B im Vakuum bei 300° führt zur Bldg. von Oxindol in guter Ausbeute. Damit ist bewiesen, daß Isatin bei Kondensation mit Pyrrol Carbonyl in β bindet. Für Pyrrolblau ergibt sich die Konst. als 5[Pyrrölenyl]-β-isatin. Das Sulfonierungsprod. liefert bei Oxydation mit K₂Cr₂O₇ u. H₂SO₄ dieselbe Isatin-5-sulfonsäure, die bei Oxydation von Indigotindisulfonsäure erhalten wird; es handelt sich also um 5-[Pyrrölenyl]-β-isatin-5-sulfonsäure. Sowohl Pyrrolblau B als auch Opsopyrrolblau in essigsaurer Lsg. ergeben bei Oxydation mit Spuren Br₂ (im Gegensatz zu den anderen Pyrrolblauerbb., die Farbumschlag nach grünblau er-

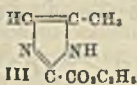
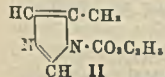
leiden) intensive beständige Rotviolett-färbung, ähnlich wirken andere Oxydationsmittel (Perbenzoesäure, H₂O₂, verd. HNO₃), die die anderen Verb. entfärben. — Vff. untersuchen weiter die Darst. von 2,3,4-Trimethylpyrrolblau (5-[2,3,4-Trimethylpyrrolyl]-β-isatin) u. Pyrrolblau A aus 2,3,4-Trimethylpyrrol bzw. Pyrrol u. Isatin (1: 1 Mol) in Fig.; Pyrrolblau A ist im Gegensatz zu Pyrrolblau B in Alkalilsgg. langsam mit blauer Farbe l., in HCl, auch konz. HCl, unl., in Essigsäure u. Pyridin leichter als Pyrrolblau B l.; kleine schwarzblaue, hygroskop. Prismen, Oxydationsprod. noch nicht aufgeklärt. (Atti R. Accad. naz. Lincei, Rend. [6] 22. 159—65. 1935. Bologna, Univ., Inst. f. allg. Chemie.)

R. K. MÜLLER.

Erich Meitzner, Die Fries-Rosenmundumlagerung von *N*-Acetylcarbazol. Das Verf. von PLANT u. WILLIAMS (C. 1935. I. 67; vgl. auch PLANT, ROGERS u. WILLIAMS, C. 1935. II. 1543) der Darst. von 3-Acetylcarbazol durch Umlagerung von *N*-Acetylcarbazol mit AlCl₃ wird dadurch modifiziert, daß Nitrobrzl. als Lösungsm. bei der Rk. angewendet wird. So werden Ausbeuten von 50—60% erhalten; zugleich entstehen teerige Prodd., Carbazol u. das bisher unbekannte 1-Acetylcarbazol, C₁₄H₁₁ON; nach Sublimation bei 110°, 10⁻² mm u. aus A., weiße Nadeln, F. 136°. — Oxim, C₁₄H₁₁ON₂, Nadeln, F. 179—180°. — Die Einw. äquivalenter Mengen von Acetylchlorid auf Carbazol gibt unter denselben Bedingungen die gleichen Prodd. unter Bldg. etwas größerer Mengen teeriger Prodd. — Der Nachweis von 1-Acetylcarbazol unter den Rk.-Prodd. vervollständigt die Parallelität dieser Umlagerung zu derjenigen von Acylphenolen zu p- u. o-Oxyketonen. — 3-*N*-Diacetylcarbazol, F. 156°. (J. Amer. chem. Soc. 57. 2327—28. Nov. 1935.)

BUSCH.

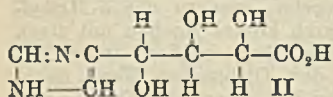
W. John, Über einige Imidazolcarbonsäureester. ODDO u. MINGOIA (C. 1929. I. 72) haben das Umsetzungsprod. von Imidazolyl-MgBr u. Cl·CO₂C₂H₅ ohne Beweisführung als Imidazol-2-carbonsäureester angesprochen. Vf. hat aus 4(5)-Methylimidazolyl-MgBr u. Cl·CO₂C₂H₅ einen sehr ähnlichen Ester erhalten. Dieser ist jedoch nicht der erwartete 4(5)-Methylimidazol-2-carbonsäureester, sondern der 5-Methylimidazol-1-carbonsäureester (II), denn er wird schon durch kurzes Kochen mit stark verd. H₂SO₄ verseift, liefert aber nicht die entsprechende Säure, sondern unter CO₂-Abspaltung 4(5)-Methylimidazol. Vf. hat daraufhin den ODDOSchen Vers. nachgearbeitet. Der erhaltene Ester besitzt den angegebenen Kp., aber sein Pikrat schm. bei 124°, während ODDO 182° angibt. Es liegt zweifellos der Imidazol-1-carbonsäureester (I) vor, denn er wird durch verd. H₂SO₄ sehr leicht verseift u. dabei glatt zu Imidazol decarboxyliert. Die Verseifung erfolgt so leicht, daß beim Umlösen des Pikrats aus W. oder verd. A. glatt Imidazolpikrat entsteht. — ODDO nimmt eine Tautomerie des Imidazolyl-MgBr an. Vf. hat jedoch festgestellt, daß sich dasselbe beim Erhitzen bis auf 200° nicht verändert. Man darf es also wohl als Imidazolyl-(1)-MgBr formulieren. — Vf. hat ferner geprüft, ob sich die Ester I u. II vielleicht durch Erhitzen in die 2-Carbonsäureester umlagern lassen. Dies ist nicht der Fall. Vielmehr zerfallen die Ester hierbei in einer Richtung, wie sie wohl bisher niemals beobachtet worden ist, nämlich in CO₂ u. 1-Athylimidazol bzw. 5-Methyl-1-äthylimidazol, u. zwar I fast quantitativ, II viel weniger glatt, indem infolge Abspaltung der ganzen Estergruppe reichlich 4(5)-Methylimidazol gebildet wird. Auch dieser Zerfall beweist die 1-Stellung der Estergruppen; der ODDOSche Ester war wohl auch I. — Schließlich hat Vf. auch den gewünschten 4(5)-Methylimidazol-2-carbonsäureester (III) synthetisiert. Nach dem Verf. von RADZISZEWSKI wurden Methylglyoxal, NH₃ u. Zimtaldehyd zum 4(5)-Methyl-2-styrylimidazol kondensiert, dieses mit Permanganat zur 4(5)-Methylimidazol-2-carbonsäure oxidiert u. letztere (roh) verestert; der Ester wurde als Nitrat isoliert, welches vom II-Nitrat deutlich verschieden ist. Bei der Oxydation des Styrylderiv. mit CrO₃·H₂SO₄ wurde überraschenderweise der Imidazolring aufgespalten u. Zimsäureamid gebildet.



Versuche. Imidazol-1-carbonsäureäthylester (I). Imidazol in C₂H₅MgBr-Lsg. eintragen (grauweißer Nd.), nach Zusatz von Cl·CO₂C₂H₅ 24 Stdn. kochen, mit Eis zers., mit CO₂ sättigen. Kp.₁₆ 100°, stark bas. Pikrat, C₁₂H₁₁O₉N₅, aus absol. A., F. 124°. — 5-Methylimidazol-1-carbonsäureäthylester (II). Ebenso mit 4(5)-Methylimidazol. Kp.₂₁ 118—119°, wl. in W., ll. in Säuren. Pikrat, C₁₃H₁₃O₉N₅, aus A. hellgelbe Nadeln, F. 143—149°. Aus alkoh. Lsg. mit konz. HNO₃, dann A. das Nitrat, C₂H₁₁O₄N₃, aus Essigester dicke Blöcke, F. 116—117°. — 1-Athylimidazol. I in Anteilen von 0,2—0,3 g 20 Sek. in Bad von 250—260° tauchen u. schnell abkühlen, Anteile vereinigen u. dest. Kp.₁₆ 110°. Pikrat, C₁₁H₁₁O₇N₅, aus W. oder A. hellgelbe, dicke

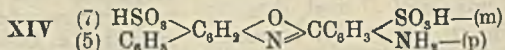
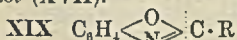
Nadeln, F. 170°. — 5-Methyl-1-äthylimidazol. II im Vakuum $\frac{1}{4}$ Stde. auf 180° erhitzen u. anschließend dest. Aus dem 1. Vorlauf das Pikrat, $C_{12}H_{13}O_2N_5$, aus A. hellgelbe Blättchen, F. 140°. — 4(5)-Methyl-2-styrylimidazol, $C_{12}H_{12}N_2$. 150 g Aceton mit 32 g SeO_2 4 Stdn. kochen (vgl. RILEY u. Mitarbeiter, C. 1932. II. 1156), vom Se abgießen. Aceton mit Aufsatz abddest., mit A. verd., nach 24 Stdn. Filtrat mit 36 g Zimtaldehyd u. 100 ccm gesätt. alkoh. NH_3 versetzen, 1 Stde. NH_3 einleiten, 4 Stdn. bei ca. 40° halten, NH_3 durch Eindampfen im Vakuum entfernen, verd. HCl zugeben u. kochen, vom Harz getrennte Lsg. mit NH_4OH fällen, Nd. mit wenig Aceton oder A. waschen. Aus h. A. + W. stark lichtbrechende, schwach gelbliche Nadeln, F. 235°, swl. in W. Nitrat, $C_{12}H_{13}O_3N_3$, aus W., F. 168° (Zers.). Pikrat, $C_{18}H_{15}O_2N_5$, aus W. Blättchen, F. 248° (Zers.). — 4(5)-Methyl-2-phenylimidazol, $C_{16}H_{16}N_2$. Aus den Mutterlaugen des vorigen in sehr geringer Menge; gebildet aus Methylglyoxal, NH_3 u. Benzaldehyd, letzterer wohl durch Zers. des Zimtaldehyds. F. 180°. — 4(5)-Methylimidazol-2-carbonsäureäthylesternitrat (nach III), $C_7H_{11}O_5N_3$. Vorvoriges in Aceton-W. (10:1) mit wss. $Ba(MnO_4)_2$ -Lsg. erst bei 15–20°, dann bei –10 bis –15° u. schließlich wieder bei 15–20° sehr langsam oxydieren, wie üblich isolierte rohe Säure aus A. + Ä. umfallen u. mit 2–3%ig. alkoh. HCl im Rohr 3 Stdn. auf 120° erhitzen, isolierten Ester in A. mit konz. HNO_3 , dann Ä. fällen. Aus Essigester dicke Nadeln, F. 124°. — 4(5)-Methylimidazol-2-carbonsäure, $C_5H_6O_2N_2$. Voriges mit methanol. KOH kochen, mit HCl ansäuern u. verdampfen, aus absol. A. + Ä. fällen. Weißes, sandiges Pulver, F. 175° (Zers.). Wird durch Erhitzen über den F. glatt zum 4(5)-Methylimidazol decarboxyliert. (Ber. dtsh. chem. Ges. 68. 2283–91. 4/12. 1935. Göttingen, Univ.) LINDENBAUM.

Jacques Parrod, Oxydationsprodukte des 4-[d-Arabinotetraoxybutyl]-imidazols durch Salpetersäure. Vf. hat das früher (C. 1933. I. 3924, besonders 1931. II. 442) beschriebene 4-[d-Arabinotetraoxybutyl]-imidazol (I) mit HNO_3 oxydiert u. erhalten: 1. Säure II, welche Vf. Imidazol-4-[d-arabinotrioxypopyl]-carbonsäure nennt, in Form ihres Lacton-



nitrats; 2. die bekannte Imidazolyl-(4)-glyoxylsäure (III), $C_3H_3N_2 \cdot CO \cdot CO_2H$; 3. wenig Imidazolcarbonsäure-(4) (IV). — 10 g I mit 40 ccm HNO_3 (D. 1,38) in bedeckter Schale bis zur beendeten Entw. roter Dämpfe auf sd. W.-Bad erhitzen, HNO_3 durch Verdampfen mit W. entfernen, mit sd. W. aufnehmen u. erkalten lassen. Weißer Nd. (Filtrat A) ist fast reine III. Durch Lösen in der berechneten Menge KOH das K-Salz, $C_3H_3O_3N_2K + 2H_2O$, aus 75%ig. A. Nadeln, ll. in W. (lackmusneutral). Aus sd. 10%ig. HNO_3 das Nitrat, $C_3H_3O_3N_2$, HNO_3 , derbe Prismen, welche sich beim Erhitzen zers.; wird durch längeres Erhitzen im Vakuum auf 130° oder durch wiederholtes Aufnehmen mit h. W. in die Komponenten gespalten. — Durch Einengen des obigen Filtrats A Nadeln von IV. Aus der Mutterlauge das Nitrat des Lactons der II, $C_7H_8O_3N_2$, $HNO_3 + H_2O$, derbe Prismen, F. 104°, wl. in k., ll. in h. W.; verliert das Krystallwasser im Vakuum bei 60°; gibt mit Na-p-Diazobenzolsulfonat rote, mit NaOH u. Spur $CuSO_4$ intensiv violettrote Färbung u. wird durch ammoniakal. $AgNO_3$ -Lsg. gefällt. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 200. 1049–51. 1935.) LINDENBAUM.

Vladimir J. Mikeska und Marston Taylor Bogert. Synthese gewisser phenylierter Benzoxazole und deren Derivate. Es wird auf die Ähnlichkeit in Darst. u. Eigg. zwischen Oxazolen, Imidazolen u. Thiazolen hingewiesen. — Durch Red. von 3-Nitro-4-oxydiphenyl zum Amin u. Kondensation mit p-Nitrobenzoylchlorid wird 2-p-Nitrophenyl-5-phenylbenzoxazol (X) erhalten, das zum Amin (XI) reduziert werden kann. Die Synthese des isomeren 7-Phenylbenzoxazols führt von 3,5-Dinitro-2-oxydiphenyl über das Benzozat (XVI) durch Red. u. gleichzeitigen Ringschluß zum 2,7-Diphenyl-5-aminobenzoxazol (XVII).



Versuche. Rohmaterial. Das bei der Phenolderst. als Nebenprod. anfallende Gemisch höher sd. Verbb. wird mit NaOH gekocht, mit k. W. verd. u. filtriert. Rückstand: Diphenylsulfon, $C_{12}H_{10}O_2S$ (I), durch Vakuumdest., Krystallisation aus A. u. Sublimieren reinig; F. 128°. Dinitrodiphenylsulfon, $C_{12}H_8O_2N_2S$ (II), F. 197°. Das Filtrat von I wird sauer gemacht; p-Oxydiphenyl, $C_{12}H_{10}O$ (III), u. o-Oxydiphenyl (IV) fallen neben teerigen Verbb. aus. Filtrieren, trocknen, Vakuumdest. bis zur Zers.; das Destillat mit k. Bzn. extrahieren. III als Rückstand. Aus A. glänzende Nadeln oder Schuppen, F. 164° (vgl. RAIFORD, C. 1925. II. 1273); Identifizierung. Aus der Benzinlsg. IV; Vakuumdest.; aus A. Krystalle, F. 67,5°; identifiziert durch Darst. des

3,5-Dinitroderiv. Das Rohmaterial enthielt 33% Diphenylsulfon, 10% p-, 11% o-Oxydiphenyl. — 3-nitro-4-oxydiphenylsulfonsaures Barium, $C_{12}H_{10}O_2N_2S_2Ba$ (V) (im Original als freie Säure bezeichnet; Formel ohne S; d. Ref.), durch Einw. von konz. H_2SO_4 auf 3-Nitro-4-oxydiphenyl bei 70°. Der Überschuß an H_2SO_4 wird mit $Ba(OH)_2$ gefällt; Gelbfärbung zeigt Neutralisation an; erhitzen, stehen, filtrieren. Mit mehr $Ba(OH)_2$ wird das Filtrat tiefgelb. Rotfärbung oder roter Nd. zeigen an, daß Ba in die Oxygruppe eingetreten ist. Durch Eindampfen der gelben Lsg. wird das Ba-Salz mit 80% Ausbeute in gelben Schuppen erhalten. — 3-Nitrodiphenyl-4-p-toluolsulfonat, $C_{19}H_{15}O_2NS$ (VI), aus 3-Nitro-4-oxydiphenyl u. p-Toluolsulfonsäurechlorid mit Dimethylanilin bei 100° u. 24 Stdn. Ansäuern, den trockenen Nd. mit 1%ig. NaOH-Lsg. extrahieren, Rückstand aus A. kristall.; gelbe Schuppen F. 114,8°. — 3-Nitrodiphenyl-4-p-nitrobenzoat, $C_{19}H_{12}O_6N_2$ (VII), aus 3-Nitro-4-oxydiphenyl in Pyridin u. p-Nitrobenzoylchlorid bei 25°; nach 3 Stdn. in NaOH-Lsg. gießen, filtrieren, aus A., F. 169°. — 3-Amino-4-oxydiphenyl F. 209°. — 3-(p-Nitrobenzoylamino)-4-oxydiphenyl, $C_{19}H_{14}O_4N_2$ (VIII), als Nebenprod. aus dem rohen X durch Extraktion mit n-NaOH. Alkaliextrakt mit CO_2 sättigen, Nd. aus A. gelbe Schuppen, F. 249,3°. — 2,5-Diphenylbenzoxazol, $C_{19}H_{13}ON$ (IX), aus 3-Amino-4-oxydiphenyl mit Benzoylchlorid. Kochen u. dann fraktionieren. Aus A. Schuppen, F. 132,8°. — 2-(p-Nitrophenyl)-5-phenylbenzoxazol, $C_{19}H_{12}O_3N_2$ (X), aus 3-Amino-4-oxydiphenyl u. p-Nitrobenzoylchlorid bei 210°. Rk.-Prod. mit NaOH ausziehen u. den getrockneten Rückstand mit Toluol extrahieren; letzteres verdampfen; aus Eg. F. 288,8°. — 2-(p-Aminophenyl)-5-phenylbenzoxazol, $C_{19}H_{11}ON_2$ (XI); VII in Eg. wird mit Stannochlorid in konz. HCl bei 100° reduziert; das Zinn-doppelsalz mit Natronlauge spalten; das rohe Oxazol aus A. gelbliche Nadeln, F. 174,2°. XI auch durch ähnliche Red. von X. Die Verb. zeigt in A. violette Fluorescenz. — 2-(p-Benzoldiazoniumchlorid)-5-phenylbenzoxazolchlorhydrat, $C_{19}H_{13}ON_3Cl_2$ (XIII), durch Diazotieren von XI u. Abfiltrieren des Nd.; gelb, amorph, F. 130,5°. — 2-p-Aminophenyl-5-phenylbenzoxazol-disulfonsäure, $C_{19}H_{11}O_7N_2S_2$ (XIV), aus XI u. rauchender (60% SO_3) Schwefelsäure bei 55°, 12 Stdn.; auf Eis gießen; Nd. mit Ammoniakwasser aufnehmen, filtrieren, ansäuern. Die Säure ist farblos u. amorph. Beim Schmelzen mit Alkali entstehen nur Prodd., die in W. ll., aber unl. in organ. Lösungsm. sind. Sprenglinge des Oxazolringes nach XIX vorausgesetzt, muß demnach jeder der beiden Benzolringe eine Sulfongruppe tragen; für die Disulfonsäure ist Konst. XIV wahrscheinlich. — 2-p-Oxyphenyl-5-phenylbenzoxazol, $C_{19}H_{13}O_2N$ (XV), aus XIII u. verd. H_2SO_4 ; F. 270°. Aus A. cremefarbige Schuppen, zeigen in konz. H_2SO_4 blaue Fluorescenz. — 3,5-Dinitrodiphenyl-2-benzoat, $C_{19}H_{12}O_6N_2$ (XVI), durch Schütteln von 3,5-Dinitro-2-oxydiphenylnatrium in Aceton mit Benzoylchlorid. Mit W. u. Ä. fallen. Aus A. schwach gelbe Kristalle, F. 119,5°. — 2,7-Diphenyl-5-aminobenzoxazol, $C_{17}H_{13}ON_2$ (XVII), durch Red. von XVI, wie XI; aus A. schwach gelbe Nadeln, F. 220,8°; alkoh. Lsg. zeigt grüne Fluorescenz. — Sulfonsäure, $C_{19}H_{16}O_5N_2S$ (XVIII), aus XVII u. rauchender H_2SO_4 mit 50% freiem SO_3 bei 55°; kristallisiert mit 1 Mol W., Zers. über 375°; nach Erhitzen mit NaOH konnte nur Benzoesäure identifiziert werden; die Sulfongruppe scheint am Benzoxazol zu haften. (J. Amer. chem. Soc. 57. 2121—24. Nov. 1935. New York.)

HÄNEL.

J. P. Wibaut, J. Overhoff und H. Geldof, 4-Brompyridin. Vff. haben das noch unbekannt 4-Brompyridin nach 2 Verff. dargestellt: 1. durch Einw. von PBr_3 auf 4-Oxyppyridin; 2. durch Einw. von HNO_2 auf in HBr gel. 4-Nitraminopyridin nach der von KOENIGS u. Mitarbeitern (C. 1924. II. 978) für die Darst. des 4-Chlorpyridins gegebenen Vorschrift. Das 2. Verf. ist das bessere. 4-Brompyridin ist, frisch dargestellt, eine farblose, aber sehr unbeständige Fl., welche sich bald in eine feste, braunlichgelbe, ihrer Natur nach noch unbestimmte Substanz umwandelt, selbst im zugeschm. Rohr u. im Dunkeln bei 0°, langsamer auch in äth. Lsg. Es wurde daher selbst nicht völlig rein erhalten, aber durch einige Salze charakterisiert.

Versuche. 1. 4,5 g 4-Oxyppyridin, 5 g $POBr_3$ u. 10 g PBr_3 5 Stdn. auf 130 bis 140° erhitzt, Eiswasser u. KOH zugesetzt, mit Dampf dest., übergehende Fl. in Ä. aufgenommen. Danach ging etwas 2,4,6-Tribrompyridin (F. 107°) über. Aus der äth. Lsg. mit äth. Pikrinsäure 4-Brompyridinpikrat, $C_{11}H_7O_2N_2Br$, gelbe Kristalle, bei ca. 135—140° sinternd, F. ca. 223° (Zers.). — 2. Darst. von 4-Aminopyridin nach KOENIGS u. GREINER (C. 1931. I. 3562), von 4-Nitraminopyridin nach KOENIGS u. Mitarbeitern (C. 1924. II. 977). 0,07 g-Mol. 4-Nitraminopyridin mit 86 g konz. HBr vermischt, bei —5° Lsg. von 0,07 g-Mol. $NaNO_2$ eingerührt, 2 Stdn. bei Raumtemp. stehen gelassen, noch 2-mal in gleicher Weise je 0,07 g-Mol. $NaNO_2$ zugegeben,

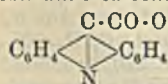
freies Br mit Na_2SO_3 -Lsg. entfernt, 5—10 Min. gekocht, mit KOH alkalisiert u. mit Dampf dest., Destillat ausgeäthert. Aus der äth. Lsg. obiges Pikrat, ferner mit äth. HgCl_2 -Lsg. 4-Brompyridin-Mercurichlorid, $\text{C}_5\text{H}_4\text{NBr}$, HgCl_2 , weiß, bei 130—140° dunkel, Zers. > 270°. — 4-Brompyridin, $\text{C}_5\text{H}_4\text{NBr}$. Aus frisch bereiteter u. getrockneter äth. Lsg. den A. unter 15 mm u. ohne Erwärmung mit Kolonne abdest., Rückstand aus W.-Bad von 55—56° dest. Kp._{0,3-0,5} 27,5—30°, farblose Fl., in Eis zu weißer, krystalliner M. erstarrend. E. 0—1°, $n_D^{20} = 1,5679$. Br-Best. fiel um ca. 1,5% zu niedrig aus. — Chloroplatinat, $(\text{C}_5\text{H}_4\text{NBr})_2\text{PtCl}_6$, orange, krystallin. — 4-Aminopyridin. Rohes 4-Brompyridin mit NH_4OH (D. 0,9) im Rohr 8 Stdn. auf 200° erhitzt, viel KOH zugefügt u. ausgeäthert. Aus Bzl., F. 157°. — Das durch spontane Umwandlung des 4-Brompyridins gebildete gelbbraune Prod. ist ll. in W., fast unl. in absol. A. Die wss. Lsg. reagiert stark lackmussauer, enthält Br-Ionen u. gibt mit NH_4OH oder K_2CO_3 rotbraunen, amorphen Nd. Ferner lassen sich ein Chloroplatinat, Bromoplatinat u. Chloroaurat fallen. (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 54 ([4] 16). 807—12. 15/11. 1935. Amsterdam, Univ.)

LINDENBAUM.

J. P. Wibaut, H. D. Tjeenk Willink jr. und W. E. Nieuwenhuis, Darstellung von 2,2'-Dichinolyll durch katalytische Dehydrierung von Chinolin. Es ist früher (C. 1931. I. 2756. 1935. I. 2983) gezeigt worden, daß 2,2'-Dipyridyl durch Erhitzen von Pyridin mit einem Ni-Al₂O₃-Katalysator oder auch mit J auf ca. 320° dargestellt werden kann, während die Bldg. von Diphenyl aus Bzl. viel schwerer erfolgt (C. 1934. II. 1454). Bei dieser besonderen Rk. scheint der Pyridinkern reaktionsfähiger zu sein als der Benzolkern. Wenn dies richtig ist, sollte es möglich sein, 2,2'-Dichinolyll durch katalyt. Dehydrierung von Chinolin bei ca. 325° zu erhalten. Das ist wirklich der Fall. Bemerkenswert ist, daß die Rk. selektiv bei Temp. von 320—360° erfolgt, u. daß nur das 2-ständige H-Atom abgespalten wird. — 40 g Chinolin u. 5 g Ni-Katalysator (wie l. c. dargestellt) im Rohr unter Schütteln 6 Stdn. auf 325—335° erhitzt, dann passend aufgearbeitet. Aus 120 g Chinolin wurden 94 g desselben zurückgewonnen u. 4,2 g fast reines 2,2'-Dichinolyll erhalten, entsprechend einer Ausbeute von ca. 15% auf das verbrauchte Chinolin. Bei Verwendung von J als Katalysator war dagegen die Ausbeute äußerst gering. Das mit Ni erhaltene 2,2'-Dichinolyll, $\text{C}_{18}\text{H}_{12}\text{N}_2$, bildete aus A. Nadeln, F. 195—195,5°. Aus äth. Lsg. das Pikrat, aus A., F. 215—216°. Vgl. dazu SMIRNOFF (C. 1922. I. 870). (Recueil Trav. chim. Pays-Bas 54 ([4] 16). 804—07. 15/11. 1935. Amsterdam, Univ.)

LINDENBAUM.

B. Samdahl und Chr. Fr. Weider, Über einige Ester von Aminoalkoholen mit der Acridin-9-carbonsäure. Vff. haben diese Säure mit β -Aminoäthanol u. einigen β -Dialkylaminoäthanolen zu Estern vom nebenst. Typus (R = H bzw. Alkyl) verbunden u. die Hydrochloride derselben dargestellt, in der Erwartung, daß diese Verb. wertvolle pharmakolog. Eigg. aufweisen würden. Es hat sich jedoch gezeigt, daß sie sehr schwach anästhesierend, nicht antisept. u. ohne Wrkg. auf Malaria sind.



Versuche. Acridin-9-carbonsäurechloridhydrochlorid, $\text{C}_{14}\text{H}_9\text{ONCl}_2$. 1 Teil der Säure (Darst. nach LEHMSTEDT u. WIRTH, C. 1928. II. 2363) mit 4—5 Teilen SOCl_2 bis zur Lsg. kochen u. das meiste SOCl_2 abdest.; Rest aus der Mutterlauge mit Bzl. Gelb, krystallin, F. 215—216° (Zers.). — Acridin-9-carbonsäure- β -aminoäthylester, $\text{C}_{16}\text{H}_{13}\text{O}_2\text{N}_2$. 13,9 g des vorigen in wenig Bzl. suspendieren, 3,3 g β -Aminoäthanol (aus Äthylenoxyd u. NH_3) eintropfen, 4—5 Stdn. kochen, Nd. absaugen, mit Bzl. waschen, im Vakuum trocknen u. mit salzsäurem W. behandeln (Rückstand ist Acridincarbonsäure), Lsg. mit NaOH fallen. Aus sd. A. + sd. W. (wiederholt) gelbliche Nadeln, bisweilen rhomboidale Krystalle, beide F. 238—240° (Zers.). Ausbeute 50—60% (auch in den folgenden Fällen). — Hydrochlorid, $\text{C}_{16}\text{H}_{15}\text{O}_2\text{N}_2\text{Cl}$. In die alkoh. Lsg. HCl-Gas bis zum Überschuß leiten u. vorsichtig mit absol. Ä. fällen, ebenso umfallen. Citronengelb, krystallin, F. 238—240° (Zers.). Wss. Lsg. lackmussauer, schnell trübe infolge Bldg. des freien Esters. Ein Dihydrochlorid wurde nicht erhalten. — Acridin-9-carbonsäure- β -dimethylaminoäthylesterdihydrochlorid, $\text{C}_{18}\text{H}_{20}\text{O}_2\text{N}_2\text{Cl}_2$. Ebenso mit β -Dimethylaminoäthanol [aus Äthylenoxyd u. $\text{NH}(\text{CH}_3)_2$], wobei sich direkt das Dihydrochlorid bildet. Rohprod. in saurem W. lösen, Filtrat mit NaOH alkalisieren u. ausäthern, getrocknete Lsg. mit äth. HCl fällen, aus A. + Ä. wiederholt umfallen. Orange gelbe Nadelchen, F. 172—173° (Zers.), ll. in W. u. A. (stark lackmussauer). Freier Ester röthliches Öl. — Monohydrochlorid, $\text{C}_{18}\text{H}_{19}\text{O}_2\text{N}_2\text{Cl}$. 1 Mol. des vorigen u. etwas über 1 Mol. freien Ester in absol. Ä. lösen (ca. 2%ig) u. in absol. Ä. eintropfen. Gelbliche

Prismen, F. 189—190° (Zers.), ll. in W. u. A. (fast lackmusneutral). — Darst. der folgenden Verb. analog. Alle freien Ester sind flüchtige Öle. — *Acridin-9-carbonsäure-β-diäthylaminoäthylestermonohydrochlorid*, C₂₀H₂₉O₂N₂Cl. β-Diäthylaminoäthanol aus Äthylenoxyd oder Glykolchlorhydrin u. NH(C₂H₅)₂. Gelbliche Nadelchen, F. 179—180° (Zers.). — *Dihydrochlorid*, C₂₀H₂₄O₂N₂Cl₂, citronengelbe Prismen, F. 179—180° (Zers.). — β-*Dipropylaminoäthanol*. In 16 g sd. NH(C₃H₇)₂ (108°) während 1/2 Stde. 10 g Glykolchlorhydrin eintragen, 3 Stdn. kochen, nach einigem Stehen auf 50° erwärmen, wss. Lsg. von 8 g NaOH u. W. bis zur Lsg. des NaCl zugeben, mit Bzl. extrahieren usw. Kp.₃₂ 90—92°. — *Acridin-9-carbonsäure-β-dipropylaminoäthylestermonohydrochlorid*, C₂₇H₃₇O₂N₂Cl, gelbliche Prismen, F. 177—178° (Zers.), in W. schwerer l. als die obigen Monohydrochloride. — *Dihydrochlorid*, C₂₇H₃₂O₂N₂Cl₂, mkr. schwefelgelbe Prismen, F. 177—178° (Zers.). — β-*Diisobutylaminoäthanol*. Analog dem obigen; Glykolchlorhydrin bei 120° eintragen, NaOH bei 70° zugeben. Kp.₁₅ 96—98°. — *Acridin-9-carbonsäure-β-diisobutylaminoäthylestermonohydrochlorid*, C₃₁H₄₁O₂N₂Cl, gelblich, kristallin, F. 178—180° (Zers.), sonst wie das vorige. — *Dihydrochlorid*, C₃₄H₄₃O₂N₂Cl₂, schwefelgelbe Prismen, F. 168—169° (Zers.). — β-*Diisoamylaminoäthanol*. Analog; NaOH bei 90—100° zugeben. Kp.₁₅ 126—128°. — *Acridin-9-carbonsäure-β-diisoamylaminoäthylestermonohydrochlorid*, C₃₆H₄₅O₂N₂Cl, farblose Nadeln, bei 130° weich, F. 146°. — *Dihydrochlorid*, C₃₆H₄₀O₂N₂Cl₂, citronengelb, kristallin, F. 167—168° (Zers.). (Bull. Soc. chim. France [5] 2. 2008—16. Nov. 1935. Oslo, Univ.) LINDENBAUM.

W. N. Haworth, *Die Molekularstruktur der Kohlenhydrate*. (Vgl. C. 1936. I. 74.) (Text. Manufacturer 61. 387—89. Sept. 1935.) ELSNER.

R. C. Hockett und C. S. Hudson, *Emil Fischers Ableitung der Konfiguration von d-Glucose*. Die *Pentaacetate* von *d-Arabit* und *d-Xylit*. E. FISCHER zog zur Festlegung der Konfiguration von *d-Glucose* die *Trioxglutarsäuren* heran; die von *l-Arabinose* sich ableitende Form ist opt.-akt., während die aus *d-Xylose* entstehende wegen der symm. Konfiguration inakt. ist. Für diese Beweisführung sind die entsprechenden Pentite, insbesondere deren *Acetate* noch besser geeignet. — *d-Arabitpentaacetat*. Prismen (aus wss. Methanol), F. 74—75° (korr.). $[\alpha]_D^{20} = +37,2^\circ$ (Chlf.; $c = 7,3$). Gibt mit einem aus Flechten gewonnenen Präparat keine F.-Erniedrigung. — *Xylitpentaacetat*. Prismen (aus wss. Methanol), F. 61,5—62,5° (korr.). Opt.-inakt. (J. Amer. chem. Soc. 57. 1753. 9/9. 1935. Washington, Nat. Inst. of Health.) ELSNER.

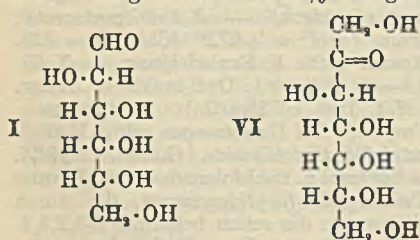
Hellmut Brederock, *Kohlenhydrate und Furfuröl*. II. *Umsetzungen mit β-Methylglucosid und Glucose; Darstellung des 2,3-Diacetyl-β-methylglucosids*. (I. vgl. C. 1935. II. 519.) Bei der Kondensation von *Glucose* mit *Furfuröl* u. nachfolgender Acetylierung erhält man neben anderen Prodd. β-1,2,3-*Triacetyl-4,6-furylidenglucose*, die durch Furfurrolabspaltung, Tritylierung u. Nachacetylierung in die schon bekannte β-1,2,3,4-Tetraacetyl-6-tritylglucose (HELFFERICH, MOOG u. JÜNGER, Ber. dtsh. chem. Ges. 58 [1925] 872) übergeführt werden konnte. β-*Methylglucosid* liefert bei der Kondensation mit *Furfuröl* glatt 4,6-*Monofuryliden-β-methylglucosid*, dessen Konst. durch Umwandlung über das kristallin erhaltene 2,3-*Diacetyl-β-methylglucosid* in das bekannte 2,3-*Diacetyl-4,6-dibenzoyl-β-methylglucosid* (LEVENE u. RAYMOND, C. 1933. I. 2084) bewiesen wurde. Beim Erhitzen von 4,6-*Monofuryliden-α-methylmannosid* mit Benzaldehyd im CO₂-Strom wurde das Ausgangsmaterial zurückgewonnen, beim Schütteln mit Benzaldehyd u. ZnCl₂ entstand *Dibenzyliden-α-methylmannosid*. Der *Furylidenrest* ist also labiler als der *Benzylidenrest*.

Versuche. Da käufliches *Furfuröl* oft unbefriedigende Ausbeuten lieferte, wurde es zunächst entsäuert, mit CaCl₂ getrocknet, im Vakuum dest. u. dann mit 0,16 ccm HNO₃ (D. 1,20) auf je 100 ccm versetzt. — 4,6-*Furyliden-β-methylglucosid*, C₁₂H₁₆O₇. 10 g β-*Methylglucosid* wurden mit 100 ccm angesäuertem *Furfuröl* unter Durchleiten von CO₂ in der früher beschriebenen Apparatur 1 1/4 Stdn. auf 170—175° erhitzt. Krystalle (aus A.), F. 160—162°. $[\alpha]_D^{24} = -97,2^\circ$ (Pyridin). — 2,3-*Diacetyl-4,6-furyliden-β-methylglucosid*, C₁₆H₂₀O₉. Aus vorst. Verb. durch Erwärmen mit Acetanhydrid u. Pyridin. Krystalle (aus A.), F. 205—207°. $[\alpha]_D^{24} = -85,1^\circ$ (Chlf.). — 2,3-*Diacetyl-β-methylglucosid*, C₁₁H₁₈O₈. Vorst. Verb. wird in der 20-fachen Menge A., der 0,5% konz. HCl enthält, 1/2 Stde. bei 60° unter Schütteln aufbewahrt. Krystalle (aus Essigester-Lg.), F. 109—111°. $[\alpha]_D^{21} = -51,8^\circ$ (Chlf.). — 2,3-*Diacetyl-4,6-dibenzoyl-β-methylglucosid*, F. 167—168°. $[\alpha]_D^{23} = -11,8^\circ$ (Chlf.). — β-1,2,3-*Triacetyl-4,6-furylidenglucose*, C₁₇H₂₀O₁₀. 10 g wasserfreie *Glucose* werden in 100 ccm angesäuertem *Furfuröl* 1 1/2 Stdn. auf 170—175° erhitzt. Das *Furfuröl* wird im Vakuum abdest. u. der eingedampfte Essigesterauszug mit 55 ccm Acetanhydrid u. 5,5 g

Natriumacetat 4 Stdn. auf dem W.-Bad erwärmt. Ausbeute 2 g. Krystalle (aus A.) F. 203—204°. $[\alpha]_D^{25} = -46,6^\circ$ (Chlf.). — β -1,2,3,4-Tetraacetyltritylglucose, F. 165 bis 166°. $[\alpha]_D^{25} = +48,3^\circ$ (Pyridin). (Ber. dtsh. chem. Ges. 68. 2299—2302. 4/12. 1935. Leipzig, Univ., Chem. Labor.)

ELSNER.

Nelson K. Richtmyer und C. S. Hudson, *Die Umlagerung von Zuckeracetaten durch Aluminiumchlorid. Weitere Untersuchungen über Neolactose und d-Altrose.* Die von KUNZ u. HUDSON (C. 1926. II. 2414. 2415) für *d-Altrose* (I) errechnete opt. Drehung (-98°) ist nicht mit dem von AUSTIN u. HUMOLLER (C. 1934. II. 228) an krystallisierter *l-Altrose* (II) beobachteten Wert ($-32,3^\circ$) in Einklang zu bringen. Die vorliegende Unters. soll diese Diskrepanz aufklären. α -Acetochlorneolactose (III) stellt man am besten durch Einw. eines Gemisches von $AlCl_3$ u. PCl_5 auf β -Lactoseoctaacetat dar. Beim Schütteln von III mit Silbercarbonat u. wss. Aceton entsteht *Neolactoseheptaacetat*, von dem 2 verschiedene krystalline Formen isoliert werden konnten: die β -Form u. ein zusammenkrystallisierendes Gemisch aus gleichen Teilen α - u. β -Form, das bei vorsichtiger Acetylierung dann auch gleiche Teile α - u. β -Octaacetat liefert. Es gelang, die *Neolactose* (IV) selbst in krystallinem Zustand zu gewinnen. Der bei Säurehydrolyse von IV u. anschließender Vergärung der *d-Galaktose* verbleibende *Altrosesirup* besaß die schon in der früheren Arbeit beobachtete starke Linksdrehung. Durch Behandlung dieses Sirups mit Benzylmercaptan u. konz. HCl wurde krystallines *d-Altrosenbenzylmercaptan* (V) erhalten, dessen Konstanten gut mit denen eines aus II bereiteten Vergleichspräparats übereinstimmen. Es gelang, V mit Hilfe von Mercurichlorid u. Cadmiumcarbonat in krystalline I überzuführen, deren Gleichgewichtsdrehung in W. ($+32,6^\circ$) gut im Einklang steht mit dem von AUSTIN u. HUMOLLER (l. c.) für II beobachteten Wert. Die starke Linksdrehung des aus IV erhaltenen Sirups ist durch Bldg. einer stark negativ drehenden *Anhydro-d-altrose* während der Säurehydrolyse zu erklären, denn I u. II erleiden beim Erhitzen mit n. HCl eine Abnahme des Red.-Vermögens auf etwa 43% u. zugleich eine Drehungsänderung auf $-$ bzw. $+98^\circ$.



Die spezif. Drehung der Anhydro-d-altrose errechnet sich demnach auf -220° . Es wird auf das analoge Verh. der strukturähnlichen *Sedoheptose* (VI) hingewiesen, die selbst schwach rechtsdrehend ist u. leicht unter Einw. von Säuren in stark links drehende, nicht reduzierende Anhydrosedoheptose übergeht (LA FORGE u. HUDSON, J. biol. Chemistry 30 [1917]. 61). — Die Umlagerung mit $AlCl_3$ wird jetzt bei anderen Zuckeracetaten untersucht.

Versuche. Zur Darst. von III werden 50 g β -Lactoseoctaacetat in 350 ccm alkoholfreiem Chlf. gel. u. mit 100 g $AlCl_3$ + 50 g PCl_5 versetzt u. im Wasserbad auf 55—58° erwärmt (20 Min.). Weitere Aufarbeitung siehe im Original. Ausbeute an III 33—45%. — β -Neolactoseheptaacetat, $C_{26}H_{36}O_{18}$. 50 g III werden bei Raumtemp. mit 25 g Silbercarbonat in 500 ccm Aceton + 25 ccm W. Prismen + x H_2O , das an der Luft oder im Vakuumexsiccator entweicht, F. 135—136°, $[\alpha]_D^{20} = +10,0^\circ \rightarrow +21,0^\circ$ (nach 3—4 Tagen, Chlf., $c = 4$ —8). Nadeln (aus Aceton) + x Krystallacetone, F. 53—54°, dann fest werdend u. bei 135—166° erneut schm. Liefert mit Acetanhydrid u. Pyridin Neolactose- β -octaacetat. — *Neolactose*, c_{24}^{44} -heptaacetat (Gemisch aus α - u. β -Form), $C_{26}H_{36}O_{18}$. Vorst. Verb. wird in Aceton gel., in der Wärme zu einem dicken Sirup eingedampft, man löst dann in sehr wenig Aceton u. versetzt mit A. u. PAc. Prismen, F. 85—95°. $[\alpha]_D^{20} = +23,3^\circ \rightarrow +21,0^\circ$ (nach 30 Stdn., Chlf., $c = 8$). Wandelt sich beim Umkrystallisieren aus h. W. in die β -Form um. Bei der Acetylierung mit Acetanhydrid u. Pyridin entstehen ungefähr gleiche Teile α - u. β -Octaacetat. — IV, $C_{12}H_{22}O_{11}$. Aus den Heptaacetaten durch Verseifung mit Bariummethylat. Prismen (aus Methanol), F. 190° (Zers.). $[\alpha]_D^{20} = +34,6^\circ \rightarrow +35,5^\circ$ (nach 20 Min., W., $c = 8$). — V, $C_{20}H_{26}O_3S_2$. Nadeln (aus A. oder W.), F. 121—122°. $[\alpha]_D^{20} = +39,4^\circ$ (Pyridin, $c = 3$). — *l-Altrosenbenzylmercaptan*. F. 121—122°, $[\alpha]_D^{20} = -39,2^\circ$ (Pyridin, $c = 2$). — I, $C_6H_{12}O_6$. Prismen (aus A.), F. 103—105°. $[\alpha]_D^{20} = +32,6^\circ$ (W.; $c = 7,6$). Mutarotation wurde nicht beobachtet. Nach der Mikromethode von SHAFFER-HARTMAN zeigt I nur 56% des Red.-Vermögens von II, ebenso zeigt nach dieser Methode *d-Arabinose* nur 76% des Red.-Vermögens von *l-Arabinose*. Vff. erklären dies durch die opt. Aktivität des Kupferreagens (enthält *d-Weinsäure*) u. stellen eine weitere

Unters. dieser Beobachtung in Aussicht. (J. Amer. chem. Soc. 57. 1716—21. 9/9. 1935. Washington, Nat. Inst. of Health.)

ELSNER.

Marja Kołaczowska und **Tadeusz Urbański**, *Röntgenographische Untersuchungen der Nitrierungsprodukte der Stärke*. I. Die Änderung des Röntgenogramms bei Übergang von Stärke zum Nitrat beruht in der Verminderung der Zahl der Interferenzringe u. Vergrößerung ihrer Breite. Charakterist. ist das Verschwinden der Ringe 5, 6a u. 6b nach KATZ. Man kann annehmen, daß der (teilweise) Ersatz von OH durch ONO₂ in der Stärke mit einer Änderung der kristallin. Struktur verbunden ist, welche bei der Stärke klarer ausgeprägt ist als beim Nitrat. Die 1. Stärke ergibt ein Röntgenogramm einer nahezu amorphen Substanz, während nach ihrer Nitrierung deutlich Interferenzringe auftreten. (Roczniki Chem. 15. 339—42. 1935. Warschau, Univ. u. Techn. Hochsch.)

SCHÖNFELD.

Carl Niemann, **R. H. Roberts** und **Karl Paul Link**, *Die Isolierung und Charakterisierung eines Stärkepolysaccharids aus dem holzigen Gewebe des Apfelbaums (Malus malus)*. Aus dem holzigen Gewebe von Apfelbaumzweigen wurde ein Polysaccharid isoliert, das im wesentlichen mit der β -Amylose aus Getreide- u. Knollenstärke ident. ist. — Im letzten Teil des Januar gesammelte reife Äste mit 5—8 cm Durchmesser wurden von der Rinde befreit, getrocknet, zu Sägemehl verarbeitet, gemahlen u. gesiebt. Das Mehl wurde im Soxhlet mit einem Gemisch aus 2 Vol. Bzl. u. 1 Vol. A. erschöpfend ausgezogen, im Luftstrom getrocknet, dann 2-mal mit 85%_{ig}. A., der 1%_o HNO₃ enthält, 25 Min. ausgekocht u. durch Waschen mit h. 85%_{ig}. A. von HNO₃ befreit. 250 g dieses Prod. wurden 2-mal mit 2 l sd. 20%_{ig}. A. 20 Min. im Dampfbad behandelt. Die im Vakuum auf 150 ccm eingedampften Filtrate wurden in 2 l 95%_{ig}. A. gegeben. Zur weiteren Reinigung wurde das ausgefallene amorphe, rötliche Pulver in w. wss. Ammoniumthiocyanatlsg. dispergiert u. mit Norit behandelt. Das Polysaccharid, (C₆H₁₀O₅)_x (I), war l. in w. W. u. Formamid, reduzierte nicht u. lieferte mit Jod eine Blaufärbung. Es enthält 3,7%_o Xylan, wenig Erythrodextrin u. 0,60%_o Asche. $[\alpha]_D^{29} = +185^\circ$ (Formamid; c = 1). $[\alpha]_D^{24} = +190^\circ$ (W.; c = 0,6). Bei der Acetylierung entsteht ein Triacetat, (C₁₂H₁₆O₈)_x, $[\alpha]_D^{25} = +168^\circ$ (Chf.; c = 3,9), aus dem I prakt. pentosanfrei regeneriert werden kann. I liefert bei 3-std. Kochen mit 2,5%_{ig}. H₂SO₄ 96,1%_o reduzierende Zucker (als Phenylsazon identifizierte Glucose u. Spuren Xylose). Bei 48-std. Erhitzen von I im Rohr auf 125° mit 1%_o HCl enthaltendem Methanol wurde α -Methylglucosid erhalten. Hydrolysenkonstanten (Stärkekonz. ca. 1%_o, 5-n. H₂SO₄, Zeit in Minuten): $K_{90} = 5,1 \cdot 10^{-2}$, $K_{80} = 1,5 \cdot 10^{-2}$. Vergleichsbest. mit Kartoffelstärke $K_{90} = 4,5 \cdot 10^{-2}$. Bei der enzymat. Hydrolyse von I wurde Maltose (identifiziert als Phenylsazon) erhalten. Die Geschwindigkeitskonstanten der enzymat. Hydrolyse stimmten gut mit einem Vergleichspräparat aus Kartoffelstärke überein. (J. biol. Chemistry 110. 727—37. 1935. Madison, Wisconsin-Univ., Departm. of Agricult. Chem. u. Departm. of Horticulture.)

ELSNER.

J. Marchlewska, *Beitrag zum Studium des Molekulargewichts von Cellulose mit Hilfe der dynamischen osmotischen Methode*. In Anlehnung an die Methode von VAN CAMPEN (C. 1931. II. 3363) wurde das Mol.-Gew. von Cellulose („Cellit mittelviscos“) nach der dynam. Methode (bei der die vom Lösungsm. mittels semipermeabler Membran getrennte Lsg. zunehmendem Druck ausgesetzt wird, bis das Lösungsm. die Strömungsrichtung ändert) (vgl. TAMMANN, Z. physik. Chem. 9 [1892]. 97) bestimmt. Die VAN CAMPENSche Apparatur konnte nicht unmittelbar verwendet werden, weil sie für die Unters. wss. Lsgg. bestimmt ist. Der App. wurde modifiziert. Als Membranmaterial war am besten „Cellophan A 30“, „Cellophan ultrafein“ u. „Tomophan 23“ geeignet. Für das Mol.-Gew. der techn. Acetylcellulose wurden Werte von 27000 bis 37000 erhalten (vgl. auch OBOGI, BRODA, C. 1935. I. 1190). (Roczniki Chem. 15. 331—38. 1935. Wien, Chem. Inst. d. Univ.)

SCHÖNFELD.

O. Kratky und **G. Saito**, *Die Viskosität von Schweizerlösungen der Cellulose*. Unters. der Viscosität von Cellulose-Lsgg. (0,1—0,5 g Baumwolle in 100 ccm SCHWEIZER'S Reagens) in Abhängigkeit von Konz. u. Abbaugrad (Alterung bei 0, 10 u. 25°, Zeit 3 Std. bis 6 Tage). Die Strukturviscosität wurde wegen des geringen Druckes (19,2 cm Fl.) vernachlässigt. Im Unters.-Bereich ist der Zusammenhang zwischen reduzierter Viscosität u. Konz. fast linear. Die Abweichungen von der linearen Beziehung zwischen spezif. Viscosität u. Konz., die bei hochmolekularen Substanzen schon bei niedrigen Konz. auftreten, werden statt wie bisher auf Solvataion, auf die rein hydrodynam. Störung langgestreckter Teilchen zurückgeführt u. quantitativ erklärt unter Heranziehung einer von E. GUTH stammenden (bisher unveröffentlichten)

Formel $\eta_{sp} = 1/30 (l/d)^2 c_v + K (l/d)^4 c_v^2 + \dots$ (l = Länge, d = Dicke der suspendierten Teilchen, c_v = Vol.-Konz., K = Konst. von der Größenordnung 10^{-3}). Für l/d ergeben sich nach den Formeln von GUTH u. STAUDINGER im Unters.-Bereich gut übereinstimmende Werte. (Cellulosechem. 16. 85—90. 10/11. 1935. Wien, I. Chem. Inst. d. Univ.)

NEUMANN.

Pulin Behari Sarkar, *Die Chemie des Jutelignins*. 7. Verhalten organischer Verbindungen gegen ClO_2 , und dessen Bedeutung für die Konstitution des Lignins. (6. vgl. C. 1935. II. 2214.) Verschiedene Typen organ. Verb. wurden bei 20—25° der Einw. von 0,25-n. ClO_2 -Lsg. unterworfen. Substanzen mit freier phenol. Hydroxylgruppe werden leicht oxydiert. Durch Methylierung oder Acetylierung geschützte Phenolgruppen sind gegen ClO_2 zwar widerstandsfähiger, aber doch angreifbar. Freie aliph. Hydroxyle in der Seitenkette des Benzolrings werden ebenfalls von ClO_2 oxydiert, nicht aber, wenn sie durch einen Methyl- oder Acetylrest geschützt sind. Da Lignin (I) sowohl Methoxyl im Benzolring als auch Hydroxyle an Seitenketten enthält, darf aus der Angreifbarkeit durch ClO_2 nicht gefolgert werden, daß I eine arom. Hydroxylgruppe enthält. Die relativ große Widerstandsfähigkeit von methyliertem oder acetyliertem I gegen ClO_2 läßt auf einen Schutz der Hydroxyle in den Seitenketten schließen. Substituenten, wie Cl, Br oder NO_2 , machen die Verb. widerstandsfähiger gegen ClO_2 , aus dem analogen Verh. der Chlor-, Brom- u. Nitrolignine ist zu folgern, daß bei I die Substituenten wenigstens zum Teil in den Benzolring treten. Dioxymethylgruppen sind sehr widerstandsfähig gegen ClO_2 . Die am Benzolring haftende Carboxylgruppe wird nicht angegriffen. Da sich methylierte u. acetylierte aliph. Verb. u. von I befreite Jute gegenüber ClO_2 gleich verhalten, wird hieraus in Übereinstimmung mit EHRLICH der Schluß gezogen, daß Jutepektin aliph. Natur ist. Jutepektin muß also eine andere Struktur als I aufweisen; Vf. lehnt darum auch die Theorie, daß I aus Pektin entsteht, ab. Bei Einw. von ClO_2 -Lsg. auf Lignin, weniger bei gasförmigem ClO_2 , entsteht etwas Chlorlignin, welches auch für die gelbe Farbe der ligninfreien Faser verantwortlich ist. HCl-Lignin aus Teakholz braucht zum Aufschluß mit gasförmigem ClO_2 längere Zeit u. liefert mehr Chlorlignin als Jutelignin, letzteres wird deshalb als weniger hoch polymer angesehen. (J. Indian chem. Soc. 12. 470—75. 1935. Dacca, Univ., Departm. of Chem.)

ELSNER.

Pulin Behari Sarkar, *Die Chemie des Jutelignins*. 8. Methylierung von Lignin. (7. vgl. vorst. Ref.) Zur Ermittlung der freien OH-Gruppen wurde auf gewöhnlichem Wege dargestelltes Jutelignin (I) mit Dimethylsulfat u. KOH methyliert, dabei wurde ein Geh. von 35—36% OCH_3 erreicht. In gleicher Weise wurde ein bei niedriger Temp. dargestelltes I methyliert, welches 5 OCH_3 -Gruppen (19,18% OCH_3) u. die unversehrte Dioxymethylengruppe (es lieferte 2,78% CH_2O) enthält. Hieraus entstand ein Methylprod. mit 34,51% OCH_3 entsprechend 10 Methoxylgruppen. Genuines I enthält also 5 freie Hydroxylgruppen, bei Annahme eines Mol.-Gewichtes von 830. Die früher gemachte Annahme, daß das Red.-Vermögen von I durch 2 aus der Oxymethylengruppe entstehende Hydroxyle in o-Stellung verursacht wird, läßt sich durch folgende Verss. stützen. I reduziert nach 3—4 std. rückfließendem Kochen mit 28%/ig. H_2SO_4 kräftig FEHLINGSsche Lsg. Wird das reduzierende Prod. nun vollständig methyliert, so reduziert es nicht mehr; unveränderte Red. hätte eintreten müssen, wenn eine Aldehydgruppe Ursache des Red.-Vermögens gewesen wäre. Bei der OCH_3 -Best. nach ZEISEL liefert I ebenso wie Vanillin (II) u. Vanillinsäure (III) CH_3J erst bei 92—93°. Bei methyliertem I erscheint CH_3J schon bei 84—85°. Daraus wird geschlossen, daß I ebenso wie II u. III OCH_3 am Benzolring enthält, wie dies bereits von FREUDENBERG festgestellt wurde, u. daß während der Methylierung von I CH_3 an Hydroxyle der Seitenkette tritt. Durch rückfließendes Kochen von I oder methyliertem I mit 28%/ig. H_2SO_4 oder 2-n. alkoh. KOH wird der OCH_3 -Geh. nicht verändert, alle CH_3 -Gruppen sind also ätherartig gebunden. Unter den Oxydationsprodd. von methyliertem I mit 5-n. HNO_3 wurde keine Anissäure aufgefunden. (J. Indian chem. Soc. 12. 542—46. 1935. Dacca, Univ., Departm. of Chem.)

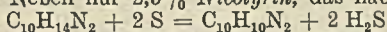
ELSNER.

Pulin Behari Sarkar, *Die Chemie des Jutelignins*. 9. Acetylierung von Lignin. (8. vgl. vorst. Ref.) Nach dem schonenden Verf. des Vf. hergestelltes Jutelignin (I) enthält nach 2-maliger Acetylierung mit Acetanhydrid u. Pyridin 29,45% Essigsäure, während die Theorie für 5 Hydroxyle bei einem Mol.-Gewicht von 830 28,85% fordert. Dioxymethylen- u. OCH_3 -Gruppen werden während der Acetylierung nicht angegriffen, wie die unveränderte Ausbeute an CH_2O u. OCH_3 zeigt. Gewöhnliches HCl-Lignin u. genuines Lignin, das 3—4 Stdn. mit 28%/ig. H_2SO_4 rückfließend gekocht wurde,

lieferten bei der Acetylierung Prodd. mit 32,75% bzw. 34,86% Essigsäure. Da acetyliertes Lignin ammoniakal. Silbernitratlsg. nicht reduziert, kann es keine Aldehydgruppe enthalten. I nimmt in Ggw. von metall. Pd kein H₂ auf. Da mit BrJ u. ClJ nur ebenso geringe Rk. eintritt wie bei Phenol, Anisol, Vanillin u. anderen Verb., wird geschlossen, daß I in der Seitenkette keine Äthylendoppelbindung enthält. Rohe Jute u. HCl-Lignin, nicht aber von I befreite Jute, liefern bei Einw. von Jod u. NaOH (Raumtemp.) CHJ₃. I enthält demnach wahrscheinlich eine Seitenkette CH₃·CO— oder CH₃·CH(OH)—, die bei der Isolierung von I intakt bleibt. I liefert nach CH₂O-Abspaltung in Ggw. von P₂O₅ mit Aceton eine cycl. Verb., wodurch die Annahme des Vf. über die Aufspaltung einer —O·CH₂·O-Gruppe unter Entstehung von 2 Hydroxylen in o-Stellung bestätigt wird. (J. Indian chem. Soc. 12. 547—51. 1935. Dacca, Univ., Chem. Lab.)

ELSNER.

Avery A. Morton und David Horvitz, *Die Dehydrierung des Nicotins in Toluol als Lösungsmittel*. Die Dehydrierung des Nicotins wurde unter milden Bedingungen in sd. Toluol mit Schwefel ausgeführt. Es war auf diese Weise möglich, auch N-haltige Ringe zu dehydrieren. Neben nur 2,5% Nicotyrin, das nach



gebildet wurde, erhielten Vf. ca. 18% gereinigtes Thiodinicotyrin (vgl. Thiotetrapyridin von CAHOUS u. ÉTARD, Bull. Soc. chim. 34 [1880]. 449). Letzteres entstand aus 2 C₁₀H₁₄N₂ + 6 S = C₂₀H₁₈N₄S + 5 H₂S. Durch Veränderungen der Versuchsbedingungen konnte keine größere Ausbeute an H₂S erzielt werden. Vf. beabsichtigen, diese Methode auf andere Naturstoffe, wie Cholesterin, Abietinsäure u. Strychnin auszudehnen.

Versuche. Wahl des Lösungsm. u. Versuchsbedingungen. Vorvers. zeigten, daß beim Kochen von Äpichlorhydrin, Tetrachloräthylen, Gasolin (Fraktion 99—102°), Eg. u. Toluol mit Schwefel kein H₂S entwickelt wurde. Am besten verlief die Dehydrierung des Nicotins in Toluol: 1,6 g Nicotin mit 0,8 g S in 20 cm Toluol 50 Stdn. unter Rückfluß erhitzt. Der entweichende H₂S wurde in ammoniakal. Zinksulfatlsg. absorbiert u. mit Jodlsg. titriert. Höhere Konz. an Nicotin lieferte mehr Harz. Zusätze von Eisenpulver oder Diphenylguanidin verminderten die Ausbeute wesentlich, ebenso Eg. Größere Schwefelmengen hatten keinen merklichen Einfluß. Geruch nach Methylmercaptan trat niemals auf. — Isolierung von Nicotyrin u. Thiotetrapyridin. Der obige Ansatz wurde um das 25-fache vergrößert. Nach 91 Stdn. hörte die Gasentw. prakt. auf. Nach Dest. der dunkelgrünen Lsg. im Vakuum blieb ein harziger Rest zurück, der nach 2 Tagen keine Krystallisation zeigte. Beim Abkühlen mit fester CO₂ schieden sich über Nacht grüne Krystalle ab, die mit Ä. gewaschen wurden. Aus w. A. 7,6 g hellgelbe Krystalle. F. 151,5—153,5°. *Thiodinicotyrin*, C₂₀H₁₈N₄S (CAHOUS u. ÉTARD: F. 155°). Mol.-Gew. 346, gefunden 303 u. 314. — Das Filtrat gab bei der Dest. im 17 mm-Vakuum eine bei 143—153° sd. Fraktion, die unter Atmosphärendruck bei 268—274° schmolz (reines Nicotyrin F. 280°). Identifiziert durch Unlöslichkeit in W. u. F. des Pikrats 160 bis 161° (Literatur: 163—164° u. 168—169°). Ausbeute sehr gering. (J. Amer. chem. Soc. 57. 1860—61. 9/10. 1935.)

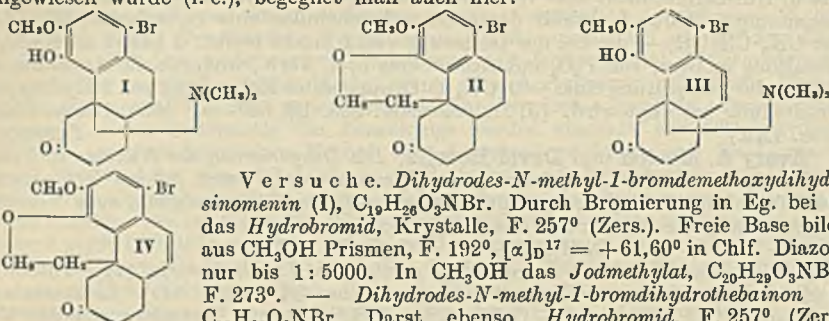
BEYER.

Werner Keil, *Über Novocainoyd*. 12 g Novocain mit Gemisch von 10 cm Perhydrol u. 25 cm W. 48 Stdn. stehen gelassen, Filtrat mit alkoh. Pikrinsäure gefällt. *Pikrat des Novocainoxydhydrats*, C₁₉H₂₅O₁₁N₅, bildet aus W. Krystalle, F. 172°. — *Novocainoxydhydrat*, C₁₃H₂₂O₄N₂ = (p) NH₂·C₈H₄·CO·O·CH₂·CH₂·N(OH)₂(C₂H₅)₂. Pikrat mit 50%ig. H₂SO₄ verrieben, Pikrinsäure mit Chlf., H₂SO₄ mit Ba(OH)₂, letzteres durch CO₂ entfernt, Lsg. im Vakuum verdampft, Sirup mit Aceton verrieben. Farblose, nicht zerfließliche Krystalle, ll. in W., wl. in Aceton, swl. in Ä., Chlf. Wirkt am Kaninchenaugenhalf so stark, beim Menschen im Quaddelvers. nur ca. 1/4 so stark wie Novocainhydrochlorid. — [Im Original unrichtige Bruttoformeln mit C₁₈ u. C₁₂; d. Ref.] (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 179. 425—26. 14/10. 1935. Heidelberg, Univ.)

LINDENBAUM.

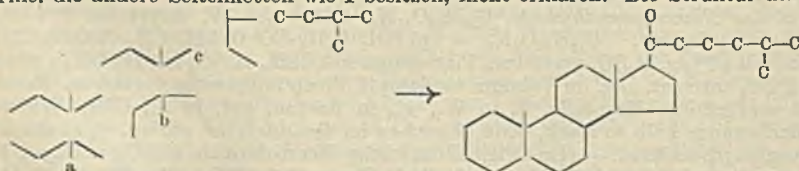
Kakuji Goto, Hiroshi Ogawa und Jun Saito, *Über (+)- und (-)-Bromthebenon*. XLII. Mitt. über *Sinomenin*. (XLI. vgl. C. 1935. II. 2373.) Die Bromierung des Thebenons ergab kein einheitliches Prod. Daher wurde das früher (C. 1931. I. 2061) beschriebene Dihydrodes-N-methyl demethoxydihydrosinomenin zu I bromiert u. dieses zum (-)-1-Bromthebenon (II) abgebaut. Ferner wurde 1-Bromdemethoxydihydrosinomenin (C. 1930. I. 3560) über III zum (-)-1-Bromdehydrothebenon (IV) abgebaut. Durch Bromierung des (-)-Dehydrothebenons (C. 1931. I. 2061) wurde ein Isomeres

von IV erhalten, in welchem das Br vielleicht Stellung 9 oder 10 einnimmt. Vff. bezeichnen dasselbe als (—)-*Isobromdehydrothebenon*. Durch Ausführung der gleichen Rkk. mit den entsprechenden Dihydrothebainonderivv. wurden die opt. Antipoden der obigen Verbb. erhalten. Der schrittweisen Umkehrung des Drehungssinnes vom Dihydrothebain zum Thebenon, auf welche schon bei den nicht bromierten Substanzen hingewiesen wurde (l. c.), begegnet man auch hier.



Versuche. *Dihydrodes-N-methyl-1-bromdemethoxydihydrosinomenin* (I), $C_{18}H_{26}O_3NBr$. Durch Bromierung in Eg. bei 16° das *Hydrobromid*, Krystalle, F. 257° (Zers.). Freie Base bildet aus CH_3OH Prismen, F. 192°, $[\alpha]_D^{17} = +61,60$ in Chlf. Diazork. nur bis 1:5000. In CH_3OH das *Jodmethylat*, $C_{20}H_{29}O_3NBrJ$, F. 273°. — *Dihydrodes-N-methyl-1-bromdihydrothebainon* (I), $C_{19}H_{26}O_3NBr$. Darst. ebenso. *Hydrobromid*, F. 257° (Zers.). Base, F. 192°, $[\alpha]_D^{17} = -62,67$ in Chlf. *Jodmethylat*, F. 273°. — *d,l-Dihydrodes-N-methyl-1-bromdihydrothebainon*. Aus den beiden vorigen in CH_3OH . Prismen, F. 175 bis 177°. — (—)-*1-Bromthebenon* (aus Sinomenin) (II), $C_{17}H_{19}O_3Br$. Obiges Jodmethylat mit 25%ig. KOH 20 Min. gekocht, mit W. verd., mit CO_2 übersättigt. Aus CH_3OH , F. 70°, $[\alpha]_D^{17} = -22,67$ in Chlf. — (+)-*1-Bromthebenon* (aus Thebain) (II), $C_{17}H_{19}O_3Br$, F. 70°, $[\alpha]_D^{17} = +23,33$ in Chlf. — *d,l-1-Bromthebenon*. In CH_3OH . Blätter, F. 191 bis 193°. — *Des-N-methyl-1-bromdemethoxydihydrosinomenin* (III), $C_{19}H_{24}O_3NBr$. 1-Bromdemethoxydihydrosinomeninjodmethylat mit 15%ig. NaOH 12 Min. gekocht, dann wie oben. Aus CH_3OH + W. Prismen, F. 200—201°, $[\alpha]_D^{17} = -8,67$ in Chlf. *Jodmethylat*, $C_{20}H_{27}O_3NBrJ$, Zers. 243°. — *Des-N-methyl-1-bromdihydrothebainon* (III), $C_{19}H_{24}O_3NBr$, F. 199°, $[\alpha]_D^{17} = +8,00$ in Chlf. *Jodmethylat*, aus W., Zers. 243°. — *d,l-Des-N-methyl-1-bromdihydrothebainon*. In A. Bei Eiskühlung Krystalle, F. 189—192°. — (—)-*1-Bromdehydrothebenon* (aus Sinomenin) (IV), $C_{17}H_{17}O_3Br$, F. 148—150°, $[\alpha]_D^{17} = +187,33$ in Chlf. — *d,l-1-Bromdehydrothebenon*. In CH_3OH . F. 159—162°. — (—)-*Isobromdehydrothebenon* (aus Sinomenin), $C_{17}H_{17}O_3Br$. Bromierung in Eg. unter Eiskühlung; mit W. gefällt. Aus Aceton, F. 125—133°, $[\alpha]_D^{17} = -113,33$ in Chlf. — (+)-*Isobromdehydrothebenon* (aus Thebain), $C_{17}H_{17}O_3Br$, F. 127—130°. $[\alpha]_D^{17} = +112,67$ in Chlf. — *d,l-Isobromdehydrothebenon*. In CH_3OH . Prismen, F. 156—158°. (Bull. chem. Soc. Japan 10. 481—85. Okt. 1935. Tokio, KITASATO-Inst. [Orig.: dtsch.] LINDENBAUM.

F. S. Spring, *Polyterpenoide Struktur der Sterine*. Dis bisher angeführten Bldg.-Mechanismen des *Cholesterins* (I) können die Bldg. anderer natürlich vorkommender Sterine, die andere Seitenketten wie I besitzen, nicht erklären. Die Struktur der *Tri-*



terpene kann sich nicht von einer kontinuierlichen Isoprenkette (z. B. *Squalen*) ableiten. Nach folgendem Schema kann jedoch die Bldg. der *Cholestan-Koprostanstruktur* mühelos erfolgen, unter Verlust der C-Atome a, b u. c; durch Anfügen einer 7. Isopreneinheit, wobei entweder 1 oder 2 C-Atome eingebaut werden, entstehen *Ergosterin* u. *Stigmasterin*. Diese Annahme läßt die Anwesenheit von natürlich vorkommenden Sterinen mit 30, 31 u. 32 C-Atomen als möglich erscheinen. (J. Soc. chem. Ind., Chem. & Ind. 54. 972—73. 1/11. 1935. Teddington.) VETTER.

André Kling und Maurice Rouilly, *Einige durch Einwirkung des Phosgens, der chlorierten Chlorameisensäure- und Kohlensäuremethyl ester auf Cholesterin gebildete*

Derivate. (Vgl. C. 1934. II. 1950.) Darst. der folgenden Verb.: Cholesterin mit überschüssigem Agens in Chlf. erwärmt, nach erfolgter Rk. A. zugefügt, auf W.-Bad eingengt, mit verd. A. gefällt, klebriges Prod. in sd. Essigester gel.; beim Erkalten Krystallisation, besonders nach Zugabe eines vorhandenen Impfkristalls. Zus. u. Konst. der Prodd. wurden durch Analyse, Best. der VZ. u. der bei der Verseifung in Freiheit gesetzten Moll. CO₂ ermittelt (genaue Beschreibung des Verf. im Original). — Mit COCl₂ in Ggw. von W. allein, W. + CaCO₃, W. + HCl oder einer wss. Lsg. von p_H = 7,6 (p_H des Blutersums) Bldg. von Cl·CO·OC₂₇H₄₅, Nadeln, F. 114°, swl. in wss. A., sonst l., recht beständig, durch W. erst bei Siedetemp. hydrolysiert. — Mit CH₂·O·COCl keine Rk. — Mit CH₂Cl·O·COCl (Palit) Bldg. eines in Plättchen krystallisierenden, aber äußerst zersetzlichen Prod. — Mit CHCl₃·O·COCl Bldg. von CHCl₃·O·CO·OC₂₇H₄₅, farblose Plättchen, F. 85°, beständig, durch k. W. nicht hydrolysiert. — Mit CCl₃·O·COCl (Diphosgen) Bldg. von CCl₃·O·CO·OC₂₇H₄₅, farblose Plättchen, F. 107°, sehr beständig. — Mit CO(O·CCl₃)₂, welches sich wie ein polymeres Phosgen verhält (vgl. C. 1921. I. 279), Bldg. des obigen Cl·CO·OC₂₇H₄₅. — Die chlorierten Chlorameisensäuremethylester reagieren mit Cholesterin um so lebhafter, je stärker das CH₃ chloriert ist, ganz entsprechend den von MAYER, MAGNE u. PLANTEFOL (C. 1921. I. 506) festgestellten Tatsachen. Die von KLING (l. c.) für die Wrkg. erstickender Gase bei Lungenunfällen gegebene Erklärung wird dadurch von neuem bestätigt. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 201. 782—84. 28/10. 1935.) LB.

Akiyoshi Ichiba, *Über das Phytosterin des Weizenkeimöls.* Über die Phytosterine des Mais- u. Weizenkeimöls vgl. besonders ANDERSON u. Mitarbeiter (C. 1924. II. 2339 u. früher; 1927. I. 615. 617). Vf. hat den Ä.-Extrakt von Weizenkeimen mit alkoh. KOH verseift, mit W. verd. u. ausgeäthert, Ä.-Rückstand mit eisk. Aceton u. Hexan gewaschen. Das rohe, fast weiße Steringemisch zeigte F. 136—137°, [α]_D = —31,96° in Chlf., d. h. die in der Literatur für Sitosterin angegebenen Eigg. Es wurde nach nochmaliger Verseifung u. Ä.-Extraktion aus absol. A. 20-mal umkrystallisiert, wobei sich der F. nicht, aber die Drehung stark änderte. Die letzte Kopffraktion ([α]_D = +8,93°) lieferte durch Acetylierung, Behandlung des Acetylderiv. mit Acetanhydrid u. H₂SO₄ bis zur Zerstörung des ungesätt. Sterins u. Verseifung ein wenig *Dihydrositosterin*, F. 142—143°, [α]_D = +24,04°. — Die Mutterlaugensubstanzen wurden in mehrere Fraktionen zerlegt. Ein Teil dieser wurde acetyliert u. das Acetylderiv. 30-mal aus absol. A. umkrystallisiert. Die letzte Fraktion, F. 143—143,5°, [α]_D = —45,82°, war reines *γ-Sitosterinacetat*, C₃₁H₅₂O₂, u. lieferte ein *γ-Sitosterin*, C₂₉H₅₀O, von F. 147°, [α]_D = —42,8°. Ein anderer Teil früherer Fraktionen wurde acetyliert u. bromiert, das Prod. aus Bzl.-CH₃OH oder Chlf.-CH₃OH gereinigt; Nadeln, F. 140—141°, [α]_D = —46,23°, von der annähernden Zus. C₃₁H₅₂O₂Br₂. Dieses Bromid wurde in sd. A. mit Zn-Staub u. Eg. debromiert u. lieferte ein *γ-Sitosterinacetat*, C₃₁H₅₂O₂, von F. 143°, [α]_D = —47,7°. Daraus ein *γ-Sitosterin* von F. 147—148°, [α]_D = —43,13°. *γ-Sitosterinbenzoat*, C₃₆H₅₄O₂, F. 152°, [α]_D = —19,63°. — Die sogen. α- u. β-Sitosterine von ANDERSON konnten wegen Materialmangels nicht völlig rein erhalten werden. Zu ihrer Isolierung wurden mehrere Fraktionen von Acetylderiv. gesammelt u. teils aus Ä. + CH₃OH fraktioniert gefällt u. dann weiter über die Benzoylderiv. gereinigt, teils aus CH₃OH fraktioniert. Die reinsten Präparate zeigten folgende Eigg.: *β-Sitosterin*, C₂₉H₅₀O, F. 136—137°, [α]_D = —31,53°; *Acetat*, F. 122—123°, [α]_D = —36,59°; *Benzoat*, C₃₆H₅₄O₂, F. 146—147°, [α]_D = —12,19°. *α-Sitosterin*, F. 134—135°, [α]_D = —22,71°; *Acetat*, C₃₁H₅₂O₂, F. 116—117°, [α]_D = —23,55°. — Die bei der Reinigung des ursprünglichen Steringemisches mit Pentan oder Hexan erhaltenen niederen Fraktionen lieferten nach weiterer Reinigung eine Substanz von F. 146—147°, [α]_D = —23,9° u. der Zus. C₂₉H₅₀O, welche Vf. vorläufig *δ-Sterin* nennt. *Acetat*, C₃₁H₅₂O₂, F. 113,5—114,5°, [α]_D = —24,35°. *Benzoat*, C₃₆H₅₄O₂, F. 157—158°, [α]_D = —15,98°. Die Fraktion, aus welcher das δ-Sterin isoliert wurde, scheint auch Ergosterin oder verwandte Substanzen zu enthalten. — Bei der Reinigung des ursprünglichen Steringemisches mit Pentan oder Hexan wurde aus den Mutterlaugen ein KW-stoff isoliert, aus Eg.-Nadeln, F. 66°. — Absorptionsspektren im Original. (Sci. Pap. Inst. physic. chem. Res. 28. 112—23. Okt. 1935. [Orig.-engl.])

LINDENBAUM.

Akiyoshi Ichiba, *Über das Phytosterin im Weizenkeim.* II. (I. vgl. NAKAMURA u. ICHIBA, C. 1931. I. 3015.) Vf. zeigt, daß dieses Phytosterin ein Gemisch von Steringlykosiden ist, u. daß der Sterinteil hauptsächlich aus β- u. γ-Sitosterin besteht. — Das rohe Phytosterin wurde über das Acetylderiv. gereinigt u. wie früher hydrolysiert. Das erhaltene Sterin zeigte nach 2-maligem Umkrystallisieren aus absol. A. F. 136

bis 137°, $[\alpha]_D = -33,96^\circ$ in Chlf., nach 10-maligem Umkrystallisieren denselben F. u. $[\alpha]_D = -32,11^\circ$. Verss., Dihydrositosterin nach dem Verf. von SCHÖNHEIMER (C. 1930. II. 3804) zu isolieren, gaben wegen Materialmangels kein Resultat. Die Mutterlaugensubstanzen von obigen Krystallisationen lieferten durch Umwandlung in das Acetatdibromid, Fraktionierung desselben, Debromierung der Kopffraktion u. wieder Fraktionierung γ -Sitosterinacetat, $C_{31}H_{52}O_2$, F. 141—142°, $[\alpha]_D = -45,1^\circ$. Die Mutterlaugen der ersten Fraktionen wurden verdampft u. der Rückstand mit A. in einen ll. krystallinen u. einen wl. sirupösen Teil zerlegt. Ersterer, F. 112—113°, $[\alpha]_D = -39,47^\circ$, lieferte β -Sitosterin, $C_{28}H_{50}O$, F. 136—137°, $[\alpha]_D = -31,61^\circ$. Letzterer lieferte nach Verseifung u. Behandlung mit Digitonin sehr wenig einer sirupösen, nicht identifizierten Substanz, welche die Farbrkk. der Sterine gab u. Absorptionsbanden bei ca. 328 u. 280 μ zeigte. (Sci. Pap. Inst. phys. chem. Res. 28. 124—27. Okt. 1935. [Orig.: engl.] LINDENBAUM.

B. E. Bengtsson, Ein Vergleich zwischen Sitostanol und Stigmastanol. *Sitosterin* (I) ist ein kaum trennbares Gemisch, natürliches Dihydrositosterin (II) scheint einheitlich zu sein (F. 140—144°, $[\alpha]_D = +25^\circ$). Das durch katalyt. Hydrierung aus I (aus Tallöl oder von γ -Sitosterin befreit) dargestellte II ist ident. mit dem natürlichen Prod. Da nach Verss. von CHUANG (C. 1933. I. 3082), FERNHOLZ (C. 1934. I. 57) u. RUZICKA (C. 1935. I. 3797) das Kernsystem der wichtigsten natürlichen Sterine ident. ist, untersucht Vf. einige gesätt. Derivv. des Stigmasterins im Vergleich mit den entsprechenden Derivv. von I. Nach BONSTEDT (C. 1932. I. 2188) ist γ -Sitostan verschieden von *Stigmastan* (FF.-Depression). Im Gegensatz zu HEILBRON, PHIPERS u. WRIGHT (C. 1935. I. 249), die *Fucostanol* (III) u. *Stigmastanol* (IV) für ident. halten (keine FF.-Depression), findet Vf. aus den spez. Drehungen, daß diese Substanzen verschieden sind. (IV, $[\alpha]_D = +24,8^\circ$, Acetat, $[\alpha]_D = +15,3^\circ$; nach HEILBRON u. Mitarbeiter: III, $[\alpha]_D = +12,75^\circ$, Acetat, $[\alpha]_D = +14,6^\circ$). Eine Identität kann erst dann als erwiesen gelten, wenn auch die Derivv. keine FF.-Depression geben. Vf. vergleicht: natürliches u. aus I gewonnenes II mit IV; die aus diesen beiden II über die Ketone erhaltenen *KW*-stoffe mit *Stigmastan*; das *Keton* des natürlichen II mit *Stigmastanon*; die *Benzoate* u. *m*-Dinitrobenzoate von II mit denen von IV, alles in bezug auf ihre FF. u. Misch-FF. Die Absolutwerte der FF. der I-Reihe liegen alle höher als die der *Stigmasterin*reihe, die Unterschiede nehmen ab in der Reihe Alkohol-Keton-KW-stoff (bedingt durch minimale Mengen Verunreinigungen); die *m*-Dinitrobenzoate haben gleiche FF.; die Unterschiede der $[\alpha]$ -Werte liegen innerhalb der Vers.-Fehler; die Misch-FF. zeigen bei allen Derivv. keine Depression; II u. IV sind demnach *identisch*. γ -Sitostan gibt mit *Stigmastan* deutliche Depression. (Einzelheiten über FF. Misch-FF. der verschiedensten Mischungen u. a. s. Original.) (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 237. 46—51. 9/11. 1935. Stockholm, Kgl. Pharm. Inst. Chem. Abt.) VETTER.

Robert R. Williams, Edwin R. Buchman und **A. E. Ruehle**, Untersuchungen über *krystallisiertes Vitamin B₁*. VIII. *Sulfitsspaltung*. II. *Chemie des sauren Produkts*. (VII. vgl. C. 1935. II. 1203.) Das bei der *Sulfitsspaltung* von *Vitamin B₁* in Ausbeuten von 97%₀ entstehende saure Spaltstück $C_8H_9N_3SO_3$ (I) ist eine *Sulfosäure*, die bis 440° nicht schm. I bildet schmale farblose Nadelchen, ist swl. in A., wl. in k. W., ll. in verd. Alkali, NH_3 , konz. HNO_3 u. H_2SO_4 . Es wird gefällt durch $AgNO_3$ bei $pH = 8-9$; im Gegensatz zu *Vitamin B₁* gibt es mit diazotierter Sulfanilsäure keine Färbung u. nach dem Kochen mit 20%₀ig. Alkali keine Nitroprussidrk. Beim Erhitzen mit feuchtem $NaOH$ bei 135° bleiben 80%₀ der Substanz unverändert, nach 1/2-std. Erhitzen auf 185° wird die Hälfte des Schwefels als Alkalisulfit abgespalten. Auch beim Erhitzen mit W. auf 200° bilden sich erhebliche Mengen H_2SO_4 ; organ. Spaltstücke können nicht gefaßt werden. Durch Behandeln mit konz. HCl bei 150° wird 1 Mol. NH_3 (Nachweis durch Chloroplatinat) abgespalten unter Bldg. einer neuen Sulfosäure $C_8H_9N_2SO_4$ (II), wobei eine NH_2 -Gruppe durch OH ersetzt wird. (Ausbeute 96%₀.) II schm. nicht bis 360°, ist l. in W., wl. in verd. A.; Rk. mit diazotierter Sulfanilsäure ist negativ. Das Verh. von I gegen konz. HCl erinnert an 2- oder 6-Aminopyrimidin. Die zum Vergleich synthetisierten 2-Amino-4,6-dimethylpyrimidin (III) u. 6-Amino-4,6-diaminopyrimidin (IV) reagieren beide mit HCl genau wie I. I u. II geben wie IV bzw. sein Oxyderiv. mit diazotierter Sulfanilsäure keine Farbrk., während das 2-Oxyhomologe von III eine starke Färbung gibt. Auch die UV-Absorptionsspektren von I u. II ähneln denen von IV u. dem 6-Oxyprod. sehr stark, nicht dagegen denen von III u. dem 2-Oxy-

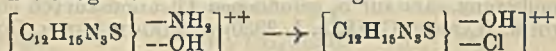
*) Siehe nur S. 1040, 1041 ff., 1053.

***) Siehe auch S. 1039, 1043 ff., 1139.

prod. (Figuren s. Original). (J. Amer. chem. Soc. 57. 1093—95. 1935. New York, Columbia Univ., Dep. of physiol. Chem.)

VETTER.

Edwin R. Buchman und Robert R. Williams, Untersuchungen über kristallisiertes Vitamin B₁. IX. Wirkung von konzentrierter Salzsäure. (VIII. vgl. vorst. Ref.) Durch Einw. von konz. HCl bei 150° auf Vitamin B₁ u. Umkristallisation des Rk.-Prod. aus Methanol-Ä. entsteht in Ausbeuten von 60% eine Verb. [C₁₂H₁₆N₃SOCl]⁺⁺ · Cl₂ · CH₃OH (I); [50,7 mg Vitamin mit 1,9 ccm konz. HCl (1,19) 3 Stdn. lang auf 150° erhitzen, Lsg. zur Trockne dampfen, in Methylalkohol aufnehmen u. mit Ä. fallen; Ausbeute 31,2 mg]. Die Löslichkeitseigg. ähneln denen des Vitamins, wie dieses gibt es Fällung mit Phosphorwolframsäure, AuCl₃ u. Pikrolonsäure, positive Farbrk. mit diazotierter Sulfanilsäure u. nach 1/2-std. Kochen mit 20%ig. NaOH ebenfalls positive Nitroprussidrk. Die Bldg. von I vollzieht sich folgendermaßen:



wobei eine aliph. OH-Gruppe durch nichtionogenes Chlor ersetzt wird. Das UV-Spektrum von I (Figur s. Original) ähnelt sehr dem des „Hydrolysenprod.“ der Göttinger Schule (Maximum bei 267 u. 220 mμ). I besitzt keine antineurit. Wrkg. (J. Amer. chem. Soc. 57. 1751—52. 1935. New York, Columbia Univ., Dep. of physiol. Chem.)

VETTER.

Edwin R. Buchman, Robert R. Williams und John C. Keresztesy, Untersuchungen über kristallisiertes Vitamin B₁. X. Sulfitspaltung. III. Chemie des basischen Produkts. (IX. vgl. vorst. Ref.) Die bei der Sulfitspaltung von Vitamin B₁ von WILLIAMS (C. 1935. I. 3563) erhaltene Base ist ein farbloses Öl, II. in W., A. u. Chlf., l. in Ä.: C₆H₉NSO (I). I ist eine *einsäurige Base*, die mit Platinchlorid, Pikrinsäure u. Pikrolonsäure wohldefinierte kristalline Derivv. bildet. Bei der Einw. von konz. HCl bei 150° wird die freie OH-Gruppe durch nichtionogenes Chlor ersetzt unter Bldg. von C₆H₉NSCl (II) — isoliert als kristallin. Hydrochlorid —, das I sehr ähnlich ist; die UV-Absorptionsspektren sind fast ident. Aus der Bldg. eines kristallin. *Mononitrobenzoats*, das noch bas. Eigg. besitzt, ist zu schließen, daß der Stickstoff in I *tertiär* gebunden ist. Durch Einw. von HNO₃ entsteht in guter Ausbeute das *Nitrat* von I, C₆H₉NSO · HNO₃; mit CH₃J bildet sich ein typ. *quaternäres Salz* (III), das mit h. Alkali (im Gegensatz zu I, aber analog dem Vitamin B₁) unter Bldg. von Alkalisulfid zerstört wird, so daß im B₁ wohl ebenfalls ein *quaternäres Salz* von I vorliegt. Bei der *Oxydation* mit HNO₃ bei 40° bildet sich aus I neben H₂SO₄ in Ausbeuten von 30% eine *Säure* C₆H₄NS · COOH (IV), die mit der von WINDAUS, TSCHESCHE u. GREWE (C. 1934. II. 3977) aus B₁ mit HNO₃ erhaltene Säure ident. ist. Das ähnliche Absorptionsspektrum von I u. IV spricht für einen gemeinsamen heterocycl. Ring C₄H₄NS; aus der opt. Inaktivität des Vitamins B₁ u. der negativen Jodoformrk. von I wird geschlossen, daß die OH-Gruppe der Seitenkette in β-Stellung steht: —CH₂ · CH₂ · OH.

Versuche. Base C₆H₉NSO (I). *Hydrochlorid*. Dünne Nadeln, l. in W. u. A., unl. in Ä., Chlf. u. Aceton, sehr hygroskop. *Pikrolonat*, C₆H₉NSO · C₁₀H₉N₃O₅; gelbe Krystalle, F. 184° (Zers.). *Chloroplatinat*. Orangegelbe Krystalle, F. 181° (Zers.). *Pikrat*. F. 162—163°. Die Dämpfe des Hydrochlorids geben keine Fichtenspanrk. (analog B₁), mit *diazotierter Sulfanilsäure* tritt die für B₁ typ. Färbung nicht auf. Nach 3/4-std. Kochen mit 20%ig. NaOH werden 90% der Base wiedergewonnen; die Natriumnitroprussidrk. ist negativ. — *Einw. von konz. HCl*. I (26 mg) in 0,5 ccm konz. HCl 3 Stdn. lang auf 145° erhitzen, getrocknetes Rk.-Prod. aus A.-Ä. umkristallisieren. C₆H₉NSCl · HCl (II), kub. Krystalle, Eigg. ähnlich I. — *Einw. von p-Nitrobenzoylchlorid* durch Kochen in Pyridin. C₁₃H₁₂N₂SO₄; Nadeln, F. 131°, unl. in W., l. in A., A. u. verd. HCl. — *Einw. von HNO₃*. Hydrochlorid von I mit NaNO₃ behandeln, Lsg. mit Ä. extrahieren. Der ölige Rückstand geht in einigen Min. in eine Ä.-unl. Krystallmasse über. C₆H₉NSO · HNO₃; l. in Aceton, A. u. W. — *Einw. von CH₃J*. Aus I u. CH₃J durch 2-tägiges Stehen bei Zimmertemp. Krystalle aus A.-Ä. C₆H₁₂NSOJ; hygroskop., unl. in Ä. u. Chlf., l. in Aceton, A. u. W. Beim Stehen in 20%ig. NaOH entsteht ein dunkler Teer, Nitroprussidnatriumrk. ist positiv. — *Einw. von HNO₃*. I (101 mg Hydrochlorid) mit AgNO₃ ins Nitrat überführen, dies mit HNO₃ (1,42) kurz auf 40° erwärmen. Nach beendeter Gasentw. wird eingedampft, Sulfat mit Baryt entfernt (50 mg BaSO₄), Rückstand mit Ä. extrahiert oder aus alkal. Lsg. mit Säure gefällt. C₆H₉NSO₂, kub. Krystalle aus CH₃OH, wl. in h. W. u. Ä., l. in A., Säure u. Alkali. *Methylester*. Aus Obigem u. Diazomethan. F. 74°, in Übereinstimmung mit WINDAUS.

(J. Amer. chem. Soc. 57. 1849—51. 9/10. 1935. New York, Columbia Univ., Dep. of Physiol. Chem.)

VETTER.

Robert R. Williams und **A. E. Ruehle**, *Untersuchungen über kristallisiertes Vitamin B₁*, XI. Anwesenheit von quaternärem Stickstoff. (X. vgl. vorst. Ref.) Titration von Vitamin B₁, Hydrochlorid (I) mit NaOH zeigt die Anwesenheit von 2 bas. Gruppen, deren eine eine Stärke besitzt, die zwischen derjenigen einer tertiären u. quaternären Base liegt. Das bas. Spaltstück C₈H₂NSO (II) besitzt die Eigg. einer tertiären Base; sein Methyljodid (III) hat eine gleichstarke Gruppe wie B₁ u. zeigt wie dieses in alkal. Lsg. pseudobas. Eigg. Eine nahe konstitutionelle Beziehung zwischen beiden Verbb. ist daher wahrscheinlich. — 4-Methylthiazoläthyljodid (IV) zeigt ein gleiches Verh., während 2,4-Dimethylthiazoläthyljodid (V) ein echtes quaternäres N-Atom besitzt. Dieses Ergebnis stützt die von WILLIAMS (C. 1935. II. 1374) für Vitamin B₁ vorgeschlagene Formulierung. Die für B₁ gefundenen Titrationskurven sind ähnlich denjenigen von BIRCH u. HARRIS (C. 1935. I. 3950) u. MOGGRIDGE u. OGSTON (C. 1935. II. 548).

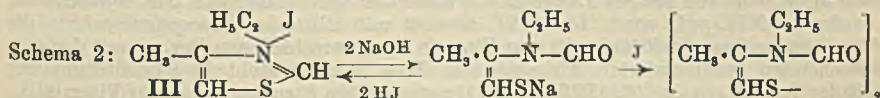
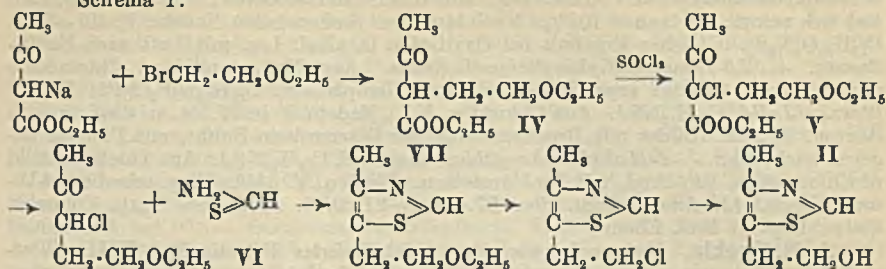
Versuche. Beschreibung der App. s. Original. Verwendet werden 0,1-n. NaOH u. HCl-Lsgg. Aus der Titrationskurve (Figur s. Original) lassen sich 7 wichtige Punkte erschen: 1. I besitzt 2 bas. Gruppen, deren eine etwas schwächer ist als die einer quaternären Base; gleiche Stärke besitzt die bas. Gruppe von III. 2. I u. III benötigen beide ein zusätzliches NaOH, um die starke bas. Gruppe freizumachen. 3. Das Gleichgewicht stellt sich bei dieser Rk. langsam ein, aus der starken Base bildet sich langsam eine schwächere. 4. Die Rücktitration der beiden starken Basen von I u. III zeigt einen Materialverlust der ursprünglichen Menge von 10—20% an: das Gleichgewicht stellt sich auch hier langsam ein. 5. Das Hydrochlorid von II ist das Salz einer sehr schwachen Base. 6. Die Kurve u. Gleichgewichtseinstellung von IV gleichen denjenigen von III. 7. V besitzt die typ. Kurve einer quaternären Base. — I reagiert somit gegen NaOH wie das quaternäre Salz seines bas. Spaltstücks, nicht wie das Salz einer tertiären Base. Sein Verh. ist nicht bedingt durch die NH₂-Gruppe, da diese in II fehlt. (J. Amer. chem. Soc. 57. 1856—60. 9/10. 1935. New York, Columbia Univ., Dep. of Physiol. Chem.)

VETTER.

H. T. Clarke und **S. Gurin**, *Untersuchungen über kristallisiertes Vitamin B₁*, XII. Die schwefelhaltige Hälfte. (XI. vgl. vorst. Ref.) Die Erkennung des schwefelhaltigen Vitamins B₁ (I) u. seines bas. Spaltstücks (II) als Thiazolderiv. wurde erleichtert durch die Unters. ihres Verh. gegen Alkaliplumbit u. gegen Bromwasser. I reagiert mit Alkaliplumbit in der Wärme relativ gut unter Bldg. von PbS, während II erheblich langsamer reagiert; andererseits wird II durch Bromwasser leicht unter Bldg. von H₂SO₄ oxydiert, wogegen I unverändert seine biol. Aktivität behält. Die von WINDAUS, TSCHESCHE u. GREWE (C. 1934. I. 3977) erhaltene Abbausäure des Vitamins, die von BUCHMAN, WILLIAMS u. KERESZTESY (vgl. X.) durch Oxydation von II erhalten wurde, bildet nun ebenfalls mit Alkaliplumbit PbS; bei der Oxydation von II mit HNO₃ wird der Schwefel nicht angegriffen, ein Verh., das auch Thiazole besitzen. Der Methyl-ester der nach WILSTÄTER u. WIRTH (Ber. dtsh. chem. Ges. 42 [1909]. 1908) nach vereinfachtem Verf. synthetisierten 4-Methylthiazol-5-carbonsäure ist mit dem Methyl-ester obiger Säure ident. (ebenso nach RUEHLE die Absorptionsspektren der Säuren); die Base II besitzt Konst. II, die durch Synthese gesichert ist (Schema 1). — Oben genannte Verh. von I u. II gegen Bromwasser oder Alkaliplumbit gehen analog den Verh. synthetischer Thiazole u. ihren quaternären Salzen. Erstere bilden schwer PbS, aber leicht H₂SO₄, während letztere leicht PbS liefern, aber schwierig H₂SO₄. Die Thiazolhälfte des Vitamins liegt somit als quaternäres Salz vor, was auch durch die elektro-metr. Titrations des Vitamins B₁ (BIRCH u. HARRIS, C. 1935. I. 3950, MOGGRIDGE u. OGSTON, C. 1935. II. 548, WILLIAMS u. RUEHLE, l. c.) gesichert ist. Analoge bas. Eigg. besitzt 4-Methylthiazoläthyljodid (III). Dies vermag nach Einw. von 2 Äquivalenten NaOH in verd. Lsg. 1 Äquivalent Jod zu reduzieren, das Rk.-Prod. (entsteht auch durch Luftoxydation) enthält kein Jod u. besitzt keine bas. Eigg. Es scheint möglich, daß analog Beobachtungen von MILLS, CLARK u. AESCHLMANN (J. chem. Soc. London 123 [1923]. 2353) folgende Umwandlung stattfindet (Schema 2). Alkal. Lsgg. von I reduzieren ebenfalls Jod, aber — bedingt wohl durch Nebenrkk. des Pyrimidin-rings — in größerer Menge. — Die Sulfit-spaltung von I ist eine Funktion des Pyrimidin-rings, denn quaternäre Thiazolderiv. liefern mit Sulfit nicht die entsprechende Base. Hierzu gehören auch Phenylthiazoliumsalse, die leicht aus Thioformanilid u. den entsprechenden Halogenacetonen synthetisiert werden können. Wahrscheinlich ist die

Ringöffnung der Thiazoliumsalse bei Alkalieinw. verantwortlich für die leichte PbS-Bldg. von I u. anderen quaternären Thiazolen mit Alkaliumbit.

Schema 1:



Versuche. Einw. von Brom auf Vitamin B₁. Die Sulfatbildung hängt von Temp. u. Konz. ab; konz. Lsgg. bilden schwierig Sulfat. 3 mg I (Hydrochlorid) in 1 cem Bromwasser 2 Stdn. lang bei Raumtemp., dann aufs Wasserbad. Die Ausbeute an BaSO₄ entspricht 13,4% des Schwefels. 6-std. Erhitzen der Lsgg. führt zu Ausbeuten von 71% des Schwefels. — Einw. von Jod. Zugabe von Jod in KJ erzeugt einen zähen Nd., unl. in W. u. verd. Mineralsäuren, l. in A. Beim Schütteln mit W. u. Ä. dissoziiert diese Additionsverb., die biol. Wrkg. ist unvermindert; keine Bldg. von Sulfat. — Einw. von Alkaliumbit auf I. 5,6 mg I u. 0,1 cem 10%ig. Bleiacetat + 1 cem 10%ig. NaOH unter N₂ auf 90—95° erhitzen: sofortige PbS-Bldg. Nd. von PbS wird nach 72 Stdn. gesammelt u. oxydiert. 80% der theoret. Menge werden als BaSO₄ gefunden. — Einw. von Brom auf Base II (Hydrochlorid analog oben). Ausbeute an BaSO₄ nach 20-std. Einw. bei Raumtemp. = 73% des Schwefels. — Einw. von Alkaliumbit auf Base II (Hydrochlorid). Geringe PbS-Bldg. nach 16 Stdn., nach 112 Stdn.: 25,7% des Schwefels. — 4-Methylthiazol. 5 g Thioformamid in 20 cem A. mit 8 g Chloraceton kochen, angesäuertes Filtrat zur Trockne dampfen u. Rückstand nach Alkalizusatz dest. Kp. 130°, Ausbeute 3—4 g. Bildet mit Bromwasser schnell Sulfat, mit Plumbit wenig PbS. Äthyljodid, C₆H₁₀NSJ. Aus Obigem u. C₂H₅J bei 95°. F. 144,5°; bildet leicht PbS; wenig Sulfat. Chloroplatinat, C₈H₁₂N₂S₂·Cl₄Pt; F. 198°. — 2,4-Dimethylthiazol. Aus Thioacetamid u. Chloraceton analog oben. Kp. 140°. Äthyljodid, C₇H₁₂NSJ. F. 212° (Zers.). — 4-Methylthiazol-5-carbonsäure, C₅H₅O₂NS. 5 g Thioformamid + 14 g α-Chloracetessigester in 100 cem Ä. 96 Stdn. bei 0—5° halten; Nd. von 8,5 g Thiazolcarbonsäureesterhydrochlorid in wss. Lsg. nach Zusatz von Alkali mit Ä. extrahieren. Äthylester, Kp.₁₉ 140°, F. 28°, Ausbeute 5 g. Hydrolyse mit sd. alkoh. NaOH, Fällung mit HCl. Ausbeute an freier Säure 0,8 g; die farblosen Barren sublimieren bei 255°. Methylester, C₆H₇O₂NS; Nadeln, F. 75°, Misch.-F. mit Methylester der aus B₁ dargestellten Säure = 75°. Bildet mit Plumbit leicht PbS u. NH₃, mit Bromwasser erfolgt langsame H₂SO₄-Bldg. in der Kälte, dagegen rasch in der Hitze. — α-2-Äthoxyäthylacetessigester, C₁₀H₁₈O₄ (IV). Zu sd. Lsg. von Natriumacetessigester (11,5 g Na + 350 cem A. + 65 g Acetessigester) langsam 84 g Äthyl-β-bromäthyläther zugeben u. nach 10-std. Kochen fraktioniert dest. Farbloses Öl, Kp.₁₀ 85—90°, Ausbeute 55%. — α-Chlor-α-2-äthoxyäthylacetessigester, C₁₀H₁₇O₄Cl (V). Aus Obigem u. SOCl₂. Öl, Kp.₁₂ 115—118°. — Methyl-α-chlor-γ-äthoxypropylketon, C₇H₁₂O₂Cl (VI). Obiges (10 g) in 20 cem Eg. + 20 cem 15%ig. H₂SO₄ 4 Stdn. lang kochen, nach Dest. von Essigester u. A. nach Zugabe obiger Mischung erneut kochen. Extraktion mit Ä., Vakuumdest. bei 72—73° u. 12 mm. — 4-Methyl-5-β-äthoxyäthylthiazol (VII). Aus Obigem (3 g) u. 3 g Thioformamid analog oben. Schwach gelbes Öl, wl. in W., mischbar mit A. u. Ä. Kp. 235° (zers.). Chloroplatinat, C₁₀H₂₀O₂N₂S₂Cl₆Pt. Orangefarbige Nadeln, F. 154—155° (Zers.), geht beim Kochen in 50%ig. Aceton unter HCl-Verlust in C₁₈H₂₆O₂N₂S₂Cl₄Pt über. Fast farblose Krystalle, F. 144—145°. Pikrat, C₁₄H₁₆O₈N₄S. F. 112°. — 4-Methyl-5-β-chloräthylthiazol, C₆H₈NSCl·HCl (VIII). Aus Obigem u. konz. HCl bei 150° F. u. Misch.-F. mit Prod. aus B₁ = 127—128°. Pikrat, C₁₂H₁₁O₇N₄Cl. F. u. Misch.-F. (aus B₁) = 138°. — 4-Methyl-5-β-hydroxyäthylthiazol,

$C_8H_9ONS \cdot HCl$ (II). Aus Mutterlauge obiger Darst. Hygroskop. Krystalle. Pikrat. $C_{12}H_{12}O_2N_4S$. F. u. Misch-F. (aus B₁) = 162—163°. — *Einw. von Alkali und Jod auf 4-Methylthiazoläthyljodid*. Alkal. Lsg. mit 0,1-n. Jod titrieren; der rotbraune Nd. löst sich sofort; Verbrauch 102%/. Nach längerem Stehen fallen Nadeln, F. 101—102°, $C_{12}H_{20}O_2N_2S_2$. Gleiches Ergebnis bei Oxydation in alkal. Lsg. mit Luft nach $FeSO_4$ -Zusatz. — *2,4-Dimethyl-3-phenylthiazoliumsalse*. Aus Thiacetanilid u. Chloraceton analog oben. Chlorid krystallisiert nicht. *Chloroplatinat*, $C_{22}H_{24}N_2S_2Cl_6Pt$; F. 245° (Zers.). *Jodid*, $C_{11}H_{12}NSJ$. Aus Chlorid u. KJ. Nadeln, l. in W., A. u. Chlf., unl. in Aceton, F. 210°. Bildet mit Bromwasser in der Wärme kein Sulfat, mit Plumbit dagegen leicht PbS. — *4-Methyl-3-phenylthiazoliumjodid*, $C_{10}H_{10}NSJ$. Aus Thioformanilid u. Chloraceton, Rk.-Prod. mit NaJ umsetzen. Platten, F. 241°. Eigg. wie die 2,4-Dimethylverb. (J. Amer. chem. Soc. 57. 1876—81. 9/10. 1935. New York, Columbia Univ., Dep. of Biol. Chem.)

VETER.

A. E. Ruehle, *Untersuchungen über krystallisiertes Vitamin B₁*. XIII. *Ultra-violetabsorption von einigen Derivaten des basischen Spaltstückes und ihrer synthetischen Analoga*. (XII. vgl. vorst. Ref.) Vf. beweist mit Hilfe der *Absorptionsspektren* die Identität des *bas. Spaltstückes* (I) von Vitamin B₁ u. verschiedenen Derivv. mit den entsprechenden synthetisierten *Thiazolderivv.* Das Resultat steht in Übereinstimmung mit der von WILLIAMS (C. 1935. II. 1374) aufgestellten Strukturformel für Vitamin B₁. Die Messungen werden im HILGER-Rotationssektorphotometer in Verb. mit einem Quarzspektrographen ausgeführt. — Die *Absorptionskurve* von I gleicht denjenigen von *4-Methylthiazol*, *2,4-Dimethylthiazol* u. *2-Oxy-4-methylthiazol*. Die Kurve des Methyljodids von I ist nahezu ident. mit derjenigen von *4-Methylthiazoläthyljodid*, das Maximum ist im Vergleich zu I zu kürzeren Wellenlängen verschoben. Das Spektrum des *Oxydationsprod.* von I stimmt überein mit der von SMAKULA gegebenen Kurve für das *Oxydationsprod. von Vitamin B₁* u. mit derjenigen von synthet. *4-Methylthiazol-5-carbonsäure*. Ebenso ist die Kurve von I mit derjenigen von synthet. *4-Methyl-5-β-hydroxyäthylthiazol* ident. Durch Substitution der OH-Gruppe in I durch Cl wird das Spektrum von I nur unwesentlich verschoben. (J. Amer. chem. Soc. 57. 1887—88. 9/10. 1935. New York, Columbia Univ. Dep. of Biochem.)

VETER.

Henri Devaux, *Die Unlöslichkeit der kleinen Albuminblättchen*. Vf. beweist die Unlöslichkeit von den eine Wasseroberfläche bedeckenden Albuminblättchen (dünne Albuminhülle) an Hand einiger Verss. Der Grund der Unlöslichkeit liegt in der Molekülordnung des Albumins, die für den vorliegenden Fall beschrieben wird. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 201. 109—11. 8/7. 1935.)

DAHLMANN.

Raul Wernicke, *Die Krystallisation von Serumalbuminen*. Vf. teilt Verss. mit, die von GRINSTEIN in seinem Institut durchgeführt sind, u. sich mit der Darst. von krystallin. Serumalbuminen von Menschen, Pferden, Mauleseln, Meerschweinchen, Kaninchen, Lamas, Ochsen, Hunden u. Vögeln beschäftigen. Aus dem jeweiligen Serum oder Plasma wurden die Globuline nach SÖRENSON durch Halbsättigung mit $(NH_4)_2SO_4$ ausgefällt. Nach Filtration wird eine durchscheinende Lsg. erhalten. Diese Lsg. wird unter dauerndem Umschütteln mit 0,5-n. H_2SO_4 bis zur bleibenden Trübung angesäuert. Die Rk. lag bei $pH = 4,6—4,8$. Nach 24 Stdn. war ein völlig krystallisierter Nd. vorhanden. Positive Ergebnisse wurden mit den Seren von Pferden, Meerschweinchen, Eseln, Mauleseln sowie Menschen erhalten. Photographien der mkr. Krystallbilder der Albumine aus menschlichem u. aus Meerschweinchenblut sind reproduziert. (Nature, London 136. 30. 6/7. 1935. Buenos Aires.)

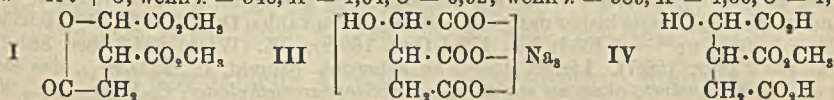
HEYNS.

Frank A. Csonka, *Studien über Gluteline*. VII. *Der Gehalt der Gluteline an Cystin, Tryptophan und Tyrosin*. (V. vgl. C. 1929. II. 3229.) Aminosäuregeh. % in wasser- u. aschefreien Gelatinen:

	Cystin	Tryptophan	Tyrosin
α-Glutelin von Weizen	1,16—1,44	2,04—2,24	5,07—5,69
„ „ Gerste .	0,904	0,4—0,5	3,70
„ „ Korn .	0,516	2,07	4,99
Glutelin von Roggen .	0,758	1,80	4,49
„ „ Reis . .	1,170	1,76	5,79
„ „ Hafer .	0,805	1,85	4,43

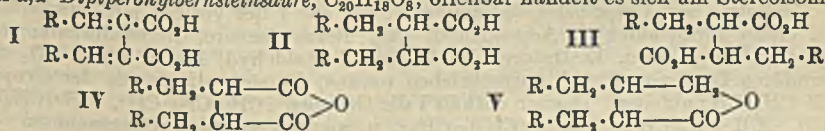
(J. biol. Chemistry 97. 281—86. Washington, U. S. Dept. of Agric. Bureau of Chem. and Soils.) F. MÜLLER.

William F. Bruce, *Eine Untersuchung von Isocitronensäure aus Brombeeren*. Aus dem Saft von eingemachten Brombeeren wurde nach dem Verf. von NELSON (C. 1925. I. 1878) mit der Modifikation, daß CH_3OH statt A. zur Veresterung gebraucht wurde, dargestellt in Mengen von 2—8 g per Gallone (2,95 kg) das *Lacton des Isocitronensäuredimethylesters*, $\text{C}_8\text{H}_{10}\text{O}_6$ (I), Krystalle, F. 106—107°, Kp.₂₅ 204—206° (Bad 215°), $[\alpha]_{589}^{27} = -65,3^\circ$, $-77,6^\circ$, $-100,0^\circ$ (Dioxan, $c = 10,8$). Daraus durch 2 $\frac{1}{2}$ -std. Kochen mit 1-n. HCl *Isocitronensäurelacton*, $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_6$ (II), Krystalle (aus Essigester), F. 153—154°, $[\alpha]_{589}^{26} = -62,0^\circ$, $-73,2^\circ$, $-93,7^\circ$ (W., $c = 12,75$). — *Lacton des Isocitronensäurediäthylesters*, $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_6$, aus II mit alkoh. HCl (4 Std. Kochen), Kp._{2,5} 167—169°, $[\alpha]_{589}^{26} = -54,2^\circ$, $-64,4^\circ$, $-83,6^\circ$, D. 1,230. — *Isocitronensäuretriamid*, $\text{C}_6\text{H}_{11}\text{O}_4\text{N}_3$, aus I durch mit NH_3 gesätt. CH_3OH , F. 204°, Zers., $[\alpha]_{589}^{26} = -5,02^\circ$, $-5,85^\circ$ (W., $c = 2,4$), l. in 10 cem W. bei 45°, fällt aus bei Kühlen auf 0°. — *Isocitronensäuretrihydrazid*, F. 201—202°, Zers., bei Vorheizen des Bades auf 200° schm. es bei 208—209° unter Zers. — Die opt. Reinheit von I wurde gesichert durch Umkrystallisation aus verschiedenen Lösungsm., durch Überführung in Umwandlungsprodd., aus denen es mit der ursprünglichen opt. Drehung wieder erhalten wurde, u. durch Isolierung aus Brombeeren verschiedenen Ursprungs u. verschiedener Erntezeiten. Eingehend wurde die Einw. von 1, 2 u. 3 Mol NaOH auf I u. II geprüft. Addition von 1 Mol verringert bei beiden die negative opt. Drehung, bei Zugabe von 2 Mol wird I rechtsdrehend, während II linksdrehend bleibt. Das in beiden Fällen ident. Tri-Na-Salz (III) dreht um 0 herum. Der Unterschied im Verh. bei Zufügen von Alkali kann dadurch erklärt werden, daß zusammen mit der Salzbdg. der Lactonring von II sich allmählich öffnet, während bei I die Hydrolyse der einen Methylgruppe u. die Öffnung des Lactonrings schnell verlaufende Rkk. sind, der die langsamere Hydrolyse der letzten Methylgruppe langsamer nachfolgt. Diese Deutung wird durch die Tatsache gestützt, daß die Best. von OCH_3 im Mikro-ZEISEL-App. ergibt, daß bei Addition von 2 Mol Alkali ein Mol CH_3OH frei wird. Dem entstehenden Monomethylester wird die Formel IV zugeschrieben. Die Hydrolyse des in der Lsg. verbliebenen IV wird kinet. verfolgt. Die opt. Aktivität gibt beim Auftragen gegen die Zeit nach Zugabe von 1 Mol NaOH (oder 3 Mol Alkali zu I) eine hyperbol. Kurve, u. der reziproke Wert der beobachteten Drehung, aufgetragen gegen die Zeit, ergibt eine Gerade, für die die theoret. abgeleitete Gleichung gilt: $1/\alpha = Kt + C$, wenn $\lambda = 546$, $K = 1,04$, $C = 0,92$; wenn $\lambda = 589$, $K = 1,50$, $C = 1,00$.



Die von NELSON (C. 1930. II. 1517) mitgeteilte Beobachtung, daß *Isocitronensäurediäthylester* (V) aus verschiedenen Beerenproben verschiedene opt. Drehung aufwies, wird dadurch erklärt, daß bei der Isolierung von V auch Diäthylesterlacton auftrat, welches analyt. schwer von V zu unterscheiden ist. Die Annahme einer 20 bis 30%ig. Zers. des von NELSON dargestellten V genügt, um die angegebenen Drehungsänderungen zu rechtfertigen. (J. Amer. chem. Soc. 57. 1725—29. 9/9. 1935. Princeton, New Jersey, Rockefeller-Inst. of med. Res.) BEHRLE.

S. Keimatsu, T. Ishiguro und Y. Nakamura, *Untersuchung der Bestandteile von Harzen*. VI. Über die Synthese des α,β -Dipiperonylbutyrolactons. (Vgl. C. 1935. II. 3663 u. früher.) Durch katalyt. Red. der α,α' -Dipiperonylidenbernsteinsäure (I, R = 3,4-Methylendioxyphenyl) von STOBBE (Liebigs Ann. Chem. 380. 78) in alkoh. Lsg. in Ggw. von Pd-Kohle wurden 2 Säuren, Prismen, Zers. 236—238°, u. Würfel, Zers. 191 bis 193°, erhalten, welche sich durch Umkrystallisieren aus A. u. Eg. leicht trennen ließen. Dieselben Säuren entstanden durch Red. des Na-Salzes der I in verd. A. mit Na-Amalgam unter Druck u. bei Raumtemp. Die Analysen beider Säuren stimmten auf α,α' -Dipiperonylbernsteinsäure, $\text{C}_{20}\text{H}_{18}\text{O}_8$; offenbar handelt es sich um Stereoisomere



im Sinne der Formeln II u. III. Die hochschm. Säure ist als III (trans-Form), die andere als II (cis-Form) anzusehen, denn beide liefern durch Erhitzen mit Acetanhydrid

im Rohr dasselbe *Anhydrid* (IV), $C_{20}H_{16}O_7$, Nadeln, F. 160—161°, durch dessen Hydrolyse die tiefer schm. Säure erhalten wird. Verss., III mittels $CH_3 \cdot COCl$ in das trans-*Anhydrid* überzuführen, waren erfolglos. Auch das *Anhydrid der I* (*Di-[3,4-methylen-dioxyphenyl]-fulgid*) wurde dargestellt, aber Verss., dasselbe in Eg. mit PtO_2 katalyt. zu reduzieren, gaben kein Resultat. — Sodann wurde IV in A: mit Al-Amalgam reduziert u. aus dem Rk.-Prod. eine Verb. von der Zus. $C_{20}H_{16}O_8$, farblose Nadeln, F. 106 bis 107°, isoliert; gibt mit konz. H_2SO_4 violettrote Färbung. Zweifelloso liegt α, β -*Di-peronylbutyrolacton* (V) vor. Nach MAMELI (C. 1922. I. 1022) soll Cubebinol die Konst.-Formel V besitzen, u., wie früher (l. c.) gezeigt, ist Hinokinin mit Cubebinol ident. Ein Vergleich des synthet. V mit natürlichem Hinokinin war bisher nicht möglich, da letzteres opt.-akt. ist u. ersteres wegen Materialmangels noch nicht opt. zerlegt werden konnte. H. ERDTMAN (Stockholm) hat aber bereits festgestellt, daß die Absorptionsspektren von Hinokinin u. synthet. V ident. sind. Im Original ist vorläufig nur die Absorptionskurve des Hinokinins wiedergegeben. Vff. zögern noch, die Konst. des Hinokinins zu entscheiden, sind aber der Ansicht, daß dasselbe mit dem Matairesinol (HAWORTH u. RICHARDSON, C. 1935. II. 1379) u. dem Artigenin (OMAKI, C. 1935. II. 3664) konstitutiv im Zusammenhang steht. (J. pharmac. Soc. Japan 55. 185—88. Sept. 1935. Tokio, Univ. [Nach dtsh. Ausz. ref.]) LINDENBAUM.

Yoshiyuki Toyama und Tomotaro Tsuchiya, Die stark ungesättigten Säuren im Sardinöl. 7. Die Trennung von stark ungesättigten C_{22} -Säuren. (6. vgl. C. 1935. II. 3322.) Aus 10 kg eines Sardinöls von Hokkaido, D_{15}^4 0,9293; $n_D^{15} = 1,4818$; SZ. 2,2; VZ. 189,7; JZ. (WIJS) 176,3; Unverseifbares 0,59%, wurden mittels der Natriumseifen-Acetonmethode u. darauffolgender fraktionierter Dest. der Methyl ester der Fettsäuren 394 g einer unter 2 mm bei 207—212° sd. Methyl esterfraktion erhalten. Die daraus gewonnenen freien Säuren, D_{15}^4 0,9397; $n_D^{15} = 1,5039$; NZ. 170,1; JZ. (WIJS) 386,2 ergaben bei der Red. Behensäure u. bestanden also aus ungesätt. C_{22} -Säuren. Hauptbestandteil war *Clupanodonsäure*, $C_{22}H_{34}O_2$ (I) (theoret. JZ. 384,2). Zur weiteren fraktionierten Fällung wurde die Natriumseifen-Acetonmethode modifiziert, d. h. die stark ungesätt. Säuren wurden in mehr oder weniger ungesätt. Anteile getrennt durch Lösen in Aceton, teilweise Neutralisierung mit $NaOH$ -Lsg. u. fraktionierte Fällung der Natriumseifen, wobei die Menge W. u. A. im Lösungsm. (Aceton) außerordentlich klein gehalten wurde. Jeder Anteil wurde zur weiteren Trennung wieder so behandelt. Nach vielfacher Wiederholung gelang es, I in viel reinerem Zustand zu erhalten, als sie bisher dargestellt wurde: Kennzahlen D_{15}^4 0,9390; D_{20}^4 0,9356; $n_D^{15} = 1,5035$; $n_D^{20} = 1,4934$; NZ. 170,4 (ber. 169,8); JZ. (WIJS) 383,2 (ber. 384,2); RhZ. 155,2 (ber. 153,7). Liefert 156% an ätherunl. Bromid, $C_{22}H_{34}O_2Br_{10}$, das sich bei ca. 240° schwärzt, ohne zu schm. *Clupanodonsäuremethyl ester*, $C_{23}H_{36}O_2$, Kp.-2 207 bis 212°; D_{15}^4 0,9240; D_{20}^4 0,9205; $n_D^{15} = 1,4955$; $n_D^{20} = 1,4934$. — Daneben wurde eine stärker ungesätt. Fraktion abgetrennt, die hauptsächlich aus *Dokosaheptaensäure*, $C_{22}H_{32}O_2$, neben etwas I bestand: D_{15}^4 0,9521; D_{20}^4 0,9486; $n_D^{15} = 1,5129$; $n_D^{20} = 1,5109$; lieferte 177% an ätherunl. Bromid, $C_{22}H_{32}O_2Br_{12}$, das sich bei ca. 240° schwärzt, ohne zu schm. — Aus der weniger ungesätt. Fraktion konnte *Cetoleinsäure*, $C_{22}H_{42}O_2$, F. 32—32,5°, isoliert werden. — *Dokosetraensäure*, $C_{22}H_{36}O_2$, konnte aus der Fraktion, in der sie vorkommen sollte, nicht abgetrennt werden; ihre Ggw., die in früheren Unters. angenommen wurde, ist zu bezweifeln, wenn sie auch nicht definitiv ausgeschlossen werden kann. (Bull. chem. Soc. Japan 10. 433—40. Sept. 1935. [Orig.: engl.]) BEHRLE.

Yoshiyuki Toyama und Tomotaro Tsuchiya, Die stark ungesättigten Säuren im Sardinöl. 8. Die Konstitution von Clupanodonsäure $C_{22}H_{34}O_2$. (7. vgl. vorst. Ref.) Aus den Ergebnissen der Ozonolyse des Amylesters, sowie der Di-, Tetra- u. Hexabromderivv. wird im Gegensatz zu den von TSUJIMOTO (C. 1929. I. 988) u. INOUE u. SAHASHI (C. 1933. I. 1427) aufgestellten Konst.-Formeln die *Clupanodonsäure* (I) als $\Delta^{4,5, 8,9, 12,13, 15,16, 19,20}$ -*Dokosapentaensäure*, $CH_3 \cdot CH_2 \cdot CH : CH \cdot (CH_2)_2 \cdot CH : CH \cdot CH_2 \cdot CH : CH \cdot (CH_2)_2 \cdot CH : CH \cdot (CH_2)_2 \cdot CH : CH \cdot (CH_2)_2 \cdot CO_2H$, erkannt.

Ozonolyse von *Clupanodonsäureamyloxy ester*, der aus I der vorigen Mitt. dargestellt war, ergab Propylaldehyd, Acetaldehyd, CO_2 , Bernsteinsäure, Bernsteinsäuremonoamyloxy ester, Propion- u. Essigsäure. Es können Acetaldehyd, Essigsäure u. CO_2 der sekundären Zers. von Prodd. zugeschrieben werden, die sich primär von der Gruppe $:CH \cdot CH_2 \cdot CH :$ ableiten. Danach enthält I die Gruppen $:CH_3 \cdot CH_2 \cdot CH_2 \cdot ; :CH \cdot (CH_2)_2 \cdot CO_2H$, $:CH \cdot CH_2 \cdot CH :$ u. $:CH \cdot (CH_2)_2 \cdot CH_2 \cdot ;$ u. zwar 3 von der letztgenannten. — *Clupanodonsäuredibromid*, $C_{22}H_{34}O_2Br_2$, ölig, entsteht als Hauptprod. bei der Zugabe von 1 Mol Br in Eg. zu I in A. Die Ozonolyse lieferte neben schon bei der obigen Ozo-

nolyse erhaltenen Prodd. eine Bromverb., die nach Entbromierung mit Zn u. darauf folgende Red. n-Heptansäure ergab. I enthält also die Gruppe $\text{CH}_3 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH} : \text{CH} \cdot (\text{CH}_2)_2 \cdot \text{CH} :$. Diese Ozonolyse wie die der 2 folgenden Bromderiv. zeigt, daß bei den partiellen Bromierungen von I sich das Brom selektiv erst an die Äthylenbindung anlagert, die von der Carboxylgruppe am weitesten entfernt ist. — *Clupanodonsäure-tetrabromid*, $\text{C}_{22}\text{H}_{31}\text{O}_2\text{Br}_4$, entsteht als Hauptprod. bei Addition von 2 Mol Br an I. Ozonolyse führte zu einer Bromverb., die nach Entbromierung u. darauffolgender Red. Caprinsäure ergab, wonach I die Gruppe $\text{CH}_3 \cdot \text{CH}_2 : \text{CH} \cdot (\text{CH}_2)_2 \cdot \text{CH} : \text{CH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH} :$ enthält. — *Clupanodonsäurehexabromid*, $\text{C}_{22}\text{H}_{31}\text{O}_2\text{Br}_6$, unl. in etwas W. enthaltendem Methanol, ist das Hauptprod. bei Zugabe von 3 Mol Br zu I. Ozonolyse lieferte unter anderen Prodd. eine Bromverb., deren Entbromierung u. folgende Red. Myristinsäure ergab, wonach I die Gruppe $\text{CH}_3 \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH} : \text{CH} \cdot (\text{CH}_2)_2 \cdot \text{CH} : \text{CH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CH} : \text{CH} \cdot (\text{CH}_2)_2 \cdot \text{CH} :$ enthält. (Bull. chem. Soc. Japan 10. 441—53. Sept. 1935. Shibuya-ku, Tokyo Imp. Ind. Res. Lab. [Orig.: engl.] BEHRLE.

Yoshiyuki Toyama und Tomotaro Tsuchiya, *Vorkommen eines gesättigten Kohlenwasserstoffs, Pristan, in Sardinien-, Hering- und Spermöl*. Aus dem Unverseifbaren von Sardinienöl u. von bei der Vakuumdesodorisierung mittels überhitztem Dampf aus Sardinienöl, kleinem Heringsöl u. Spermöl erhaltenen Destillaten wurde in sehr geringer Menge *Pristan*, $\text{C}_{18}\text{H}_{38}$, isoliert (vgl. C. 1930. I. 1873). (J. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 38. 254 B—58 B. 1935. [Nach engl. Auszug ref.] BEHRLE.

Yoshiyuki Toyama, *Ein in geringer Menge in hydriertem Sardinienöl enthaltenes normales Paraffin*. Im Unverseifbaren von Destillaten, die im Verlaufe der Desodorisierung mit überhitztem Dampf im Vakuum von hydriertem Sardinienöl erhalten wurden, fand sich in geringer Menge *n-Heptadecan*, $\text{C}_{17}\text{H}_{36}$, F. 22—22,5°, identifiziert 1. durch F.-Vergleich mit aus Palmitin- u. Essigsäure erhaltenem synthet. Prod. u. 2. mittels Röntgenographie. (J. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 38. 258 B—61 B. 1935. Tokyo, Imp. Ind. Res. Inst. [Nach engl. Ausz. ref.] BEHRLE.

Ziro Nakamiya, *Gadusen, ein in tierischen und pflanzlichen Ölen vorkommender ungesättigter Kohlenwasserstoff*. Ausführlicher Bericht über eine im wesentlichen schon vor kurzem (C. 1935. II. 3929) referierte Unters. *Gadusen*, $\text{C}_{18}\text{H}_{32}$, Kp. im Hochvakuum 96—98°, $n_D^{20} = 1,5180$, JZ. 127—150. *Hydrochlorid*, $\text{C}_{18}\text{H}_{32}$, 3 HCl, Nadeln oder Prismen, F. 131—132°. *Bromid*, $\text{C}_{18}\text{H}_{32}\text{Br}_2$, weißes Pulver, bei 170° braun, Zers. 180°. *Gadusan*, $\text{C}_{18}\text{H}_{34}$, Kp. im Hochvakuum 85—86°, D.¹⁸₁₈ 0,8460, $n_D^{20} = 1,4632$. (Sci. Pap. Inst. physic. chem. Res. 28. 16—26. Sept. 1935. [Orig.: engl.] LB.

E. Biologische Chemie. Physiologie. Medizin.

E₁. Allgemeine Biologie und Biochemie.

A. P. Vinogradov, *Geochemie und Biochemie*. Übersicht: Die chem. Zus. der Organismen, der durch dieselben bewirkte Stofftransport u. die Beziehungen zur Geochemie werden behandelt. (Current Sci. 4. 216—19. Okt. 1935. Biogeochem. Lab. d. Akad. d. Wiss., U. S. S. R.) SKALIKS.

T. Caspersson, *Über die Lokalisation der Nucleinsäure im Zellkern*. Die Unters. der Absorptionsspektren von Kernsubstanzen zeigte, daß die Thyminucleinsäure eine besonders intensive UV-Absorption mit einem Maximum bei 2600 Å aufweist. Diese selektive Absorption ist durch den Geh. an Purin- u. Pyrimidinbasen bedingt u. verläuft folglich bei anderen Polynucleotiden sehr ähnlich. Der quantitative Verlauf der Absorptionskurve zwischen 2140 u. 3300 Å ergab für die Chromosomen der *Stenobothrus*spermatocyten eine ausgezeichnete Übereinstimmung mit einer etwa 15%ig. Thyminucleinsäurelg. Durch Digestion mit Trypsinpräparaten in Ggw. von La-Ionen wird fast das ganze Cytoplasma u. der nichtabsorbierende Anteil des Kernes aufgelöst, während die starke UV-Absorption der Chromosomen erhalten bleibt. Diese Tatsachen zeigen, daß der größte Teil dieser starken Kernabsorption durch eine Nucleinsäurekomponente bedingt ist u. daß sich diese während der Mitose in den Chromosomen anhäuft. — Die Unters. der großen Chromosomen der Speicheldrüse von Dipterenlarven zeigte eine deutliche Querstreifung (diskoidale Struktur), wobei die Absorption der starkabsorbierenden Teile mit der Thyminucleinsäure übereinstimmt. Bei den Digestionsverss. bleiben die starkabsorbierenden Teile als kleine freie Scheiben erhalten. Dies läßt vermuten, daß die diskoidale Struktur der Chromosomen durch das Nebeneinanderlagern von nucleinsäurereichen Segmenten

u. solchen von fast ausschließlich aus Eiweiß gebauten bedingt ist. (Naturwiss. 23. 527. 1935.) KLEVER.

E₂. Enzymologie. Gärung.

Holger Jørgensen, *Ein Beitrag zur Beleuchtung der hemmenden Wirkung von Oxydationsmitteln auf proteolytische Enzymtätigkeit: Über die Natur der Einwirkung von Kaliumbromat und analogen Stoffen auf die Backfähigkeit des Weizenmehls*. I. Es ist bekannt, daß gewisse Oxydationsmittel [KBrO₃, (NH₄)₂S₂O₈, KJO₃, NaBO₃·4H₂O; nicht aber KClO₃] die Backfähigkeit von Mehlen bei Verwendung sehr kleiner Mengen (z. B. 2 g auf 100 kg Mehl) verbessern können. Überdosierungen wirken schädigend. Vf. bespricht krit. die zahlreichen — meist nicht auf experimenteller Grundlage beruhenden — Erklärungsverss. für die Wrkg. der Oxydationsmittel u. zeigt, daß diese Erklärungsverss. nicht haltbar sind. Die Meinung, daß durch die Oxydationsmittel die CO₂-Entw. der Hefe angeregt werde, wird experimentell für Bromat, Jodat, Chlorat u. Perborat widerlegt. Durch Ammoniumpersulfat wird die Bldg. von CO₂ nur bei Zusatz sehr großer Mengen stimuliert, wobei die Stimulierung nur daher stammt, daß es sich um eine NH₄-Verb. handelt u. nicht daher, daß ein Oxydationsmittel vorliegt. Auch die Annahme von GEDDES u. LARMOUR (C. 1933. I. 2331), daß die Oxydationsmittel auf die Phosphatide des Mehles einwirken, wird widerlegt. Vf. kommt zu der Auffassung, daß die Wrkg. der Oxydationsmittel in einer Hemmung der Mehlproteinase bestehe, welche, wenn sie ungehindert wirken können, den Kleber so stark angreifen können, daß die Backfähigkeit verringert wird. Diese Vorstellung wird durch folgende experimentelle Tatsachen gestützt: Bei wss. Extraktion von Weizenmehl wird durch kleine Mengen von KBrO₃ u. KJO₃ die Löslichkeit des Mehl-N verringert; die gleiche Wrkg. wird in verstärktem Maße an Mehlen beobachtet, die durch Zusatz von Papain stark proteolyt. wirksam gemacht sind. Die genannten Oxydationsmittel sowie auch Persulfat u. NaBO₃ hemmen die abbauende Wrkg. von Papain u. Bromelin auf Gelatine (gemessen am Zuwachs an Aminosäuren sowie an der Änderung des Erstarrungsvermögens). Ferner hemmen KBrO₃, KJO₃ u. (NH₄)₂S₂O₈ die gelatineabbauende Wrkg. der Leberproteinase. KBrO₃ u. KJO₃ hemmen die proteolyt. Enzyme von Weizenmalz u. Weizenkeimlingen in ihrer Wrkg. auf Gelatine. Alle erwähnten Wrkgg. werden bei Zusatz von KClO₃ (das zwar ein Oxydationsmittel, nicht aber ein Mittel zur Verbesserung der Backfähigkeit) nicht beobachtet. — Gegenüber etwa möglichen Einwänden betont Vf., daß es die Proteinase des Mehles u. nicht die der Hefe sind, auf welche die Oxydationsmittel wirken; die bekannte Schädigung der Backfähigkeit bei Überdosierung der Oxydationsmittel erklärt sich so, daß dann eine zu starke Schädigung der Proteasen erfolgt u. dann nicht mehr das erforderliche Optimum der proteolyt. Wrkg. im Teig erreicht wird. — Als besonders beweisend für die Auffassung des Vf. wird angesehen, daß *Ascorbinsäure* (C. 1935. II. 3593), welche pflanzliche Proteinase hemmt, ebenfalls die Backfähigkeit fördert (ohne etwa die CO₂-Entw. zu stimulieren). (Biochem. Z. 280. 1—37. 1935. Kopenhagen, A. G. Dansk Gaerings-Industri.) HESSE.

Tadeusz Chrzaszcz und **Josef Janicki**, *Proteaseeinwirkung auf das Eiweiß ungekeimter Getreidearten und ihr Einfluß auf deren amylolytische Kraft*. In früheren Unterss. (C. 1935. II. 705) war bei Einw. von Papain, Pepsin u. Labferment eine Vermehrung der Amylase von verschiedenen Getreidearten beobachtet worden. Vff. nahmen bisher an, daß dabei durch Eiweißabbau die Amylase freigelegt wird u. daß in den Fällen, in denen keine oder nur eine geringe Vermehrung der Amylase beobachtet wird, das Papain nicht imstande sei, das betreffende Eiweiß abzubauen. Es wurde jetzt aber der Eiweißabbau als solcher untersucht u. versucht, eine Beziehung zur Vermehrung der Amylase zu finden. Bei Einw. der proteolyt. Enzyme auf die ungekeimten Getreide (25 g + 150 ccm H₂O + 4 ccm Toluol, 14 Stdn., 20°) wurde bestimmt: a) Das gesamte l. gewordene Eiweiß (Kjeldahl), b) die Menge des mit gesätt. MgSO₄-Lsg. bei saurer Rk. fällbaren N, c) die Menge des nicht fällbaren N (= a - b), sowie d) die COOH-Gruppen durch Titration in alkoh. Lsg. Es ergab sich, daß die verwendeten Proteasen (auch das Lab, was besonders hervorzuheben ist) das Gersteneiweiß abbauen, u. zwar in verschiedener Stärke u. verschieden tief: Den kräftigsten Abbau bewirken Trypsin u. Papain, was durch die starke Zunahme nicht nur des l. N, sondern auch des nicht mehr mit MgSO₄ fällbaren N sowie der Carboxyle der Polypeptide zum Ausdruck kommt. Lab wirkt bei Gersteneiweiß schwächer als Papain; als typ. Wrkg. des Labfermentes scheint eine Desaggregation des Eiweißes einzutreten; die Wrkg. von Lab beruht nicht etwa auf Ggw. von Pepsin, da dieses für sich —

auch bei großen Mengen — im natürlichen Milieu des Gerstenauszuges nur sehr geringfügig wirkt. Der Abbau hängt auch von der Art des *Gersteneiweißes* ab, da der Abbau durch Papain bei 5 verschiedenen Gerstensorten völlig verschieden verlief. Eine Abhängigkeit zwischen Eiweißabbau u. Zunahme der akt. Amylase besteht nicht. — Bei *Weizen* findet man einen sehr kräftigen u. weitgehenden Eiweißabbau, besonders mit Papain. Lab baut Weizeneiweiß ebenfalls leicht ab (hauptsächlich Desaggregation). Auch hier besteht kein Zusammenhang zwischen Eiweißabbaugrad u. Zunahme an akt. Amylase. Pepsin vermehrt zwar die Menge des l. Eiweißes bis zu 85%, aber die akt. Amylase erfährt dabei keine Vermehrung, sondern eher eine Verringerung. — Bei *Hafer*, *Buchweizen* u. *Hirse* findet man Labferment bedeutend kräftiger wirkend als Papain; Trypsin wirkt noch stärker auf *Hafer*eweiß. Auch hierbei besteht kein Zusammenhang zwischen Eiweißabbau u. Vermehrung der Amylase. — Obwohl also durch die Proteasen die verschiedenen Eiweißarten fast gleich kräftig aufgelöst u. abgebaut werden, zeigen die Getreidearten mit hohem Amylasegeh. (*Weizen*, *Roggen*, *Gerste*) eine große Vermehrung des Enzyms, die amylosearmen Getreidearten (*Hafer*, *Buchweizen*, *Hirse*, *Mais*) trotz eines starken Eiweißabbaues nur geringe Zunahme. Gegenüber den früheren Vermutungen der Vff. (s. o.) beruht die Vergrößerung der akt. Amylase in einer Steigerung des Wirkungseffektes bereits vorhandener Amylase, u. zwar nicht ausschließlich auf deren Freiwerden aus Eiweiß oder Abbau des Eiweißes, sondern gleichfalls u. vielleicht sogar hauptsächlich auf der Bldg. oder dem Freiwerden von Faktoren, die die Wrkg. der Amylase mobilisieren (Eleutosubstanzen, Kinase usw.). Vermehrt wird hauptsächlich die verzuckernde Kraft der Amylase. Hinsichtlich des *Mälzens*, bei dem VON FORD u. GUTHRIE, sowie SYNIEWSKI ein Freiwerden der Amylase durch Eiweißabbau angenommen hatten, bemerken Vff., daß HESSE (C. 1934. II. 856) sich hiergegen bereits gewendet hat u. auf die Aktivatoren der Amylase hingewiesen hat, u. daß dieser Einwand schon deswegen beachtet werden müsse, da bislang die Wrkg. der Proteasen auf Gersteneiweiß nicht geprüft worden war. Die Beobachtungen dieser Arbeit weisen vielmehr darauf hin, daß auch beim Keimen neben Eiweißabbau auch Aktivierung von Begleitfaktoren erfolgt. Bemerkenswert ist, daß die dextrinierende u. die verflüssigende Kraft nur wenig vergrößert werden. — Die vorliegenden Beobachtungen lassen das *Labferment* als ziemlich kräftiges proteolyt. Ferment erscheinen, das sich bei Einw. auf Getreideeiweiß ähnlich wie andere Proteasen verhält u. einen recht kräftigen Abbau bewirkt. Besonders scheint Lab auf gewisse Eiweißarten (*Hafer*, *Buchweizen*, *Hirse*) eingestellt zu sein. Es wirkt vor allem desaggregierend (wobei dann bei Milch das desaggregierte Casein unter Mitwrkg. von Ca ausgefällt wird). Dieses Verh. des Labfermentes bedingt wahrscheinlich auch die gute Verwertung von Nährpräparaten aus *Hafer* usw. durch den kindlichen Organismus. (Biochem. Z. 281. 408—19. 2/11. 1935. Posen, Univ.) HESSE.

Rich. Ege und Jens Obel, *Untersuchungen über die Aktivierung des proteolytischen Enzymogensystems des Ventrikels*. (Vgl. C. 1934. I. 2142.) Die neutralen oder schwach sauren Extrakte der Magenschleimhaut von verschiedenen Tierarten wurden auf die koagulierend wirkenden Enzyme untersucht. In allen Fällen enthalten diese Extrakte eine verhältnismäßig geringe Menge von präformiertem Enzym. Sobald die $[H^+]$ des Extraktes über 10^{-2} bis 10^{-3} liegt, erfolgt bei 20° sofortige Aktivierung des Enzyms. (Untersucht für: menschlichen Magen, Schweinemagen, Hundemagen, dritten u. vierten Magen der Kuh, sowie für Ösophagus- u. Cardiaschleimhaut vom Dorsch.) Eine Aktivierung tritt erst dann auf, wenn der Extrakt auf über 10^{-5} liegende Säuregrade gebracht wird. Die Aktivierungsgeschwindigkeit wird mit steigender $[H^+]$ beschleunigt. Das Anwachsen der Aktivierungsgeschwindigkeit erfolgt bei den Präparaten der verschiedenen untersuchten Tierarten verschieden schnell. Diese Abhängigkeit der Aktivierungsgeschwindigkeit vom pH steht mit dem Verhältnis Pepsinaktivität: Chymosinaktivität des Präparates nicht im Zusammenhang. Das Enzymogen der Fische besitzt, ebenso wie das der Säugetiere, eine erheblich größere Haltbarkeit bei schwach alkal. Rk. als das aktivierte Enzym. (Biochem. Z. 280. 265—75. 23/9. 1935.) HESSE.

Hans von Euler, *Zur Kenntnis der Oberhefen*. 1. Zwischen schwed. obergärigen u. untergärigen Hefen bestehen hinsichtlich des Enzymsystems keine qualitativen, wohl aber erhebliche quantitative Unterschiede. Diese zeigen sich bei der sog. PASTEURSchen Rk., bei Bldg. u. Anhäufung von Hexosediphosphat (HARDEN-Ester) u. in der Bindung der Co-Zymase, welche — im Gegensatz zu Oberhefen — aus Unterhefen bei Zimmertemp. leicht ausgewaschen werden kann unter Zurücklassen eines fast Co-Zymase-freien aktivierbaren Restes, der Apozymase. — 2. Vf. hat früher (C. 1935. I. 742) für die in

freiem Zustand vorkommenden u. dann häufig als Hormone oder Vitamine wirkenden kathept. Atomgruppen der Enzyme die Bezeichnungen *Vitazyme* bzw. *Hormozyme* vorgeschlagen. Da häufig zwischen Hormonen u. Vitaminen keine scharfe Grenze besteht, empfiehlt Vf., von der Bezeichnung Wirkstoffe oder Ergone ausgehend, die Bezeichnung „*Ergozym*“ für einen Stoff enzymat. Charakters, welcher ein Ergon als kathept. Gruppe enthält; die spezif. Eiweißkomponente soll dann „*Zym*“ genannt werden. Als Beispiele werden genannt: *Katalase* (Häminkomponente durch Eiweißrest im Enzym stark aktiviert) u. das *gelbe Ferment* (Flavinenzym, dessen Ergon nach THEORELL Nucleotidcharakter besitzt). Zwischen Flavinenzym u. seinen Komponenten (Flavinphosphat; spezif. Eiweißkomponente) besteht ein Gleichgewicht stark zugunsten des Flavinenzym. Ähnliche Verhältnisse findet man bei Provitamin A (Carotin), den Stoffen vom Astacintypus usw. Nach EULER u. ADLER (C. 1934. II. 3511) ist es unter den Komponenten des Enzymsystems der Gärung die farblose *Dehydrase*, welche als „*Zym*“ mit der CO-Zymase event. mit ihrem Oxydoreduktionsanteil zu einer Wirkungseinheit verknüpft ist. Das Dissoziationsgleichgewicht dieses Systems bzw. dieser Verb. scheint (in Unterhefe wenigstens) ganz auf der Seite der Dissoziationsprodd. Co-Zymase + Dehydrase zu liegen. An einem Vers. wird gezeigt, daß Oberhefe schon ohne Zusatz von Co-Zymase fast auf das Maximum der Gärwrkg. aktiviert ist, während die Dehydrase der Unterhefe erst durch Überschuß von Co-Zymase auf volle Wrkg. kommt. (Ark. Kem., Mineral. Geol. Ser. B. 12. Nr. 11. 4 Seiten. 1935.) HESSE.

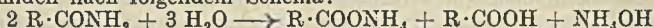
L. H. Pulkki, *Untersuchungen über die Bildung von Bakterienwachstumsstimulantien durch Hefe*. Für das Wachstum der Mikroorganismen sind außer Nahrungsstoffen Wachstumsreizmittel wichtig. Frühere Arbeiten hierüber werden ausführlich besprochen. — Nur junge Zellen (Sporen waren unter den angewandten Bedingungen nicht vorhanden), die sich im Zustand schneller Vermehrung befanden, wurden zur Impfung der Nährlsgg. verwandt, in denen sich die Substanzen befanden, deren Wrkg. auf das Wachstum der Bakterien untersucht wurden. Zur Messung der Wrkg. der Wachstumsstimulantien der Hefe wurde die mkr. Methode von SKAR (Zbl. Bakteriöl., Parasitenkunde, Infektionskrankh. Abt. II. 57 [1922]. 327), die auf der Zählung der Zellen beruht, angewandt. Es wird eine Nährlsg. angegeben, in der *Bac. mycoides* optimal wächst: 0,25% Glucose, 1% Pepton, $\frac{1}{50}$ -mol. Phosphatkonz., 0,05% Natriumchlorid, 0,025% $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, 0,001% $CaCl_2$, 0,0001% $FeSO_4 \cdot 7H_2O$. Mit so gezüchtetem *Bac. mycoides* wurden die Verss. über Wachstumsstimulantien ausgeführt. Es zeigte sich, daß Asche von Hefe ohne Wrkg. ist, dagegen bringt Hefeextrakt bis zu 140% Steigerung hervor. Ammoniumsulfat hat keine wachstumsteigernde Wrkg., ebenso Zucker u. Agar; auch Mannitol, Inositol, Mineralöl u. Thallium-(1)-nitrat erwiesen sich im Gegensatz zu den Angaben anderer Autoren entweder als vollkommen wirkungslos, oder wie Thalliumnitrat als giftig. Am wirksamsten waren außer Hefeextrakt Würze u. Molken. Ascorbinsäure hemmt. Extrakt von *Bac. mycoides* ist ohne Wrkg. Alle Hefeextrakte werden durch Behandlung der Hefe bei höherer Temp. erhalten. Es wurde $\frac{1}{2}$ Stde. auf 100° u. 15 Min. auf 120° erhitzt. Es ist vorteilhaft, die Extraktion bei schwach alkal. oder neutraler Rk. vorzunehmen ($\frac{1}{40}$ -mol. Phosphatpuffer). Die Wachstumsstimulantien der Hefe sind thermostabil. Sie gehen aus der lebenden Hefezelle nicht in Lsg., im Gegenteil sind wachstumshemmende Stoffe in der Lsg., in welcher die Hefe gewachsen ist. Der aus ungewaschener Hefe gewonnene Extrakt ist weniger wirksam, als der aus gewaschener Hefe gewonnene. Starke Belüftung der Hefe vermindert etwas ihren Geh. an Stimulantien (vermehrt aber die Hefenernte). Die Wachstumstemp. der Hefe hat kaum einen Einfluß. Bei $pH = 7,0$ gewachsene Hefe enthält am meisten Wachstumsstoffe. Diese steigen in den Hefen während ihres Wachstums schnell zu einem maximalen Wert (4—8 Tage), dann fällt ihr Geh. schnell. Änderungen des Zucker- u. Phosphatgeh. sind ohne Wrkg., dagegen hat die Stickstoffkonz. einen entscheidenden Einfluß auf die Bldg. der Wachstumsstimulantien, nicht aber die Art der Stickstoffquelle. Es wurde gezeigt, daß die Hefe diese Reizmittel synthetisiert, indem Hefe 3 Generationen hindurch auf reinem Rohrzucker als einzigem organ. Konstituenten kultiviert wurde. Ferner nimmt der Geh. der Hefe an Stimulantien durch Zugabe kleiner Mengen Hefeextrakt beträchtlich zu. Ultraviolettes Licht ist ohne Wrkg. — Die Wachstumsstimulantien bewirken eine deutliche Verkürzung der Zellen — bei 4-facher Vermehrung tritt eine Verkürzung der Zelle auf ungefähr die Hälfte ein. Die Größe der Wrkg. der Wachstumsstimulantien hängt von der Nährlsg. ab. (Suomalaisen Tiedekatemia Toimituksia [Ann. Acad. Sci. fenn.] 41. Nr. 1. 132 Seiten. 1935.) SCHUCHARDT.

A. Steiner und C. F. Cori, *Darstellung und Bestimmung von Trehalose der Hefe*. Trehalose wird in Ausbeute von 1—2 g aus 300 g Hefe durch Behandeln mit $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ u. anschließendes Fallen mit Schwermetall ($\text{HgSO}_4 + \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ in 7,5⁰/₁₀₀ig. H_2SO_4). Dabei werden nur Spuren der Polysaccharide mitgel., die bei Neutralisation mit BaCO_3 ausfallen, während die Trehalose in Lsg. bleibt. Nach Entfernen der Metalle u. Einengen im Vakuum werden die Salze aus der Lsg. mit A. ausgefällt, worauf die Trehalose leicht auskristallisiert. — Beim Vergären von Glucose wächst der Geh. der Hefe an Trehalose erheblich (von 0,5 bis 1,5 g je 100 g frische Bäckerhefe auf 2—3 g). (Science, New York. [N. S.] 82. 422—23. 1/11. 1935. St. Louis, WASHINGTON Univ., School of Medicine.) HESSE.

E₄. Pflanzenchemie und -physiologie.

Clyde Homan, T. F. Young und Charles A. Shull, *Die Verdampfung in ihrer thermodynamischen Beziehung zur Kohäsionstheorie und zum Quellungs- und osmotischen Druck der Zellbestandteile*. (Plant Physiol. 9. 653—61. Univ. of Chicago.) LINSER.

J. M. Fife und V. L. Frampton, *Der Einfluß von Kohlendioxyd auf das pH und auf bestimmte Stickstofffraktionen der Zuckerrübe*. CO_2 -Behandlung verursacht wesentliche chem. Veränderungen im Zellsaft der behandelten Pflanzen. Sofort nach der Behandlung zeigt der Zellsaft erhöhtes pH. Hohe CO_2 -Konz. verursachen eine Abspaltung von NH_3 aus den Amiden nach folgendem Schema:



Das so gebildete NH_3 ist für die pH-Steigerung des Zellsaftes ausreichend verantwortlich. Aber auch von anderen löslichen N-Verbb. außer Amiden wird durch hohe CO_2 -Konz. NH_3 abgespalten. Etwa 2 Stdn. nach der CO_2 -Behandlung waren die Pflanzen wieder erholt. (J. biol. Chemistry 109. 643—55. 1935. Riverside, California, U. S. Department of Agriculture.) LINSER.

Hans Platenius, *Chemische Veränderungen in Karotten während des Wachstums*. Ältere Karotten haben höheren Zucker- u. Carotingeh. als jüngere, dagegen geringeren Rohfasergeh. Es wurden auch geringere Mengen von Stärke in den Karottenwurzeln gefunden. (Plant Physiol. 9. 671—80. Ithaka, New York, Cornell Univ.) LINSER.

Annie M. Hurd-Karrer und Allan D. Dickson, *Beziehungen zwischen Kohlehydraten und Stickstoff bei Weizenpflanzen unter Berücksichtigung ihres Wachstumstypus unter verschiedenen Ernährungsbedingungen*. (Plant Physiol. 9. 533—65. Washington, D. C., Division of Cereal Crops and Diseases, Bureau of Plant Industry.) LINSER.

F. N. Krascheninnikow, *Die neuesten Ergebnisse über die Photosynthese von Kohlenhydraten*. Zusammenfassender Vortrag über die Photosynthese von Kohlenhydraten durch das Chlorophyll der Pflanzen. (Fortschr. Chem. [russ.: Uspechi Chimii] 4. 138—64. 1935.) KLEVER.

G. Richard Burns, *Grenzen der Photosynthese im kurzen und langen Wellenlängenbereich*. Kiefer u. norweg. Rottanne vermögen alle Wellenlängen des sichtbaren Bereiches zur Photosynthese zu verwerten, mit Ausnahme einiger blauer u. aller violetten Strahlen. (Plant Physiol. 9. 645—52. Burlington, Vermont, Vermont Agricultural Experiment Station.) LINSER.

* **G. Pfützer und C. Pfaff**, *Einfluß der Düngung und Belichtung auf die Vitaminbildung in der Pflanze*. Bei starker Düngung mit den in Betracht kommenden Nährstoffen (Handelsdünger) trat eine beträchtliche Zunahme des Geh. an Provitamin A, berechnet auf Trockensubstanz, bei den untersuchten Prodd. (Mohren, Grünkohl, Spinat u. a.) ein. Dieser Erfolg trat besonders bei starker N-Düngung ein. Hinsichtlich Vitamin C wurden bei Düngung mit allen erforderlichen Nährstoffen (N, P, K, Ca) im richtigen Verhältnis Zunahmen im Geh. bis zu 30% festgestellt. Bei Mohren wurde z. B. der Ertrag um 46%, der Carotingeh. um 24%, der C-Geh. um 28% erhöht, entsprechend einer Steigerung der Ernte an Carotin um 81%, an C um 86%. Auch durch Bestrahlung der Pflanzen mit Neonlicht wurde eine Erhöhung des Ertrags u. der Vitaminblgd. erzielt. (Umschau Wiss. Techn. 39. 917—20. 10/11. 1935. Landw. Vers.-Stat. Limburgerhof.) SCHWAIBOLD.

J. Laissus und R. Heim, *Beitrag zum Studium der Leuchtgasschädigung der Pflanzen*. Verss. über die Schädigungen durch leuchtgasvergiftete Erde. Radieschen keimen auf vergifteter Erde ebenso wie auf nicht vergifteter. Maßgebend ist die seit der Einw. des Gases auf die Erde verstrichene Zeit. Nach einer bestimmten Zeit scheint sogar eher eine Düngerwrkg. als eine schädigende Wrkg. vorhanden zu sein. (Chim. et Ind. 33. 546—55. 1935.) LINSER.

E₅. Tierchemie und -physiologie.

Edmund M. Mystkowski, *Über den Zustand des Glykogens im Muskel*. V. *Untersuchungen über Polysaccharoproteide*. (IV. vgl. v. PRZYLECKI u. MAJMIN, C. 1935. II. 2536.) Es wird versucht, die Menge von freiem u. an Muskeleiweiß gebundenem Glykogen in Kaninchen- u. Hundemuskeln zu ermitteln. Der Muskelextrakt wird in einen Globulin- u. einen Myosinfaktor zerlegt. In diesen Fraktionen, sowie in der restierenden Fl. u. im Stroma wurde das Glykogen bestimmt. Es besteht ein Gleichgewicht zwischen gel., freiem u. an Protein gebundenem Glykogen. In der restierenden Fl. schwankt der Glykogengeh. bei Kaninchenmuskeln zwischen 42 u. 78% in Abhängigkeit von der für die Extraktion benutzten Waschfl. Die Globulinfraktion enthält nur 3,8—8,5% Glykogen, somit geringer Einfluß von Globulin auf den Glykogenzustand. Die Myosinfraktion enthält 4,7—23% Glykogen, was wegen der bei den Verss. angewandten geringen Glykogenkonz. als zu niedrig angesehen wird. Die angewandten Verss. Bedingungen gestatten jedoch keine sicheren Schlüsse, die Ergebnisse variieren stark. (Biochem. Z. 278. 240—45. 1935.)

BACH.

Edmund M. Mystkowski, Arnold Stiller und Aleksandra Zysman, *Über den Zustand des Glykogens im Muskel*. II. VI. *Untersuchungen über die Polysaccharoproteide*. (V. vgl. vorst. Ref.) Vff. finden in unter hohem Druck aus Saugtiermuskeln erhaltenem Presssaft u. in Froschmuskeln außer den charakterist. Eiweißfraktionen auch Glykogen. Es kann nicht viel Glykogen aus dem Muskel austreten, beim Froschmuskeln nur 17% des gesamten Glykogengeh. Glykogenomyosin existiert sicher, vielleicht auch ein Glykoglobulin X-Symplex. Getrocknetes Myosin enthält sehr viel Glykogen, außerdem Amylase. Das Glykogen des nativen Glykogenomyosins wird weder durch Speichelamylase, noch durch die im Myosin enthaltene Amylase zerlegt. Weiter wurden frische Proteinpräparate untersucht. Sowohl Myosin als auch Globulin X enthalten Glykogen. Auch dieses Glykogenomyosin ist gegen Amylase resistent. Der Glykoglobulin X-Symplex ist durch Amylase auch nur schwer zerlegbar. Die dritte Fraktion enthielt nur noch Myogen, Rest-N u. natives Glykogen, das durch Muskelamylase u. Ptyalin sehr schwer angreifbar war. Alle 3 Fraktionen des alkal. Muskelauszuges enthielten Amylase. Die Globulin X-Fraktion wirkte viel stärker als die Myosinfraktion. Weiter wurden Verss. über die Kinetik der Speichelamylase bei Anwesenheit der drei Muskelfraktionen gemacht. Stets wurde am Anfang viel Maltose beobachtet. Myosin vermindert die Geschwindigkeit der Glykogenhydrolyse. Globulin X aktiviert sie. Die 3. Fraktion hemmt die Wrkg. der Speichelamylase, entweder durch Enzyminaktivierung oder durch Substratbeeinflussung. Noch nicht untersucht wurde das Stroma. Auch die Lipotide blieben noch unberücksichtigt. Die schwere Zerlegbarkeit der aus Muskeln erhaltenen Symplexe wird wohl durch die Bindung des Polysaccharids an das Protein bewirkt, da das durch KOH vom Eiweiß befreite Glykogen glatt zu Ende gespalten wird. (Biochem. Z. 281. 231—37. 21/10. 1935.)

Richard Kuhn und Hellmuth Vetter, *Isolierung von Nicotinsäureamid aus Herzmuskel*. Aus Konzentraten einer Vitamin-B-Komponente (B₁- u. B₂-frei) isolierten Vff. durch Extraktion mit Chlf. bei neutraler u. schwach alkal. Rk. u. Dest. des Chlf.-Rückstandes bei 5·10⁻⁴ mm u. 150—160° ein gelbliches, wachsartiges Destillat; Umkrystallisation aus Chlf. u. Bzl. gab *Nicotinsäureamid* (Pyridin-β-carbonsäureamid), C₆H₈ON₂ (I); F. 129° (korr.), Misch-F. mit synthet. Präparat (F. 128°) = 128° (Absorptionsspektrum s. Original). Die Ausbeute aus 15 kg frischem Rinderherz war 147 mg. Dieser hohe Geh. ist bemerkenswert, da WARBURG u. CHRISTIAN (C. 1935. I. 2194) I als Spaltstück des Co-Ferments erkannten u. da das Diäthylamid der Nicotinsäure als synthet. starkes Herzmittel (Coramin) bekannt ist. (Ber. dtsch. chem. Ges. 68. 2374—75. 4/12. 1935. Heidelberg, Kais.-Wilh.-Inst. f. med. Forsch., Inst. f. Chem.)

VETTER.

* **Venancio Deulofeu**, *Adrenalin im Gifte von Bufo arenarum*. Aus dem Gift der argentin. Kröte (*Bufo arenarum*) ließ sich in sehr geringer Menge *Adrenalin* in reiner Form erhalten. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 237. 171—72. 30/11. 1935. Buenos Aires, Facultad de Medicina.)

BEHRLE.

Caspar Tropp, *Das Vorkommen von Lignocerylsphingosin in der Rinderlunge*. In 0,06% des Organtrockengewichts konnte aus der Lunge vom Rind *Lignocerylsphingosin*, C₄₂H₈₃O₅N, F. 94—94,5°, isoliert werden. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 237. 178—80. 30/11. 1935. Würzburg u. Freiburg i. B., Medizin. Kliniken.)

BEHR.

S. Epstein und E. Mima, *Der intermediäre Stoffwechsel in den Drüsen mit innerer Sekretion*. 4. Mitt. *Proteolyse und Ammoniakbildung in den endokrinen Organen*. (3. Mitt.

vgl. C. 1935. I. 263.) In Schilddrüse, Thymus, Nebennieren u. Pankreas wurden die proteolyt. Vorgänge u. die NH₃-Bldg. untersucht. Außer dem Pankreas sind die proteolyt. Vorgänge bei der spontan in den endokrinen Organen sich einstellenden Rk. sehr schwach, bei saurer Rk. sind sie überall sehr verstärkt. Bei kurzdauernder Autolyse in schwach alkal. Milieu wird im Pankreas, in der Marksubstanz der Nebenniere u. der Gl. Thymus des jungen Tieres Ammoniak gebildet. (Biochem. Z. 281. 339—44. 2/11. 1935. Charkow, Ukrain. Inst. f. Endokrinologie u. Organotherapie, Biochem. Abt.) WESTPH.

René Leriche und **Adolphe Jung**, *Veränderungen einiger innersekretorischer Drüsen, wie Nebenschilddrüsen, Schilddrüse, und Nebennieren nach experimenteller Entfernung der Galle.* (Presse méd. 43. 1793—97. 16/11. 1935.) BOMSKOV.

* **K. Scharrer** und **W. Schropp**, *Die Wirkung von Follikelhormonkrystallisaten auf das Wachstum einiger Kulturpflanzen.* In Gefäßvegetationsverss. mit Weizen, Roggen, Gerste, Hafer, Rüben, Ackerbohnen, Sojabohnen u. Zuckerrüben auf verschiedenen Gemischen natürlicher Böden wurde der Einfluß des krystallisierten Follikelhormons, das nicht völlig von Equilin u. Hippulin, wohl aber von Auxin befreit worden war, auf das Wachstum untersucht. Das Hormon wurde sowohl als freies Phenol, wie auch als Na-Phenolat in Mengen von je 500 u. 1000 M.-E. in die Gefäße von etwa 15 kg Erde verabreicht. In abnehmendem Maße wurden bei Sommerweizen, Sommerroggen u. Sommergerste fehlerkrit. gesicherte Ertragssteigerungen im Korn- u. Strohertrag erhalten, wobei durchweg die Na-Verbb. den freien Phenolen in ihrer Wrkg. überlegen waren. Bei Hafer wurden, ebenso wie bei früheren Wasserkulturverss., keine positiven Ergebnisse erhalten. Bei Sommerrüben wurden nur im Strohertrag geringe Ertragssteigerungen festgestellt; der Blütenansatz war bei den behandelten Pflanzen besser als bei den Kontrollen, die um drei Tage später blühten. Bei den Ackerbohnen wurden die Kornerträge sehr beträchtlich erhöht, u. zwar wirkten hier die phenol. Hormone besser als die Na-Salze. 500 M.-E. bewirkten eine Steigerung um 24%, 1000 M.-E. um 39%. Bei Sojabohnen war das Ergebnis nicht deutlich positiv. Bei den Zuckerrüben ließ sich mit 1000 M.-E. als Na-Salz ein Mehrertrag von 14% an Rüben feststellen. Allgemein zeigte sich, daß die während der Entw. beobachtete, teilweise sehr starke Förderung des Jugendwachstums der Auswrkg. auf die Erträge nicht parallel geht. (Biochem. Z. 281. 314—28. 2/11. 1935. München, Techn. Hochschule, Agrikulturchem. Inst. Weihenstephan.) WESTPHAL.

Richard Harder und **Inge Störmer**, *Follikelhormon und Blühtermin der Hyacinthen.* (Vgl. C. 1935. I. 737.) Es ergab sich, daß durch Gaben von techn. Progynon die Blattlänge u. Blütenstandshöhe der Hyacinthe „King of the blues“ etwas gefördert wurde. Eine Vermehrung der aus den Zwiebeln hervorgehenden Blütenstände unter der Wrkg. des Hormons konnte nicht beobachtet werden. Um eine Klärung der unterschiedlichen Befunde von SCHOELLER u. GOEBEL u. den Vff. über die Einw. des Follikelhormons auf den Blühtermin der Hyacinthen zu erhalten, wurde alle event. ins Gewicht fallenden Faktoren (Entw.-Zustand der Zwiebeln, Anzuchttemp., Zus. des W., Verwendung von Sandkulturen, Verss. mit der gleichen Sorte) genau berücksichtigt; es wurde jedoch in keinem Falle eine deutliche Förderung des Blühtermins festgestellt. (Biochem. Z. 280. 126—36. 1935. Göttingen, Botan. Anstalten d. Univ.) WESTPH.

S. B. D. Aberle, *Größe der Brustdrüsen von normalen Rhesusaffen und solchen, die mit Injektionen von Theelin, Corpus luteum- und Hypophysenvorderlappenextrakt behandelt waren.* Gegenüber 9 Kontrolltieren bewirkte die Injektion von den genannten Hormonen an je 2 bzw. 3 weibliche Affen keine deutliche Größenzunahme der Mammæ. Das Epithel der Brustwarzen war bei allen injizierten Tieren dicker. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 32. 247—49. 1934. Washington, CARNEGIE Institution.) WESTPHAL.

S. R. Halpern und **F. E. D'Amour**, *Wirkung des Östrins auf Gonaden, Brustdrüsen und Hypophyse bei der Ratte.* Erwachsene n. Männchen u. Weibchen u. kastrierte Weibchen wurden 3 Wochen lang mit 5 R.-E. Östrin täglich u. anschließend mit 20 R.-E. täglich behandelt. Das Gewicht der Testes u. der Ovarien nahm beträchtlich (bis auf 65—25% des Wertes der Kontrolltiere) ab. Die Hypophyse nahm um 100—200% im Gewicht zu. Die Brustdrüsen zeigten starke Entw. u. sezernierten. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. 32. 108—10. 1934. Colorado, Univ., School of Medicine, Deptm. of Anatomy, u. Denver, Univ., Research Lab.) WESTPHAL.

Warren O. Nelson und **Milton D. Overholser**, *Wirkung von Östrininjektionen auf den experimentellen Pankreasdiabetes beim Affen.* 2 Vers.-Tiere (jugendliche weibliche Affen) erhielten vor u. nach Entfernung des Pankreas täglich 100 R.-E. Östrin. Es zeigte sich keine merkliche Glykosurie, die jedoch beim Aussetzen der Östrin-

injektionen sofort auftrat. Eine infolge Pankreasektomie ohne Östrinbehandlung ausgebildete Glykosurie verschwand nach Injektion von Östrin. Zuführung von Hypophysenextrakt bewirkte Zunahme des Zuckers im Harn, ebenso wie bei n. Tieren. Vff. nehmen an, daß das Östrin die diabetiserzeugende Wrkg. des Hypophysenvorderlappens unterdrückt. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. **32**. 150—51. 1934. Missouri, Univ., Departm. of Anatomy.) WESTPHAL.

Fred E. D'Amour, Charlotte Dumont und R. G. Gustavson, Keine Antihormone gegen Östrin. Um festzustellen, ob nach längerer Zufuhr von Östrin im Tierorganismus Antihormone gebildet werden (COLLIP), wurden n. erwachsene weibliche u. männliche, sowie kastrierte weibliche Ratten mit Östrin behandelt u. ihr Serum anderen Ratten zusammen mit Östrin verabreicht. Es zeigte sich keinerlei Wrkg. dieses Serums auf die ALLEN-DOISY-Rk. gegenüber Kontrollen, die ohne u. mit Zusatz von n. Serum mit Östrin behandelt wurden. (Proc. Soc. exp. Biol. Med. **32**. 192—94. 1934. Denver, Univ., Research Lab.) WESTPHAL.

Edward Tolstoi, Über den Zusammenhang zwischen der Glucose des Blutes und der Konzentration der Lactose in der Milch bei lactierenden diabetischen Frauen. Trotz starker Erhöhungen (Glucosezufuhr) oder Verminderungen (Insulin) des Blutzuckergeh. blieb die Konz. der Brustmilch an Lactose jeweils ziemlich konstant. (J. clin. Invest. **14**. 863—66. Nov. 1935. New York, Cornell Univ., Dep. Med.) SCHWAIBOLD.

H. Scheuring, Über den Calciumstoffwechsel in der ersten Phase der Blutgerinnung. I. Die Wirkung der Oxalate in der zweiten Blutgerinnungsphase. Thrombin ist eine kolloidale Ca-Verb. Während der Thrombinbildg. im Serum tritt eine Kalkverschiebung vom Ionenzustand in den kolloidalen Zustand ein. (Biochem. Z. **277**. 437—47. 8/5. 1935. Lwow, Polen, Univ., Pharmakolog. Inst.) BOMSKOV.

H. Scheuring, Über den Calciumstoffwechsel in der ersten Phase der Blutgerinnung. II. Mitt. Die Calciumverschiebung bei der Thrombinbildung. Unterss. über die Vorgänge bei der Blutgerinnung, insbesondere über die Verschiebung des Calciums vom ionisierten Zustand in den komplexen. (Biochem. Z. **279**. 436—47. 12/9. 1935. Lwow, Pharmakolog. Inst.) BOMSKOV.

John Runnström, Über den Einfluß von Pyocyanin auf die Atmung des Seeigelleies. Zugabe von Pyocyanin (0,006—0,015%) zu einer Suspension von Seeigelleiern bewirkte eine Erhöhung der Atmung, die prozentual bei unbefruchteten Eiern größer war als bei befruchteten, während die absoluten Werte des Sauerstoffverbrauchs bei Ggw. von Pyocyanin nach der Befruchtung höher liegen als vorher. Zusatz von HCN in Ggw. von Pyocyanin verstärkt bei unbefruchteten Eiern die Atmung, während sie bei befruchteten dadurch immer vermindert wird. Die durch Pyocyanin hervorgerufene Oxydationssteigerung ist etwas höher als die mit Methylenblau bewirkte. Die durch HCN oder anaerobe Bedingungen verursachte Unterbrechung der Zellteilung läßt sich durch Pyocyanin nicht aufheben. Es wird der allgemeine Schluß gezogen, daß weder das eisenhaltige Enzym noch das Dehydrase-substrat-system begrenzende Faktoren für das Oxydationsmaß bei unbefruchteten oder kurzlich befruchteten Eiern sind. (Biol. Bull. **68**. 327—34. April 1935. New York, Lab. of the ROCKEFELLER Inst. for Medical Research, and Woods Hole, Mass., Marine Biolog. Lab.) WESTPHAL.

H. C. Sherman und H. L. Campbell, Die Wirkungen einer Erhöhung des Calciumgehalts einer Nahrung, in der Calcium einen der begrenzenden Faktoren darstellt. (Vgl. C. **1931**. II. 3625.) Mit einem Futtermisch (5/100 ganzer Weizen, 1/100 Trockenvollmisch, NaCl), das über 77 Generationen von Ratten seine Vollständigkeit erwiesen hatte, wurden Verss. durchgeführt, indem durch Zusatz von CaCO₃ der Ca-Geh. von 0,2 auf 0,35% erhöht wurde. Diese Erhöhung bewirkte eine Verbesserung der Ausnutzung der Nahrung, ferner besseres Wachstum, frühere Reife, gesteigerte Vitalität, längere Lebensdauer u. a. Die für optimalen Ablauf der Lebensvorgänge erforderlichen Ca-Mengen sind demnach beträchtlich höher als für n. Wachstum. (J. Nutrit. **10**. 363—71. 10/10. 1935. New York, Columbia Univ., Dep. Chem.) SCHWAIBOLD.

Constantin Lauresco, Über die Ausnutzung der Proteine bei der Verdauung und der Proteingehalt der Nahrung. Eingehende Fütterungsverss. an Ratten mit zwei Proteinarten (Sojamehl, Fleischmehl). Bei wachsendem Proteingeh. der Nahrung nähern sich die bei geringem Proteingeh. sehr fernliegenden scheinbaren u. realen Ausnutzungskoeff. immer mehr. Bis zu einem Geh. von etwa 20% Protein in der Nahrung steigt der Ausnutzungskoeff. merklich, dann sinkt er etwas, um weiterhin konstant zu bleiben (bei Fleischprotein optimal 92, durch höheren Proteingeh. — 30% — auf 82% sinkend). Der reelle Ausnutzungskoeff. ist demnach nicht als absol. Wert anzugeben,

sondern als Funktion des Proteingeh. einer Nahrung. (Arch. int. Physiol. 42. 145—58. Nov. 1935. Strasbourg, Fac. Sciences, Inst. Physiol.) SCHWAIBOLD.

Constantin Lauresco, *Über den Einfluß des Kochens auf die Verdaulichkeit der proteinartigen Nahrungsstoffe*. Verss. mit verschiedenen Cerealien u. Heu an Ratte, Kaninchen, Schwein u. Hammel. Erhitzen während 45 Min. auf 130° ändert die scheinbare Verdaulichkeit von Weizen u. Roggen nicht, jedoch wird sie bei Hafer verbessert. Das Erhitzen von Heu bewirkt eine Verminderung der Verdaulichkeit der Proteine (Hammel, Kaninchen), wahrscheinlich infolge der Vernichtung von Bakterien, die die Verdauung (auch celluloseartiger Stoffe) im Darm fördern. (Arch. int. Physiol. 42. 159—68. Nov. 1935.) SCHWAIBOLD.

Eugene Becker, *Ist Linolsäure bei der Ernährung der Ratte unentbehrlich?* Bei Mangel an Linolsäure traten bei den Vers.-Tieren deutliche Zeichen einer Mangelkrankheit auf. Linolsäure wirkt hierbei wie ein Vitamin. Die Wachstumskurven gehen dem Grade des Zusatzes von Linolsäure parallel. Die Säure wurde in Form von Walnußöl gegeben (Kontrollverss. mit Walnußöl nach Zerstörung der ungesätt. Säuren durch Keimung). Die Natur des wirksamen Linolsäureisomeren wurde noch nicht festgestellt. Die Ergebnisse mit reiner Linolsäure stimmen nicht immer mit denen des Naturprod. überein. (Z. Vitaminforsch. 4. 241—49. Okt. 1935. Berkeley, Univ., Inst. Exp. Biology.) SCHWAIBOLD.

C. Massatsch und H. Studel, *Über die Verwertbarkeit gehärteter Fette im menschlichen Stoffwechsel*. Durch einen Stoffwechselfers. wurde festgestellt, daß sich die Ausnutzung von gehärtetem Fett nicht von derjenigen natürlichen Fettens unterscheidet: A.-Extrakt des Kotes in beiden Fällen gleich groß, ebenso die Mengen der Seifen u. der freien Fettsäuren. Auch die N-Ausscheidung im Harn war unbeeinflusst. (Dtsch. med. Wschr. 61. 1918—19. 29/11. 1935. Berlin, Univ., Physiol.-chem. Inst.) SCHWAIBOLD.

L. N. Ellis und O. A. Bessey, *Über die Wirkung der Nahrung auf die Hämoglobinkonzentration des Blutes*. Fütterungsverss. mit 5 verschiedenen Futtergemischen, deren Zus. angegeben wird. Bis zum Alter von einem Monat stieg die Konz. entsprechend dem Fe-Geh. der Nahrung (Maximum 12,6 g-%). Nach einem Jahr waren 2 verschiedene Konz. unabhängig vom Fe-Geh. der Nahrung zu unterscheiden, bei 3 Futtergemischen 15,3 g-% Hämoglobin bei männlichen u. 14,4 bei weiblichen Tieren, bei den 2 übrigen Futtergemischen 15,7 g-% Hämoglobin bei den weiblichen Tieren. (Amer. J. Physiol. 113. 582—85. 1/11. 1935. Columbia Univ., Dep. Chem.) SCHWAIBOLD.

K. Voit und Hans Friedrich, *Über das Auftreten von Ameisensäure im Harn bei der Apfeldiät*. Nach Apfeldiät (Aplona) wurde im Harn ein deutlicher Anstieg der Ameisensäure festgestellt (Oxydation des in den Pektinen enthaltenen Methylalkohols im Organismus). Die in den Äpfeln enthaltene Pektinsäure erfährt demnach im Darmkanal eine Aufspaltung, wobei dann wenigstens einer ihrer Bausteine, der Methylalkohol, resorbiert wird. (Klin. Wschr. 14. 1792—93. 14/12. 1935. München, Univ., I. Med. Klinik.) SCHWAIBOLD.

* **Harry Willstaedt**, *Die Vitamine. Jetziger Stand ihrer Chemie und Biochemie*. (Vgl. C. 1935. II. 2692.) Zusammenfassender Bericht: Vitamin C (Chemie, biol. Tests: histochem. Methoden, Capillarresistenzprobe; chem. Tests: Dichlorphenoldiphäenol, Methylenblaumethode, andere Methoden, spektrophotometr. Methode. (Klin. Wschr. 14. 1665—68. 23/11. 1935.) SCHWAIBOLD.

Harry Willstaedt, *Die Vitamine. Jetziger Stand ihrer Chemie und Biochemie*. (Vgl. vorst. Ref.) Vitamin C (Anwendungen der Best.-Methoden in der prakt. Medizin, Übervitalinisierung, Wirkungsweise, therapeut. Anwendung, C-Bedarf des Menschen). Vitamin I. (Klin. Wschr. 14. 1705—09. 30/11. 1935. Uppsala.) SCHWAIBOLD.

E. M. Nelson, *Internationale Vitaminstandards*. Angaben für die Vitamine A, B₁, C u. D. (J. Ass. off. agric. Chemists 18. 610—11. 15/11. 1935. Washington, U. S. Bur. Chem. and Soils.) SCHWAIBOLD.

Grace M. Devaney und Lydia K. Putney, *Der Vitamin-A- und D-Gehalt von konserviertem Lachs*. Bei 4 verschiedenen Lachsarten wurden 0,25—0,3 bzw. 1 bzw. 2,5 bis 4,0 bzw. 4—8 internationale Einheiten Vitamin A pro g festgestellt (Rattenverss.). Hinsichtlich des Geh. an Vitamin D wurden 1,9—2,6 bzw. 6,2—7,6 bzw. 8,0 bzw. 2,1 bis 3,9 Einheiten festgestellt. (J. Home Econ. 27. 658—62. Dez. 1935. Washington, U. S. Dep. Agric.) SCHWAIBOLD.

W. Neuweiler, *Der Vitamin-A- und Carotingehalt der Frauenmilch*. (Vgl. C. 1935. I. 2207.) Unters. zahlreicher Milchproben (Stufenphotometer, Vitamin A: Blaufärbung mit SbCl₃, Carotin: Gelbfärbung des Extraktes). Der A-Geh. schwankte zwischen

25 u. 300 Ratteneinheiten in 100 ccm. Colostrum ist vitaminreicher. Der A-Geh. erwies sich als unabhängig vom Alter, der Geburtzahl u. der täglichen Milchmenge. Er wird durch 48-std. Stehenlassen der Milch nicht wesentlich verändert. Die A-Konz. steigt während des Tages um etwa 100%. Sie ist vor dem Stillen niedriger als nachher. Durch hohe Dosen von A u. Carotin kann der A-Geh. erheblich gesteigert werden. Der Carotingeh. bewegt sich zwischen 0,005 u. 0,4 mg-%. Carotin findet sich hauptsächlich im Colostrum u. der Frühmilch, in reifer Milch häufig nur in Spuren. (Z. Vitaminforschg. 4. 259—71. Okt. 1935. Bern, Univ., Frauenklinik.) SCHWAIBOLD.

H. R. Guilbert und G. H. Hart, *Über den Mindestbedarf an Vitamin A mit besonderer Berücksichtigung des Rindes.* (Vgl. C. 1934. II. 1799.) Die gesamte Speicherung von Carotin u. Vitamin A in Leber u. Körperfett von Kühen (2—18 Jahre) war 0,6—0,7 g bei jüngeren, bis 3,6 g bei älteren Tieren. Davon fanden sich 67—93% in der Leber, in dieser vorwiegend als Vitamin A, im Körperfett als Carotin. Ein Vergleich zwischen den gesamten gespeicherten Mengen u. der Zeitdauer bis zur Verarmung durch carotinfreies Futter ergab einen täglichen Verbrauch von 9 bis 11 γ pro kg Lebendgewicht. Ein Tier ohne Carotinreserven speicherte während 13 Tagen 400 mg Carotin bei Zufuhr von 240 kg Alfalfa, das etwa 15 g Carotin enthält. Durch subcutane Zufuhr von Carotin verschwanden Augenschädigungen, die durch A-Mangel verursacht waren, die Gewichtszunahme kam aber nicht in Gang. Nachtblindheit scheint die erste feststellbare Erscheinung von A-Mangel zu sein. Der tägliche Mindestbedarf an Carotin beträgt 26—33 γ pro kg Körpergewicht (Heilung von Mangelerscheinungen, jedoch keine Speicherung). Durch Vergleich mit dem Mindestbedarf anderer Tierarten wird geschlossen, daß jener mit dem Körpergewicht zusammenhängt u. bei Säugetieren 20 bis 30 γ Vitamin A oder Carotin pro Tag u. kg beträgt. Hühner benötigen jedoch beträchtlich mehr. (J. Nutrit. 10. 409—27. 10/10. 1935. Davis, Univ., Coll. Agric.) SCHWAIBOLD.

E. Schneider und E. Widmann, *Die hepatohormonale Steuerung des Vitamin-A-Umsatzes und die Ätiologie der Ostitis deformans Paget.* (Vgl. C. 1934. II. 3521.) An Hand von Verss. an Meerschweinchen werden die Bedingungen der hormonalen Steuerung des Carotin- u. Vitamin-A-Umsatzes aufgezeigt (Steuerung durch das Schilddrüsenhormon; die Vitamin-A-Therapie ist eine Leberschutztherapie). Unterss. an einer Anzahl von Kranken (Serumwerte: Carotin, Vitamin A, Vitamin C, Ca, P) lassen bei *Ostitis deformans* PAGET eine Störung im Vitamin-A-Umsatz erkennen, die ursächlich für die Entstehung verantwortlich zu machen ist. (Klin. Wschr. 14. 1786—90. 14/12. 1935. Freiburg, Univ., Chirurg. Klinik.) SCHWAIBOLD.

Harry Willstaedt, *Zum Nachweis des Vitamins A nach Rosenthal-Erdélyi.* Eine Unters. verschiedener entsprechender Prodd. ergab, daß die Rk. nach ROSENTHAL u. ERDÉLYI (Zusatz von Guajacol u. Erwärmung) hinsichtlich ihrer Spezifität keine Vorteile gegenüber der CARR-PRICE-Rk. aufweist. Die Carotinoide werden zwar von ersterer nicht erfaßt, dafür ist mit Störungen durch die in biol. Material fast immer vorkommenden Sterine zu rechnen. (Z. Vitaminforschg. 4. 272—76. Okt. 1935. Uppsala, Univ., Medizin.-chem. Inst.) SCHWAIBOLD.

A. Scheunert und M. Schieblich, *Über den Vitamingehalt des Bieres.* In n. hergestelltem Bier fand sich nur die B-Gruppe; der Geh. daran ist nur gering, bei einem dunklen Bier mit hohem Extraktgeh. etwa 3 internationale Einheiten B₁ in 100 ccm u. etwa 7,4 biol. Einheiten B₂. Es wird angenommen, daß bei der Bierherst. die Vitamine durch die Hefe gespeichert u. so aus dem Bier entfernt werden. Bei nachträglichem Zusatz von B₁- u. B₂-haltigen Extrakten bleiben diese Faktoren bei der Aufbewahrung des Bieres unverändert erhalten. (Z. Vitaminforschg. 4. 294—99. Okt. 1935. Leipzig, Univ., Vet.-physiol. Inst.) SCHWAIBOLD.

Hartley Roehm, *Über den Vitamin-B- und G-Gehalt von in Arizona gezogenen Grapefrucht und Spargelkohl.* Das Fleisch der Grapefrucht zeigte sich als arm an B, aber als gute G-Quelle; jedoch enthält die Schale 2,5-mal mehr G als das Fleisch. Spargelkohl ist als eine der besten G-Quellen unter den Gemüsepflanzen anzusehen, sein B-Geh. liegt jedoch nicht über dem Durchschnitt der Blattgemüse. Rattenverss. (J. Home Econ. 27. 663—66. Dez. 1935. Arizona, Univ.) SCHWAIBOLD.

Jun Kimura, *Hohe Blutkörperchenzahl bei Lactierenden als ein frühes Zeichen für B-Avitaminose.* 59. Mitt. über die Peroxydasereaktion. Die Unterss. ergaben, daß „gesunde“ Mütter mit einer Milch, die eine ARAKAWA-Rk. von mittlerer Stärke ergibt, sich entweder im Zustand der B-Avitaminose, oder auf der Schwelle zu diesem sich befinden, wie auch aus der Blutkörperchenzählung hervorging. (Tohoku J. exp.

Med. 27. 360—73. 31/10. 1935. Sendai, Tohoku Imp. Univ., Fac. Med. [Orig.: engl.] SCHWAIBOLD.

Egon Kodicek und Jiri Joachim, *Ein experimenteller Beitrag zur B-Avitaminose der Ratte*. Bei Tieren mit B-Avitaminose wurde keine Erhöhung der Glykämie beobachtet, auch keine Erhöhung der Cholesterinwerte. Die Erythrocytenzahl war erniedrigt. Es wird darauf hingewiesen, daß Hyperglykämie nur bei Tauben gefunden wurde (Erhöhung reduzierender Nichtzucker?). (Z. Vitaminforschg. 4. 250—55. Okt. 1935. Prag, Karlsuniv., II. Tschech. medizin. Klinik.) SCHWAIBOLD.

Martin G. Vorhaus, Robert R. Willams und Robert E. Waterman, *Untersuchungen über kristallisierte Vitamin B₁. Experimentelle und klinische Beobachtungen*. Auf Grund von B₁-Therapie bei verschiedenartigen Kranken u. von anderen Beobachtungen erscheint B₁ als häufiger Mangelfaktor bei der Ernährung des Menschen, u. zwar meist in Form einer nicht voll entwickelten Avitaminose, die meist nicht erkannt wird. Besondere Erfolge wurden bei Neuritis, gastrointestinaler Hypotonie u. Anorexie erzielt. Zur Behandlung wird reines Vitamin B₁ empfohlen. (J. Amer. med. Ass. 105. 1580—83. 16/11. 1935. New York.) SCHWAIBOLD.

H. Neumann, *Erfahrungen mit Betaxin (Vitamin B₁-Präparat) in der Neurologie*. Es werden verschiedene Fälle angeführt (Postdiphther. Lähmungen, Polyneuritis alcoholica, Tabes dorsalis u. a.), bei denen subcutane Zufuhr von Betaxin gute Wrkgg. zeigte, weshalb seine Anwendung bei allen in ihrer Ätiologie noch ungeklärten Nervenkrankheiten (spinale Muskelatrophie u. a.) empfohlen wird. (Munch. med. Wschr. 82. 1959—60. 6/12. 1935. Breslau, Hancke-Krankenhaus.) SCHWAIBOLD.

F. Plant und M. Bülow, *Untersuchungen über den Einfluß von Narkotica auf den C-Vitamingehalt des Liquor cerebrospinalis und des Gehirns*. (Vgl. C. 1935. II. 2691.) Beobachtungen am Menschen (unter anderem 3-tägiger Dauerschlaf) u. Unterss. an Kaninchen (Morphium) ergaben, daß Narkotica nicht zu den Faktoren gehören, die den C-Geh. des Liquors u. des Gehirns beeinflussen. (Klin. Wschr. 14. 1716—17. 30/11. 1935. München, Dtsch. Forschungsanst. f. Psychiatrie.) SCHWAIBOLD.

James F. Rinehart, *Untersuchungen über den Zusammenhang von Vitamin-C-Mangel und rheumatischem Fieber und rheumatoider Arthritis: experimentelle, klinische und allgemeine Betrachtungen. I. Rheumatisches Fieber*. Verss. an Meerschweinchen mit histolog. Unterss., sowie klin. u. epidemiolog. Beobachtungen erbrachten eine Bestätigung der Annahme, daß rheumat. Fieber durch den gemeinsamen Einfluß von C-Mangel u. Infektion verursacht wird. (Ann. internal Med. 9. 586—99. Nov. 1935. San Francisco.) SCHWAIBOLD.

W. Neuweiler, *Über den Bedarf an Vitamin C während Gravidität und Lactation*. (Vgl. C. 1935. I. 2207.) Durch entsprechende Unters. der Ausscheidungen wurde nachgewiesen, daß während der Schwangerschaft der C-Bedarf größer ist (Sinken der ausgeschiedenen Mengen) als im n. Zustand. Während der Lactation ist der Bedarf noch größer. Die Notwendigkeit einer entsprechenden zusätzlichen C-Versorgung der Schwangeren u. Stillenden (evtl. mit Redoxon „Roche“) wird hervorgehoben. (Klin. Wschr. 14. 1793—94. 14/12. 1935. Bern, Univ., Frauenklinik.) SCHWAIBOLD.

Fritz Anstett, *Therapeutische Erfahrungen mit Vitamin C (l-Ascorbinsäure) bei Skorbut und bei essentieller Thrombopenie (Morbus maculosus Werlhofii)*. Ein Kranker, bei dem es sich offenbar um Skorbut infolge länger dauerndem C-Unterangebot u. bakterielle C-Zerstörung im Magendarmkanal handelte, wurde durch C-Zufuhr (anfangs parenteral) geheilt. Kontrolle der C-Ausscheidung zur Feststellung des C-Bedürfnisses wurde durchgeführt. Bei Behandlung der essentiellen Thrombopenie kann C-Behandlung ohne Bedenken herangezogen werden, doch wird man nicht in jedem Falle damit allein auskommen, wie die vorliegenden Beispiele zeigen. (Z. ges. exp. Med. 97. 214—23. 8/11. 1935. München, Univ., II. Med. Klinik.) SCHWAIBOLD.

H. Engelkes, *Die Behandlung von hämorrhagischen Störungen mit Vitamin C*. In 3 Fällen (essentielle Thrombopenie, Purpura infectiosa, essentielle Hämaturie) folgte auf die Therapie mit Ascorbinsäure eine schnelle Besserung der Zustände ohne ungünstige Nebenwrkgg. (Lancet 229. 1285—87. 7/12. 1935. Groningen.) SCHWAIBOLD.

Eugen Becker, *Untersuchungen über den C-Vitamin- (Ascorbinsäure) Gehalt des Paprikapräparates „Vitapric“*. Auf Grund chem. u. biol. Unterss. enthält das Präparat etwa 20-mal so viel Vitamin C wie Citronen, u. zwar etwa 0,45%. Es wurde weiter die Beobachtung gemacht, daß reichliche Vitaminzufuhr die Widerstandsfähigkeit der Vers.-Tiere (Meerschweinchen) nicht nur gegenüber Skorbut, sondern auch gegenüber

anderen Krankheiten stark erhöht. (Z. Vitaminforschg. 4. 255—59. Okt. 1935. Budapest, Chem. Reichsanst.) SCHWAIBOLD.

W. A. Dewjatnin und W. M. Doroschenko, *Über die chemische Bestimmung von Vitamin C*. Da nachgewiesen wurde, daß die ursprüngliche Methode TILLMANS nicht spezif. ist u. die von verschiedenen Autoren angewandten Extraktionsverf. keine Sicherheit für die Erhaltung des Antiskorbut. Faktors gewähren, wurde eine abgeänderte Methode ausgearbeitet. Extraktion der Substanz mit 5%ig. Essigsäure im CO₂-Strom durch Kochen genau 10 Min. lang; nach Abkühlung unter CO₂ Auffüllung auf das ursprüngliche Vol. u. filtrieren durch doppelte Gazeschicht; 10 ccm werden mit 0,4 g CaCO₃ (schütteln) u. dann mit 5 ccm neutralem Pb-Acetat versetzt; filtrieren durch ein dichtes Filter; 10 ccm werden in einem Titriergläschen mit 5 ccm 80%ig. Essigsäure versetzt u. mit 2,6-Dichlorphenolindophenol unter Durchleiten von CO₂ titriert, bis schwache Rosafärbung auftritt; Abzug des Blindwertes (Farbstoff + Säure allein). Der mit dieser Methode ermittelte C-Geh. verschiedener Prodd. wird angegeben. Das Verf. beseitigt den Einfluß der meisten reduzierenden Fremdstoffe (außer Hydrochinon u. Pyrogallol). (Biochem. Z. 280. 118—25. 1935. Moskau, Inst. f. Kernbohnenkulturen.) SCHWAIBOLD.

W. Schoch, *Gesamtstoffwechselversuche an Ratten, unter besonderer Berücksichtigung des Einflusses von Vitamin D*. Fütterungsverss. mit einem rachitogenen, Ca-reichen u. P-armen Futtermischung mit u. ohne Zusätze von Vitamin D. Es konnte kein meßbarer Einfluß des Vitamins auf den energet. Stoffwechsel festgestellt werden; auch die Verdaulichkeit der Eiweißstoffe blieb unverändert. Die Differenzen der in Hungerverss. u. in Ernährungsverss. an rachit. u. nicht rachit. Tieren gewonnenen Resultate liegen durchwegs innerhalb der Vers.-Fehler. Eingehende Vers., Ausführungen u. Berechnungen über den Produktionswert eines Futters, seinen physiol. Nutzwert u. a. (Biedermanns Zbl. Agrik.-Chem. ration. Landwirtschaftsbetr. Äbt. B. Tierernährg. 7. 382—443. Okt. 1935. Zürich, Techn. Hochsch., Inst. f. Haustierernährg.) SCHWAIB.

E. Gierhake, *Das Fruchtbarkeitsvitamin E und seine therapeutische Bedeutung für die Gynäkologie*. In Verss. an Ratten wurde beobachtet, daß der Hypophysenvorderlappen E-frei ernährter Ratten, ähnlich wie Kastratenhypophyse, merklich vergrößerte basophile Zellen zeigt, die alle Übergänge zu den sog. Kastrationszellen erkennen lassen. Nach E-Zulagen tritt wieder ein n. Zustand des Organs ein. Aus Weizenkeimen wurde ein Konzentrat hergestellt, von dem wenige mg genügen, um diätet. unfruchtbar gemachte Rattenweibchen wieder n. fruchtbar zu machen. Die therapeut. Bedeutung des Vitamin E wird besprochen. (Dtsch. med. Wschr. 61. 1674—76. 18/10. 1935. Göttingen, Univ., Frauenklinik.) SCHWAIBOLD.

H. Borsook und G. L. Keighley, *Der „fortdauernde“ Stickstoffstoffwechsel bei Tieren*. (Vgl. C. 1933. II. 885.) Unter diesem Vorgang wird der Abbau desjenigen N verstanden, der schon in Geweben vorhanden ist. Es wurde festgestellt, daß >50% des im Harn ausgeschiedenen N aus dieser Art von Stoffwechsel herrührt. Er ist eine Funktion der vorausgegangenen Ernährungsart. Auf Grund thermodynam. Befunde gehen im Organismus ausgedehnte synthet. Prozesse (mit Aminosäuren) vor sich. Ammoniak kann beim Menschen als Vorläufer von Harnsäure wirken. (Proc. Roy. Soc., London. Ser. B. 118. 488—521. 1/11. 1935. Pasadena, Inst. Technology.) SCHWAIBOLD.

Chiao Tsai, *Kohlehydratstoffwechsel der Leber*. 1. *Glykogen und andere Kohlenhydrate bei dekapierten Katzen*. (Chin. J. Physiol. 7. 215—27. 1933. Shanghai, Lester Inst. Med. Res.) BOMSKOV.

Henry W. Newman und Windsor C. Cutting, *Über die den Umsatz von Äthylalkohol beschleunigende Wirkung von Dinitrophenol und Insulin*. Durch Dinitrophenol wird der A.-Umsatz durch tier. Gewebe in vitro beschleunigt, ebenso durch Insulin u. insulinfreien Pankreasextrakt in vitro in Abwesenheit von Gewebe. Durch Dinitrophenol wird der A.-Umsatz beim Menschen nicht merklich beschleunigt. Durch Insulin u. insulinfreien Pankreasextrakt wird der A.-Umsatz beim Menschen etwa 50% beschleunigt. Der wirksame Faktor scheint demnach nicht das Insulin selbst zu sein. Eine dahingehende Unters. ist im Gange. (J. clin. Invest. 14. 945—48. Nov. 1935. San Francisco, STANFORD Univ., Dep. Med.) SCHWAIBOLD.

H. Dam und Ulrik Starup, *Über das Schicksal der Pflanzensterine im Tierorganismus*. II. (I. vgl. C. 1935. I. 2698.) Intravenös injiziertes Pflanzensterin wird sowohl beim Hunde, wie bei der Ratte (Bilanzvers.) mit dem Kot ausgeschieden. (Biochem. Z. 278. 342—44. 9/6. 1935. Kopenhagen, Univ. Biochem. u. Med.-physiol. Inst.) MAHN.

Rudolf Schoenheimer, Henrik Dam und Klemens von Gottberg, *Die Absorbierbarkeit des Allocholesterins*. Verss. an Mäusen, Hühnern u. Hunden ergeben, daß höchstens Spuren der Substanz resorbiert werden, im Gegensatz zu Cholesterin. (J. biol. Chemistry 110. 667—71. Aug. 1935. Freiburg, Path. Inst. u. New York, Dept. Biol. Chem.) BOMSKOV.

Adolf Wenusch, *Nicotin wird von frischer Leber nicht verändert. Nicotin wird nicht von frischer Schweinsleber angegriffen*. (Biochem. Z. 278. 349—50. 9/6. 1935. Wien, Chem. Lab. österreich. Tabakregie.) MAHN.

Leon Asher, *Physiologie der inneren Sekretion*. Leipzig, Wien: Deuticke 1936. (XII, 395 S.) 4^o. M. 20.—; Lw. M. 23.—.

Leslie J. Harris, *Vitamins in theory and practice*. London: Cambridge U. P. 1935. (259 S.) 8 s.
Guido Mellì, *Il metabolismo minerale in rapporto alla funzione paratiroidea*. Roma: L. Pozzi 1935. ([IV], 132 S.) 8^o. L. 18.

Medical Research Council, *Special reports*. 202, *Reports on biological standards*, 4: *The Standardisation and estimation of vitamin A*. London: Allen & U. 1936. 1 s.

E₆. Pharmakologie. Toxikologie. Hygiene.

A. Ucke, *Über das Schicksal des Thoriums im Körper des Warmblüters bei intravenöser Verabfolgung von Thorotrast*. (Beitr. pathol. Anat. allg. Pathol. 96. 228—32. 1935. Tartu, Univ., Patholog. Inst.) BOMSKOV.

Ernst B. Salén, *Die „Chloramin“allergie*. Ausführlicher Bericht über einen Fall von Chloraminallergie, der infolge der immer zunehmenden Verwendung der Substanz als Desinfektionsmittel interessiert. (Acta med. scand. 86. 486—504. 21/11. 1935. Stockholm, Krankenhaus Sabbatsberg.) BOMSKOV.

Leonard H. Biskind, *Die therapeutische Verabreichung von Phenylmercurisalzen*. Eingehende Beschreibung der Wrkg. des Medikamentes bei einer Reihe von klin. behandelten Erkrankungen. (Lancet 229. 1049—52. Nov. 1935. Cleveland, Ohio, Mount Sinai Hosp.) BOMSKOV.

J. C. Lyth, *Heutige Anwendungen von „gestrigen“ Arzneimitteln mit besonderer Berücksichtigung von Phenol und Natriumsulfat*. Mitteilung von Erfahrungen mit Phenol zur Verödung von Krampfadern u. als Magensedativum bei Erbrechen, Gastritis usw. u. von Natriumsulfat in 10⁰/₁₀ig. Lsg. zur Behandlung von Wunden. Die hypertone Lsg. wirkt überraschend schmerzstillend u. ist auch entzündungswidrig, weil der mächtig angeregte Lymphstrom die etwa eingedrungenen Keime in die Oberfläche schwemmt. (Brit. med. J. 1935. II. 903—06. 9/11.) HARMS.

Otto Riesser und Lucy Karbe, *Über Calciummobilisierung durch Salze der Brenzcatechindisulfosäure*. Zufuhr von brenzcatechindisulfosaurem Na steigert den Ca-Geh. des Blutes von Kaninchen für mehrere Stdn. Der ultrafiltrable Teil steigt dabei stärker an als die gesamte Ca-Menge. Dieser Anstieg nimmt bei täglich wiederholter Zufuhr der gleichen Menge des Na-Salzes ab u. ist am 3. Tage bereits Null. Bei mehrtägiger Zufuhr des Ca-Salzes vermindert sich in der Regel ebenfalls die den Ca-Spiegel des Blutes erhöhende Wrkg. des in W. l. Ca-Salzes (*Selvadin*). Wahrscheinlich mobilisiert die Brenzcatechindisulfosäure einen kleinen Anteil des körpereigenen Ca, von dem ein Teil vorübergehend in den Organen aufgenommen wird. Nach mehrtägiger Gabe des Na- oder Ca-Salzes ist der Ca-Geh. in Herz u. Gehirn etwas angestiegen. (Naunyn-Schmiedebergs Arch. exp. Pathol. Pharmakol. 178. 455—60. 6/6. 1935. Breslau, Univ., Inst. Pharmakol. u. exper. Therapie.) MAHN.

D. M. Lyon und D. M. Dunlop, *Mandelsäure in der Behandlung der Infektionen der Harnwege*. Klin. Arbeit über Erfolge der Behandlung. (Brit. med. J. 1935. II. 1096—97. 7/12. Edinburgh, Royal Infirmary.) BOMSKOV.

H. Oberbach, *Erfahrungen mit Jodonascin*. Auf Grund der günstigen Ergebnisse bei einer großen Anzahl von Fällen wird Jodonascin bei frühzeitiger, energ. intravenöser Anwendung als Abortiv- u. Heilmittel bei unklaren fieberhaften Wochenbett-erkrankungen u. Puerperalsepsis zu weiteren lohnenden Verss. empfohlen. (Münch. med. Wschr. 82. 1960—61. 6/12. 1935. Köln-Mülheim, Dreikönigshospital.) SCHWAIBOLD.

S. I. Ordynski, *Zur Charakteristik von Digitalispräparaten*. Nichtbestehen einer strengen Proportionalität zwischen Digitoxingeh. u. der an Katzen gemessenen biol. Aktivität in Digitalisblättern. (Chem.-pharmaz. Ind. [russ.: Chimiko-pharmazewtitscheskaja Promyschlennost] 1935. Nr. 1. 49—54.) BERSIN.

John C. Krantz jr., C. Jelleff Carr und Ruth Musser, Eine Untersuchung der narkotisierenden Eigenschaften des Trichloräthylens. Trichloräthylen narkotisiert Ratten bei Inhalation, nicht aber bei rektaler Anwendung (heftige Reizung der Kolonschleimhaut). Durch 19 Tage bis 3 Wochen täglich wiederholte Inhalationsnarkose bewirkte bei der Ratte keine merkliche Beeinträchtigung des Wachstums u. keine erhebliche Schädigung wichtiger Organe. Beim Kaninchen während der Narkose leichte Hyperglykämie. Am peripher faradierten Nervus sciaticus vermag die Verb. die Atmungs- u. Blutdruckreflexe nicht zu blockieren. (J. Amer. pharmac. Ass. **24**. 754—56. Sept. 1935. Univ. Maryland.)
DEGNER.

C. Naunton Morgan, Öllösliche Betäubungsmittel in der Rektalchirurgie. (Brit. med. J. **1935**. II. 938—42. 16/11. St. Marks Hosp.)
BOMSKOV.

Q. Stewart, Rückenmarksanästhesie mit besonderer Berücksichtigung von Stovain. (J. tropical Med. Hyg. **38**. 81—84. 1/11. 1935.)
BOMSKOV.

Walther Hueber, Erfahrungen über die Periduralanästhesie mit Pantocain. Die Verwendung von *Pantocain* für die von DOGLIOTTI eingeführte peridurale, segmentäre Anästhesie ist gefahrlos. Die Anästhesiedauer ist wesentlich länger u. die Toxizität gegenüber dem *Novocain* bedeutend geringer. (Münch. med. Wschr. **82**. 2002—04. 13/12. 1935. München, Heilanstalt Josefinum.)
FRANK.

Frank E. Law und O. C. Williams, Avertin als Narkosemittel beim Zähneziehen. (Dental Cosmos **77**. 1118—21. Nov. 1935. Leavenworth [Kansas], U. S. Public Health Service.)
DEGNER.

Henri Vignes und Jean Chatain, Geburtshilfliche Analgesie durch Barbiturate. (Presse méd. **43**. 1748—51. 9/11. 1935.)
BOMSKOV.

Emil Adler, Erfahrungen mit Profundol. (Med. Klinik **31**. 1504. 15/11. 1935. PRIESZNITZsche Kuranstalten.)
BOMSKOV.

Rudolf Fleckseder, Über harntreibende Mittel und die Steigerung ihrer Leistungsfähigkeit. Zusammenfassende Besprechung der Diuretica. (Med. Klinik **31**. 1492—94. 15/11. 1935.)
BOMSKOV.

James Mark Prime, Weitere Ausdehnung der Verwendung von Howes ammoniakalisch Silbernitrat bei der Bekämpfung der Zahncaries. Die von HOWE (Dental Cosmos **59** [1917]. 891) eingeführte ammoniakal. AgNO₃-Lsg. bewährte sich bestens zum Nachweise beginnender u. als Mittel gegen Caries in vorgeschrittenen Stadien. Einzelheiten im Original. (Dental Cosmos **77**. 1046—59. Nov. 1935. Omaha, Nebr.)
DEGNER.

J. Verne und C. Sannié, Untersuchungen über die Wirkung von Metallchloriden auf Gewebekulturen in vitro. II. Leber-, Nieren- und Nervengewebe. (I. vgl. C. **1934**. II. 785.) Die Alkali- u. Erdalkalimetalle sind nicht oder wenig tox. sowohl für die Fibroblasten von Leber u. Niere oder die körnigen Zellen des Nervengewebes wie für die funktionellen Zellen dieser Organe. — Die Toxizität der Schwermetalle für dieselben Zellelemente ist sehr verschieden, aber im ganzen größer wie für die Fibroblasten von Hühnerherzembryonen. Die konjunktiven Zellen der untersuchten Organe sind meist gegen die tox. Wrkg. von Schwermetallen resistenter als die funktionellen. — Es werden variable Koeff. der spezif. u. funktionellen Toxizität eingeführt. (Bull. Soc. Chim. biol. **17**. 678—89. April 1935. Paris, Cytobiol. u. chem. Laboratorium des Krebsinstituts.)
SCHUCHARDT.

Benjamin Boshes, Mögliche Beziehungen der Bleivergiftung zu multipler Sklerose. (Arch. Neurol. Psychiatry **34**. 994—1000. Nov. 1935. Chicago.)
BOMSKOV.

Hans Heinz Brennecke, Über zwei Fälle von Thalliumvergiftung. Klin. Besprechung der Erscheinungen. (Med. Klinik **31**. 1494—95. 15/11. 1935. Halle a. S., Medizin. Klinik.)
BOMSKOV.

Groesbeck Walsh und Courtney S. Stickley, Arsphenaminvergiftung bei Negerfrauen. Beschreibung der Vergiftungserscheinungen der Häufigkeit usw. Im Durchschnitt führten Dosen von 0,45 g der Substanz die Arsendermatitis herbei. (Amer. J. Syphilis Neurol. **19**. 323—38. 1935. Employees Hosp.)
BOMSKOV.

D. Danielopolu, I. Marcou und Gingold, Die durch Benzol, Pyramidon und Dinätrophenol herbeigeführten Vergiftungen. Antagonistische Wirkung des Luminals. (Bull. Acad. Méd. **114** ([3] 99). 342—53. 29/10. 1935.)
BOMSKOV.

- Morris Fishbein, Handbook of therapy; 10 th ed. Chicago: Amer. Medical Ass'n. 1935. (765 S.) 8°. 2.00.
- L. Launoy, Notions de pharmacodynamie. I. Leçons sur la toxicité. Paris: J.-B. Baillière et Fils. 1935. (296 S.) 8°. 50 fr.
- Pietro Spica, La chimica dei metalloidi nella medicina, nella farmacia e nella tossicologia. 2ª ed. acc., riv. e corr. Padova: Messaggero 1936. (VII, 877 S.) 8°.

F. Pharmazie. Desinfektion.

E. G. Bryant, *Neue, in der Pharmazie gebrauchte Apparate*. Kurze Besprechung von Neuerungen in folgenden App.: Desintegratoren, Homogenisatoren, App. u. Geräte aus korrosionsbeständigen Legierungen u. Bakelit, Emulgatoren, Filtrierapp., besonders Bakterienfilter u. Cellophan. (Pharmac. J. 135 ([4] 81). 479—80. 9/11. 1935.)
DEGNER.

Karl Meyer, *Die Judenkirsche*. Botan. Beschreibung der Solanacee *Physalis Alkekengi* u. Übersicht über neuere phytochem. Arbeiten (Physaleinisolierung u. -synthese, Entdeckung des Kryptoxanthins usw.). (Pharmac. Ztg. 80. 1211—12. 20/11. 1935. Rostock, Univ.)
DEGNER.

L. Rosenthaler, *Über den Ölgehalt (Petrolätherextrakt) der Kotyledonen von Laurus nobilis L.* (Vgl. C. 1935. II. 3794.) Das Einzelgewicht von 100 Kotyledonen aus 50 Lorbeerfrüchten betrug 0,132—0,403, im Mittel 0,249 g, ihr Ölgeh. 0,026—0,110, im Mittel 0,058 g bzw. 17,44—34,98, im Mittel 23,32%. Der Ölgeh. je zweier Kotyledonen aus einer Frucht war in einigen Fällen gleich, der Unterschied kaum je > 2%. (Pharmac. Acta Helvetica 10. 135—37. 28/9. 1935. Bern.)
DEGNER.

John Rae, *Propylenglykolsäure*. Propylenglykolsäure aus 14 pflanzlichen Farbstoffen wurden auf ihre Farbe u. ihr Verh. gegen Einw. von Licht u. Zusätze von NH_3 -Fl., NaOH -Lsg. u. H_2SO_4 untersucht. Tabellen der Ergebnisse im Original. (Vgl. auch C. 1935. II. 1212.) (Pharmac. J. 135 ([4] 81). 539. 23/11. 1935. Clay & Abraham, Ltd.)
DEGNER.

L. M. van den Berg, *Das Verhalten einiger Harze gegenüber einigen Lösungsmitteln*. Verss. mit Kopal, Dammar, Mastix, Resina Guajaci, Jalapae, Pini u. Podophylli einer- u. mit A., A., Bzn., Bzl., Chlf., CCl_4 u. CS_2 andererseits (Einzelheiten, Tabellen im Original). Beim Lösen von Harzen sinkt die D. der Lösungsm., wenn sie > 1, steigt sie, wenn sie < 1 war. Die D.-Änderung ist nicht parallel der Menge des gel. Harzes, sondern abhängig von der Art der Stoffe. Es besteht kein geradliniges Verhältnis zwischen Löslichkeit u. Einfluß auf D. einer- u. Absorptionsvermögen der Harze gegenüber dem Lösungsm. andererseits. Die Festlegung der D. der Solutio Mastichis adhaesiva (Mastix 20 g, CCl_4 50 g, Leinol 20 Tropfen) ist ein geeignetes Kontrollmittel. Bzl., PAe., CCl_4 u. CS_2 können zur Trennung u. Reinigung der oben genannten Harze dienen. (Pharmac. Weekbl. 72. 1027—32. 7/9. 1935. Groningen, Apotheke d. Akadem. Krankenhauses.)
DEGNER.

G. Wallrabe, *Über Emulsionen, Emulgatoren und neue Salbengrundlagen*. Begriffserläuterungen. Übersicht über Zuss. u. Wirkungsweisen. (Pharmac. Ztg. 80. 1147 bis 1149. 2/11. 1935. Königsberg, Univ.)
DEGNER.

Robert Bushby, *Die emulgierenden Eigenschaften von Wachs und Borax*. Vom Zusatz einer alkal. Substanz, wie Borax, zu Hautcremes ist bei Ggw. eines Überschusses einer Säure, wie z. B. der 15% Cerotinsäure des Bienenwachses, eine Hautschädigung nicht zu befürchten. Wird Borax mit Wachs oder Stearinsäure neben W. u. fl. Paraffin in Creme verarbeitet, so bildet er vermutlich Na-Seife. Diese bewirkt eine Öl-in-W.-Emulsion. Bei Verwendung von 25% W. u. nicht > 1% Borax geht diese in eine W.-in-Öl-Emulsion über. Die Geschwindigkeit dieser Umwandlung ist dem Boraxgeh. umgekehrt proportional. (Pharmac. J. 135 ([4] 81). 345. 5/10. 1935.)
DEGNER.

Thomas Mc Lachlan, *Pharmazie der Zukunft*. II. III. Forts. von C. 1935. II. 3795.) (Pharmaceuticals and Cosmetics 1935. 107—08. 122—23; Beil. zu Ind. Chemist chem. Manufacturer.)
DEGNER.

Th. Sabalitschka, *Chemische und biologische Versuche und Betrachtungen zur Homöopathie*. Zusammenstellung von Beispielen für die biol. Wrkg. sehr kleiner u. für die umgekehrte Wrkg. größerer Stoffmengen als Beweis für die Richtigkeit der Grundsätze der Homöopathie. (Pharmac. Ztg. 80. 1092—95. 1108—11. 23/10. 1935.)
DEGNER.

Hermann Otto, *Vergleichende allopathische und homöopathische Gesichtspunkte bei der Verarbeitung von Arzneistoffen*. Übersicht über die verschiedenen Arzneiformen

der Allo- u. der Homöopathie u. ihre Bereitung nach dem D. A.-B. VI u. dem neuen Amtlichen Homöopath. A.-B. (Süddtsch. Apotheker-Ztg. 75. 886—88. 16/10. 1935.)

K. Brunner, *Unverträgliche Arzneimischungen*. Besprechung u. Erklärung einiger unverträglicher Arzneimischungen. (Pharmaz. Zentralhalle Deutschland 76. 685—92. 7/11. 1935. Leipzig.)

—, *Neue Heilmittel*. Nach Ausführungen von **Herbert Pfab** enthält *Pudankinderpuder* geringe Mengen Heilbuttlebertran mit folgenden Konstanten: SZ. 0,84; VZ. 182, JZ. 150; Unversciffbares 2,8%, D. 0,923, 50000 internationale Vitamin-A-u. 3000 internationale Vitamin-D-Einheiten je g. Als Pudergrundlage enthält er ein lockeres Tonerdehydratgel, das 200% seines Eigengewichtes an W. aufnehmen kann, ohne breiförmig zu werden. (Süddtsch. Apotheker-Ztg. 75. 820—21. 21/9. 1935.)

—, *Neue Arzneimittel und Spezialitäten*. *Akutinsalbe* (CHEM. FABR. DR. R. HEISLER, Chrast b. Chrudim bzw. R. BAYER, Berlin-Südende) enthält Argent. nucleinicum u. eine haltbare Kombination von Cocain u. Adrenalin. *Akutin stark* bei akuten Bindehautentzündungen, *Akutin schwach* bei abgeklungenen akut-entzündlichen Erscheinungen als Desinficiens vor Augapfeloperationen usw. — (S. 1198—99) *Antirheumaticum vegetabile Nattermann* (A. NATTERMANN u. CIE., Fabr. pharm. Präpp. Köln-Braunfeld): Fol. Urtic., Betul.; Follicul. Sennae; Flor. Stoech.; Fruct. Juniperi, Foeniculi, Coriandri, Carvi; Rad. Ononid., Magn. borocitric. Bei Myalgien, Myositiden usw. — *Antiscleroticum vegetabile Nattermann* (Herst. ders.): Follic. Sennae; Fol. Crataeg. oxyacanth., Herb. Nasturtii; Visc. alb., Exhaust. Fuc. vesicul. Bei Hypertension, Arteriosclerose usw. — *Etoscol* (E. TOSSE u. Co., FABR. CHEM.-MED. PRÄPP., Hamburg 22): Olige Suspension von Bi-Verbb. der Gallus-u. Salicylsäure. Bei sept. Prozessen 1 ccm intraglutäal. — *Eusorgel* (A. HARTMANN, CHEM. U. PHARM. ERZEUGNISSE, Düsseldorf-Oberkassel): Hochaktives u. voluminöses Spez. SiO₂-Gel mit 1/2% Argent. colloid. Bei Intoxikationen, Ruhr, Diarrhöen, Vaginal-u. Uteruskatarrhen usw. — *Eusorgetten* (Herst. ders.): Eusorgel, p-Aminobenzoesäureäthylester. p-Aminobenzoyldiäthylaminoäthanol, Extract. Chamomillae et Salviae. Wl. Pastillen gegen Angina, Laryngitis, peritonisilläre Abscesse, Gingivitis usw. — *Kamillästhin-Paste* u. *Kamillästhin-Wundkegel* (CHEM.-PHARM. A.-G., Bad Homburg) enthalten ein hinsichtlich seiner desinfizierenden u. anästhesierenden Eigg. verstärktes Kamillosan, bei der Paste in sl. u. leicht resorbierbarer Pastengrundmasse, bei den letzteren in bei Mundtemp. schm. Fettmasse. Nach allen Extraktionen, bei Mundoperationen usw., die Paste auch zur Anästhesie des Zahnfleisches vor Injektionen oder prothet. Maßnahmen. — *Mistelan* (GEORG A. REINECKE, FABR. PHARM. PRÄPP., Hannover): Hauptsächlich Viscum album, daneben Avena sativa, Crataegus, Equisetum in Vinum tonic. comp. Bei Arteriosclerose, nervöser Verdauungsschwäche usw. — *Obesimed* (A. HARTMANN, Düsseldorf-Oberkassel): Entfettungsdiäteticum aus rein pflanzlichen Quellstoffen. — *Oestroglandol* (F. HOFFMANN-LA ROCHE u. Co., A.-G., Berlin): Uterotonicum in Tabletten je 500 u. Ampullen (1,1 ccm) zu je 1000 internationalen Einheiten weiblichen Sexualhormons (1 I. E. = 0,1 γ Londoner Standardpräparat). Bei Dysmenorrhöe, klimakter. Beschwerden usw. — *Phenorman-Tabletten* (PHENORMAN LABOR., Berlin-Charlottenburg bzw. F. REICHELT A.-G., Berlin SO 16): Coffeinpur., Phenacetin, Lactylphenetidin u. Acid. acetylosalicyl. Antineuralgicum u. Grippemittel. — *Pneumocardin-Bohnen* (A. HARTMANN, Düsseldorf-Oberkassel): Ca, Campher, Chinin, Ephedrin, Dimethylaminopyrazolon, äth. Öle, Lecithin, Papaverin. Bei Asthma bronchiale, Erkältungskrankheiten, Kreislaufstörungen, Pneumonie usw. — *Quadrox-Suppositorien* (ASTA A. G., Brackwede-Westf.) enthalten 0,45 g Substanz (C. 1929. II. 2796). — (S. 1213—14) *Perphyllon* (CHEM.-PHARM. A.-G., Bad Homburg): Ampullen zu 2 ccm mit je 0,2 g Deriphyllin (C. 1935. I. 2213), Adonigen-Wrkg.-Stoffe entsprechend 100 FD neben Phenyläthylbarbitursäure u. Eumydrin (Atropinmethylnitrat); Zäpfchen mit je 0,45 g Deriphyllin, Adonigen-Wrkg.-Stoffen entsprechend 150 FD u. Phenyläthylbarbitursäure neben Perparin hydrochloric. (C. 1932. I. 2866); *Kapseln* zu 1 g mit je 0,225 g Deriphyllin u. Adonigen-Wrkg.-Stoffen entsprechend 45 FD neben Phenyläthylbarbitursäure, Eumydrin u. Perparin hydrochloric. Bei Asthma bronchiale, asthmat. Zuständen bei Pneumokoniosen, Emphysem mit chron. Bronchitis usw. — *Rhinitis-Nasensalbe* (A. HARTMANN-Düsseldorf-Oberkassel): Eusorgel (s. oben), Ephedrin, p-Aminobenzoesäureäthylester u. Extrakte in resorptionsfördernder Salbengrundlage. Gegen Entzündungen u. Schwellungen der Nasenschleim-

haut, Rhinitis, Ozaena usw. — *Rhinisan-Pastillen* (Herst. dersh.): Carbogel u. pflanzliche saponinstandardisierte Expektorantien. Bei Husten, Heiserkeit usw. — *Sagrolan-Mund- u. Gurgelwasser* (SCHÜLKE U. MAYR A. G., Hamburg 39) ist nach Prof. HEGENER auf bisher noch nicht verwendete hochmolekulare Phenolderivv. aufgebaut. Zum Gurgeln u. zur Nasenspülung gegen Grippe usw. — *Sanodermin* (CHEM. FABRIK BERINGER G. M. B. H., Oranienburg): Extr. Ratanhiac, Bismut. oxyjodgallie. u. Thymol in reizloser Salbengrundlage. Früher Unguentum sanatum compositum „Beringer“ (vgl. C. 1931. II. 1316). — (S. 1226) *Cobrasol* (COBRA HANDELS-GES. M. B. H., Hamburg 1): Enthält Säuren u. Mineralsalze „in feinst abgestimmtem biol. Verhältnis“. Genannt werden: NaCl, MgCl₂, CaSO₄, MgSO₄, K₂SO₄, CaCO₃, MgBr₂. Gegen Schleimhautrekrankungen aller Art, Paradenotose, Heufieber usw. (Pharmaz. Ztg. 80. 1187. 1198—99. 1213—14. 1226. 23/11. 1935.) HARMS.

—, *Neue Antiseptika im letzten Jahrzehnt*. Besprechung einiger seit 1925 in Deutschland im Handel befindlicher Mittel der genannten Art. (Stüdttsch. Apotheker-Ztg. 74. 868—71.) DEGNER.

I. Janensch, *Welche Vorsichtsmaßnahmen sind bei der Einsendung von flußsäurehaltigen Desinfektionsmitteln zur Bestimmung ihrer keimtötenden Kraft zu treffen?* Die keimtötende Kraft von flußsäurehaltigen Desinfektionsmitteln wird stark beeinflusst, je nachdem ob zur Aufbewahrung derselben paraffinierte oder nicht paraffinierte Glasgefäße benutzt werden. Tabellen von biol. Kontrollvers. (Wschr. Brauerei 52. 267—69. 24/8. 1935.) SCHINDLER.

Paul Oesterle, *Zur Frage der Pudersterilisation*. Die im D. A.-B. VI angegebenen Sterilisierungsvorschriften sind einer Revision zu unterziehen in bezug auf Schichthöhe des Puders u. der Sterilisationsdauer. (Arch. Hyg. Bakteriol. 114. 315—19. Sept. 1935. Würzburg, Hygien. Inst.) FRANK.

W. Stüwe, *Die Bestimmung der Seife in pharmazeutischen Zubereitungen*. (Vgl. C. 1935. II. 1106.) Aus dem gefundenen Fettsäuregeh. ist die Seife zu berechnen. Bei Zubereitungen, die A., Campher, H·CHO, oder äth. Öl enthalten, sind diese Bestandteile vorher durch mehrmaliges Eindampfen der Probe mit Glycerin zu entfernen. Bei Liquor Cresoli saponatus zunächst Kresolbest. nach HANDKE (C. 1934. II. 3656); dann wird Kresol + Fettsäuren bestimmt (kein Oleinzusatz nötig). Bei Sapo jalapinus vor dem Ansäuern Chloralhydrat zusetzen. (Dtsch. Apotheker-Ztg. 50. 1545—48. 2/11. 1935. Landesheilanstalt Uchtspringe.) DEGNER.

William F. Reindollar, *Ein vereinfachtes Gehaltsbestimmungsverfahren für die officinellen Jod-Jodidlösungen*. Vorschlag zur J- u. KJ-Best. in Jodtinktur u. LUGOL'scher Lsg. für U. S. P. XI.: J-Best. mit alkal. 0,1-n. K-Arsenitlsg.; dann in gleicher Lsg. nach Zusatz von konz. HCl u. Chlf. J + J'-Best. mit 0,05-molarer KJ₂O₃-Lsg. Rk.: KJO₃ + 2 KJ + 6 HCl = 3 KCl + 3 JCl + 3 H₂O. Die Ergebnisse stimmen mit denen nach U. S. P. bestens überein. Vorzüge: nur 1 Einwaage, 1/2 Probeverbrauch, haltbare u. aus Standard-As₂O₃ leicht zu bereidende Titerfl., Zeitersparnis u. für J spezif. Reagens. (J. Amer. pharmac. Ass. 24. 756—58. Sept. 1935. Maryland, Departm. of Health.) DEGNER.

M. Pesez, *Über eine neue Farbreaktion des Chlorals und ihre Anwendung zur Identifizierung des Chloralsirupes*. Die C. 1935. II. 2097 beschriebene Rk. kann auch zum Nachweise von Chloral dienen. Ausführung: 2 cem H₂SO₄ u. je 2 Tropfen Reagens u. Chlorallsg. auf 100° erwärmen, blaue, auf Zusatz von 2 cem W. kreßbrote, in Ä., Nylol, Bzl. u. Chlf. l., beim Neutralisieren mit Lauge veil, dann rötlich u. in obigen Lösungsm. unl. werdende Färbung. Zum Nachweis in Chloralsirup 1 cem dieses mit 5 cem W. u. 2 cem Ä. ausschütteln, Rk. mit Ä.-Dest.-Rückstand wie oben. Weinsäuresirup gibt diese Rk. nicht, da Weinsäure in Ä. unl. ist. (J. Pharmac. Chim. [8] 22. (127.) 68—69. 16/7. 1935.) DEGNER.

L. Rosenthaler, *Über eine Wertbestimmung des Rhabarbers*. Die beschriebenen Verss. ergaben, daß das Rhabarber-Wertbest.-Verf. des Schweizer. A.-B. auf falschen Grundlagen beruht u. völlig unbrauchbar ist. (Sci. pharmaceutica 6. 93. 1935; Beil. zu Pharmaz. Presse. Bern.) DEGNER.

Geo. D. Beal und Chester R. Szalkowski, *Eine Untersuchung der Gehaltsbestimmung der U. S. P. für Schilddrüse*. Vorschlag für U. S. P. XI.: 1 g mit 15 g K₂CO₃ + Na₂CO₃ + KNO₃ 138:106:75 gemischt u. mit der Salzmischung bedeckt innerhalb 10 Min. auf Mattrotglut bringen u. noch 10 (bei Tabletten 15) Minuten halten, in W. lösen, k. 50 cem frische NaOCl-Lsg. u. 85%ig. H₃PO₄ u. W. aa 30 cem zusetzen, Cl-frei kochen (KJ-Stärkepapier), Vol. auf 175 cem halten, bei 25° 10 cem

frische 1 $\frac{1}{2}$ g. KJ-Lsg. zusetzen, mit 0,005-n. Na₂S₂O₃-Lsg. titrieren. Blindvers. (J. Amer. pharmac. Ass. 24. 742—47. Sept. 1935. Pittsburgh, Pa., Mellon Inst. Ind. Res.)
DEGNER.

N. N. Woroshow und **A. T. Troschtschenko**, U. S. S. R., *Gewinnung von Opium mit hohem Morphingehalt*. Die gemäß Russ. P. 39110 konservierte Mohnmilch wird bei n. Temp. oder bei 60—70° getrocknet. (Russ. P. 43 000 vom 2/1. 1935, ausg. 31/5. 1935. Zus. zu Russ. P. 39 110; C. 1935. II. 3264.)
RICHTER.

Consortium für elektrochemische Industrie, G. m. b. H., München, *Herstellung medizinischer Bedarfsgegenstände für Wundbehandlung*, wie Nähfäden, aus Kunststoffen, wie Acetylcellulose, Viscose, Celluloseäthern, u. auch aus Naturstoffen wie Seide, sowie von Kapseln, Pillen u. sonstigen Heilmittelumhüllungen aus diesen Stoffen erfolgt unter Zugabe von Stoffen, die die Resorbierbarkeit der Grundstoffe in gleicher Weise wie die von Polyvinylverb. erhöhen, z. B. (CO₂H)₂, C₆H₅OH(CO₂H)₂, C₆H₅OHCO₂H, C₆H₅(1)OH(2)CO₂SO₃H, C₆H₅SO₃H, (C₆H₅NH)₂HCl, NH₂CH₂CO₂H, NH₂COC₂H₃·NH₂CO₂H, Ni(NO₃)₂·K₂Cr₂O₇. Man verwendet die Grundstoffe gegebenenfalls gemeinsam mit Polyvinylverb. Man kann Umesterungsprodd. von Acetylcellulose u. Sulfosalicylsäure anwenden. Die mechan. Festigkeit der Gegenstände läßt sich durch Zusatzstoffe wie Rhodanide, Traubenzucker, abstimmen. Man kann keimtötende Metalle oder organ. Ester wie C₃H₇O₂CC₆H₅ zusetzen. (Ung. P. 111 366 vom 16/10. 1933, ausg. 2/1. 1935. D. Prior. 17/10. 1932. Zus. zu Ung. P. 107 804; C. 1934. II. 4494.) MAAS.

Boots Pure Drug Co. Ltd., **Frank Lee Pyman** und **Hyman Henry Lionel Levene**, Nottingham, England, *Herstellung von Tetraalkyldiaminoalkylen*. Alkylhalogenide werden mit sekundären Aminen umgesetzt. Z. B. erhitzt man 8 g α,κ -Dibromdecan u. 18 g Diamylamin 24 Stdn. unter Rückfluß zum Sieden. Beim Aufarbeiten erhält man α,κ -Tetraamylldiaminodecan vom Kp.₂₀ 265° (F. des Hydrochlorids 72°). In gleicher Weise lassen sich folgende Verb. herstellen: α,η -Tetrabutylldiaminoheptan (Kp.₃₅ 255°), α,κ -Tetrabutylldiaminodecan (Kp.₃₀ 267°), α,κ -Tetrapropylldiaminodecan (Kp.₃₀ 230—235°), α,κ -Tetraisoamylldiaminodecan (Kp.₈ 235°), α,κ -Tetrahexylldiaminodecan (Kp.₅ 288—292°), α,κ -Tetraheptyldiaminodecan (Kp.₆ 304—307°), α,λ -Tetraamylldiaminoundecan (Kp.₁₈ 272—275°), α,μ -Tetrabutylldiaminododecan (Kp.₁₁ 245°), α,δ -Tetrabutylldiaminotridecan (Kp.₂₀ 260°), α,κ -Dibutylldidodecylldiaminodecan (Kp.₁₇ 350 bis 353°), α,κ -Diamylldibutylldiaminodecan (Kp.₁₇ 257—262°) u. α,κ -Diäthylldidodecylldiaminodecan (Kp.₂₄ 324—328°). Die Verb. werden als Mittel gegen Amöben verwendet. (E. P. 433 086 vom 26/6. 1934, ausg. 5/9. 1935.)
NOUVEL.

Chemische Fabrik von Heyden Akt.-Ges. (Erfinder: **Richard Müller**), Radebeul-Dresden, *Lösungen schwer löslicher Oxalate der seltenen Erden*, dad. gek., daß man dieselben, gegebenenfalls in alkal. Mitteln u. bei Ggw. von Schutzkoll., mit Salzen mehrbas. Oxysäuren behandelt. — Vgl. F. P. 768 862; C. 1935. I. 943. Nachzutragen ist, daß auch äpfelsaures Na zum Lösen der Oxalate brauchbar ist. Die Lsgg. sollen therapeut. verwendet werden. (D. R. P. 621 309 Kl. 30h vom 30/3. 1933, ausg. 5/11. 1935.)
ALTPETER.

Merck & Co. Inc., Rahway, übert. von: **Joseph K. Cline**, Woodbridge, N. J., V. St. A., *Acetylcholinacetat*. Inhaltlich ident. mit A. P. 1 957 443; C. 1934. II. 3527. (A. P. 2 013 536 vom 20/3. 1931, ausg. 3/9. 1935.)
ALTPETER.

Chem. pharm. Fabrik Dr. med. Hubold & Bartsch, Grünheide, Mark, *Herstellung von 2,4-Diaminoazobenzolverbindungen* nach dem Verf. des Patents 589972, dad. gek., daß man an Stelle einer mehrbas. aliph. Oxysäure hier mehr als 1 Mol. einer anderen organ. Oxysäure verwendet. — Z. B. versetzt man eine Suspension oder Lsg. von 1 Mol. 2,4-Diaminoazobenzol in W., CHCl₃ oder A. mit mehr als 1 Mol. Milchsäure. Das entstandene Salz schm. nach dem Umkrystallisieren aus A. bei 140°. In gleicher Weise erhält man mit Salicylsäure ein Salz vom F. 183° u. mit Sulfosalicylsäure ein Salz vom F. 231°. — Die Prodd. dienen als Heilmittel. (D. R. P. 616 119 Kl. 12q vom 24/11. 1931, ausg. 20/7. 1935. Zus. zu D. R. P. 589 972; C. 1934. I. 135.)
NOUVEL.

William Ephraim Austin, New York City, N. Y., V. St. A., *Alkylierung von Resorcin*. Resorcin (I) wird mit sekundären Alkoholen oder Alkylhalogeniden mit mindestens 7 C-Atomen kondensiert. Z. B. erhitzt man 100 g I, 25 g sek.-Octylalkohol (II) u. 10 g ZnCl₂ auf 150°, fügt unter Abdest. des Rk.-W. allmählich noch 55 g II hinzu u. erhitzt 1 Stde. auf 200°. Man erhält sek.-Octylresorcin vom Kp.₃ 190—210°. In ähnlicher Weise wird aus I u. sek.-Heptylbromid das sek.-Heptylresorcin vom Kp.₃ 175

bis 190° hergestellt. Die Verbb. haben *germicide* Eigg. (Aust. P. 18 613/1934 vom 25/7. 1934, ausg. 23/5. 1935. F. P. 784 441 vom 24/7. 1934, ausg. 22/7. 1935. Beide: A. Prior. 26/7. 1933.)

NOUVEL.

Redro Laboratories Inc., übert. von: **William E. Austin**, New York, N. Y., V. St. A., *Herstellung von unsymmetrischen Dialkylresorcinen*. Man behandelt Resorcin mit einem Säurechlorid, lagert den entstandenen Ester in das Keton um, behandelt mit einem anderen Säurechlorid, lagert auch diesen Ester um u. reduziert das erhaltene Diketon. Auf diese Weise lassen sich *Resorcine* mit folgenden Substituenten herstellen: *Methylbutyl* (Kp.₆₋₈ 160—170°), *Methylamyl* (Kp.₆ 170—178°), *Methylhexyl* (Kp.₅ 170 bis 180°), *Methylheptyl* (Kp.₄₋₅ 172—183°), *Äthylpropyl* (Kp.₃ 140°), *Äthylbutyl* (Kp.₃ 140 bis 150°), *Äthylamyl* (Kp.₃ 170—175°), *Äthylhexyl* (Kp.₂ 172—182°), *Äthylheptyl* (Kp.₃ 175—185°), *Äthylbenzyl* (Kp.₆ 210—220°), *Propylbutyl* (Kp.₃ 165—170°), *Propylamyl* (Kp.₄ 170—180°), *Propylhexyl* (Kp.₂ 180—190°), *Propylheptyl* (Kp.₄ 185—200°), *Butylamyl* (Kp.₅ 175—190°), *Butylhexyl* (Kp.₅ 195—205°), *Butylheptyl* (Kp.₂ 170—190°) u. *Hexylheptyl* (Kp.₃ 205—220°). Die Verbb. haben *germicide* Eigg. (A. P. 2 006 039 vom 14/9. 1932, ausg. 25/6. 1935.)

NOUVEL.

Syngala Fabrik für chemisch-synthetische und galenische Arzneimittel **G. m. b. H.**, Oesterreich, *Herstellung von Abkömmlingen der Guajacolphosphorsäure*. Diguajacolphosphorsäureester werden mit Aminen in Salze übergeführt. Z. B. löst man 2,2 g *diguajacolphosphorsaures Na* in 150 ccm W. u. gibt eine Lsg. von 4 g *Chininhydrochlorid* in 150 ccm W. hinzu. Das entstehende Salz scheidet sich als weißes Pulver ab. In ähnlicher Weise werden das *Äthylendiamin-* u. *Triäthanolaminsalz* der Diguajacolphosphorsäure hergestellt. Die Verbb. sind geschmacklos u. dienen als *Heilmittel*. (F. P. 781 019 vom 27/6. 1934, ausg. 8/5. 1935. Oe. Priorr. 28/6. 1933 u. 21/2. 1934.)

NOUVEL.

Monsanto Chemical Co., übert. von: **Michael N. Dvornikoff**, St. Louis, Mo., V. St. A., *Herstellung von Salol*. Man erwärmt ein Gemisch von 138 g *Salicylsäure* 143 g SOCl_2 u. 0,25 g AlCl_3 24 Stdn. auf 50°, bis die HCl - u. SO_2 -Entw. aufgehört hat, läßt das entstandene *Salicylsäurechlorid* zu 94 g *Phenol* bei 50° unter Rühren zutropfen, wobei HCl entweicht, wäscht mit alkal. W. u. kristallisiert den *Salicylsäurephenylester* aus A. um. (A. P. 2 007 013 vom 13/4. 1934, ausg. 2/7. 1935.)

NOUVEL.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Quaternäre Stickstoffverbindungen*. Aus 6-*Hexyloxychinolin* (I) u. *Benzylchlorid* (II) die quaternäre Verb., F. 160°. I aus 6-*Oxychinolin* (III) u. *N-Hexylbromid*, Öl, Kp._{0,5} 163—165°. — Weiter werden genannt: 6-*Benzylloxy-* (F. 199—200°), — 6-*Dodecyloxy-* (F. 182—183°), 7-*Dodecyloxybenzylchinoliniumchlorid* (F. 188—189°), — 6-*Dodecyloxyoxyäthylchinoliniumchlorid*, F. 167—168°. — Aus 6-*Hexylaminochinolin* (F. 64—65°) u. II eine Verb. vom F. 110 bis 111°. — Aus 6-*Dodecylaminochinolin* (Öl, aus III u. *Dodecylamin*, Kp.₂ 239°) u. II eine in W. klar l. Verb. — 2-*Octylamino-5-methylthiazol* u. II liefern eine Verb., die noch in der Konz. 1:25 000 desinfizierend wirkt. — Weitere Verbb. aus *N-Benzylpiperidin* u. *Decylbromid* oder II oder aus *N-Dodecylpiperidin* (IV) u. II oder aus *N-(β-Äthylhexyl)-dekahydrochinolin* u. *Benzylbromid* oder aus *N-Dodecyldekahydrochinaldin* u. *Älylbromid* oder aus IV u. *Äthylenchlorhydrin* oder *Geranylchlorid*. 2-*Undecylmethylchinolin* (F. 42°, aus *Methylundecylketon* u. *o-Aminobenzaldehyd*) u. *Dimethylsulfat* in Nitrobenzol, 3 Stdn., 140°, liefern 2-*Undecylchinoliniummethylsulfat*. Die Verbb. sind *baktericid* wirksam. (F. P. 781 812 vom 4/9. 1934, ausg. 22/5. 1935. D. Priorr. 14/9. u. 21/12. 1933.)

ALTPETER.

Paul Reinhold Grüter, Berlin-Charlottenburg, *Leichtlösliche komplexe Theophyllinverbindungen*. Man bringt 5,5-*Phenyläthylbarbitursäure* (I), nicht über $\frac{1}{5}$ Mol, mit 1 Mol *Theophyllinäthylendiamin* in Rk. — Z. B. 198 g *Theophyllin* mit 23 g I u. 78 g *Äthylendiaminhydrat* u. 18 g W. verreiben. Das Prod. hat diuret. u. spasmolyt. Wrkg. (A. P. 2 017 279 vom 16/4. 1935, ausg. 15/10. 1935. D. Prior. 30/7. 1931.)

Bernard Nelson, New York, N. Y., V. St. A., *Herstellung von kernmercuriertem Gallein und Coerulein*. Man gibt 32 g Hg-Acetat , gel. in 13 ccm Eg. u. 50 ccm W. , zu einer Suspension von 34,6 g *Coerulein*, 19 ccm $\text{Eg. u. 150 ccm 2-n. NaOH}$, fügt 250 ccm W. hinzu, kocht 8 Stdn. unter Rückfluß, filtriert, wäscht den Nd. u. trocknet ihn bei 105°. Man erhält *Oxymercuricoerulein*. In ähnlicher Weise wird *Gallein* in *Oxymercurigallein* übergeführt. Die Verbb. dienen als *Antiseptica*. (A. P. 2 007 582 vom 19/12. 1932, ausg. 9/7. 1935.)

NOUVEL.

* **Schering-Kahlbaum Akt.-Ges.**, Berlin, *Pregnanolone*. In *Pregnandiolen* wird die eine Oxygruppe verestert, das Prod. zum Ester des Monoketons oxydiert, dieser

verseift; oder: *Pregnandion* (I) wird zu *Pregnandion* oxydiert, dieses durch partielle Red. in *Pregnanolon* (II) übergeführt. Die Red. kann durch katalyt. Hydrierung oder durch Behandlung mit Stoffen, die unter Abgabe von H in ihre Oxydationsprodd. übergehen, wie *Tetrahydronaphthalin*, *Cyclohexanol* usw., erfolgen; oder: man gewinnt II aus I oder *Allopregnanolon* aus *Allopregnandiol* (III), indem man I bzw. III in den Diester überführt, diesen zum Monoester verseift, zum Kester oxydiert u. verseift. — Z. B. wird eine Lsg. von I in Pyridin mit 1,2 Äquivalenten Essigsäureanhydrid versetzt, der Monoester durch Eingießen in verd. H_2SO_4 ausgefällt, in Eg. gel., mit CrO_3 versetzt. Das Acetat des Oxyketons wird mit W. ausgefällt. Verseifung mit alkoh. KOH zu II. Ausbeute 40—60%. — 1 g I wird nach BUTENANDT in 40 ccm Eg. (90%) mit CrO_3 (in 40 ccm Eg.) in der Kälte oxydiert. *Pregnandion* (IV) vom F. 123°. 0,5 g IV wird nach WILLSTÄTTER in 100 ccm Eg. mit Pt u. H_2 partiell hydriert. *Pregnanolon*, $C_{21}H_{34}O_2$, vom F. 152°. — 3 g *Pregnandioldiacetat* in 1 l Methylalkohol werden mit 0,8 Mol methylalkoh. KOH versetzt, nach 30 Stdn. mit verd. HCl neutralisiert. Nach Aufarbeitung erhält man *Pregnandiol-20-monoacetat* (V) vom F. 170,5°, Nadeln. 4,2 g V werden in 240 ccm Eg. mit 1,1 Äquivalenten CrO_3 behandelt; nach dem Eindampfen wird mit W. das Acetat von 3-*Pregnanolon* vom F. 142—142,5° gefällt. Lange Nadeln. 3,9 g Acetat werden 1 Stde. mit 300 ccm alkoh. KOH (2,8%) erhitzt. Nach dem Neutralisieren, Eindampfen u. Entfernen des ausgefallenen KCl wird mit W. 3-*Pregnanolon* ausgefällt. Breite Prismen vom F. 152°, aus A. u. Aceton. — *Semicarbazon*, F. 203—204°. Ausbeute 40—60%. Die Veresterung kann auch mit *Benzoylchlorid* usw. vorgenommen werden. — *Hormonzwischenprodd.* (E. P. 431 833 vom 24/12. 1934, ausg. 15/8. 1935. D. Priort. 23/12. 1933 u. 28/3. 1934.) DONLE.

J. M. Frenkel, U. S. S. R., *Gewinnung von Insulin*. Der wss. Insulinextrakt wird in der Weise mit $(NH_4)_2SO_4$ ausgesalzen, daß zunächst 400 g $(NH_4)_2SO_4$ auf 1 l Insulinextrakt u. darauf weitere 280—350 g des Salzes auf 1 l Extrakt unter gleichzeitiger Steigerung der Temp. um 5—10° zugegeben werden. Hierdurch wird das Mitaustragen der Eiweißstoffe verhindert. (Russ. P. 43 128 vom 17/6. 1934, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

Jean Georges Waldenmeyer, Frankreich, *Kohlensäure abspaltende Präparate*. Man bettet die zur CO_2 -Erzeugung dienenden Stoffe in z. B. Kakaobutter ein, der Lipoide wie *Lecithin* zugesetzt sind. Hierdurch wird ermöglicht, daß bei Zutritt von Feuchtigkeit eine Entw. von CO_2 erfolgt, die bei Verwendung lediglich von Fettstoff nur sehr schwer vor sich gehen würde. (F. P. 788 198 vom 18/12. 1934, ausg. 5/10. 1935.) ALTPETER.

Gottfried Erhard, Dresden, und Gerhard Schaefer, Reichenau, Sa., *Radiumemanation enthaltendes Heilmittel* durch Verwendung eines bei gewöhnlicher Temp. festen Speisefettes als Emanationsträger. — So hergestellte Prodd. verlieren nicht wie wss. Emanationspräparate z. B. beim Transport ihren Geh. an Emanation. (D. R. P. 586 477 Kl. 30 h vom 13/5. 1932, ausg. 16/11. 1935.) ALTPETER.

Leon Kolb, Wien, *Gehäuse für Bestrahlungs- oder Wärmeapparate für Körperhöhlen* werden aus Kunstharzen hergestellt, die aus Aldehyden, vor allem HCHO, aufgebaut sind. Die App. können dann unmittelbar mit Netzspannung betrieben werden u. sollen in der Wärme HCHO in statu nascendi abgeben. Auch lassen sie sich in sd. W. sterilisieren. (Oe. P. 140 941 vom 16/5. 1934, ausg. 11/3. 1935.) ALTPETER.

A. Goris et A. Liot, *Incompatibilités pharmaceutiques*. Paris: E. Le Franxois. 1935. (140 S.) 8°. 15 fr.

Jahresbericht der Pharmazie, hrsg. durch die Deutsche Apothekerschaft. Bearb. von Carl August Rojahn unter Mitw. von S. M. v. Bruchhausen. Jg. 69. (Der ganzen Reihe Jg. 94.) Bericht über d. J. 1934. Göttingen: Vandenhoeck & Ruprecht 1935. (8, 474 S.) gr. 8°. M. 24.—; Lw. M. 26.50.

G. Analyse. Laboratorium.

Georg Lockemann, *Kjeldahlkolben und andere Glasgeräte aus arsenfreiem Glas*. Veranlaßt durch die in den C. 1935. I. 3015. II. 2409 referierten Arbeiten ausgesprochenen Bedenken gegen die Verwendung schwach As-haltiger Kolben u. Glasgeräte hat SCHOTT U. GEN. ein völlig As-freies Glas hergestellt, das trotz Vorhandensein kleiner eingeschlossener Gasblasen den Anforderungen einer einwandfreien As-Best. genügt. Die Verwendung der früher empfohlenen Quarzkolben ist dadurch unnötig

geworden, ebenso die der zur Aufbewahrung der Säuren u. Laugen erforderlichen Porzellangefäße. (Z. analyt. Chem. 103. 81—82. 1935. Berlin, ROBERT-KOCH-Inst.) ECKSTEIN.

Eugene W. Blank, *Abänderung der Bunsenburette*. An Stelle der Abschlußvorr. nach BUNSEN (Gummischlauch mit Glaskugel) empfiehlt Vf. die Verwendung einer am unteren Ende zugeschmolzenen u. kurz oberhalb des unteren Endes mit einem seitlichen Loch versehenen Burette in Verb. mit einem Gummiansatzstück, das über das untere Ende geschoben ist u. das seitliche Loch deckt. (J. chem. Educat. 12. 291. 1935. Jersey City, N. J.) R. K. MÜLLER.

C. H. S. Topholme, *Neue britische Verbesserungen am Bunsenbrenner*. (Gas Age-Rec. 76. 199—200. 7/9. 1935. — C. 1935. I. 3164.) ECKSTEIN.

Henri George, *Elektrischer Laboratoriumsofen für sehr hohe Temperaturen*. Im wesentlichen Wiederholung der C. 1935. II. 3555 referierten Arbeit. Abbildungen u. Schnitte der Öfen; Heiz-Kennlinien. (Rev. Fonderie mod. 29. 339—43. 25/11. 1935. Elektrotherm. Lab. der Comp. des Glaces et Produits chim. de Saint Gobain.) ETZ.

H. T. Dolin, *Ein abgeänderter Thiele-Apparat*. Angabe einer leicht auszuführenden Modifikation des THIELEschen Schmelzpunkts-App., durch die eine Einwrkg. von H_2SO_4 (oder anderen Lsgg.) auf den zum Halten des Thermometers bestimmten Korken vermieden wird. (Chemist-Analyst 24. Nr. 3. 14—15. Juli 1935. New York City.) ECKSTEIN.

L. Meyer, *Sauerstoffverflüssigung*. Die zu verflüssigende Luft wird durch einen Behälter geleitet, der bereits durch Umspülung mit fl. Luft abgekühlt ist. Dadurch erhält man reinen, fl. Sauerstoff von F. —183°. Einzelheiten betreffend App. im Original. (Chemist-Analyst 24. Nr. 3. 8. Juli 1935. Champaign, Ill.) ECKSTEIN.

M. Wygaerts und J. Eeckhout, *Über das Messen von Reaktionsgeschwindigkeiten schnell verlaufender Reaktionen*. Vff. bestimmen die Rk.-Geschwindigkeit von schnell verlaufenden Rkk. mit Farbänderung durch photograph. Registrierung der mit einer Sperrschichtzelle erhaltenen Galvanometerausschläge. Bei der Entfärbung von Malachitgrün durch NaOH (irreversibel) u. von Phenolphthalein mit einem Überschuß an NaOH (reversibel) wird die Änderung der Rk.-Geschwindigkeitskonstanten mit der NaOH-Konz. entsprechend der Theorie gefunden; der Temp.-Koeff. wird im ersten Falle zu 1,75 für 9,8°, im zweiten Falle zu 2,06 für 9,95° bestimmt, wobei im letzteren Falle die Rk. $A + B \rightleftharpoons C$ bei höherer Temp. nach links verschoben wird. Ferner wird die Entfärbung des gelben Na-Deriv. von m-Nitrophenylnitromethan durch HCl untersucht (Übergang von der aci- zur Pseudosäureform); auch hier entspricht die Beobachtung der theoret. Voraussage einer bimolekularen Rk. Das Absorptionsspektrum der Verb. wird neu aufgenommen. (Natuurwetensch. Tijdschr. 17. 163—89. 1 Tafel. 16/10. 1935. Gent, Univ., Lab. f. allg. u. toxiolog. Chem.) R. K. MÜLLER.

G. I. Pokrowski, *Über einen Apparat zur Messung der Reibungskraft*. Es wird ein App. zur Messung des Reibungskoeff. in festen, pulverförmigen u. plast. Körpern beschrieben. Er besteht im wesentlichen aus einem hohlen Zylinder, welcher auf dem zu untersuchenden Körper in langsame Rotationsbewegung gesetzt wird. Die dazu notwendige Kraft wird automat. als Funktion der Deformation registriert. Der App. ist in erster Linie zur Unters. von Böden bestimmt. (J. techn. Physik [russ.: Shurnal tekhnicheskoi Fiziki] 4. 674—77. 1934. Moskau, Inst. für Tiefbau.) KLEVER.

Norman P. Goss, *Röntgeneinrichtung zur Untersuchung von Metallen bei hohen Temperaturen*. Um mehrere Aufnahmen ein u. desselben Metalldrahtes erkalten lassen bei verschiedenen Temp. herstellen zu können, ohne den Prüfkörper erkalten lassen oder die Gasfüllung der Aufnahmekamera verändern zu müssen, hat Vf. eine zylindr. Kamera aus 0,06 in. starkem Bakelit hergestellt, die bis zu Temp. von etwa 2300° F anwendbar ist. Die verwendete Mo K-Strahlung durchdringt die Wandung ohne nennenswerte Absorption (doch wird die unerwünschte Streustrahlung vollständig absorbiert) u. fällt auf den außen um die Kamerawandung herumgelegten Film. Der Film kann also jederzeit ohne Veränderung der Kamera gewechselt werden. — Die Anwendungsmöglichkeiten werden an einigen Beispielen erläutert. Bei Temp. bis zu 1640° F hergestellte Röntgenaufnahmen sind abgebildet. (Metal Progr. 28. Nr. 4. 163—66. 176. Okt. 1935. Youngstown [Ohio], Cold Metal Process Co., Res. Dept.) SKALIKS.

R. G. Wood und S. H. Ayliffe, *Eine Methode zur Bestimmung der Orientierung eines Krystalles unter dem Mikroskop*. Es wird eine einfache Vorr. nach Art des Universal-

goniometers von HUTCHINSON (Mineral. Mag. J. mineral. Soc. 16 [1911]. 100) beschrieben, die mit einfachen Mitteln gebaut werden kann. Sie dient dazu, die Fläche eines Krystalles parallel zum Mikroskopisch einzustellen. Abbildung. (J. sci. Instruments 12. 299. Sept. 1935. Cardiff, Univ. College of South Wales and Monmouthshire.)
SKALIKS.

L. Marton, *Das Elektronenmikroskop für biologische Objekte*. III. (II. vgl. C. 1935. II. 3132.) Ausführliche Beschreibung eines neuen nach den Erfahrungen früherer Unterss. (I. c.) konstruierten Elektronenmikroskops für biolog. Zwecke, wobei folgende Einzelteile besonders hervorgehoben werden: die Elektronenquelle; der Kondensor; eine elektrostat. Ablenkvorr. für die Elektronen, die als „Verschluß“ des Mikroskops dient; die Objektkammer; das Objektiv u. die Projektionslinse, die ebenso wie der Kondensor Magnetspulen sind, die sich untereinander entsprechend ihrem Verwendungszweck in ihrer äußeren Form unterscheiden; der Photoplatteenträger mit einer Einrichtung zur Scharfeinstellung des Bildes in der Plattenebene. Die mit diesem neu gebauten Mikroskop erhaltenen Resultate werden später veröffentlicht. (Bull. Acad. roy. Belgique, Cl. Sci. [5] 21. 606—17. 1935. Brüssel, Labor. f. Phys. an der Univ.)
KOLLATH.

A. Karsten, *Das neue Fluoreszenzmikroskop, ein Hilfsmittel für wissenschaftliche Forschungsarbeit*. Beschreibung einer von der Fa. C. REICHERT, Wien, hergestellten Apparatur nach REICHERT-HAITINGER zur Beobachtung der Fluoreszenz mit dem Mikroskop. (Zbl. Mineral., Geol., Paläont. Abt. A. 1935. 344—48.)
ENSZLIN.

Maurice Roulleau, *Die Verwendung phosphoreszierender Stoffe in der Luftschiffahrt*. Ein Apparat zur Messung sehr geringer Helligkeiten. Nach allgemeinen Ausführungen über Lumineszenz beschreibt Vf. den „Micronitometre“ genannten App., der geringe Phosphoreszenzhelligkeiten zu messen gestattet u. teilt Messungen an verschiedenen Sulfidphosphoren (in Kerzen pro cem) mit. Verss. über das Abklingen der Phosphoreszenz zeigen, daß dieses nicht nach einem exponentiellen Gesetze vor sich geht. — Die Möglichkeiten der Anwendung von Leuchtfarben im Luftfahrtwesen werden aufgezählt. Die zur deutlichen Lesbarkeit notwendige Mindesthöhe von Zeichen, die mit Leuchtfarbe versehen sind, wird für verschiedene Entfernungen angegeben. (Publ. sci. techn. Ministère de l'Air Nr. 48. 1—49.)
KUTZELNIGG.

S. A. Strelkow, *Photoelemente in der chemischen Kontrolle und Analyse*. Beschreibung der verschiedenen Typen von Photoelementen u. ihre Anwendung in der chem. Analyse (Colorimetrie, Unterss. in reflektiertem Licht, Spektrophotometrie, elektropolarimetr. Messung usw.). (Sozialist. Wiederaufbau Wiss. [russ.: Ssozialisticheskaja Rekonstrukzija i Nauka] 1935. Nr. 4. 80—98.)
KLEVER.

D. V. Gogate und D. S. Kothari, *Über die Messung der Lichtmenge mit der Photozelle*. Vff. geben eine Methode an, wie man mit Hilfe eines ballist. Galvanometers u. passend intermittiertem Licht die Lichtmenge mit einer Cu_2O -Sperrschichtzelle messen kann. Die Eichung u. die Best. der Zellenkonstante werden kurz geschildert. (Indian J. Physics Proc. Indian Ass. Cultivat. Sci. 9. 487—89. Juli 1935. Univ. of Delhi, Physics Lab.)
BRAUER.

György Selényi, *Über die Anwendung einer capillaranalytischen Methode für mikroanalytische Zwecke*. Statt Filtrierpapier für Tüpfelanalysen wird eine Membran aus Seifenlsg. verwendet, wodurch die Rkk. u. Mk. beobachtet werden können. (Magyar chem. Polyóirat 41. 3—4. 1935. [Orig.: ung.])
SAILER.

Giuseppe Antonio Bravo, *Die Antimonelektrode zur Messung von pH-Werten*. Es wurde das Verh. der Antimonelektrode bei verschiedenen Temp. (15, 20 u. 25°) in Lsgg. mit pH-Werten zwischen 3 u. 11 untersucht. Die Elektrode bestand aus einem zylindr. Stab von geschmolzenem Sb. Gemessen wurde gegen eine Kalomelektrode mit gesätt. KCl-Lsg. Bei den Vers.-Temp. steigt mit steigendem pH-Wert die Millivoltzahl linear. Geht man von der Formel $E = a + b \cdot \text{pH}$ (E in mV) aus, so erhält man für 15° $a = -0,008$, $b = 0,0525$, für 20° $a = -0,007$, $b = 0,0545$, u. für 25° $-0,005$ bzw. 0,059. Weiter wurde der Einfluß untersucht, den Zugabe von Neutralsalzen verschiedener Konz. hervorruft. Als Salze wurden benutzt NaCl, KCl, KNO_3 , NaBr u. Na_2SO_4 . pH-Wert der Vers.-Lsgg. lag wiederum zwischen 3 u. 11. Aus den Verss. ergab sich ganz allgemein, daß die Antimonelektrode für industrielle Unterss. für den Bereich $\text{pH} = 2-12$ mit genügender Genauigkeit Messungen zu machen gestattet. (Chim. e Ind. [Milano] 17. 521—23. 1935. Turin, R. Staz. Speriment. per l'Industria delle Pelli e delle Materie Concianti.)
GOTTFRIED.

Bouchetal de la Roche, *Die Verwendung von Brillantgelb und Poirierblau C₄B als Indicatoren für pH-Messungen*. Brillantgelb eignet sich infolge seines weiten p_H-Bereichs besonders zur Herst. von Papierstreifen, die mit seinen Lsgg. verschiedener p_H-Werte getränkt werden: p_H = 3,5–6 citronengelb; 6,2–6,8 cadmiumgelb; 7–8 orangegelb; 8,2–9,5 Auftreten der Carminfärbung; 9,7–10,1 carminorange; 10,4–13 carminrot. Die Wellenlängen betragen bei p_H = 4,5 5025 λ u. steigen bei p_H = 13 auf 5800 λ. — Die Wellenlängen des Poirierblau C₄B liegen zwischen 4100 u. 5150 λ (p_H < 10). Verd. Na₂PO₄-Lsg. (p_H = 10,4) erhöht die Absorption erheblich unter Bldg. eines Bandes in Rot (6000–7500 λ), das sich bei höherer Alkalität verbreitert. (Bull. Soc. chim. France [5] 2. 1148–51. Juli 1935.) ECKSTEIN.

L. A. Sarver und Wm. von Fischer, *Oxydations-Reduktionsindikatoren. I. Diphenylbenzidinsulfonsäure*. (Vgl. C. 1931. II. 2035.) Darst. von Na-Diphenylbenzidinsulfonat: 1 g Diphenylbenzidin (C. 1935. I. 3166) innerhalb ca. 2 Min. in 10 ccm 60%₁₀ig. Oleum eintragen (Temp. nicht über 40°), Lsg. nach nicht über 3 Min. auf Eis gießen. Größere Ansätze nicht ratsam. Mehrere Ansätze vereinigen, für jedes Gramm Diphenylbenzidin auf 200 ccm verd., kochen, SO₂ einleiten (Umschlag von grün nach braun), Überschuß fortkochen, Filtrat mit Soda genau neutralisieren, 4 Voll. A. zugeben, Na₂SO₄ abfiltrieren u. so oft aus W. + A. umfallen, bis es nicht mehr gelb gefärbt ist; aus den vereinigten Filtraten A. schnell abdest., dann völlig eindampfen; 3–4 g pro g Diphenylbenzidin. Nach der Analyse enthält das Prod. meist 10 SO₂Na-Gruppen. — Als Indicator verwendet man eine 0,1%₁₀ig. wss. Lsg. des Sulfonats. Für Titrierungen mit 0,01- oder 0,001-n. Lsgg. genügt 1 Tropfen; für solche mit 0,1-n. Lsgg. sind 10 Tropfen vorzuziehen. Der Indicator ist der Diphenylaminsulfonsäure sehr ähnlich. Bei Oxydationen in 0,5- bis 1-n. H₂SO₄ Farbumschlag von hellgelb über tiefgelb u. grün nach violett; bei Redd. umgekehrt. Der Indicator arbeitet vollkommen in Ggw. von W u. ist äußerst empfindlich gegen Fe^{II} mit Dichromat als oxydierendem Agens. Am besten wird mit Überschuß oxydiert u. mit Ferrosalz zurücktitriert. — Die Absorptionsspektren werden mitgeteilt. (Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 7. 271. 1935. Minneapolis [Minn.], Univ.) LINDENBAUM.

R. Uzel, *α-Naphthoflavin als reversibler bromometrischer Indicator*. (Coll. Trav. chim. Tchécoslovaquie 7. 380–87. 1935. — C. 1935. II. 3800.) PANGRITZ.

Emöd v. Migray, *Wasserbestimmung*. Vf. hat eine neue W.-Best.-Methode ausgearbeitet, die folgendermaßen ausgeführt wird: 1. Dest. des auf W. zu untersuchenden Materials mit Xylol oder Toluol, 2. W.-Entzug des Destillats durch wasserfreies CuSO₄, Filtration u. Waschen des CuSO₄ mit Bzn. u. Äther mit anschließendem Trocknen des CuSO₄ im Vakuum, u. 3. Best. des W. durch Best. der Gewichtszunahme des CuSO₄ (genaue Arbeitsvorschrift im Original). Diese Methode ist nur anwendbar bei Stoffen, die ihr W. bei 110–140° abgeben u. keine anderen flüchtigen Verbb. bilden, die mit CuSO₄ reagieren, oder in Bzn. u. Äther unl. sind. Selbstverständlich müssen alle Reagenzien (Xylol, Toluol, Bzn., Äther) vor dem Gebrauch absol. wasserfrei sein. (Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 7. 348. 15/9. 1935. Budapest, Ungarn.) MECKE.

Karl Fischer, *Neues Verfahren zur maßanalytischen Bestimmung des Wassergehaltes von Flüssigkeiten und festen Körpern*. SO₂ reagiert mit W. in Ggw. von J nach der Gleichung: 2 H₂O + SO₂ + J₂ ⇌ H₂SO₄ + 2 HJ. Durch Zusatz von Pyridin werden HJ u. H₂SO₄ gebunden. Die W.-Best. erfolgt durch direktes Ablesen des J-Verbrauchs bei der Titration. Nach diesem Verf. lassen sich auch feste Stoffe (Bleicherde, kristallwasserhaltige Salze) u. dunkelgefärbte Fl. untersuchen. Die Best. erfolgt mit einer Lsg. von 790 g Pyridin, 192 g fl. SO₂ u. 254 g J, gel. in 5 l wasserfreiem Methanol; 1 ccm der Lsg. entspricht etwa 7,2 mg H₂O. — Der Titer der Lsg. wird mit möglichst weitgehend entwässertem CH₃OH bestimmt. Weitere Einzelheiten im Original. (Angew. Chem. 48. 394–96. 30/6. 1935. Berlin, Edlecanu G. m. b. H.) ECKSTEIN.

J. S. Owens, *Ein Instrument zur Messung der Verdunstung von Oberflächen*. Um die Verdunstung von W. aus Sand- oder Bodenproben unter verschiedenen Bedingungen quantitativ verfolgen zu können, hat Vf. folgende Apparatur entwickelt: Die Probe kommt in eine Schale, die mit W. aus einem senkrecht stehenden Rohr versorgt wird, in der Weise, daß der W.-Spiegel konstant auf einer bestimmten Höhe gehalten wird. Die in der Zeiteinheit durch die fest oder lose eingerüttelte Probe hindurch verdampfte W.-Menge kann direkt am graduierten Rohr abgelesen werden. (J. sci. Instruments 12. 291–93. Sept. 1935.) REUSCH.

a) Elemente und anorganische Verbindungen.

K. W. Fröhlich, *Über einen neuen empfindlichen Nachweis einiger nichtmetallischer Verunreinigungen in Metallen*. Verwendet man einen Werkstoff, wie Cu, Ag, Cd, Ni u. a., die durch P, S, As u. a. verunreinigt sind, als Kathode, so erfolgt eine Verb. des atomaren H mit dem Metalloid. Die entstandenen gasförmigen Verbb. werden durch Reagenspapierstreifen nachgewiesen. Als Elektrolyisiergefäß dient ein einfaches U-Rohr, in dessen einen, offenen Schenkel die Pt-Anode in den Elektrolyten eintaucht. Durch den mit Gummistopfen verschlossenen anderen Schenkel führt ein Glasrohr mit eingeschmolzenem Pt-Draht, an dem der zu prüfende Werkstoff in dem Elektrolyten hängt. Etwas oberhalb der Fl.-Oberfläche ist ein seitlicher Ansatzstutzen angebracht, durch den die abziehenden Gase nach Passieren eines Glaswollepfropfens über das Reagenspapier streichen. Als Reagenslg. dient vorwiegend eine 1%ig. AgNO₃-Lsg., die mit so viel NH₃ versetzt wird, daß das ausfallende AgOH gerade wieder gel. wird. Zum Nachweis von H₂S wird eine schwach essigsaurer 5%ig. Cd-Acetatlg. verwandt; sie wird durch PH₃, AsH₃ u. SbH₃ nicht zers. In der Hauptsache werden saure Elektrolyte (5%ig. H₂SO₄) angewandt. Der P- oder As-Nachweis wird durch KCN-Zusatz zu der NaOH erleichtert. Der Nachweis aller Beimengungen gelingt bis zu 10⁻³⁰/₀ herab (bezogen auf die Beimengung im Kathodenmetall). Weitere Einzelheiten im Original. (Angew. Chem. 48. 624—27. 28/9. 1935. Stuttgart, K.-W.-I. für Metallforschung.)

ECKSTEIN.

Augustin Maché, *Beitrag zum Studium der Ozonbestimmung*. Vf. stellt fest, daß für sehr geringe Ozongehh. die Fluoresceinmethode (die nicht näher beschrieben ist) der jodometr. Best.-Methode bedeutend überlegen ist. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 200. 1760—62. 1935.)

ECKSTEIN.

V. Hovorka, *Anwendung von SO₂-Lösungen in Aceton für gravimetrische Selenbestimmung*. (Coll. Trav. chim. Tchécoslovaquie 7. 125—29. 1935. — C. 1935. II. 2250.)

SCHÖNFELD.

G. G. Longinescu und Ecaterina I. Prundeanu, *Bestimmung der Bromwasserstoffsäure in Gegenwart von Salzsäure*. 10—20 ccm des Cl'-Br'-Gemisches werden im Scheidetrichter mit 100 ccm reinem Petroleum, 5—6 ccm konz. H₂SO₄ u. 2—3 ccm Perhydrol alle 3 Minuten etwa 8—10-mal gut geschüttelt. Die H₂SO₄ setzt HBr in Freiheit, die durch H₂O₂ zu Br oxydiert wird, welches seinerseits von den ungesätt. KW-stoffen des Petroleums absorbiert wird. Am Ende der Rk. sind beide Phasen farblos. HCl wird nicht angegriffen u. bleibt in der wss. Phase quantitativ zurück. Zur Cl-Best. läßt man die wss. Phase ablaufen, wäscht das Petroleum 3-mal mit W. u. bestimmt Cl mit AgNO₃ in üblicher Weise. Zu dem bromierten Petroleum gibt man 40 ccm Amylalkohol u. ein erbsengroßes Stück Na. Nach Beendigung der Rk. wird der Na-Zusatz mehrmals wiederholt (insgesamt ca. 2 g). Das NaBr wird mit W. extrahiert u. man wiederholt die Entbromierung des Petroleums noch 2-mal. In den wss. Auszügen wird Br als AgBr bestimmt. (Bull. Sect. sci. Acad. roumaine 17. Nr. 3/4. 4 Seiten. 1935. Bukarest, Univ.)

ECKSTEIN.

Selim Augusti, *Über den mikrochemischen Nachweis des Jodions*. (Vgl. C. 1933. II. 2708; 1935. I. 3450.) Die Empfindlichkeitsgrenze der Rk. von CIUSA u. TERNI (Gazz. chim. ital. 48 [1913]. II. 86) wird bei Ggw. von 0,22γ J' erreicht; die Rk. wird zweckmäßig durch Zugabe von einem Tropfen einer Lsg. von 10 g Hg(NO₃)₂ + 50 ccm W. + 5 ccm HNO₃ + 60 ccm konz. NH₄OH zu einem Tropfen Probelsg. auf einem Porzellanplättchen als Tüpfelrk. ausgeführt; ein roter oder gelber Nd. zeigt Ggw. von J' an. — Nach einer vom Vf. früher gefundenen Rk. läßt sich J' mikrochem. nachweisen durch Zugabe eines Tropfens sehr verd. NaOH (bei Ggw. von J₂), bzw. verd. NaClO-Lsg. (bei Ggw. von J') u. eines Tropfens 1%ig. MgSO₄-Lsg., wobei ein rotbrauner Nd. mit einer Empfindlichkeitsgrenze von 9γ erhalten wird. (Mikrochemie 17 [N. F.] 11. 113—17. 1935. Salerno, Techn. Handelsinst., Chem. Lab.)

R. K. MÜLLER.

A. A. Wassiliew und Nina N. Martianoff, *Bestimmung der Löslichkeit des Komplexes K₂SiF₆ unter verschiedenen Bedingungen*. Die Löslichkeit des K₂SiF₆ ist in reinem W. am größten, sie nimmt in folgender Reihenfolge ab: 50%ig. A., gesätt. KNO₃-Lsg., gesätt. KCl-Lsg., 50%ig. A. u. KCl (2 g/100 cm), 50%ig. A. mit KCl (2 g/100 cm) u. 0,5 ccm 0,1-n. HCl. Zum Auswaschen des Nd. eignet sich A. mit KCl am besten. Ergebnisse in Tabellenform im Original. (Z. analyt. Chem. 103. 103 bis 106. 1935. Moskau, KARPOV-Inst. für physikal. Chemie.)

ECKSTEIN.

A. A. Wassiliew und **Nina N. Martjanoff**, *Bestimmung des Fluors in löslichen und unlöslichen Fluoriden durch seine Abscheidung in Form von K_2SiF_6 und nachträgliche Titration dieses Komplexes*. Zur F.-Best. in l. Fluoriden werden 0,2 g NaF in 15 ccm W. gel., mit 15 ccm Wasserglaslg. (0,01 g SiO_2 /ccm), 2—3 Tropfen Methylorange, 1 g KCl, tropfenweise mit HCl (1:1) bis zu geringem Überschuß versetzt. Darauf gibt man A. hinzu, bis die Lsg. 50% davon enthält (vgl. vorst. Ref.) u. läßt mindestens 1 Stde. stehen u. wäscht nach besonders beschriebenem Verf. mit A. u. KCl aus. Bei der nachfolgenden Titration des in 100 ccm CO_2 -freiem W. gel. Nd. müssen die Korrekturen für die Löslichkeit des K_2SiF_6 berücksichtigt werden. Der Aufschluß unl. Fluoride erfolgt mit feinem Quarzsand u. $NaKCO_3$. Die wss. Lsg. der Schmelze wird mit $(NH_4)_2CO_3$ versetzt u. auf 40° erwärmt. Darauf wird filtriert, 200 ccm des Filtrats auf 30 ccm eingengt u. darin F wie oben bestimmt. (Z. analyt. Chem. 103.107—13. 1935. Moskau, KARPOW-Inst. für physikal. Chemie.) ECKSTEIN.

H. Bennett und **H. F. Harwood**, *Die volumetrische Nitritbestimmung mit $Ce(3)$ -Sulfatlösung*. Wasserlösliche Nitrite können genau mit $Ce_2(SO_4)_3$ -Lsg. u. *Erioglaurin* als Indicator bestimmt werden. Die $Ce_2(SO_4)_3$ -Lsg. ersetzt auch sehr gut das $KMnO_4$ bei der volumetr. Best. des K nach Fällung als K-Co-Nitrit. (Analyst 60. 677—80. Okt. 1935. London, Imperial College of Science and Technology.) ECKSTEIN.

H. Simmich, *Eine maßanalytische Bestimmung der Phosphorsäure*. Die schwach saure Lsg. wird mit einigen Tropfen Methylorange u. mit 0,1-n. H_2SO_4 bzw. 0,1-n. Lauge möglichst genau auf den Umschlagpunkt ($pH = 4,4$) eingestellt. Dann setzt man $AgNO_3$ -Lsg. (4—6 Teile $AgNO_3$ auf 1 Teil Analysenprobe) u. 1 ccm 0,04%ig. alkoh. Bromthymolblaulsg. hinzu u. titriert unter Umschwenken mit 0,1-n. Lauge auf scharfen Farbumschlag nach Grün. Nach kurzer Zeit färbt sich die Lsg. wieder gelb. Jetzt titriert man mit der Lauge zu Ende. Große Mengen Chloride stören, ebenso Mn. (Angew. Chem. 48. 566. 24/8. 1935. Berlin, Reichszollverwaltung.) ECKSTEIN.

Kazimierz Boratyński, *Über die colorimetrische Bestimmung des Orthophosphats in Gegenwart von Meta- und Pyrophosphaten*. In Ergänzung zu der in C. 1935. II. 1922 referierten Arbeit wird mitgeteilt, daß auch Metaphosphate die colorimetr. Best. des Orthophosphats nicht stören, selbst nicht in der Konz. von 100 mg P_2O_5 -Meta in 100 ccm Lsg. (Z. analyt. Chem. 102. 421—28. Sept. 1935. Posen, Univ.) ECKSTEIN.

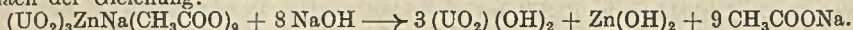
L. W. Marrison, *Ein neuer Nachweis für Phosphat und Arsenat*. Ein Tropfen der Probelsg. wird auf einem Filterpapier mit 1 Tropfen 0,02-n. Na_2S -Lsg. versetzt u. mit 1 Tropfen frisch bereiteter, schwefelsaurer 2,5%ig. NH_4 -Molybdatlg. in Berührung gebracht. Blaufärbung zeigt PO_4^{3-} , $P_2O_7^{4-}$, PO_3^{3-} oder AsO_4^{3-} an. Bei sehr geringen Mengen dieser Anionen tritt nur an der Berührungsstelle der beiden Tropfen eine schwache Blaufärbung auf. Erfassungsgrenze etwa 0,5% PO_4^{3-} . CNS' , $Fe(CN)_6^{4-}$ u. $Fe(CN)_6^{3-}$ stören. (J. Soc. chem. Ind., Chem. & Ind. 54. 872. 1935.) ECKSTEIN.

Karl Abresch, *Ein Gerät zur Alkalischnellbestimmung*. Ausführliche Beschreibung u. Abbildung des Apparates, der gestattet, 1. die Elektrolysisspannung auf die beiden krit. Potentiale des Grund- u. Sättigungsstromes einzustellen, 2. die davon abhängigen Stromstärken mit einem Instrument von genügend großem Meßbereich u. Meßgenauigkeit festzustellen, 3. den Grundstrom zu kompensieren, um das Meßinstrument auf seine Nullstellung zu bringen u. somit auf den Geh. des zu bestimmenden Kations direkt eichen zu können, u. 4. die Temp. des Analysates u. der genormten Vergleichslsg. während der Messung konstant zu halten. Weitere Einzelheiten im Original. (Chem. Fabrik 8. 380—81. 2/10. 1935. Bonn, Inst. für Boden- u. Pflanzenbaulehre.) ECKSTEIN.

F. Kögler, *Die Bestimmung von Natrium als Natrium-Magnesium-Uranylacetat*. Zunächst wurde durch Verss. festgestellt, daß zur einwandfreien Na.-Best. das K unbedingt entfernt werden muß, u. zwar am sichersten mit $HClO_4$. Als Fällungsreagens dient das von KAHANE angegebene Gemisch: 32 g Uranylacetat, 100 g Mg-Acetat, 20 ccm Eg. u. 500 ccm A., aufgefüllt auf 1 l. Die Best. wird durch NH_4ClO_4 , NH_4Cl , NH_4NO_3 , Chloride u. Nitrate des Fe, Al u. Ca, sowie durch $Ca(ClO_4)_2$ nicht gestört. $Ba(ClO_4)_2$ darf nicht anwesend sein. **Arbeitsvorschrift für hochprozentiges KCl**: 10 g des Salzes werden in 250 ccm W. gel. Von dieser Lsg. werden 20 ccm mit 6 ccm 20%ig. $HClO_4$ vorsichtig abgeraucht. Der Rückstand wird mit einer Lsg. von 12 ccm $HClO_4$ in 1 l A. angerieben u. filtriert. Das $KClO_4$ wird in W. gel. u. nochmals gefällt. Die Filtrate werden mit NH_3 neutralisiert u. trocken gedampft. Den Rückstand nimmt man mit 5 ccm W. auf u. fällt bei 20° mit dem Reagens nach KAHANE. Die Fällung ist nach $\frac{1}{2}$ Stde. vollständig. Mit A. waschen u. bei 110° 1 Stde.

lang trocknen. Größere SO_4^{--} -Mengen müssen abgeschieden werden, ebenso PO_4^{--} . (Angew. Chem. 48. 561—65. 24/8. 1935. Westeregeln, Consolidirte Alkaliwerke.) ECKSTR.

Ansel P. Weinbach, *Eine Mikromethode zur Natriumbestimmung*. Na wird in der alkoh. Lsg. der Substanz (0,1 ccm Blut, 0,5 ccm trichloressigsäures proteinfreies Serum oder Plasma oder 1 ccm Zellfiltrat) in Ggw. von 20%_{ig}. Trichloressigsäure mit Zn-Uranylacetat gefällt, nach Zusatz von A. zentrifugiert u. der Nd. mit Aceton gewaschen. Dann lost man den Nd. in 50 ccm W. u. titriert mit 0,02-n. NaOH (Phenolphthalein!) nach der Gleichung:



Die Titration wird mit einer in 0,02 ccm eingeteilten Mikrobürette ausgeführt. Blindvers. erforderlich. Die Methode ist auch zur Na-Best. in Urin oder Faeces geeignet. (J. biol. Chemistry 110. 95—99. 1935. Baltimore, JOHN HOPKINS UNIV.) ECKSTEIN.

Winifred R. A. Hollens und **James F. Spencer**, *Elektrometrische Thalliumbestimmung*. Ein abgemessenes Vol. der TlCl_3 -Lsg. wird mit Eg. schwach angesäuert, mit einem Überschuß KJ versetzt u. das in Freiheit gesetzte J mit $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ titriert. Die Titration kann ohne Elektroden nach Zusatz von Chlf. erfolgen. Die elektrometr. Best. wird mit bimetal. Elektroden nach PRING u. SPENCER (C. 1930. II. 1410) ausgeführt. Zn u. Fe stören nicht. Die Titration kann auch mit Na_2AsO_3 ausgeführt werden. [Zu der Verwendung bimetal. Elektroden vgl. auch FOULK u. BAWDEN (C. 1926. II. 2091).] (Analyst 60. 672—76. Okt. 1935.) ECKSTEIN.

J. Haslam, *Die Oxalate des Calciums, Strontiums, Bariums und Magnesiums*. Vf. hat durch Verss. an reinem isländ. Doppelspat festgestellt, daß die gewichtsanalyt. Best. des Ca als $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (vgl. BRUNCK, C. 1933. II. 2564) immer etwas zu hohe Werte ergibt. Auch nach Auswaschen des in der Hitze gefällten Nd. mit A. u. A. u. Titrieren mit KMnO_4 waren die Resultate zu hoch. Vf. beobachtete beim Titrieren Auftreten von Aldehydgeruch. Die im Nd. verbliebenen Spuren A. verursachen einen Mehrverbrauch an KMnO_4 . Vf. empfiehlt Filtration des Nd., der nicht mehr als 0,3 g CaO enthalten soll, im Glasfiltrertiegel 1 G 3, Waschen mit 0,1%_{ig}. NH_4 -Oxalatlg. u. W., Trocknen durch Absaugen u. nachträgliche Titration als sicherste Best.-Methode des Ca. — Sr wird unter den gleichen Bedingungen nicht quantitativ gefällt. — Die Titration des Ba-Oxalats kann mit genügender Genauigkeit ausgeführt werden, wenn sie in HClO_4 -Lsg. stattfindet. Die gewichtsanalyt. Best. des Ba als Oxalat gibt sehr unsichere Werte. — Mg fällt mit NH_4 -Oxalat als $\text{MgC}_2\text{O}_4 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ aus. Die KMnO_4 -Titration sowohl, wie die gewichtsanalyt. Best. mit Oxychinolin bestätigen die Formel. In Ggw. von Ca ist Umfällung erforderlich. (Analyst 60. 668—72. Okt. 1935. Northwich.) ECKSTEIN.

Adolph Bolliger, *Die volumetrische Mikrobestimmung des Magnesiums mit Methylenblau nach vorhergehender Fällung als Magnesiumpikrolonat*. Das Verf. beruht auf der Fällung des Mg aus neutraler oder schwach saurer Lsg. in der Siedehitze mittels genau eingestellter 0,05-n. Li-Pikrolonatlg. u. Titration des Pikrolonatüberschusses mit 0,01-n. Methylenblaulsg. Größere Mengen Alkalisalze (über 0,01-n.), sowie Ba, Sr u. Schwermetalle müssen vorher entfernt werden. In zu stark alkalihaltigen Lsgg. werden Alkali- u. Mg-Pikrolonat zusammen ausgefällt, u. in einem Scheidetrichter, der Chlf. enthält, mit Methylenblau tritriert. Die Alkalipikrolonate werden zuerst zers., die Zers. des schwer l. Mg-Pikrolonats beginnt beim Erscheinen eines blaugrünen Farbtons in der wss. Lsg. In Ggw. von Ca wird die Lsg. mit einem deutlichen Überschuß von Li-Pikrolonat versetzt, 5 Stdn. in Eis gekühlt, der Ca-Pikrolonatnd. abfiltriert u. in einem Teil des Filtrats der Pikrolonatüberschuß unmittelbar darauf im Scheidetrichter (Chlf.) titriert. Der andere Teil des Filtrats dient zur Mg-Best. (J. Proc. Roy. Soc. New-South Wales 69. 68—74. 1935. Sydney, Univ.) ECKSTEIN.

W. Daubner, *Maßanalytische Bestimmung des Magnesiums*. Man gibt die salzsaure von anderen Metallen freie Probelsg. in eine schwach salzsaure Na_2HAsO_4 -Lsg. Auf Zusatz bis zu 5% NH_4Cl läßt man NH_3 zutropfen. Nach 4—5 Stdn. wird der $\text{Mg}(\text{NH}_4)\text{AsO}_4$ -Nd. abfiltriert, mit A. gewaschen, in h. HCl gel. u. mit einem Überschuß konz. SO_2 -Lsg. versetzt. Nach 1 Stde. wird unter Einleiten von CO_2 erhitzt, abgekühlt u. nach Zusatz von 2 Tropfen Methylorange mit NaHCO_3 u. mit Stärkelsg. versetzt. Der Verbrauch von 1 ccm 0,1-n. J-Lsg. entspricht 1,216 mg Mg. (Angew. Chem. 48. 551. 17/8. 1935. Landshut, Bayern, Staatl. Keram. Fachschule.) ECKSTEIN.

G. C. Chandlee, *N-Propylarsinsäure als Reagens zur Zirkonbestimmung*. Vf. hat festgestellt, daß die in der früheren Arbeit (C. 1935. II. 2410) aufgestellte Behauptung,

die Trennung des Zr vom Sn sei mit n-Propylarsinsäure durchzuführen, nicht den Tatsachen entspricht. (J. Amer. chem. Soc. 57. 591. 1935. State College, Pa.) ECKST.

Daniel Brard, *Untersuchungen über die Chrombestimmung. II. Die Oxydation des dreiwertigen zum sechswertigen Chrom.* (I. vgl. C. 1935. II. 3269.) Die Oxydation des Cr (3) zu Cr (6) erfolgt quantitativ durch Erhitzen der Cr (3)-Salzlg. mit mindestens 50% der Lsg. an HClO_4 in Ggw. von H_2SO_4 auf 195° innerhalb 2 Min. Für ganz geringe Cr-Mengen (einige μ) ist 4-mal soviel HClO_4 als H_2SO_4 zu verwenden. Ferner behandelt Vf. die Cr-Oxydation mit $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ u. AgNO_3 als Katalysator. (Ann. Chim. analyt. Chim. appl. [3] 17. 257—62. 1935. Paris, Faculté de Pharmacie.) ECKSTEIN.

F. J. Tromp, *Eine Bemerkung zur Chrombestimmung in Chromit.* Das Aufkochen der alkal. Chromatlg. zwecks Zerstörung des überschüssigen H_2O_2 kann vermieden werden, wenn man die Lsg. kurze Zeit mit feinst verteiltem MnO_2 schüttelt. Man verfährt noch besser so, daß man zu dem k. wss. Auszug der Na_2O_2 -Schmelze 0,5 cem MnSO_4 -Lsg. (45 g $\text{MnSO}_4 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ in 100 cem W.) hinzusetzt, kurz aufkocht, den Fe-Tiegel entfernt, auf 500 cem auffüllt u. absitzen läßt. Dann wird durch einen GOOCH-Tiegel (Asbest) filtriert u. 50 cem des Filtrats zur Jodometr. Cr-Best. verwandt. (J. chem. metallurg. Min. Soc. South Africa 36. 1—2. Juli 1935.) ECKSTEIN.

T. E. Rooney und **A. G. Stapleton**, *Die Jodmethode zur Bestimmung der Oxyde im Stahl.* (Iron Steel Ind. Brit. Foundryman 8. 467—68. Sept. 1935. — C. 1935. II. 2556.) ECKSTEIN.

Ernest C. Pigott, *Die Analyse von Nickel-Aluminium-Eisenlegierungen.* Die Legierung wird in HCl u. etwas HNO_3 gel., die Stickoxyde herausgekocht u. in der verd. Lsg. Fe mit Cupferron gefällt. Al wird im Filtrat mit NH_3 gefällt u. zu Al_2O_3 geglüht u. gewogen. In Anwesenheit von Cr muß der Glührückstand mit Na_2CO_3 aufgeschlossen u. Cr im schwefelsauren Auszug der Schmelze mit FeSO_4 titriert werden. Ni wird nach der Dimethylglyoximmethode bestimmt. (Ind. Chemist chem. Manufacturer 11. 273—74. Juli 1935.) ECKSTEIN.

Margaret W. Kelly und **Elisabeth L. Johnson**, *Ein abgeänderter Bestätigungsnachweis für Zink.* Vf. stellten fest, daß das von KUTZELNIGG (C. 1932. II. 3071) hergestellte ziegelrote ZnO bei Mengen unter 0,3 g Zn nicht mehr zum Zn-Nachweis herangezogen werden kann. Zum Nachweis bis zu 5 mg Zn herab verfahren Vf. folgendermaßen: Nach Trennung des Zn von den anderen Metallen seiner Gruppe wird es als ZnS gefällt, dieses in 5—10 cem 6-n. HNO_3 gel. u. in einem 50-cem-Erlenmeyerkolben nach Zusatz von 1 g NH_4NO_3 unter dem Abzug erhitzt, bis Verpuffung auftritt. Dann wird bis zum Verschwinden der Stickoxyddämpfe stärker erhitzt. In Anwesenheit von Zn hinterbleibt ein in der Hitze hellgelber, beim Erkalten fast weißer Rückstand. (J. chem. Educat. 12. 481—83. Okt. 1935. New London, Conn., College.) ECKSTEIN.

Frederick G. Germuth, *Schnelle Trennung und Bestimmung des Zinks in Gold- und Bronzepigmenten.* Das Zn wird aus dem gut zerkleinerten Metallgemisch mit 2-n. HCl u. Erwärmen auf 40—50° leicht herausgel. u. im Filtrat mit $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ bei über 75° (Indicator: *Diphenylaminsulfat*) titrimetr. bestimmt. (Chemist-Analyst 24 Nr. 3. 10—11. Juli 1935. Baltimore, Md.) ECKSTEIN.

P. L. Bobin, *Die Anwendung des Glasfilters zur Bestimmung des Thoriums nach der Emanationsmethode.* Um eine größere Berührungsfläche zwischen der Luft u. der auf ThX zu untersuchenden Fl. zu erzielen, wird die Benutzung eines feinkörnigen Glasfilters (SCHOTT, Jena) in Verbindung mit einem Glasrohr entsprechender Länge für die Emanationsmethode empfohlen. Dabei wächst der Ionisierungsstrom mit der Zunahme der durchgeblasenen Fl.-Säule bis zu einer bestimmten Grenze. Die Abgabe der ThEm kann bei der Durchblasung von Süßwässern bedeutend vergrößert werden durch Zusatz von NaCl (14 g pro Liter) oder durch Zusatz von A. (0,7 cem). (Trav. Inst. Etat Radium [Russ.: Trudy gossudarstvennogo radijowego Instituta] 2. 54—61. Moskau, Geolog. Inst.) KLEVER.

L. M. Kuhlberg, *Die Kobalttropfreaktion.* Die Tropfrk. beruht auf der Bldg. von blauem $\text{CoHg}(\text{CNS})_4$ u. wird wie folgt ausgeführt: ein Tropfen der mit Essigsäure angesäuerten Lsg. wird auf Filtrierpapier gebracht u. mit einem Tropfen $(\text{NH}_4)_2\text{Hg}(\text{CNS})_4$ so versetzt, daß der erste Tropfen ganz überdeckt wird; darauf wird noch in die Mitte ein Tropfen gesätt. $\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$ -Lsg. zugegeben. Das Filtrierpapier wird dann vorsichtig auf einem Porzellandeckel getrocknet. Bei Anwesenheit von Co^{++} wird entweder der Rand oder der ganze Fleck himmelblau. Die Rk. kann neben allen Kationen ausgeführt werden u. ist eine der empfindlichsten Rk. auf Co^{++} . (Ukrain. chem. J. [ukrain.: Ukraini chemitschni Shurnal] 8. 133—39.) V. FÜNER.

H. Kringstad, *Spektralanalytische Bestimmung des Bleigehaltes von Handelszinn*. Elektroden von 6 mm Durchmesser mit planer Endfläche wurden im kondensierten Funken angeregt (Kapazität 0,022 mF, Selbstinduktion 0,0005 Hy). Als Gegen- elektrode diente ein Stäbchen aus reinstem Au (Durchmesser 3 mm). Die quantitative Schätzung des Pb-Geh. erfolgte nach der Methode der Vergleichsspektren, bei der die Spektren der Probe mit Spektren von Sn-Pb-Legierungen genau bekannten Geh. verglichen werden. Zum Intensitätsvergleich eignen sich die Pb-Linien: 2873,2; 2833,0; 2614,2 u. 2203,5. Die Werte stimmen gut mit den auf chem. Wege gefundenen überein. (Angew. Chem. 48. 565—66. 24/8. 1935. Stavanger, Norweg. Konservenindustrie.) ECK.

Z. Karaoglanov und M. Michov, *Über die quantitative Trennung des Bleis von anderen Kationen nach dem Chromatverfahren*. Pb läßt sich quantitativ von Cu, Ag, Ni, Ca, Sr, Ba, Mn, Zn, Cd, Al u. Fe (3) trennen, wenn man es aus salpetersaurer Lsg. in Siedehitze u. unter Umrühren langsam mit $(\text{NH}_4)_2\text{CrO}_4$ ausfällt. Der Nd. wird nach einigen Stunden filtriert, bei 140° getrocknet u. gewogen. In den Filtraten kann Cu als CuCNS, Ag als AgCl, Ni als Ni-Dimethylglyoxim, Ca als CaO u. Ba als BaSO₄ bestimmt werden. Für Al u. Fe(3) werden besondere Arbeitsvorschriften in Aussicht gestellt. (Z. analyt. Chem. 103. 113—19. 1935. Sofia, Univ.) ECKSTEIN.

A. J. Lindsey, *Die elektrolytische Bleibestimmung als PbO₂ und dessen Umwandlung in PbO durch Glühen*. Das an Pt-Drahtnetzen abgeschiedene PbO₂ wird im elektr. Ofen bei 700° in 2—5 Minuten zu PbO reduziert (vgl. LINDSEY u. SAND, C. 1934. II. 1169). Die erhaltenen Pb-Werte sind etwas zu niedrig. (Analyst 60. 598—99. Sept. 1935. London, Sir John Cass-Inst.) ECKSTEIN.

T. Akiyama, *Über die Bestimmung des Mercurichlorids durch Kaliumpermanganat und Oxalsäure*. Etwa 0,1 g HgCl₂ werden in wenig h. W. gel. u. die Lsg. mit 2 cem 0,1-n. Eg., 20 cem 0,1-n. Oxalsäure u. 1,7 cem 0,1-n. KMnO₄-Lsg. versetzt u. auf 60 cem verd. Dann erwärmt man die Lsg. 15 Min. lang auf 85° u. bestimmt das abgeschiedene HgCl₂ jodometr. nach HEMPEL. (J. pharmac. Soc. Japan 55. 24—25. 1935. Kyoto, Pharmazeut. Hochschule. [Nach dtsh. Ausz. ref.]) ECKSTEIN.

C. H. Kao und K. H. Chen, *p-Homosalicylaldoxim als Reagens auf Kupfer*. 5 cem einer Cu-Lsg. werden mit 10 cem Eg., 100 cem W. u. 1 g Na-Acetat auf 80° erwärmt u. tropfenweise unter Rühren mit 25 cem 50%ig. alkoh. Reagenslg. (deren Herst. ausführlich beschrieben ist) versetzt. Nach 2 Stdn. wird der Nd. abgesogen, mit 20%ig. Eg. u. W. gewaschen u. bei 110° getrocknet. Er enthält 17,48% Cu. In der gleichen Weise kann man Ni quantitativ fallen, nur muß man nach dem Reagenszusatz die Lsg. mit NH₃ neutralisieren. In Ggw. von Fe wird dieses durch Zusatz von K-Tartrat in Lsg. gehalten. Zur Trennung des Cu vom Ni wird Cu zuerst aus der sauren Lsg. u. im schwach ammoniakal. Filtrat Ni abgeschieden. (J. Chin. chem. Soc. 3. 22—26. März 1935. National Tsing Hua Univ.) ECKSTEIN.

Selim Angusti, *p-Aminophenolchlorhydrat als Reagens auf die Kationen Kupfer und Eisen*. $p\text{-C}_6\text{H}_4\text{OHNH}_2 \cdot \text{HCl}$ liefert mit Cu^{++} u. mit Fe^{+++} charakterist. violette Ndd., die zum makro- u. mikrochem. (Tüpfelrk.) Nachweis dienen können. Das Reagens wird in 20%ig. alkoh. Lsg. angewandt. Empfindlichkeitsgrenzen: für Cu^{++} makrochem. 0,15 mg, mikrochem. 0,2 γ , für Fe^{+++} makrochem. 0,013 mg, mikrochem. 0,069 γ . Bzgl. der Konst. der Ndd. nimmt Vf. an, daß es sich um innere Komplexsalze mit Koordinationsvalenzen handelt. (Mikrochemie 17 ([N. F.] 11). 118—26. 1935. Salerno, Techn. Handelsinst., Chem. Lab.) R. K. MÜLLER.

Alexandre-P. Sergueeff und A. A. Kochouchovsky, *Fällung des Kupfers und Silbers unter der Einwirkung des letzteren*. Zur Cu-Fällung versetzt man eine alkoh. Lsg. von entwässertem CuCl₂ oder eine wss. CuSO₄-Lsg., die einen NaCl-Überschuß enthält, mit Ag-Pulver oder -Draht u. erwärmt. Das Cu schlägt sich als bronzefarbener Beschlag auf dem Ag nieder. Beim Verdünnen der Lsg. trübt sie sich infolge Abscheidung von AgCl. — Bringt man das verkupferte Ag mit der KCl-Lsg. in einem Papier- oder Asbestsäckchen in eine konz. AgNO₃-Lsg., so schlägt sich sofort Ag auf der Oberfläche des Säckchens nieder, aber in erheblich größeren Mengen, als zu erwarten war. Die Erscheinung wird mit einem Ag-Ionen-Austausch zwischen Ag u. der konz. AgNO₃-Lsg. erklärt. (Ann. Chim. analyt. Chim. appl. [3] 17. 231—32. 15/8. 1935. Winnitza, Inst. de Médecine.) ECKSTEIN.

R. Berg und W. Roebing, *Bestimmung und Trennung von Metallen mit „Thionolid“*. II. (I. vgl. C. 1935. II. 2409.) 1. Best. u. Trennung des Cu. Die Fällung des Cu kann aus verd. schwefel- oder salpetersaurer Lsg. erfolgen, doch ist eine größere Säurekonz. als 0,5-n. zu vermeiden. Chloride bis zu 1 g/100 cem stören nicht. Die

Fällung erfolgt bei 85° mit alkoh. oder Eg.-Reagenslg. (1%). Die Menge des Reagens soll etwa das 10-fache der zu erwartenden Cu-Menge betragen. Der Nd. wird sofort h. durch einen *vorgewärmten* Glasfildertiegel Nr. 3 filtriert, säurefrei ausgewaschen u. bei 105° getrocknet. Zus. des Nd.: $\text{Cu}(\text{C}_{12}\text{H}_{10}\text{ONS})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Faktor 0,1237. — Zur maßanalyt. Best. filtriert man den Nd. durch ein mit h. W. angefeuchtetes Papierfilter, schlämmt den Nd. mit 50 ccm Eg. u. 4—5 ccm 5-n. H_2SO_4 auf u. fügt 0,1 g KJ u. 10 ccm einer etwa n. KCNS-Lsg. hinzu. Darauf versetzt man mit einem Überschuß 0,02-n. J-Lsg., verd. u. titriert den J-Überschuß mit 0,02-n. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ -Lsg. zurück. Fe(3) u. andere Oxydationsmittel müssen zerstört werden, am besten mit Hydroxylaminsulfat. Cl' ist durch Abrauchen mit H_2SO_4 zu zerstören. Zur Entfernung des Reagensüberschusses wird das Filtrat bei 70—80° tropfenweise mit etwa 0,5-n. J-KJ-Lsg. bis zur Gelbfärbung versetzt, abgekühlt u. das „Dithionald“ abfiltriert. 2. *Ag*. Mit der Thionalidfällung, die wie die Cu-Fällung ausgeführt wird, kann Ag schnell u. genau von Pb u. Tl getrennt werden. Man filtriert durch Papierfilter u. glüht den Nd. Bei der maßanalyt. Best. fällt der KCNS-Zusatz fort. 3. *Hg*. Fällung analog wie beim Cu. Größere Cl'-Mengen (über 0,1-n. Cl') stören. $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ muß in HgCl_2 überführt werden. Bei der Red. anwesender Oxydationsmittel ist vor dem Hydroxylaminzusatz Alkalichlorid hinzuzusetzen, um das Hg in HgCl_2 überzuführen. 4. *Bi*. Der Bi-Thionalidnd. flockt erst nach 20—30 Min. langem Stehen bei W.-Badtemp. aus. Die Säurekonz. darf 0,1-n. nicht übersteigen. Über 2 besondere Arbeitsvorschriften für Bi-Lsgg. mit u. ohne Cl'- oder SO_4 '-Geh. s. Original. Bei der jodometr. Bi-Best. ist ein Zusatz von Fe-freiem NH_4Cl erforderlich, das das Bi komplex bindet. Große Mengen Pb sind zu entfernen. (Angew. Chem. 48. 597—601. 14/9. 1935. Königsberg, Univ.)

ECKSTEIN.

Friedrich Hecht und **Richard Reissner**, *Über eine Bestimmung des Wismuts mit Naphthochinolin*. Ausführliche Beschreibung der Fällungsvorschrift des Bi aus 3% H_2SO_4 enthaltenden $\text{Bi}_2(\text{SO}_4)_3$ -Lsgg. mit 2,5% ig. α -Naphthochinolin-(„Naphthin“-)-sulfatlsg., SO_2 -Lsg. u. KJ (0,2-n.). Das entstehende wismutjodwasserstoffsäure α -Naphthin hat nach eingehenden Unterss. die Zus. $(\text{C}_{13}\text{H}_2\text{N}) \cdot \text{HBiJ}_4$. Das Verf. gibt nur in Händen geübter Analytiker gute Werte. (Z. analyt. Chem. 103. 88—98. 1935. Wien, Univ.)

ECKSTEIN.

N. S. Poluektoff, *Über einige Reaktionen, die für Germaniumsäure und Borsäure gemeinsam sind*. Der von HAHN (C. 1934. II. 476) vorgeschlagene Nachweis von B wird vom Vf. in Form eines Tüpfelnachweises für Ge benutzt. Ein Tropfen einer schwach sauren Na-Germanatlg. wird mit einem Tropfen Phenolphthalein vermischt. Dann wird tropfenweise 0,01-n. NaOH bis zur Rosafärbung zugesetzt. Bei Zugabe von Mannit verschwindet nun die Färbung oder wird je nach der Menge des Ge schwächer, da die sauren Eigg. des GeO_2 verstärkt werden. 2,5 γ Ge in 0,05 ccm (Grenzkonz. 1:20 000) lassen sich noch nachweisen. FEIGL u. KRUMHOLZ (C. 1930. I. 1181) beschrieben charakterist. Umfärbungen der intensiv gefärbten Lsgg. von Oxyanthrachinonen in konz. H_2SO_4 durch B_2O_3 . Vf. zeigt, daß eine eingedampfte Probelsg., die mit 2—3 Tropfen Chinalizarinlg. in konz. H_2SO_4 versetzt ist, bei Ggw. von Ge einen Umschlag der Färbung von Rosaviolett nach Blau erfährt. Erfassungsgrenze: 5 γ Ge, Grenzkonz.: 1:10 000. Auch der von KOMAROWSKY u. POLUEKTOFF (C. 1934. II. 1810) vorgeschlagene Nachweis von B_2O_3 mit p-Nitrobenzolazochromotropsäure ist für Ge_2O_3 anwendbar, die Empfindlichkeit ist jedoch nicht sehr groß. (Mikrochemie 18 (N. F. 12). 48—49. 1935. Odessa, Ukrain.-Chem. Wissenschaftl. Forschungsinst.)

WOCKEL.

b) Organische Verbindungen.

Robert Roger und **William B. MacKay**, *Eine einfache Halbmikromethode zur Bestimmung von Kohlenstoff und Wasserstoff in organischen Verbindungen*. Ausführliche Beschreibung der Apparatur, die sich in der Hauptsache an die PREGLSche Anordnung anlehnt. Das Verbrennungsrohr wird mit CuO -Draht gefüllt, wenn es sich um KW-stoffe oder C, H u. O-haltige Substanzen handelt, mit CuO u. PbCrO_4 für N- oder N u. S-haltige Stoffe u. mit Cu, PbCrO_4 u. einer Ag-Spirale, wenn Cl- oder S-haltige Substanzen vorliegen. (J. Soc. chem. Ind., Chem. & Ind. 54. Trans. 46—48. 1935. Dundee, Univ. of St. Andrews.)

ECKSTEIN.

Chao-Lun Tseng, *Nachweis einiger Elemente in organischen Verbindungen. I. Gleichzeitiger Nachweis von Kohlenstoff, Wasserstoff und Quecksilber*. Zum Hg-Nachweis erhitzt Vf. die Verb. vorsichtig in Ggw. von Cu-Pulver, wodurch sich metall. Hg abscheidet

u. sich an den Wänden des kälteren Rohrteiles kondensiert. Dann werden h. J-Dämpfe durch das Rohr geleitet. Das Kondensat färbt sich gelb u. bei schwachem Erhitzen rot, um beim Erkalten wieder gelb zu werden. Einzelheiten bzgl. Apparatur u. Arbeitsgang im Original. (J. Chin. chem. Soc. 3. 27—32. März 1935. Peking, Univ.) ECK.

Chao-Lun Tseng, *Nachweis einiger Elemente in organischen Verbindungen. II. Ein bewährter Natriumaufschluß zum Nachweis von Schwefel, Stickstoff, Jod, Brom und Chlor.* Die wesentlichen Merkmale des Verf. sind: 1. Vf. vermischt die Probe vor der Schmelze mit Lactose. 2. Verwendung eines leicht zu reinigenden, mit Glasperlen gefüllten Glasrohres. 3. Verwendung von sehr verdünnten Reagentien. 4. Einführung von Bestätigungsrrk. 5. J' wird mit NaNO_2 in saurer Lsg. zu J, Br' mit HNO_3 u. $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ zu Br oxydiert; J wird mit Stärke u. Br mit Fluoreszenzpapier nachgewiesen. (J. Chin. chem. Soc. 3. 33—38. März 1935. Peking, Univ.) ECKSTEIN.

Chao-Lun Tseng, Mei Hu und Ming-Chien Chiang, *Die Bestimmung organischer gebundener Halogene. I. Die Verbrennung in der Parr-Bombe.* Ausführliche Beschreibung des Arbeitsvorganges; die Methode ist für alle Arten organ. Halogenverb. geeignet. Bzgl. Einzelheiten muß auf das Original verwiesen werden. (J. Chin. chem. Soc. 3. 39—51. März 1935. Peking, Univ.) ECKSTEIN.

M. Jureček, *Mikroanalytische Chlor- und Brombestimmung in organischen Substanzen.* 5—10 mg der Substanz werden im Perlrohr mit O_2 verbrannt. Die Perlen sind mit 2 ccm einer konz. Na_2CO_3 -Lsg. u. 3 Tropfen konz. Na_2SO_3 -Lsg. befeuchtet. Nach der Verbrennung wäscht man das Rohr aus u. erhitzt die Lsg. 5 Min. auf dem W.-Bad mit 2—4 Tropfen Perhydrol. Die Cl-Best. erfolgt in der erkalteten, salpetersauren Lsg. mit 0,01-n. $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ -Lsg. nach VOTOČEK. Zur Br-Best. wird das überschüssige H_2O_2 durch Erhitzen mit Hydrazinsulfat zerstört u. darauf die Titration mit $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2$ u. 2 Tropfen Nitroprussiatlsg. als Indicator ausgeführt. Die für Cl erhaltenen Werte sind recht genau, die Br-Werte zum Teil etwas unsicher. (Coll. Trav. chim. Tchécoslovaquie 7. 316—18. 1935.) ECKSTEIN.

C. M. Jephcott, *Methanolbestimmung in Luft.* Die methanolhaltige Luft wird durch W. geleitet. 10 ccm der Lsg. werden in einem 25 ccm fassenden graduierten Vergleichsgefäß mit 1 ccm verd. A., 5 ccm 2%ig. KMnO_4 -Lsg. u. 1 ccm verd. H_3PO_4 versetzt. Nach 1 Stde. zerstört man das KMnO_4 durch Zusatz von 1 ccm 5%ig. Oxal-säurelsg., gibt zu der farblosen Lsg. 2 ccm verd. H_2SO_4 u. 5 ccm SCHIFFSches Reagens. Nach 3 Stdn. wird gegen in gleicher Weise hergestellte CH_3OH -Lsgg. colorimetriert. (Analyst 60. 588—92. Sept. 1935. Toronto, Canada, Ontario Departm. of Health.) ECKSTEIN.

A. P. W. Münch und R. Th. Heukers, *Die Naphthalinbestimmung mittels Pikrinsäure.* Bemerkungen zu PIETERS u. PENNER (vgl. C. 1936. I. 121). (Chem. Weekbl. 32. 627—28. 2/11. 1935. Arnhem.) GROSZFLD.

B. P. Fedorow und A. A. Spryskow, *Methode der quantitativen Untersuchung des technischen α -Nitronaphthalins.* (Z. analyt. Chem. 103. 28—38. 1935. Iwanowo, Chem.-Technolog. Inst. — C. 1935. II. 89.) ECKSTEIN.

H. H. Schrenk, S. J. Pearce und W. P. Yant, *Eine mikrocolorimetrische Methode zur Benzolbestimmung.* Das Bzl., das fl. oder dampfförmig vorliegen kann, wird mit einem Gemisch aus gleichen Vol.-Teilen rauchender HNO_3 u. konz. H_2SO_4 zu m-Dinitrobenzol titriert; die Säuren werden durch Titration mit 40%ig. NaOH neutralisiert (Lackmus!), mit 1—2 Tropfen im Überschuß versetzt u. die Lsg. mit 10 ccm Butanon (Methylalkylketon, Kp. 81,9°) etwa 10 Min. lang geschüttelt. Die Temp. soll 25° nicht unterschreiten. Die entstehende purpurrote Färbung wird in NESZLER-Röhren mit den Färbungen von Lsgg. bekannten m-Dinitrobenzolgeh. verglichen. Bis 1 γ Bzl. ist mit Sicherheit zu erkennen. Die Genauigkeit beträgt $\pm 5\%$ bei einem Bzl.-Geh. von 0,01—0,06 mg. Toluol, Athyl- u. Chlorbenzol stören, doch wurde festgestellt, daß 15 Teile Toluol äquivalent sind 1 Teil Bzl., woraus sich der Bzl.-Geh. bei bekanntem Toluolgeh. berechnen läßt. Das Butanon läßt sich aus der alk. Lsg. durch Ausschütteln mit CaCl_2 u. Dest. über Weinsäure zurückgewinnen. (U. S. Dep. Interior. Bur. Mines. Rep. Invest. 3287. 11 Seiten. Okt. 1935. Pittsburgh, Bureau of Mines.) ECKSTEIN.

William O. Emery und Henry C. Fuller, *Nachweis und Bestimmung von o-Phenylphenol.* Das für bakteriolog. Unterrs. neuerdings wichtige o-Phenylphenol gibt — analog dem Phenol u. der Salicylsäure — mit J-KJ-Lsg. in Ggw. von h. Alkalicarbonatlsg. einen purpurroten Nd. von der Zus. $\text{C}_{13}\text{H}_7\text{O}_2\text{J}$, welcher sich für die quantitative Best. des o-Phenylphenols gut verwenden läßt. 0,2 g des letzteren in wenig W. mit einigen Tropfen 10%ig. NaOH lösen, 200 ccm W., 2 g Na_2CO_3 u. 0,2 g NaHCO_3 zugeben,

einige Min. auf Dampfbad erhitzen, 0,2-n. J-KJ-Lsg. in Portionen von ca. 10 ccm zufügen, bis nach 15–20-minütigem Erhitzen eine gelbe Färbung bestehen bleibt, welche mit SO_2 -Lsg. fortgenommen wird; vom Bad entfernen, Nd. absetzen lassen, durch GOOCH -Tiegel filtrieren, mit wenigstens 200 ccm h. W. waschen, dabei Nd. immer feucht halten, erst zum Schluß scharf absaugen u. bei 100° trocknen. — o-Kresol liefert in gleicher Weise ein Prod. von der Zus. $\text{C}_7\text{H}_5\text{OJ}$. Für diese Verbb. werden Konst.-Formeln vorgeschlagen. (Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 7. 248. 1935. Washington [D. C.]) LINDENBAUM.

G. N. Thomis, *Über die acidimetrische Bestimmung des Natriummonomethyl- u. -dimethylarsenats*. Die Best. des Na-Kakodylsats erfolgt am besten in einer Lsg., die 66% A. enthält u. in Ggw. von Bromphenolblau als Indicator. Die Titration erfolgt mit 0,5-n. HCl unter Verwendung einer Mikrobürette. Neutrale Elektrolyte stören nicht. Die Best. des Arrhenials wird mit 0,5-n. HCl u. Bromkresolpurpur ausgeführt. (Praktika 10. 130–34. 1935. Athen. [Orig.: franz.]) ECKSTEIN.

c) Bestandteile von Pflanzen und Tieren.

C. O. Harvey, *Die Jodbestimmung in biologischen Substanzen*. Sehr ausführliche Beschreibung der verschiedenen Arbeitsmethoden, wie sie für die verschiedenen Substanzen, wie Milch, Blut, Öle u. Fette, vegetabil. Stoffe, Trinkwasser mit u. ohne Nitratgeh., Fischteile, Salinenprodd. u. a. in Frage kommen. Bzgl. Einzelheiten muß auf das Original verwiesen werden. (Med. Res. Council Spec. Rep. Ser. No. 201. 5–43. 1935. London, Government Laboratory.) ECKSTEIN.

—, *Die Bestimmung von Jod in biologischen Substanzen*. Kurze Besprechung des vom Med. Res. Council ausgearbeiteten u. als Special Report Series No. 201 veröffentlichten Standardverf. (Pharmaceuticals and Cosmetics 1935. 99 bis 100. Sept.; Beil. zu Ind. Chemist chem. Manufacturer.) DEGNER.

Ruth Allcroft und **Henry Hamilton Green**, *Titrimetrische Schnellbestimmung des Arsens in biologischen Substanzen*. Das Material wird mit einem Gemisch von 60%ig. HClO_4 u. konz. HNO_3 aufgeschlossen. Die „Verbrennung“ dauert für Blut 10 Min. für Muskelsubstanz 30 Min. u. für trockene Faeces 1 Stde. Die Lsg. wird verd. u. nacheinander möglichst rasch mit 10 Tropfen SnCl_2 , 2 Tropfen CuSO_4 , 15 ccm konz. H_2SO_4 u. 25 g granuliertem Zn versetzt. Unmittelbar darauf verbindet man mit den Absorptionröhren. Die erste enthält 1%ig. Pb-Acetatlg., die nächsten drei 0,02- u. 0,01-n. AgNO_3 -Lsg. Die Überleitung des AsH_3 ist in 20 Min. beendet. Es ist für möglichst intensive H_2 -Entw. Sorge zu tragen. Zu den vereinigten AgNO_3 -Lsgg. gibt man nun etwa 0,1 g NaHCO_3 u. 2 g KJ, sowie Stärkelsg. Die Titration wird mit $\frac{1}{495}$ -n. J-Lsg. (1 ccm = 0,1 mg As_2O_3) aus einer Mikrobürette ausgeführt. Weitere Einzelheiten im Original. 1% As_2O_3 u. unter besonders günstigen Umständen 0,1% As_2O_3 sind mit Sicherheit zu bestimmen. Die Analysendauer für 6 Bestst. (gleichzeitig) beträgt 2 Stdn. (Biochemical J. 29. 824–33. 1935. Weybridge, Ministry of Agriculture.) ECKSTEIN.

André Kling, **Emile Gelin** und **Jules Demesse**, *Ersatz der Gesamtkohlenstoffbestimmung nach den Trockeneextraktverfahren in verschiedenen natürlichen vegetabilischen Produkten*. Vff. empfehlen statt der umständlichen Herst. von Trockenauszügen von Früchten (z. B. Tomaten) den Aufschluß der Substanz mit $\text{Cr-H}_2\text{SO}_4$. Aus dem Vol. der entstandenen CO_2 kann der Gesamt-C u., da in den einzelnen Fruchtarten der Anteil der Glucoside, organ. Säuren usw. immer ungefähr konstant ist, auch deren Gehalt direkt ermittelt werden. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 201. 298–300. 22/7. 1935.) ECKSTEIN.

Friedrich L. Hahn, *Bestimmung sehr kleiner Mengen Äthylbromid in biologischen Substanzen*. (Vgl. C. 1935. II. 2705.) Die Substanz (Blut oder Gehirn) wird einer W.-Dampf-Dest. unter Durchleiten von Luft unterworfen u. die Dämpfe in einem Quarzrohr auf Rotglut erhitzt, wobei sich das Bromäthyl vollkommen zersetzt. Der W.-Dampf wird kondensiert; er enthält alles Br als HBr. Nach Zusatz eines geringen Überschusses von NaOH wird mit verd. Eg. neutralisiert (Methylrot!). Auf Zusatz von Chloramin wird Br in Freiheit gesetzt, das sich an Fluorescein bindet. Das entstandene Eosin wird colorimetr. mit Standardlsgg. (0,2, 5, 10 usw. % Br) verglichen. Erfassungsgrenze 0,2% Br. (C. R. hebd. Séances Acad. Sci. 201. 296–98. 22/7. 1935.) ECKST.

Felice A. Rotondaro, *Die Bestimmung von Alkaloidsalzen durch direkte Titration ihrer Säureradikale*. Besprechung einiger bisheriger, auf dem genannten Prinzip beruhender Verff. Das folgende wurde ausgearbeitet: Zu 40–50 ccm neutralem Benzylalkohol 0,1–0,15 g Salz, einige Tropfen Phenolphthaleinlg. u. ca. 90% der erforder-

lichen Menge CO₂-freie 0,02-n. KOH-Lsg. geben, verschlossen schütteln, nach Verschwinden der rosa Farbe unter Schütteln zu Ende titrieren. Genauigkeit ca. $\pm 0,20\%$. (Amer. J. Pharmac. 107. 237—41. 1935. Pittsburgh, Pa., Zemmer Lab.) DEGNER.

Alvin M. Marks, V. St. A., *Krystallisieren*. Zum Überziehen eines Trägers, z. B. Glas, mit einer einheitlichen krystallinen Schicht wird eine Lsg. des krystallinen Stoffes auf die Oberfläche des Trägers aufgetragen, indem man den krystallinen Stoff aus der Lsg. auskrystallisieren u. sich auf der Oberfläche des Trägers niederschlagen läßt, u. dabei für ein Ausrichten der Moleküle sorgt. Das Verf. soll insbesondere zur Herst. eines Polarisierkörpers aus Jodchinitinsulfat, der die Planpolarisation hindurchgeschickten Lichtes ermöglichen soll, dienen. (F. P. 784 487 vom 9/1. 1935, ausg. 22/7. 1935.) E. WOLFF.

I. M. Bessonow, U. S. S. R., *Quantitative Bestimmung von Zink in Eisenerzen*. Eine abgewogene Erzmenge wird zunächst mit HCl (D. 1,19) u. dann mit HNO₃ (D. 1,40) behandelt, die erhaltene Lsg. mit Citronensäure versetzt, mit NH₃ bis zum schwachen NH₃-Geruch neutralisiert u. erneut mit Citronensäure angesäuert. Hierauf wird die Lsg. auf 70—80° erwärmt, mit W. verd. u. H₂S eingeleitet. Der ausgeschiedene Nd. wird in H₂SO₄ gel. unter Zusatz von Phenolphthalein mit Alkali neutralisiert, mit H₂O₂ oxydiert u. das ausgeschiedene Eisenhydrat abfiltriert. Aus dem Filtrat wird das Zn in üblicher Weise elektrolyt. unter Anwendung einer Platinnetzkatode bei 3,8—4 V u. 1,5—3 Amp. abgeschieden. (Russ. P. 42 981 vom 26/8. 1934, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

Horace G. Deming and **Saul B. Arenson**, *Exercises in general chemistry and qualitative analysis*; 4th ed. New York: Wiley. 1935. (326 S.) 8°. 1.80.

J. S. Haldane and **J. Ivon Graham**, *Methods of air analysis*; 4th ed., rev. and enl. Philadelphia: Lippincott. 1935. (176 S.) 12°. 3.50.

Eduard Haschek und **Max Haitinger**, *Farbmessungen*. Theoret. Grundlagen u. Anwendgn. Wien u. Leipzig: Haim & Co. 1936. (VI, 86 S.) gr. 8°. = Monographien aus d. Gesamtgebiete d. Mikrochemie. M. 5.—

C. Ainsworth Mitchell, *Documents and their scientific examination*. Re-issue. London: Griffin 1935. 8°. 10 s. 6 d.

Siegfried Walter Souci, *Gang der qualitativen Analyse anorganischer Stoffe in schematischer Darstellung*. Berlin: R. Schoetz 1936. (16 S.) 8°. M. 1.80.

H. Angewandte Chemie.

I. Allgemeine chemische Technologie.

Charles H. Herter, *Fortschritte in der Eiskühlung*. Vf. wendet sich gegen die ausschließliche Fabrikation von Eis in Barren von 11 Zoll Dicke. In gebrochenen Stücken könnte Eis vorteilhafter hergestellt werden. (Refrigerating Engng. 29. 27. 52. 1935. New York.) R. K. MÜLLER.

B. H. Jennings, *Neue Forschungen über Absorptionskühlung*. Auf Grund von Unterss. über Absorptionskältemaschinen mit NH₃ + W. ergeben sich niedrige Betriebskosten bei billigem Brennstoff. Eine wesentliche Vereinfachung des Kühlsystems wird durch automat. Einrichtungen erzielt. Bei der Luftkonditionierung kann der Heizkessel für den Winterbetrieb im Sommer als Heizvorr. für die Absorptionsmaschine benutzt werden. Für das Arbeiten bei niedrigen Temp. ist die Absorptionskühlung gegenüber der kombinierten Kompressionskühlung vorteilhaft. (Refrigerating Engng. 30. 87—93. Aug. 1935. Bethlehem, Pa., Lehigh-Univ.) R. K. MÜLLER.

F. H. Rhodes und **K. R. Younger**, *Die Geschwindigkeit der Wärmeübertragung zwischen kondensierenden organischen Dämpfen und einem Metallrohr*. Vf. untersuchen den Wärmeübergang zwischen einem Metallrohr u. kondensierenden Dämpfen von Bzl., Toluol, Pentan, Hexan, Octan, Aceton, A. (95°/oig. u. absol.), A., n-Propyl-, n-Butyl- u. sek. Amylalkohol. Die erhaltenen Werte stimmen im allgemeinen befriedigend mit den aus der NUSSELTschen Gleichung berechneten überein. (Ind. Engng. Chem. 27. 957—61. Aug. 1935. Ithaca, N. Y., Cornell-Univ.) R. K. MÜLLER.

S. Kamei, **S. Mizuno** und **S. Shiomi**, *Untersuchung über die Trocknung fester Stoffe*. VIII. *Die Beziehung zwischen der Trocknungsgeschwindigkeit und den in Kaolin enthaltenen Flüssigkeitsarten*. (VII. vgl. C. 1935. II. 2987.) Es wird der Verlauf der Trocknung von Ton untersucht, der mit folgenden Fl. getränkt ist: A., Methylalkohol,

Bzn., Xylol, Amylacetat, Anilin, Terpentinöl, Nitrobenzol, Amylalkohol, Bzl., Toluol, Aceton, Äthylacetat, CCl_4 . Die 5 letztgenannten Fl. verdampfen sehr lebhaft ohne konstante Periode. Im übrigen wird bei allen Fl. das Auftreten einer Periode konstanter u. einer Periode verlangsamer Trocknungsgeschwindigkeit festgestellt, wie dies bei W. schon gezeigt wurde. — Der Oberflächenverdampfungskoeff. der verschiedenen Fl. ist proportional $M^{1,25}$ (M = Mol.-Gew.). Es ergibt sich z. B. für die konstante Periode bei 30°, 40% Feuchtigkeit u. 1,01 m/Sek. Luftgeschwindigkeit $d w / \theta = 0,000155 \cdot A M^{1,25} (\Delta p)$. (J. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 37. 756B—64B. Kyoto, Univ., Chemieing.-Abt. [Nach dtsh. Ausz. ref.] R. K. MÜLLER.)

Board of Trustees of the University of Illinois, übert. von: **Henry F. Johnstone** Urbana, Ill., V. St. A., *Entfernung von Schwefeldioxyd aus Gasen*. Die Gase werden in Ggw. des zur Oxydation des SO_2 in SO_3 nötigen O_2 mit $\text{Fe}(3)$ -Ionen u. einen die Oxydation fördernden Katalysator enthaltenden Lsgg. gewaschen, die entstandene H_2SO_4 abgetrennt u. konz. (Can. PP. 339 021 u. 339 022 vom 6/4. 1932, ausg. 30/1. 1934.) BRAUNINGER.

K. N. Schabalin und **E. M. Michelsohn**, U. S. S. R., *Entfernung von Schwefelwasserstoff aus Gasen*. Die Gase werden in üblicher Weise mit einer Lsg. von Alkaliarsenaten gewaschen; aus dem Waschwasser wird der S durch Durchleiten von Luft bei 40—50° unter Zusatz von Permutit, Ölsäure u. Tannenöl als Flotationsmittel abgetrennt. (Russ. P. 43 479 vom 9/6. 1932, ausg. 30/6. 1935.) RICHTER.

Harry W. Cole, New York, N. Y., übert. von: **Charles H. Vosburgh**, Forest Hills, N. Y., V. St. A., *Gewinnung von Kohlensäure aus Gasen*. CO_2 -haltige Gase, z. B. aus Kohle-, Koks- oder Überbrennungsprozessen oder aus der Fermentation stammend, werden nach Reinigen über Koks u. mit Na_2CO_3 -Lsg. (Entfernung von S-Verb.) zunächst durch 2 gleich große, dann durch einen kleineren Adsorber, die mit akt. Kohle gefüllt sind, geleitet. Nach der Adsorption des CO_2 wird zunächst der 1. Adsorber mittels überhitztem Dampf, der durch eine in dem Turm senkrecht angeordnete Schlange geleitet wird, zwecks Austreibung des CO_2 erhitzt. Das Gas strömt nach dem 2. u. 3. Adsorber, wird dort aufgenommen unter Austreiben etwa vorhandener anderer Gasreste. Bei dem 2. u. 3. Adsorber wird diese Arbeitsweise wiederholt, so daß schließlich hochprozentiges CO_2 entweicht, das in einen Gasbehälter geleitet wird. Die Adsorptionskraft der akt. Kohle in 2 u. 3 wird bei Anreicherung an CO_2 für dieses erhöht, so daß das in den ursprünglichen an CO_2 armen Gasen sich einstellende Gleichgewicht zwischen adsorbierter u. nicht adsorbierter CO_2 beträchtlich zugunsten einer Anreicherung von CO_2 in der akt. Kohle überschritten wird. (A. P. 2 017 779 vom 18/4. 1931, ausg. 15/10. 1935.) HOLZAMER.

Forrest E. Gilmore, Tulsa, Okla., V. St. A., *Reine Kohlensäure in gasförmiger und fester Form*. Die Verbrennung von Kohle, Koks, Brennöl oder Naturgas wird in einem aus CO_2 u. reinem O_2 bestehenden Gemisch vorgenommen, so daß W.-Dampf enthaltendes CO_2 entsteht, aus dem der W.-Dampf leicht abgeschieden werden kann. Das etwas O_2 enthaltende, getrocknete Gas wird dann in bekannter Weise verflüssigt u. das fl. CO_2 durch Entspannung in eine Kammer in Schnee verwandelt, der zu Eisblöcken gepreßt wird. Die Vorr. ist ausführlich beschrieben. (A. P. 2 016 815 vom 21/11. 1931, ausg. 8/10. 1935.) HOLZAMER.

Richard Leiser, Wien, *Transport eines verflüssigten Gases*. Der Transport des Gases in einer Wärmeschutzhülle wird derart durchgeführt, daß dem Gas vor dem Transport so viel von einem Gas mit erheblich niedrigerem Kp. in fl. Zustand zugesetzt wird, daß das entstandene Gemisch einen erheblich tieferen Kp. hat als das Nutzgas. (D. R. P. 615 449 Kl. 17g vom 23/5. 1930, ausg. 4/7. 1935. Oc. Prior. 23/5. 1929.) E. WOLFF.

Gesellschaft für Linde's Eismaschinen A.-G., Hölriegelskreuth b. München, *Gewinnung sauerstoffreicher Gemische aus Luft*. Die zu behandelnde Luft wird unter geringem Überdruck u. nachfolgender Rektifikation in einer zweiten Stufe unter Verdampfung der gewonnenen O_2 -reichen Fl. im Gleichstrom zu den entstehenden Dämpfen geführt. Das Verf. ist dad. gek., daß der für die zweite Zerlegungsstufe als Waschfl. erforderliche N_2 in Wärmeaustausch mit der in der ersten Zerlegungsstufe kondensierten Fl. verflüssigt wird u. in die zweite Zerlegungsstufe so viel Luft unter geringem Überdruck einblasen wird, daß die als Endprod. in der zweiten Zerlegungsstufe gewonnene Menge O_2 -reichen Gemisches etwa gleich der Menge des in der ersten Stufe kondensierten O_2 - N_2 -Gemisches ist. Der untere Teil der oberen Säule kann als geheizte Säule

ausgebildet u. durch die Kondensation des Wasch-N₂ beheizt werden. (D. R. P. 617 841 Kl. 17 g vom 18/5. 1934, ausg. 29/8. 1935. Zus. zu D. R. P. 589 916; C. 1934. I. 2803.) E. WOLFF.

Zjednoczone Fabryki Związków Azotowych w Mościcach i w Chorzowie, Mosciace, Polen, *Granulieren von krystallisationsfähigen Salzen* durch Zerstäuben der konz. Lsg. bzw. der Schmelze. Die nahe bis zur Krystallisationstemp. abgekühlte M. wird in einem Krystallisationsstaub enthaltenden Medium versprüht, so daß eine oberflächliche Impfung der fein verteilten Tropfen stattfindet. Zur Einleitung des Krystallisationsprozesses kann der M. vor dem Versprühen der gleiche Stoff in fein verteilter Form zugesetzt werden. (Dän. P. 50 680 vom 26/2. 1934, ausg. 23/9. 1935. Poln. Prior. 21/4. 1933.) DREWS.

Ozark Chemical Co., Tulsa, Okla., übert. von: **Sidney H. Davis, Carl O. Anderson**, Baxter Springs, Kans., und **Rudolph J. Stengl**, Monahans, Tex., V. St. A., *Herstellung von krystallisierten Salzen aus Lösungen*. Man krystallisiert die Salzlsgg. durch Abkühlung in der Bewegung bei gleichzeitigem Gegenstrom u. indirekter Berührung mit einem Kühlmittel z. B. Na₂SO₄-Lsg. Die Bewegung soll bis zur Erreichung großer Krystalle aufrecht erhalten werden. Zusätzliche mechan. Umrührung kann angewendet werden. Zeichnung hierzu. (A. P. 2 007 956 vom 9/9. 1932, ausg. 16/7. 1935.) NITZE.

[russ.] **Alexei Andrejewitsch Gribow** und **N. M. Kassatkin**, Die Grundprozesse bei der Herstellung von Halbprodukten. 2. verb. u. erg. Aufl. Moskau: Onti 1935. (III, 503 S.) Rbl. 4.40.

Edward R. Maurer and **Morton O. Withey**, Strength of materials. 2 nd ed. London: Chapman & H. 1935. (382 S.) 8°. 17 s. 6 d.

V. G. Walsh and others, Technical aspects of emulsions: 2 nd ed. New York. Chemical Pub. Co. 1935. (150 S.) 4.00.

III. Elektrotechnik.

W. Y. Chang und **Y. M. HSieh**, *Elektrische Isolierung aus gebranntem Speckstein*. Die Eignung von 21 chines. Specksteinproben für elektr. Isolierungen wird nach einer Galvanometer- u. einer Elektrometermethode geprüft, wobei 4 Proben mit einem Vol.-Widerstand von der Größenordnung 10¹⁷ Ohm/ccm gefunden werden. Diese Proben zeigen beim Brennen bei 850° einen linearen Schwund von ca. 1% u. einen Gewichtsverlust von ca. 5%. Verschiedene Verwendungsmöglichkeiten für gebrannten Speckstein werden erörtert. (J. Chin. chem. Soc. 3. 183—95. 1935. Peiping, Yencheng Univ.) R. K. MÜLLER.

M. Ju. Deisenrot-Myssowskaja, *Hochohmige Graphitwiderstände auf einer Gelatineschicht*. Das Verf. besteht darin, daß auf einer photograph. Platte von zwei in der Diagonale gegenüberliegenden Ecken in Zickzacklinie Bleistiftstriche bestimmter Dicke bis zur Erreichung des gewünschten Widerstandes aufgetragen werden. Die Platte wird darauf mit einer Zaponlackschicht bedeckt. (Trav. Inst. Etat Radium [russ.: Trudy gossudarstvennogo radijewogo Instituta] 2. 47—53.) KLEVER.

B. J. Ssemeikin und **A. T. Tschekirda**, *Gasgefüllte Tageslichtlampen*. Spektrophotometr. Unters. im Sichtbaren u. im UV von zwei Tageslichtglühlampen. Besprechung der Mängel. (J. techn. Physik [russ.: Shurnal technitscheskoi Fiziki] 4. 666—68. 1934. Charkow, Ukrain. Inst. f. Metrologie.) KLEVER.

M. Wolff, *Neue Wege in der Herstellung von Glühlampen hoher Leistung*. Vf. beschreibt ein neues Bauverf. für Glühlampen hoher Leistung, welches durch folgende Vorzüge gekennzeichnet ist: vereinfachte Stromdurchführung, verstärkter Innenaufbau, kleinere Abmessungen, Vermeidung von Einstellschwierigkeiten (Projektionslampen). — Der übliche Aufbau mit Quetschung u. Tellerrohr wird völlig verlassen. Die Stromzuführung erfolgt über Ni-Träger, welche unmittelbar mit als Sockelstift dienenden Cu-Hohlzylindern verbunden sind, u. gleichzeitig das Leuchtsystem tragen. Die vakuumdichte Verb. Metall-Glas erfolgt an den angeschärften u. dadurch nachgiebigen Rändern der Cu-Zylinder. Da die Stromzuführung zum System durch die Ni-Träger erfolgt, sind die Einschmelzstellen überhaupt nicht strombelastet. Die Höhe des Leuchtsystems ist nur durch die sehr engen Bautoleranzen des Metallaufbaues bedingt im Gegensatz zur bisher üblichen Anordnung: Quetschung-Sockelung. (Elektrotechn. Z. 56. 1273—75. 21/11. 1935. Berlin.) ETZRODT.

Rudolf Arnold Erren, London, *Elektrolytischer Zersetzer*, insbesondere für die Herst. von Wasserstoff u. Sauerstoff. Sämtliche Teile sind in einem mit Fl. gefüllten Behälter untergebracht, um einen Druckausgleich zu erzielen. Das Raumverhältnis zwischen den Druckausgleichskammern für H₂ u. O₂ beträgt 224:97 statt 2:1. Vorr. (E. P. 482 698 vom 21/2. 1935, ausg. 29/8. 1935.) NITZE.

P. I. Sokolow und **L. M. Woltschkowa**, U. S. S. R., *Verminderung der Spannung in Elektrolytzellen*, insbesondere bei der W.-Elektrolyse. Dem Elektrolyt wird zwecks Verminderung des Widerstandes gepulverter Graphit oder Kieselgur in einer Menge von 0,1—0,2% zugegeben. (Russ. P. 43 413 vom 4/10. 1934, ausg. 30/6. 1935.) RICHT.

Harrison J. L. Frank, Detroit, Mich., V. St. A., *Elektrischer Stromabnehmer* für starke Druckbelastung u. rasche Hin- u. Herbewegungen. Um die bisher bei Stromabnehmern auftretende Krystallisation u. Abnützung zu verhindern, werden diese aus einem so porösen Cu hergestellt, daß sie mit Öl getränkt werden können. Dieses Öl, das leitend sein muß, bedeckt die Oberfläche des Stromabnehmers, schmiert u. schützt sie gleichzeitig. (A. P. 2 014 929 vom 4/4. 1935, ausg. 17/9. 1935.) H. WESTPHAL.

Westinghouse Electric and Mfg. Co., V. St. A., *Elektrischer Schalter mit Lichtbogenlöschung*. Die Löschkammer ist mit B(OH)₃ bedeckt, das sich bei dem entstehenden Lichtbogen zers. u. H₂O-Dampf freigibt. Dieser löscht den Lichtbogen. (F. P. 787 177 vom 13/3. 1935, ausg. 18/9. 1935. A. Prior. 16/3. 1934.) H. WESTPHAL.

Stackpole Carbon Co., übert. von: **Vernon H. Sanders**, St. Marys, Pa., V. St. A., *Elektrischer Schalterkontakt*. Er besteht aus einem Grundkörper aus Metall, z. B. Cu, dessen Kontaktflächen mit einer Mischung von C, insbesondere Graphit, mit Ag, Ni oder W. bedeckt sind. Das Aufbringen der Kontaktflächen erfolgt durch Pressen u. Hitzebehandlung. Der Kontakt ist beständig gegen die Einw. des Lichtbogens. (A. P. 1 986 224 vom 1/3. 1930, ausg. 1/1. 1935.) H. WESTPHAL.

Kabelgyár Rézvénytársaság, Budapest, übert. von: **Kabelfabrik Aktiengesellschaft**, Preßburg, *Herstellung eines Isolierstoffs*. Man stellt eine Mischung her, die außer nicht gehärteten Rk.-Prodd. aus Olefinhalogeniden (insbesondere Äthylen-dichlorid) u. Polysulfiden, wie Natriumpolysulfiden, OH- oder NH₂-Gruppen neben Radikalen enthaltende Verb. aus der Reihe der arom. Amine, Naphthylamine, Naphthole u. Phenole enthält, die bei der Härtung auftretenden Zers.-Gase binden können u. Kondensationsprodd. von niedrigem Dampfdruck ergeben, u. härtet sie z. B. mittels einer bei nicht vulkanisiertem Kautschuk üblichen Behandlung. Insbesondere geeignet sind Orthotoluidin, β-Naphthylamin u. β-Naphthol. Als Isoliermittel für Elektrizität wird die M. auf Elektrizitätsleitern in Verb. mit üblichen Gespinst- u./oder Kautschukschichten u. mindestens in einer äußersten Schicht angewendet. Eine geeignete Mischung besteht z. B. aus 500 g Kondensationsprodd., 50 g Rohkautschuk, 4,5 g Diphenylguanidin, 5 ccm Orthotoluidin, 50 g ZnO, 100 g Talk, 5 g Stearinsäure, 5 g „Neozone D“, 50 g Gasruß, 5 g S. (Ung. P. 112 827 vom 9/12. 1933, ausg. 2/9. 1935. Tschechosl. Prior. 9/12. 1932.) MAAS.

General Electric Co., New York, V. St. A., übert. von: **Robert H. Müller**, Berlin, Deutschland, *Isolierung elektrischer Leiter*. Die Cu-Leiter werden der Einw. von freiem Halogen ausgesetzt, indem sie in einem Halogensalze enthaltenden Bade elektrolyt. behandelt oder durch eine k. oder h. Halogenatmosphäre hindurchgeführt werden. Um die Isoliereigg. der entstandenen Halide weiter zu verbessern, können diese mit Füllstoffen, wie Quarzmehl, Glimmerpulver usw., bei höherer Temp. zusammengeschmolzen werden. (A. P. 2 016 155 vom 6/1. 1933, ausg. 1/10. 1935. D. Prior. 12/1. 1932.) H. WESTPHAL.

Pirelli-General Cable Works Ltd. und **John Ralph Harding**, London, England, *Bewehrtes elektrisches Kabel*, das besonders als Außenleiter für Kraftübertragungskabel dient. Um die induktive Beeinflussung des Kabels zu verhindern, besitzt dieses eine Bewehrung mit niedrigem elektr. Widerstand. Sie besteht insbesondere aus Cu, Cu-Cd-Legierungen, mit Cu überzogenen Stahldrähten oder Drähten aus Al oder Al-Legierungen. (E. P. 435 140 vom 28/3. 1934, ausg. 10/10. 1935.) H. WESTPHAL.

Hans von Kantzow, Hallstahmmar, Schweden, *Elektrischer Heizwiderstand*. Er besteht aus einer Legierung mit 2—30 (%), vorzugsweise 8—30 Cr, 2—6 Al, 2—20 Si, 0,1—30, vorzugsweise 0,5—10 Co u. Rest Fe. Der Legierung können noch 0,5—12 Mn u. 1—8 Va u./oder Zr zugefügt werden. Endlich kann die Legierung bis zu 0,5 C enthalten, während der Geh. an P wegen der hierdurch bedingten Rotbrüchigkeit verschwindend gering sein muß. Die Gehh. an Cr, Mn, Al, Si, Co, Va u. Zr richten sich nach der Art der Herst. der Widerstände. Werden diese gezogen oder geschmiedet,

so müssen die Zusätze gering sein, während sie bei Gußherst. hoch sein sollen. Die Herst. der Legierung erfolgt im elektr. Widerstands- oder Induktionsofen u. zweckmäßig in Anwesenheit inerte Gase. Der Widerstand ist für Temp. von ca. 1200° bestimmt u. besitzt sehr gute mechan. u. chem. Widerstandsfähigkeit. (E. P. 434 849 vom 4/8. 1934, ausg. 10/10. 1935.)

H. WESTPHAL.

British Thomson-Houston Co., London, *Graphitelektroden*. Um die fertigen Elektroden von dem auf ihrer Oberfläche haftenden Staub zu befreien, werden sie auf ca. 1000° erhitzt, in einer ca. 90° h., nicht entflammaren Fl., wie CCl_4 , wss. $\text{CH}_3 \cdot \text{COOH}$ (28%), wss. $\text{CH}_2(\text{OH}) \cdot \text{CH}(\text{OH}) \cdot \text{CH}_2(\text{OH})$ -Lsg. (25%), abgeschreckt, mit 60—70° h. W. gewaschen, getrocknet u. schließlich im H_2 -Strom bei ca. 1200° von den letzten W.-Spuren befreit. (E. P. 434 339 vom 14/3. 1935, ausg. 26/9. 1935. A. Prior. 17/3. 1934.)

BRÄUNINGER.

I. A. Rosenfeld, U. S. S. R., *Imprägnieren von Kohleelektroden für galvanische Elemente*. Die Kohleelektroden werden mit Mineralölen, insbesondere Maschinölen, denen bei 150—160° etwa 15—20% Paraffin, Stearin, Wachs u. dgl. zugesetzt sind, imprägniert. (Russ. P. 43 446 vom 26/1. 1935, ausg. 30/6. 1935.)

RICHTER.

Soc. An. Le Carbone, Paris, *Primärzelle*. Im Elektrolyten befinden sich in gleicher Höhe die unl. Elektrode aus poröser Kohle, ein Zn-Zylinder als negative l. Elektrode u. ein weiterer konzent. Zn-Zylinder als Hilfselektrode. Unterhalb dieser Elektroden befindet sich eine weitere Hilfselektrode am Boden des Gefäßes, ausgebildet als Zn-Spirale. Diese ist leitend mit den beiden Zn-Zylindern verbunden. Während des Betriebes ändert sich die Zus. des Elektrolyten, so daß Zn-Zylinder u. Zn-Spirale in Zonen verschiedener Konz. liegen. Dadurch wird die Bldg. einer isolierenden O_2 -Schicht auf der negativen Hauptelektrode u. damit die Erscheinung der „Umkehr der Polarität“ (die bei der Serienschaltung mehrerer Zellen auftreten kann) unterbunden. (E. P. 435 141 vom 9/4. 1934, ausg. 10/10. 1935. F. Prior. 12/12. 1933.)

ROEDER.

Allmänna Svenska Elektriska Aktiebolaget, Västerås, Schweden, *Akkumulator*. Die Platten wenigstens eines Pols bestehen aus Kohle oder Graphit u. sind mit einer akt. M. aus poröser Kohle belegt. Auf den Platten des anderen Pols, die aus Graphit oder Kohle bestehen können, wird während der Ladung ein Stoff, z. B. ein Metall, aus dem Elektrolyten gefällt. Weiterhin sind die Platten des einen Pols an der Unterkante durch Stücke aus nichtleitendem Material verlängert, welche nebst den Platten des anderen Pols durch leitende Blöcke zusammengehalten werden, die mit den nicht verlängerten Platten in leitender Verb. stehen. (Schwed. P. 84 064 vom 30/4. 1932, ausg. 13/8. 1935.)

DREWS.

Thomsen Chemical Corp., übert. von: **Alfred M. Thomsen**, San Francisco, Calif., V. St. A., *Aufarbeitung von verbrauchten Sammlerplatten*. Die Ausgangsstoffe werden vorzugsweise in einem Drchofen auf eine Temp. erhitzt, die über dem F. der metall. Teile der Platten (350°), jedoch unterhalb dem der übrigen Beschickungsanteile liegt (PbO bei etwa 900°, PbSO_4 bei etwa 1100°). Das Metall läuft dabei zum allergrößten Teil ab, während die Pb-Verbb. zurückbleiben. Dann wird die Temp. gesteigert, bis das PbSO_4 in das Oxyd übergeführt ist, worauf man die gebildete Glätte austrägt. Um aus dieser die noch vorhandenen geringen Mengen Hartblei auszuscheiden, wird die M. gemahlen u. die gepulverte Glätte von den Metallteilen durch Absieben getrennt. Zur Erzielung reiner Pb-Verbb. behandelt man die Glätte mit HCl , HNO_3 , CH_3COOH oder einer anderen Säure, die PbO löst, die Sb-Verbb. dagegen nicht. Der Rückstand wird zweckmäßig mit Na_2CO_3 , NaNO_3 oder einer Mischung beider aufgeschlossen. (A. P. 2 013 813 vom 6/5. 1932, ausg. 10/9. 1935.)

GEISZLER.

Sirian Lamp Co., Newark, N. J., übert. von: **John A. Heany**, New Haven, Conn., V. St. A., *Glühfaden* für elektr. Lampen, bestehend aus annähernd reinem Er. mit der Eig. hoher Selektivität in der Energieemission im sichtbaren Spektrum. — Nach Pat. 336 647 ist Er durch Y ersetzt. (Can. P.P. 336 646 vom 12/6. 1934 u. 336 647 vom 30/6. 1924, beide ausg. 24/10. 1933.)

ROEDER.

Sirian Lamp Co., Newark, N. J., übert. von: **Samuel Ruben**, New York, V. St. A., *Herstellung von Drähten für elektrische Glühlampen*. Der Kern des Glühdrahtes besteht aus W oder Mo, der Mantel aus einer Mischung von einem Th-Oxyd mit einem Ce-Oxyd, die mittels B-Oxyd an den Kern gebunden wird. Die Mischung wird hergestellt durch Erhitzung einer wss. Lsg. von 99% $\text{Th}(\text{NO}_3)_4$ u. 1% Ce-Nitrat u. Befügung von 25% krystallisierter Borsäure (z. B. von den Zuss. $\text{B}_2\text{O}_3 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ oder H_3BO_3 oder $\text{B}(\text{OH})_3$ oder $\text{H}_2\text{B}_4\text{O}_7$) u. soviel W., um eine dünne Paste zu formen. Die

getrocknete Mischung wird dann in einer Kugelmühle ca. 20 Stdn. gemahlen u. dann auf den Kern aufgebracht. Die Lampe wird zweckmäßig mit Ar oder Ne von 25 mm Druck gefüllt. (A. P. 2 018 470 vom 23/9. 1929, ausg. 22/10. 1935.) ROEDER.

Electricity and Ice Supply Co., Soc. An., und Hans Rüegg, Alexandrien, Ägypten, *Gewendelter Leuchtkörper für elektrische Glühlampen*. Als Ausgangsmaterial wird ein mindestens einmal über einen Flachdorn gewickelter, gezogener W-Draht mit Th-Zusatz verwendet. Als Dornmaterial wird Metall mit einem F. über 1500°, das zweckmäßig vorher entgast ist, benutzt. (Schwz. P. 177 399 vom 9/6. 1934, ausg. 1/8. 1935.) ROEDER.

Marconi's Wireless Telegraph Co. Ltd., London, und Ernest Walter Brudenell Gill, Oxford, England, *Herstellung von elektrischen Lampen und Entladungsröhren mit Na-Füllung*. Die geschlossene elektrodenlose Glashülle wird mit einem Ende in geschmolzenes NaNO₃ getaucht, an das andere Ende wird eine Außenelektrode, z. B. ein Metallring, angelegt, u. eine Hochfrequenzquelle an die Elektrode u. an das Bad angeschlossen. Sobald das NaNO₃ kocht, erscheint in der Röhre die charakterist. Na-Färbung der Entladung. Die Glashülle der Röhre muß Na-haltig sein. (E. P. 432 808 vom 2/2. 1934, ausg. 29/8. 1935.) ROEDER.

N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, *Elektrische Entladungsröhre* mit Hg u. Cd, insbesondere Hochdruckentladungsröhre, dad. gek., daß die Mengen von Hg u. Cd so gering sind, daß ihre Dämpfe bei n. Betrieb ungesätt. sind, u. daß die Menge des Cd 7—10% der Hg-Menge beträgt. Das Cd-Licht kommt neben dem Hg-Licht genügend zur Auswrkg. u. das konstante Verhältnis der Dampfdrucke bleibt auch bei Spannungsschwankungen gewahrt. (Oe. P. 142 853 vom 10/12. 1934, ausg. 25/9. 1935. D. Prior. 11/12. 1933.) ROEDER.

Canadian Illumination Co., Ltd., Montreal, Canada, übert. von: General Tube Lights Corp., New York, N. Y., und Leo L. Beck, Westfield, N. J., V. St. A., *Leuchtröhre*, in der eine Mischung von Ne u. Kr in solchem Verhältnis vorhanden ist, daß das charakterist. Spektrum jeden Gases sichtbar ist, um ein Licht zu erhalten, welches die Naturfarben im richtigen Ton erscheinen läßt. Der Anteil an Kr soll nicht mehr als 10% betragen. (Can. P. 339 349 vom 21/5. 1930, ausg. 13/2. 1934.) NITZE.

N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, *Leuchtröhre* mit Glühkathode u. einer Füllung von Ne u. einem oder mehreren wenig flüchtigen Metallen, z. B. Na, Cd, Th, Mg, K, Li. An der kältesten Stelle des Entladungsraumes, z. B. dem unteren Ende der Röhre, ist eine Wärmequelle angeordnet, z. B. ein von einer Anode abgezweigter W-Draht. Sinkt während des Betriebes die Metallampfspannung, so steigt die Entladungsspannung u. die Anode u. der von ihr abgezweigte W-Draht wird stärker erhitzt; das im unteren Teile der Röhre kondensierte Metall verdampft wieder u. erhöht den Dampfdruck. Diese Zirkulation des Metalldampfs erhöht die Lebensdauer u. die Lichtergiebigkeit der Röhre. Zur Verminderung der Wärmeverluste ist die Röhre von einer evakuierten Glashülle umgeben. Vgl. F. P. 741 891; C. 1935. II. 4478. (F. P. 780 928 vom 7/11. 1934, ausg. 6/5. 1935. Holl. Prior. 9/11. 1933.) ROEDER.

Akt.-Ges. Brown, Boveri & Cie., Baden, Schweiz (Erfinder: F. Lüdi, *Glühkathodenentladungsapparat* mit einer oder mehreren Anoden u. Hg-Dampfzuführung sowie mit indirekt erhitzter Glühkathode für hohe Stromdichte u. einer Anordnung zur Erzeugung großer Dampfdrucke in unmittelbarer Nähe der Glühkathode, dad. gek., daß die Glühkathode aus einem Hohlkörper von schwer schm. Metall nebst einem im hohlen Innenraum der Kathode angebrachten stabförmigen Körper aus schwer schmelzbarem Material besteht, wobei dieser Körper als Verteilungsorgan für den außerhalb des Entladungsapp. erzeugten Hg-Dampf dient. — Besteht der Stabkörper z. B. aus Graphit, so kann er mit einer Hülle von W oder Mo versehen werden. Hierdurch wird verhindert, daß mehr Aktivierungsmaterial als erforderlich durch den während des Betriebes stark porösen Graphit diffundiert. Die Stabkathode kann nämlich einen Vorrat an Aktivierungsmaterial erhalten, der während des Betriebes freigegeben wird. (Schwed. P. 84 340 vom 30/1. 1935, ausg. 17/9. 1935. Schwz. Prior. 7/2. 1934.) DREWS.

S. Ruben, New Rochelle, N. Y., V. St. A., *Ionenentladungsverstärker*. Eine geschlossene Hülle enthält ein ionisierbares Medium, eine z. B. aus Ni bestehende Anode, eine thermoion. emittierende Kathode, ein Regelgitter u. ein elektrostat. Abschirmorgan. Das Regelgitter ist in einem Abstand von der Kathode angebracht, der nicht größer ist als der Abstand bis zur Grenze des Kathodenfallraumes. Das Abschirmorgan befindet sich zwischen Regelgitter u. Anode, jedoch genügend nahe an ersterem,

um das Aufkommen einer nennenswerten Ionisierung im Raum zwischen dem Gitter u. Abschirmorgan zu verhindern. Der Anode kann eine Spannung von z. B. 250 V aufgedrückt werden, so daß ein hoher Ausgangseffekt erzielt wird, besonders im Hinblick auf die geringe Impedanz des Anodenkreises. (Schwed. P. 84 412 vom 19/5. 1934, ausg. 24/9. 1935.) DREWS.

N. V. Philips' Gloeilampenfabrieken, Eindhoven, *Herstellung von elektronenemittierenden Elektroden*. In einer Glasröhre befindet sich an einem Zuführungsdraht aus Mo ein Ag-Block. Nach Evakuierung der Röhre wird etwas O₂ von ca. 0,1 mm Druck eingelassen. Zwischen dem Ag-Block als Kathode u. einem kurzen Drahtstück als Anode wird eine Entladung eingeleitet, wobei das Ag verdampft u. sich auf der Glaswand als Ag₂O absetzt. Der Rest des O₂ wird nun abgesaugt u. Cs oder ein anderes Alkalimetall eingelassen. Dieses reduziert das Ag₂O u. es bildet sich eine Schicht als Mischung von Ag-, Cs- u. Cs₂O-Partikeln mit einer darüberliegenden Cs-Schicht. Dieser als Photoelektrode dienende Belag ist so dünn, daß er das Licht durchläßt u. sich somit ein Fenster erübrigt. — Eine andere Form besteht in einem versilberten Mo-Stab u. einem gegenüber angeordneten Cu-Halbzylinder. Mittels einer Entladung zwischen beiden wird der photoelektr. Nd. auf dem Cu-Halbzylinder gebildet. (F. P. 787 821 vom 25/3. 1935, ausg. 30/9. 1935. D. Prior. 26/3. 1934.) ROEDER.

Standard Telephones and Cables Ltd., London, übert. von: **Charles H. Prescott jr.**, East Orange, N. J., V. St. A., *Aktivierung elektronenemittierender Kathoden*. Die Glashülle, in der sich die mit einem Ba- u. Sr-Oxyde enthaltenden Überzug versehene Kathode befindet, wird evakuiert, die Kathode auf Entgasungstemp. erhitzt u. ein KW-stoffgas der Paraffinreihe, z. B. CH₄, eingelassen; die Kathode wird weiter 50% über Betriebstemp. erhitzt, das Gas entfernt, die Evakuierung erhöht u. die Kathode weiter erhitzt, um die Aktivität des Überzuges zu stabilisieren. Es finden folgende Rkk. statt: BaO + CH₄ = Ba + CO + 2 H₂ u. SrO + CH₄ = Sr + CO + 2 H₂, sowie vielleicht die Zwischenrkk. CH₄ = C + 2 H₂, BaO + C = Ba + CO, SrO + C = Sr + CO. Enthalt der Kern der Kathode ein Metall der 8. Gruppe des period. Systems, z. B. Ni, so bilden sich wahrscheinlich Legierungen dieses Metalls mit dem reduzierten Ba u. Sr. Vgl. E. P. 430 169; C. 1935. II. 3557. (E. P. 430 170 vom 14/12. 1933, ausg. 11/7. 1935. A. Prior. 30/6. 1933.) ROEDER.

M-O Valve Co. Ltd., England, *Getterstoff für Vakuumröhren*. Stark elektropositive Metalle werden als Getter u. zur Formierung von photoelektr. Kathoden verwendet. Gemäß der Erfindung wird hierzu ein *Aluminitt* im Vakuumgefäß verdampft. Das Aluminitt wird zunächst außerhalb des Gefäßes hergestellt. Je nachdem, ob Ba, Sr, Ca oder Li benutzt werden soll, wird das betreffende Oxyd u. Al, beide in feinverteilter Form, in äquimolekularer Proportion vermischt, so daß die Anzahl der O-Atome im Oxyd gleich der Anzahl der Al-Atome ist. Die Mischung wird in einer H₂-Atmosphäre während einer Stde. auf 1000° erhitzt. Eine Menge dieses hergestellten Aluminitts wird in das Gefäß gebracht u. dies bis auf weniger als 1 mm evakuiert. Das Aluminitt wird dann im Hochfrequenzfeld auf ca. 1000° erhitzt. Bei Verwendung von Na kann das Oxyd durch das Carbonat ersetzt werden. — Bei Herst. einer photoelektr. Kathode kann das Aluminitt in ein mit einer kleinen Öffnung versehenes Ni-Röhrchen eingeschlossen werden. Das Röhrchen wird durch eine darüber gewickelte Spule erhitzt u. der entweichende Dampf kann durch die Öffnung in eine bestimmte Richtung gelenkt werden. (F. P. 788 050 vom 29/3. 1935, ausg. 2/10. 1935. E. Prior. 12/4. 1934.) ROEDER.

Allgemeine Elektrizitätsgesellschaft, Berlin, *Herstellung von Erdalkalimetallen in Strahlungsrohren*. Man führt in die Gefäße Preßlinge aus luftbeständigen Gemengen aus geeigneten, ausgeglühten Erdalkalimetallegerierungen, gegebenenfalls unter weiterem Zusatz nichtlegierten Legierungsmetalls, u. einem mit dem Legierungsmetall unter erheblicher Wärmeentw. sich umsetzenden, ausgeglühten Stoff ein u. bringt sie nach Herst. der Luftleere durch äußere Wärmezufuhr, z. B. mittels eines Hochfrequenzfeldes, zur Zündung. Das Mischungsverhältnis wird derart geregelt, daß lediglich das Legierungsmetall, nicht aber das Erdalkalimetall zur Rk. gelangt. Man verwendet z. B. Gemenge aus 60—90 (Teilen) 15—60% Erdalkalimetall enthaltenden Al-Legierungen u. 10 bis 40 Fe₂O₃, Cr₂O₃, WO₃ bzw. Sulfiden, Halogeniden, die keine Gase entwickeln. Statt Al können die Legierungen Zr, Th, Sc, Be, Metalle der seltenen Erden, gegebenenfalls unter Zusatz von an der Umsetzung nicht teilnehmendem Ni als Legierungsvermittler enthalten. (Ung. P. 111 986 vom 30/4. 1934, ausg. 15/4. 1935. D. Prior. 4/5. 1933.) MAAS.

Marconi's Wireless Telegraph Co. Ltd. bzw. Radio Corp. of America, Amerika, übert. von: **Clifford Eddison, East Orange, N. J., V. St. A.,** *Herstellung von Kohle-überzügen auf Eisen.* Auf die mittels Sandstrahlgebläse oder Ätzung aufgerauhte Metalloberfläche wird eine Mischung aufgetragen, die aus feinverteilter Kohle u. einem ölhaltigen Bindemittel besteht; das Bindemittel soll bei Temp. oberhalb Raumtemp. u. unterhalb Rotglut unter Bldg. eines Rückstandes von reiner Kohle vergasbar sein; dann wird das Metall in indifferenten Atmosphäre (H, N) so hoch erhitzt, daß das Bindemittel sich zers., z. B. auf 300—675°. Bevorzugt wird eine Paste aus 50% Palmitinsäure, Rest Ruß u. tier. Öle. Statt Palmitinsäure kann auch Ölsäure, Campher-gummi, Naphthalin, Stearinsäure oder Anthracen verwendet werden. Das Bindemittel kann vor Mischung mit Kohle in z. B. A., Bzn., Aceton oder Chlf. gel. werden. Die Mischung kann z. B. auch bestehen aus W., Kohle u. Glycerin. — Der Überzug ist tiefschwarz, gleichförmig u. festhaftend; der Fe-Grundkörper enthält keine Carbide. Besonders geeignet für carbonisierte Gitter u. Anoden von *Elektronenröhren.* (Aust. P. 18 392/1934 vom 11/7. 1934, ausg. 8/8. 1935. A. Prior. 16/8. 1933. A. P. 2 016 139 vom 16/8. 1933, ausg. 1/10. 1935.) **HABBEL.**

Telefunken Ges. für Drahtlose Telegraphie m. b. H., Berlin, Fluoreszenzschirm. Bei Verwendung von mit Ag aktiviertem ZnS·CdS als Leuchtmasse bringt man das Ag entweder in die Ausgangslsgg. des Cd- u. Zn-Salzes vor der Ausfällung der Sulfide, oder man kristallisiert ZnS u. CdS zusammen unter Zusatz von Ag, gegebenenfalls unter Mitverwendung eines Flußmittels. (E. P. 429 912 vom 7/9. 1933, ausg. 11/7. 1935.) **FUCHS.**

Telefunken Gesellschaft für Drahtlose Telegraphie m. b. H., Berlin, Lumineszenzschirm mit rauher Schirmunterlage. In die als Schirmunterlage dienende Glaskolbenwand wird durch Erhitzen ein schwerer als das Kolbenmaterial schm. Pulver, z. B. Glaspulver, eingesintert. In die hierbei entstehende raue Oberfläche wird das Lumineszenz-pulver eingerieben. Zur Erreichung besonderer Wrkgg. können für das zur Aufrauhung dienende Pulver Lumineszenzmassen, z. B. Ca- oder Cd-Wolframat u. Zn-Silicat, ferner gefärbte oder fluoreszierende Glaspulver verwendet werden. (Oe. P. 142 855 vom 12/12. 1934, ausg. 25/9. 1935. D. Prior. 19/12. 1933.) **FUCHS.**

Soc. An. des Manufactures des Glaces et Produits Chimiques de Saint-Gobain, Chauny & Cirey, Frankreich, Anordnung zur Röntgendurchleuchtung mittels Leuchtschirmen. Zur Absorption des störenden, zur Raumbeleuchtung jedoch erforderlichen Lichtes ordnet man zwischen Röntgenschild u. Beobachter ein Glasfilter an, das bei Verwendung von *Bariumplatincyanür* u. Cd- oder Ca-Wolframat als Leuchtschirm-masse 2—12% Nd_2O_3 enthält. Das Filter kann gleichzeitig Schwermetalle enthalten, die die schädlichen Röntgenstrahlen absorbieren. Ein geeignetes Glas hierfür hat folgende Zus.: 47% PbO, 15% BaO, 5% Nd_2O_3 neben den üblichen Substanzen. Für die Raumbeleuchtung verwendet man eine Na-Dampfampe. (F. P. 780 511 vom 16/1. 1934, ausg. 27/4. 1935.) **FUCHS.**

Ruben Condenser Co., übert. von: **Samuel Ruben, New Rochelle, N. Y., V. St. A.,** *Elektrolytischer Kondensator* mit zwei Elektroden, davon einer filmförmigen, u. einem biegsamen, nichtfaserigen Streifen aus regenerierter Cellulose, der mit dem Elektrolyten getränkt ist. Der Elektrolyt besteht aus einer Verb., die Alkohole der Glykol- u. Glycerin-Gruppe enthält. (Can. P. 343 443 vom 22/9. 1933, ausg. 24/7. 1934.) **ROEDER.**

Ruben Condenser Co., übert. von: **Samuel Ruben, New Rochelle, N. Y., V. St. A.,** *Elektrolytischer Kondensator* mit zwei oxydbedeckten Elektrolyten u. einer Zwischenschicht aus einem leitenden, plast. gemachten Cellulosederiv. (Can. P. 343 444 vom 22/9. 1933, ausg. 24/7. 1934.) **ROEDER.**

Vincenzo Grasso, Turin, Elektrolyt für Elektrolytkondensatoren. Eine alkoh. Lsg. von $(NH_4)_2CO_3$ wird in Ggw. eines Katalysators auf über 300° erhitzt u. dann durch Zugabe einer alkoh. Lsg. von $B(OH)_3$ neutralisiert. Beispiel: 12 Gewichtsteile $(NH_4)_2CO_3$ werden in 100 Teilen Äthylenglykol gel., die Lsg. in einem Ölbad in Ggw. vom Oxyd eines seltenen Metalles auf ca. 300° erhitzt u. dann, wenn die Lsg. eine strohgelbe Färbung angenommen hat, durch Zugabe von 20 Teilen einer Lsg. von $B(OH)_3$ in Äthylenglykol neutralisiert. Kondensatoren, mit diesem Elektrolyten imprägniert, sind betriebssicher, von langer Lebensdauer u. für hohe Spannungen geeignet. (It. P. 315 423 vom 5/7. 1933.) **ROEDER.**

Superstat Co., übert. von: **Hazor J. Smith, Springfield, Mass., V. St. A.,** *Elektrischer Thermostat.* Er besteht aus zwei balgartigen, metall. Ausdehnungsorganen, von denen das eine mit Gas oder Luft, das andere mit verdampfbar. Fll. gefüllt ist. Als

solche dienen A., CH₃Cl, C₂H₅Cl, C₄H₁₀, (C₂H₅)₂O u. CCl₄. (A. P. 2 007 384 vom 23/2. 1933, ausg. 9/7. 1935.) H. WESTPHAL.

Lucy B. O'Leary, übert. von: William J. O'Leary, Montreal, Quebec, Canada, Befestigung für lamellierte Magnetkerne, bestehend aus Hohlnieten aus Fe oder Fe-Legierungen, deren Oberfläche parkerisiert ist. (A. P. 1 997 550 vom 16/5. 1934, ausg. 9/4. 1935.) H. WESTPHAL.

W. A. Koshler, Principles and applications of electrochemistry. Vol. 2, Applications. London: Chapman & H. 1935. (545 S.) 8°.

IV. Wasser. Abwasser.

Julius Grant, Elektrische Leitfähigkeitsmethoden für die Überwachung und Untersuchung von Wasserversorgungen. Überblick über App. zur Ermittlung der Leitfähigkeit u. deren Anwendung in Technik u. zur Ausführung konduktometr. Unters. (Water and Water Engng. 37. 579—80. Nov. 1935.) MANZ.

A. Karsten, Über den gegenwärtigen Stand der Wasserentkeimung mittels des Katalytenverfahrens. (Vgl. C. 1934. I. 3085.) (Gesundheitsing. 58. 736—39. 7/12. 1935. Berlin.) MANZ.

W. Uglow und G. Gan, Über neue oligodynamisch wirkende chemische Verbindungen von Silber und Mangan. Verss. über die baktericide Wrkg. von mit Ag-Lsgg. unter Zusatz von Formaldehyd behandeltem Sand als Filter für Leitungswasser lassen erkennen, daß das Wesen der Verstärkung der baktericiden Kraft in der Verwandlung der Silberoberfläche in Silberoxyd besteht. Vff. beschreiben eine Methode zur Darst. eines solchen Sandfilters mit Hilfe von Permanganatlsgg. (Z. Hyg. Infekt.-Krankh. 117. 488—500. 12/11. 1935. Leningrad, 1. Medizin. Klinik.) BOMSKOV.

F. Sartorius und G. Wever, Zur Frage der Lebensfähigkeit und Abtötung von Keimen in humusstoffhaltigen Trinkwässern. Zusätze von Huminstoffen zeigten auch bei pathogenen Keimen deutlich keimerhaltende Wrkg.; durch Behandlung mit Pulverkohle wird Keimgeh. vermindert, durch Behandlung mit Chlorkalk u. Kohle Färbung u. Keimgeh. entfernt. (Gesundheitsing. 58. 459—61. 1935. Münster, Univ.) MANZ.

P. Engels, Enteisungs- und Entsäuerungsanlage des Wasserwerks der Stadt Cottbus. (Gas- u. Wasserfach 78. 701—703. 14/9. 1935. Cottbus.) MANZ.

B. A. Adams, Grundlagen und Praxis der Reinigung des Schwimmbeckenwassers. (Vgl. C. 1935. I. 3825.) Fortsetzung der Erläuterung bakteriolog. Unters.-Methoden. (Baths, Bath Engng. 2. 89—93. 1935.) MANZ.

Carl A. Hechmer, Die Überwachung von Schwimmbecken. Neben der Kontrolle des Rest-Cl-Geh. von 0,2—0,5 mg/l ist bei offenen Becken mit Rücksicht auf die Verzögerung der Entkeimung der unter dem Einfluß der Besonnung schwankende pH-Wert zu überwachen; gegen Algenentw. ist dreimal wöchentliche Anwendung kleiner Mengen Kupfersulfat von 0,3—0,35 mg/l CuSO₄ zweckmäßig. (Baths, Bath Engng. 2. 223—24. Okt. 1935.) MANZ.

Andrew Dalglish, Die praktische Deutung der Badewasseranalysen. Vorhandensein von Nitrit u. NH₃-N-Werte über 0,1 mg/l deuten auf mangelhafte Entkeimung; bei Chloraminentkeimung sind NH₃-N-Werte bis zu 0,3 mg/l zulässig, darüber hinaus soll der NH₃-Zusatz vorübergehend eingestellt werden; bei höherem NH₃-Geh. sind auch Nitritmengen bis zu 1 mg/l NO₂-N möglich. Bei Chloraminentkeimung soll als Maßstab der Verunreinigung des Beckenwassers ein Albuminoid-N-Geh. von 0,1, maximal von 0,2 mg/l nicht überschritten werden. Der pH-Wert soll im Mittel auf 7,5, bei Gefahr von Nachflockungen auf 7,2, bei Meerwasser auch auf höheren Werten bis zu 8,0 gehalten werden. (Baths, Bath Engng. 2. 192—94. Sept. 1935.) MANZ.

Hans Landsperky, Die Aufbereitung des Speisewassers. Überblick über bekannte Verff. (Böhm. Bierbrauer 62. 453—57. 20/11. 1935.) MANZ.

—, Neuzeitlicher Begriff der Kesselspeisewasserpflege. Überblick über die üblichen Methoden der Vorentärtung u. Nachbehandlung mit Phosphat, Metaphosphat zur Verhinderung von Stein u. Ausscheidungen in Speiseleitungen, Economisern, Kesseln, u. hoher Dampffuchtigkeit. (Fuel Economist 11. 34—36. Okt. 1935.) MANZ.

P. Schläpfer, Zur Wasserreinigung mit Trinatriumphosphat. Angaben über Löslichkeit u. Zus. käuflichen Trinatriumphosphats. In Ggw. von Bicarbonat wird mit Phosphat keine weitgehende Enthärtung erzielt. (Schweizer. Arch. angew. Wiss. Techn. 1. 126—32. 1935. Zürich, Eidg. Techn. Hochschule.) MANZ.

Freitag, *Entölung von Kondenswasser mittels Aktivkohlen*. Inhaltlich ident. mit der C. 1935. I. 1599 ref. Arbeit. (Seifensieder-Ztg. 62. 148—49. 1935.) MANZ.

R. E. Summers, *Silicatsteine und ihre Verhütung*. Inhaltlich ident. mit der C. 1935. I. 2572 ref. Arbeit. (Fuel Economist 10. 784—85. 1935.) MANZ.

—, *Innenanstrich von Heißwasserbehältern*. Als unempfindliche u. keinen Geruch abgebende Überzüge sind Schellackspirituslsgg. oder Asphalt-Albertol-Öllacke geeignet, die bei 150—200° eingebrannt werden. (Seifensieder-Ztg. 62. 486—87. 1935.) MANZ.

L. W. Haase, *Derzeitiger Stand der Möglichkeiten der Korrosionsverhinderung bei Warmwasserversorgungsanlagen*. Überblick über den Einfluß von Druck- u. Temp.-Verhältnissen, chem. Vorbehandlung des W. durch Entgasung u. Phosphatzusatz. (Gesundheitsing. 58. 621—24. 12/10. 1935. Berlin-Dahlem, Preuß. Landesanstalt für Wasser-, Boden- u. Lufthygiene.) MANZ.

L. W. Haase und G. Gad, *Über eine bisher unbekannte unmittelbare Ursache von Zerstörungen an Warmwasserbereitungsanlagen*. Korrodierte Rohre aus Warmwasserbereitungsanlagen mit kupfernen Ausrüstungsteilen zeigten einen inneren, hellbräunlichen, vornehmlich aus Zn, neben Fe, Cu u. wenig Ca bestehenden Belag. Das durch das W. je nach Zus. gel. Cu wird durch die Verzinkung niedergeschlagen, worauf durch Lokalelemente Cu/Zn, später Cu/Fe die Zerstörung der Rohre weitergeführt wird. Zur Verhütung der Anfrassungen wird Verzinnung der Cu-Rohre oder Wasserbehandlung, zweckmäßig mit Phosphaten empfohlen, welche in kurzer Zeit die Ausbildung einer Phosphatschutzschicht bewirken. (Gesundheitsing. 58. 526—29. 1935. Berlin-Dahlem, Preuß. Landesanstalt für Wasser-, Boden- u. Lufthygiene.) MANZ.

Michael J. Blew, *Chemische Fällung*. Überblick über die Anwendung von Chemikalien zur Abwasserreinigung. (Sewage Works J. 7. 919—27. Sept. 1935. Philadelphia, Pa.) MANZ.

H. Bach, *Streifblicke auf neuere Bestrebungen im Gebiet der Abwasserbeseitigung*. Die chem. Abwasserreinigung beeinflußt eiweißartige Stoffe nicht u. verschlechtert Beschaffenheit u. Verwertungsmöglichkeit des Klärschlammes; Überblick über Verbesserungen der biol. Verf. (Chemiker-Ztg. 59. 861—63. 23/10. 1935. Essen.) MANZ.

Willem Rudolfs und E. H. Trubnick, *Aktivierete Kohle in der Abwasserreinigung*. Aktivierete Kohle erhöhte pH u. verminderte Gesamtacidität infolge Adsorption von CO₂ u. flüchtigen Fettsäuren; die Kohle hatte keinen Einfluß auf Klärung u. auf Flockung mit FeCl₃ u. verminderte die entkeimende Wrkg. von Cl. Kohlezusatz steigerte die Belebtschlammwrkg. nicht, war aber von günstigem Einfluß auf Ausfaulung bei Ggw. von tox. wirkenden Stoffen, unzureichender Einsaat, niedriger Temp. Die Kohle verminderte die Schaumbldg. auf Absetzbecken u. vorübergehend die Geruchsbelästigung. (Sewage Works J. 7. 852—81. Sept. 1935. New Brunswick, N. J. Dept. Water and Sewage Research.) MANZ.

L. H. Scott, *Abwasserreinigung mit Eisen, Chlor und Kalk in Oklahoma*. Das häusliche, stark angefaulte Abwasser wird zur Bindung des H₂S erst mit Kalk bis zu pH = 8,5, dann mit FeCl₃, das möglichst viel kolloides Fe enthält, behandelt, geklärt u. gechlort u. damit die Schwebstoffe von 200 mg/l auf 10, die O-Zehrung von 185 mg/l auf 19 mg/l vermindert. Schlachthausabwasser wird vor der Einführung in die Entwässerung mit überschüssigem FeCl₃ zur Bindung des H₂S behandelt. (Sewage Works J. 7. 506—13. 1935. Oklahoma City.) MANZ.

Husmann, *Über Vorgänge in Faulräumen von Emscherbrunnen*. Die auffällige Verschiedenheit des CO₂-Geh. im Faulgas aus dem Einlauf-, Mittel- u. Auslaufbrunnen eines Brunnens mit gemeinsamem Absetzraum wird wie der höhere CO₂-Geh. des Faulgases aus getrennten Schlammfaulräumen auf Strömungserscheinungen bzw. größeren oder geringeren Austausch des Schlammwassers zurückgeführt. (Gesundheitsing. 58. 739—40. 7/12. 1935. Zürich.) MANZ.

H. Heukelekian, *Wirkung wechselnder täglicher Beschickung mit Schlammstoffen auf das Belebtschlammverfahren*. Bei niedrigem täglichem Zusatz von 3,4% bis zu hohem Zusatz von 17,7% wurde in allen Fällen ein mit der Höhe des Zusatzes abnehmender Verlust an Schwebstoffen beobachtet. Zu geringer Abwasserzusatz führt zu überbelüftetem Schlamm mit erhöhtem Aschengeh. u. einem niedrigen Verhältnis von O-Bedarf zu Schwebstoffgeh. bei stärkerer Trübung des Ablaufes, infolge Zers. des Belebtschlammes unter Bldg. brauner huminsäureähnlicher Substanzen, zu reichlicher Abwasserzusatz zu einem Schlamm von niedrigem Aschengeh. u. hohem Verhältnis O-Bedarf zu Schwebstoffgeh. Die Nitrifizierung wird durch stärkere Ab-

wasserzuführung infolge der größeren NH₃-Mengen gefördert. (Sewage Works J. 7. 405—16. 1935. New Brunswick, N. J., Dept. Water and Sewage Research.) MANZ.

Lewis H. Kessler und M. Starr Nichols, *Sauerstoffaufnahme durch Belebtschlamm*. Zur Kennzeichnung des Zustandes des Belebtschlammes wird gegenüber der üblichen Sauerstoffzehrung die Geschwindigkeit der Sauerstoffaufnahme von Abwasser-Belebtschlammischungen in mg O bezogen auf 1 l mit n. 1000 mg Schlamm u. auf 1 Stde. als „Nordellzahl“ eingeführt. Die Best. erfolgt durch Ermittlung der Abnahme der O-Konz. beim Schütteln während kurzer Perioden unter Verwendung von CuSO₄ zur nachträglichen Flockung u. Abstopfung der biol. Vorgänge. Bei Verwendung von Verdünnungswasser mit bekanntem O-Geh. kann der Zustand des Belebtschlammes auch bei Abwesenheit von O ermittelt werden. Mit Hilfe der entwickelten Kurven u. Gleichungen ist die zur Beendigung der Belebtschlammreinigung noch erforderliche Zeit ersichtlich. (Sewage Works J. 7. 810—38. Sept. 1935. Madison, Wisconsin, Univ.-State Laboratory of Hygiene.) MANZ.

Gordon M. Fair und Edward W. Moore, *Wirkung der Zerkleinerung des Klärschlammes auf die anschließende Ausfäulung*. Zerkleinerung der Schlammstoffe fördert bei Verss. in kleinerem Maßstabe die Ausfäulung; im Großbetrieb wird durch das Absetzen u. die Durchmischung eine ähnliche Wrkg. erzielt, so daß durch vorübergehende Zerkleinerung kein nennenswerter Erfolg mehr erzielt wird. (Sewage Works J. 7. 417—21. 1935. Cambridge, Massachusetts, Harvard Graduate School of Engng.) MANZ.

C. Reichle und P. Sander, *Die Verwendung verrotteten Laubes zur Begünstigung der Zersetzung von Abwasserklärschlamm in nicht in üblicher Weise arbeitenden Schlammfäulräumen und von schwerer zersetzlichen gewerblichen Abwässern*. Saurer, durch zu starke Kalkung dann völlig in der Zers. gehemmter Schlamm wurde durch Einleitung einer alkal. Zellulosegärung mittels Eintragung von vermodertem Fallaub wieder zu n. bas. Gärung gebracht. Der Laubzusatz ist auch bei gewerblichen Abwässern, z. B. Molkereiabwässern mit Vorteil verwendbar. (Gesundheitsing. 58. 558—59. 7/9. 1935. Berlin-Dahlem, Preuß. Landesanstalt f. Wasser-, Boden- u. Lufthygiene.) MANZ.

Willem Rudolfs und Henry J. Miles, *Faulversuche bei hoher und niedriger Temperatur*. I. *Betrieb und Einsaat*. Verss., mit mesophilem Schlamm thermophile Faulung einzuleiten, schlugen unter starkem Schäumen, Abnahme der Gasentw. usw. fehl. (Sewage Works J. 7. 422—34. 1935. New Brunswick, N. J., Agric. Expt. Station, Division Water and Sewage Research.) MANZ.

Edward J. Cleary, *Faulversuche bei hoher und niedriger Temperatur*. II. *Stufenweise Ausfäulung*. (I. vgl. vorst. Ref.) Mit thermophiler Vorfäulung bei 54,4° u. mesophiler Nachbehandlung bei 26,7—28,9° wurde bei Einsaat von reifem Schlamm, guter Mischung u. Vorwärmung des Frischschlammes eine Verkürzung der Faulzeit auf 12 Tage, weitergehender Abbau der organ. Substanz u. Beschleunigung der Gasentw. erzielt. (Sewage Works J. 7. 781—97. Sept. 1935. New Brunswick, N. J., Division Water and Sewage Research.) MANZ.

E. Naumann und Käte Naumann, *Die praktische Ausführung der Reaktionsmessung von Wässern*. Erläuterung der colorimetr. Verff. u. Beschreibung eines neuen, speziell für W., Boden- u. Schlammunters. geeigneten elektr. App. zur pH-Messung der Fa. **ALTMANN**, Berlin, mit Normalelement, Trockenbatterie, KCl/HCl/Chinhydronelektrode nach **VEIBEL** als Bezugslektrode. (Gas- u. Wasserfach 78. 901—03. 30/11. 1935. Berlin-Dahlem, Preuß. Landesanst. f. Wasser-, Boden- u. Lufthyg.) MANZ.

A. E. Griffin, *Ermittlung des Restchlors*. Überblick über Störung des Rest-Cl-Nachweises mittels o-Tolidin durch Fe, Mn, NO₂, organ. Stoffe u. deren Behebung. (J. Amer. Water Works Ass. 27. 888—96. 1935. Newark, N. J.) MANZ.

R. D. Scott, *Verbesserte Vergleichslösungen für Restchlorbestimmungen*. Eine mit Phosphatpufferlsg. von p_H = 6,5 verd. Lsg. von 0,25 g K₂Cr₂O₇ u. 0,75 g K₂CrO₄ auf 1 l W. entspricht hinsichtlich Farbtonung im Bereich von 0,01—3,0 mg/l der o-Tolidinfärbung. (Water Works Sewerage 82. 399—400. Nov. 1935. Columbus, Ohio, State Dept. of Health.) MANZ.

W. D. Hatfield, *Einheitsmethoden der Abwasseruntersuchung*. Zusammenstellung der ausgewählten Unters.-Methoden. (Sewage Works J. 7. 444—91. 1935.) MANZ.

Glenn W. Holmes, *Bestimmung der Schwebestoffe im Abwasser durch Lichtabsorption*. Photoelektr. Messung der Lichtabsorption von Abwasser in 1/2 Zoll starker Schicht ergab nach Zerkleinerung der suspendierten Stoffe in einer Kolloidmühle Resultate, die um 9% von den gewichtsanalyt. Werten abweichen. (Sewage Works J. 7. 642 bis 657. 1935. Boston, Massachusetts.) MANZ.

Diéniert, A. Guillerd, P. Etrillard et F. Wandenbulke, Alimentation en eau des villes. Evacuation des eaux usées et des eaux résiduaires. Livre II: Procédés d'analyses et de contrôle des eaux d'alimentation et des eaux usées. Paris: Léon Eyrolles. 1935. (235 S.) 8°. 35 fr.

V. Anorganische Industrie.

A. Julia Sauri, *Die Salzsäurefabrikation aus Chlor*. Überblick über die verschiedenen Vorschläge. (Quim. e Ind. 12. 157—61. 1935.) R. K. MÜLLER.

Mathias, *Die Edelgase. Überblick über die Industrie und neue Anwendungen von Neon, Helium und anderen atmosphärischen Gasen*. Gewinnung von Ne u. He. Verwendung von He. Ne in Leuchtrohren. Darst. von Kr u. Xe aus der Luft. (Refrigerating Engng. 30. 196—98. 228. Okt. 1935.) R. K. MÜLLER.

Friedrich Schuch, *Über die Herstellung eines wasserfreien, mindestens 95%igen Schwefelnatriums*. Einige Bemerkungen über die techn. Darst. von Na₂S, die zu einer Klärung der Frage nach der Wirtschaftlichkeit der gebräuchlichen 3 Verff. (Hand-, Rollofen, Wassergas) Anregung geben sollen. (Chemiker-Ztg. 59. 625. 31/7. 1935. Hannover N.) KUTZELNIGG.

A. S. Fokin und M. A. Rabinowitsch, *Die katalytische Zerlegung von Natriumamalgam*. I. Im Zusammenhang mit den Arbeiten über Natriumsulfid (vgl. C. 1933. I. 1493) untersuchten die Vff. die Zerlegung von bei der Elektrolyse von NaCl entstehendem Na-Amalgam mit konz. NaOH-Lsg. (450 g NaOH/Liter) unter Benutzung verschiedener Katalysatoren, wie Fe-Si, Fe-Mn, Fe-V, Fe-W, Fe-Mo u. anderen, u. Messen der Zers.-Geschwindigkeit durch H₂-Entw. Zusammengesetzte Katalysatoren sind aktiver als die einzelnen Komponenten. Zusätze von Salzen, wie K₄Fe(CN)₆, wirken aktivierend. Die besten Katalysatoren sind Ferromolybdän u. Ferrosilicium. (Ukrain. chem. J. [ukrain.: Ukrainski chemitschni Shurnal] 8. 355—65. 1933.) v. FÜNER.

P. B. Shiwotinski und A. P. Maschowetz, *Die katalytische Zerlegung von Natriumamalgam*. II. (I vgl. vorst. Ref.) Verss. über die Regenerierung des bei der Zerlegung von Na-Amalgam mit konz. NaOH-Lsg. ermüdeten Katalysators (Fe-Si) zeigten, daß schon das Schütteln in Luft u. besonders in H₂-Atmosphäre genügt, um die sich an der Oberfläche bildende kolloidale Suspension von Fe u. Hg, die als Ursache der Ermüdung angenommen wird, von der Katalysatoroberfläche zu entfernen. Ein einfacher Laboratoriumsapp. zur Amalgamzerlegung wird beschrieben. Er besteht aus einem u. die waagerechte Achse drehbaren Zylinder, mit Zementfutter, welches mit herausragenden Ferrosiliciumstücken versehen ist. Der Zylinder besitzt in der Richtung der Achse ein Ableitungsrohr für den gebildeten H₂. Das Amalgam zerteilt sich beim Drehen des Zylinders sehr gut an den herausragenden Fe-Si-Stückchen u. beschleunigt dadurch sehr stark das Zerlegen. Die Geschwindigkeit des Zerlegens steigt nur schwach beim Übergang vom 52%ig. zum 12,8%ig. Fe-Si. (Ukrain. chem. J. [ukrain.: Ukrainski chemitschni Shurnal] 8. 366—71. 1933.) v. FÜNER.

A. P. Maschowetz und P. B. Shiwotinski, *Die katalytische Zerlegung von Natriumamalgam*. III. (II. vgl. vorst. Ref.) Ein Zerleger für Na-Amalgam ist in techn. Ausführung für kontinuierlichen Betrieb der NaCl-Elektrolyse mit SOLVAY-Elektrolyseur angegehen. Zur Ermöglichung des kontinuierlichen Betriebes muß das im Prozeß ausgeschiedene, im Hg mitgeführte Fe durch Vorbeiführen des Hg an den Polen eines Elektromagneten in Form von Klumpen aus dem Hg entfernt werden. Der kontinuierliche Zerleger braucht 18 Sek., um das Amalgam vollständig zu zerlegen u. faßt nur den $\frac{1}{8,46}$ Teil des im Elektrolyseur befindlichen Hg. (Ukrain. chem. J. [ukrain.: Ukrainski chemitschni Shurnal] 8. 372—80. 1933.) v. FÜNER.

I. J. Sirak, U. S. S. R., *Gewinnung von Schwefel aus Schwefelerzen*. Die zerkleinerten Erze werden mit einer Eisenchloridlsg. behandelt, wodurch die metall. Bestandteile in Lsg. gehen, während der S ungel. zurückbleibt. Der abgetrennte Rohschwefel wird in üblicher Weise, z. B. durch Dest. gereinigt. Die eisenchlorürhaltige Lsg. wird z. B. durch Elektrolyse von Cu, Pb u. den edleren Metallen befreit u. das FeCl₂ durch alkal. Behandlung oder Oxydation regeneriert. (Russ. P. 42 987 vom 23/5. 1934, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

American Cyanamid & Chemical Corp., Delaware, übert. von: **Alphons O. Jaeger**, Mount Lebanon, Pa., V. St. A., *Herstellung von Schwefeltrioxyd*. Die Umsetzung der Ausgangsstoffe erfolgt in mehreren Stufen; in wenigstens einer Stufe erfolgt die Temp.-Regelung lediglich durch die Wrkg. des strömenden Gases selbst;

in der letzten Stufe dagegen wird mittels eines in indirekter Berührung durch den Katalysator strömenden Hilfsgases die Temp. eingestellt; in dieser Stufe soll ein Pt-freier Kontakt (V-Katalysator) angewendet werden, der wirksamer ist, als die üblichen Pt-Kontakte. Vorr. hierzu. (A. P. 2 008 761 vom 22/6. 1931, ausg. 23/7. 1935.) NITZE.

Metallgesellschaft Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung von Schwefelsäure*. Beim Kontaktverf. entstehende Abgase werden bei Temp. von etwa 300° in Richtung von oben nach unten durch einen Rieselturm geleitet. Der H₂SO₄-Nebelgeh. der abziehenden Gase wird durch elektr. Niederschlagung gewonnen u. als Rieselfl. im Rieselturm verwandt. Das Verf. ist auf beliebige SO₂-Gase anwendbar. (E. P. 433 676 vom 1/2. 1935, ausg. 12/9. 1935.) NITZE.

Chemical Construction Corp., Charlotte, N. C., übert. von: **Ingenuin Hechenbleikner**, Charlotte, N. C., **Thomas C. Oliver**, Great Neck, und **Samuel F. Spangler**, Flushing, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Schwefelsäure*. Zwecks Verarbeiten von H₂S nach dem Kontaktverf. verbrennt man es in konz. Zustand mit geregelten Luftmengen, reinigt die Gase auf k. Wege u. setzt ihnen vor der üblichen Verarbeitung O₂, z. B. in Form von Luft zu. Zeichnung hierfür. (A. P. 2 003 442 vom 7/3. 1932, ausg. 4/6. 1935.) NITZE.

Chemical Construction Corp., übert. von: **Ingenuin Hechenbleikner**, Charlotte, N. C., V. St. A., *Herstellung von konzentrierter Schwefelsäure oder Oleum*. Man verarbeitet sauren Abfallschlamm, der aus der Reinigung von KW-stoffen anfällt, durch Zers. auf therm. Wege zu feuchtem SO₂, führt das Gas in einen W.-Abstreifer, setzt ihm O₂ zu, entwässert weiter mittels H₂SO₄ u. verarbeitet in bekannter Weise auf SO₃ bzw. H₂SO₄. Die zum Entwässern benutzte H₂SO₄ wird dem Abfallschlamm zugesetzt. (A. P. 2 001 359 vom 11/11. 1931, ausg. 14/5. 1935.) NITZE.

Soc. Anon. des Matières Colorantes et Produits Chimiques des Saint-Denis und **Maurice Choffel**, Frankreich, *Herstellung konzentrierter Schwefelsäure*. Man konz. im Hochvakuum unter lebhaftem Umlauf u. Vermeidung der Entstehung örtlicher Überkonz. Das Verf. wird im einzelnen an Hand einer Vorr. beschrieben. (F. P. 781 202 vom 13/11. 1934, ausg. 11/5. 1935.) NITZE.

T. W. Poljanski, U. S. S. R., *Reinigung von Chlorwasserstoffgas zwecks Gewinnung von Salzsäure*. Das HCl-Gas wird zunächst über nicht erhitze Aktivkohle, dann über auf 250—400° erhitze Aktivkohle u. zum Schluß durch konz. HCl, in der Aktivkohle suspendiert ist, geleitet. (Russ. P. 42 984 vom 31/7. 1932, ausg. 31/5. 1935.) RICHT.

A. N. Katschulkow, U. S. S. R., *Reinigung von Fluorwasserstoffgas*. HF-Gas wird zwecks Entfernung des SiF₄ u. H₂SO₄ mit auf 70—100° erwärmtem W. gewaschen. (Russ. P. 43 468 vom 14/12. 1933, ausg. 30/6. 1935.) RICHTER.

W. P. Kamsolkina, **K. T. Koshenowa**, **W. D. Liwtschitz** und **A. I. Schechin**, U. S. S. R., *Herstellung von Katalysatoren für die Ammoniaksynthese*. Magnetisenerz wird zerkleinert, durch zweimalige Behandlung auf dem Magnetseparator von SiO₂ u. dgl. teilweise befreit u. nach Zusatz von Aktivatoren, wie KNO₃ oder Al₂O₃, geschmolzen. Die Schmelze wird nach dem Erkalten zerkleinert, wieder auf dem Magnetseparator zweimal behandelt, wobei der SiO₂-Geh. auf 0,3—0,4% verringert wird, erneut ohne Zusatz von Aktivatoren geschmolzen u. in üblicher Weise zerkleinert. Ausbeute an NH₃ mit diesem Katalysator bei 200 at 13,5—17,0%. (Russ. P. 42 990 vom 16/1. 1935, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

Atmospheric Nitrogen Corp., New York, N. Y., übert. von: **Eugene Dwight Crittenden**, Syracuse, N. Y., V. St. A., *Katalysator für die Ammoniakoxydation*. Verunreinigungen enthaltendes Co (I) wird mit CaCO₃ (II) u. CaF₂ (III) bis zum Schmelzen erhitzt, das Metall von der Schlacke getrennt u. in Co₃O₄ übergeführt. Auf 70 (Teile) I kommen 3,5—5 II u. 1,7—3,5 III. Das Co₃O₄ wird dann so weit zerkleinert, daß es durch ein 100-Maschensieb geht, dann mit etwa 17—19% seines Gewichts Kohle gemischt u. das Gemisch mittels einer Zuckerlsg. in eine dicke Paste verwandelt. Auf 15 Co₃O₄ in der Mischung kommen 6 Zuckerlsg., die 1 Zucker auf 5 W. enthält. Die Paste wird auf grobe Körner verarbeitet u. getrocknet. Die Körner werden in einem elektr. Lichtbogen zu geschmolzenem Metall reduziert. Letzteres wird mit einer Flußmittelmischung aus CaO (IV) u. CaF₂ (V) abgedeckt. Auf 100 (Teile) Co kommen 3,5—5 IV u. 1,7—3,5 V. Die Red. wird dann unter Zugabe von frischem Material fortgesetzt. Zur Herabsetzung des C-Geh. wird dem geschmolzenen Metall Co₃O₄ zugegeben. Das Co soll höchstens 0,1 C enthalten. Das fl. Co wird dann in W. tropfen gelassen zur Bldg. von Kugeln. Zur Herst. des Katalysators wird das gereinigte Metall in HNO₃ gel. Nach Entfernung von Ungel. wird eingedampft u. das Nitrat mittels allmählich

ansteigender Temp. bis 400° zers. Die Oxydation von etwa 9%ig. NH_3 -Luftgemischen erfolgt an diesem Katalysator bei etwa 800°. (A. P. 2 017 683 vom 13/11. 1930, ausg. 15/10. 1935.)
HOLZAMER.

Akt.-Ges. für Stickstoffdünger, übert. von: Ernst Winter, Köln-Braunsfeld, und Fridolin Hartmann, Knapsack, Deutschland, *Herstellung von Calciumcarbid*. Die nach D. R. P. 525 272 hergestellten CaO-Formlinge werden in Ggw. von C geschmolzen u. gebrannt zur Bldg. von Ca-Carbid. Vgl. D. R. P. 525 272; C. 1931. II. 891. (A. P. 2 017 558 vom 9/11. 1931, ausg. 15/10. 1935. D. Prior. 17/1. 1930.)
HOLZAMER.

Francesco Borzi und Lionello Leskovic, Undine, Italien, *Herstellung von Wasserstoff und Schwefelsäure*. Man zers. W. bei einer Spannung von ca. 1,26 V u. leitet gleichzeitig in die Anodenkammer SO_2 -Gas ein. Das Verf. wird an Hand einer Vorr. beschrieben. (It. P. 319 059 vom 18/10. 1932.)
NITZE.

International Hydrogenation Patents Co., Ltd., Vaduz Liechtenstein, *Reinigung von Wasserstoff*. 97—98% H_2 , der 2—3% N_2 u. CO enthält, der in bekannter Weise aus Koksöfengas gewonnen wird, wird bei Atmosphärendruck bei etwa —190° gewaschen, wobei CH_4 in fl. Zustand u. eine Konz. bis 90% durch Fraktionieren des Koksöfengases erhalten wird. Nunmehr erhält der H_2 4% CH_4 , das teils durch Reibung mit Öl unter Druck entfernt werden kann. (E. P. 431 970 vom 21/7. 1934, ausg. 15/8. 1935. F. P. 785 617 vom 7/2. 1935, ausg. 14/8. 1935. D. Prior. 10/3. 1934.)
NITZE.

Siemens & Halske Akt.-Ges., Deutschland, *Abfüllverfahren für unter Druck erzeugtes Wasserstoffgas*. Die zu füllenden Vorratsflaschen sind mit einer gegen H_2 unempfindlichen, nicht zusammendrückbaren Fl., z. B. W. gefüllt, die man nach Maßgabe des entstehenden H_2 -Druckes aus der Flasche austreten läßt. Das austretende W. kann gleichzeitig zum Waschen des eintretenden H_2 benutzt werden. Zeichnung hierfür. (F. P. 783 440 vom 29/12. 1934, ausg. 12/7. 1935.)
NITZE.

Standard Oil Development Co., Delaware, übert. von: David A. Shepard, Elizabeth, N. J., V. St. A., *Herstellung von Katalysatoren*. Das Glühen der nitrat-haltigen Katalysatormasse erfolgt derart, daß man sie in einem geeigneten Behälter allmählich in den Glühbereich einführt u. gleichzeitig ein inertes Kühl- u. Spülgas über die Oberfläche leitet. Die Katalysatoren eignen sich insbesondere für die Herst. von Wasserstoff aus KW-stoffen. Beispiel: Man mischt gleiche Teile $\text{Ni}(\text{OH})_2$, $\text{Al}(\text{OH})_3$ u. MgO u. teigt diese Mischung mit konz. $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2$ -Lsg. an, die 1% KOH enthält, an. Man verformt sie zu kleinen Würfeln von 2 cm Kantenlänge u. trocknet sie bei 212—250° F. Die trockene M. wird gekörnt u. in der angegebenen Weise geglüht. (A. P. 1 998 401 vom 5/5. 1931, ausg. 16/4. 1935.)
NITZE.

Soc. Anon. Krebs & Co., Frankreich, *Herstellung von Alkalilauge nach dem Amalgamverfahren*. Man zers. das Amalgam bei Temp. von 40—120° je nach der gewünschten Konz. der Laugen. Die Zers. findet im Gegenstrom zwischen Amalgam u. W. statt. Die Vorr. ist heizbar u. gegen Wärmeverluste geschützt. (F. P. 783 164 vom 13/3. 1934, ausg. 9/7. 1935.)
NITZE.

Mathieson Alkali Works Inc., New York, übert. von: Robert B. MacMullin, und George Lewis Cunningham, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Reine Alkali-carbonate*. Das Doppelsalz $\text{NaNH}_4\text{CO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ spaltet beim Erhitzen NH_3 , CO, u. H_2O ab. Es verbleibt als Rückstand unterhalb 50° $\text{NaHCO}_3 \cdot \text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, unterhalb 104° $\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ u. oberhalb 104° Na_2CO_3 . (A. P. 2 014 536 vom 21/4. 1932, ausg. 17/9. 1935.)
BRÄUNINGER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. (Erfinder: Rudolf Stroh und Wolfgang Bülow, Ludwigshafen a. Rh.), Frankfurt a. M., *Herstellung von Alkalihypo-sulfiten* durch Red. von Alkalisalzen der H_2SO_3 in wss. Lsg. mittels Zn-Staub in Ggw. von CO_2 , dad. gek., daß auf das Rk.-Gemisch während der Red. CO_2 in solcher Menge zur Einw. gebracht wird, daß das in Rk. tretende metall. Zn prakt. in ZnCO_3 übergeführt wird, worauf nach dessen Abtrennung die Lsg. gegebenenfalls auf festes Alkalihypo-sulfit verarbeitet wird. Die Rk. verläuft gemäß:

$$2 \text{NaHSO}_3 + \text{Zn} + \text{CO}_2 = \text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_4 + \text{ZnCO}_3 + \text{H}_2\text{O}$$

(D. R. P. 620 760 Kl. 12 i vom 12/10. 1932, ausg. 26/10. 1935.) BRÄUNINGER.

Victor Chemical Works, übert. von: Byron M. Vanderbilt und Howard Adler, Chicago Heights, Ill., V. St. A., *Wasserfreie Hypo-sulfite* werden erhalten durch Einw. von SO_2 auf Alkaliformiat in Ggw. von Alkalihydroxyd oder -carbonat unter Anwendung

von wss. $C_2H_5 \cdot OH$ oder von einem Gemisch aus CH_3OH u. $C_2H_5 \cdot OH$ als Rk.-Mittel. (A. P. 2 010 615 vom 31/7. 1933, ausg. 6/8. 1935.) BRÄUNINGER.

Gustav T. Reich, Philadelphia, Pa., V. St. A., *Herstellung von Kaliumsalzen*, einschließlich *Kaliumchlorid aus organischen Abfallstoffen*, wie *Gärungsrückständen*. Man setzt NH_4NO_3 oder $(NH_4)_3PO_4$ zu den Gärungsrückständen, dampft ein, bis die anorgan. Salze ausfallen u. trennt die Kalisalze von NH_4Cl mittels eines aliph. wasserlöslichen Lösungsm., z. B. A., in welchem das Kalisalz wesentlich schwerer l. ist als NH_4Cl . (A. P. 2 002 797 vom 21/10. 1932, ausg. 23/5. 1935.) NITZE.

Shell Development Co., übert. von: Ludwig Rosenstein, San Francisco, Calif., V. St. A., *Herstellung von Nitraten aus Alkali- und Erdalkalihalogenen*. Auf die Halogene der Alkali- u. Erdalkalimetalle läßt man W.-freies NO_2 oder höhere NO-Verbb. fl. oder gasförmig einwirken, entfernt die Nitrate von den nicht veränderten Halogeniden u. gewinnt NO vom NOCl wieder als NO_2 , das man auf die Halogenverbb. erneut einwirken läßt. Insbesondere wird die Herst. von KNO_3 aus KCl beschrieben. (A. P. 2 007 478 vom 2/2. 1931, ausg. 9/7. 1935.) NITZE.

Zjednoczone Fabryki Związków Azotowych w Mościcach i w Chorzowie, Moście, Polen (Erfinder: Stefan Batorski, Chorzow, Polen), *Herstellung von Kaliumnitrat* aus $Ca(NO_3)_2$ u. K_2SO_4 -u. $MgSO_4$ -haltigen Salzen, dad. gek., daß man $MgSO_4$ mittels überschüssigem $Ca(OH)_2$ in unl. Verbb. überführt, wobei die Rk. bei 20—150° unter n. oder erhöhtem Druck verlaufen soll. (Poln. P. 20 569 vom 20/10. 1933, ausg. 17/11. 1934.) KAUTZ.

Imperial Chemical Industries Ltd., England, *Herstellung von Kaliumsulfat*. Durch Rk. von KCl im Überschub mit $CaSO_4$ oder $K_2SO_4 \cdot 5 CaSO_4 \cdot H_2O$ in wss. NH_3 wird K_2SO_4 als Bodenkörper erhalten. Aus der Mutterlauge wird durch weiteren Zusatz von $CaSO_4$ das Doppelsalz $K_2SO_4 \cdot CaSO_4 \cdot H_2O$ gefällt, abgetrennt u. mit h. W. unter Bldg. einer Lsg. von K_2SO_4 u. eines Nd. von $K_2SO_4 \cdot 5 CaSO_4 \cdot H_2O$, das in die 1. Stufe zurückgeht, zersetzt. (F. P. 787 713 vom 21/3. 1935, ausg. 27/9. 1935. E. Prior. 2/5. 1934.) BRÄUNINGER.

P. A. Senokossow, U. S. S. R., *Gewinnung von Pottasche aus Asche*. Die Asche wird zunächst mit etwa 30% k. W. angefeuchtet u. Luft durchgeleitet. Hierauf wird in üblicher Weise mit W. ausgewaschen. (Russ. P. 43 416 vom 26/12. 1934, ausg. 30/6. 1935.) RICHTER.

Mathieson Alkali Works, Inc., New York, N. Y., übert. von: Robert Burns MacMullin, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Herstellung von Natriumcarbonatmonohydrat*. Man zers. $NaHCO_3$ mit W. u. Dampf, fällt aus der Lsg. $Na_2CO_3 \cdot H_2O$ mittels NH_3 u. verarbeitet die davon abgetrennte Mutterlauge nach Zusatz von NaCl in bekannter Weise auf $NaHCO_3$, das in der angegebenen Weise gespalten wird. Zeichnung hierfür. (A. P. 2 005 868 vom 25/3. 1932, ausg. 25/6. 1935.) NITZE.

W. P. Iliinski und O. J. Kalani, U. S. S. R., *Herstellung von Natriumsulfid und Soda*. Natriumsulfat wird in üblicher Weise durch Verschmelzen mit Kohle in Na_2S übergeführt, die erhaltene h. Schmelze oder Lsg. mit Mirabilit vermischt u. filtriert. Der abgeschiedene Nd. wird zwecks Abtrennung des Na_2S mit W. ausgelaugt, während das Filtrat durch Carbonisierung auf Na_2CO_3 verarbeitet wird. Der beim Auslaugen des Na_2S erhaltene Rückstand wird erneut unter Zusatz von Na-Sulfat mit Kohle verschmolzen. (Russ. P. 42 991 vom 13/11. 1934, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

Chemische Fabrik Coswig-Anhalt G. m. b. H. (Erfinder: Eduard von Drathen, Anhalt), Coswig, Anhalt, *Herstellung von Bariumhydroxyd*, dad. gek., daß man Bariumphosphat, wie es bei der Herst. von H_2O_2 aus BaO_2 anfällt, mit C erhitzt, den freigemachten P auffängt, gegebenenfalls zu H_3PO_4 weiter verarbeitet, das erhaltene BaC_2 dagegen mit W. zu $CH \equiv CH$ u. $Ba(OH)_2$ umsetzt. (D. R. P. 620 170 Kl. 12 m vom 9/11. 1932, ausg. 15/10. 1935.) BRÄUNINGER.

Metallgesellschaft Akt.-Ges., Deutschland, *Gewinnung von Magnesiumsulfat-Monohydrat und ähnlichen Salzen*. Lsgg. von Salzen, insbesondere Sulfaten, deren Löslichkeit in W. mit steigender Temp. zunächst zu u. dann wieder abnimmt u. die aus ihren Lsgg. bei niedriger Temp. mit niedrigem Krystall-W.-Geh. krystallisieren, werden bis zu einer Temp. erhitzt, die auf dem absteigenden Ast der Löslichkeitskurve liegt, bei der aber die Ausscheidung von f. Salz noch nicht auftritt. Hierauf werden die Lsgg. einer Selbstverdampfung in der Weise unterworfen, daß sie hierbei bis auf Temp. abgekühlt werden, die auf dem aufsteigenden Ast der Löslichkeitskurve, jedoch noch im Bereich der Bldg. des Salzes mit dem gewünschten Krystall-W.-Geh. liegen. (F. P. 787 558 vom 20/3. 1935, ausg. 25/9. 1935. D. Prior. 27/3. 1934.) BRÄUN.

S. P. Kametzki und N. F. Kaschtschejew, U. S. S. R., *Gewinnung von Aluminiumoxyd und Atznatron*. Kaolin, Ton u. dgl. wird bei 550° gebrannt, mit Ammoniumsulfat vermischt u. erneut bei 400° gebrannt. Das erhaltene Prod. wird mit W. ausgelaugt u. die Lsg. zwecks Entfernung des Fe mit Ammoniumbisulfid u. überschüssigem Al-Sulfat behandelt. Die eisenfreie Lsg. des Doppelsalzes $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ wird mit CaF_2 versetzt u. das gebildete $\text{Al}_2\text{F}_6\text{SO}_4$ vom Gips abgetrennt. Hierauf wird die Lsg. mit NH_3 versetzt u. das ausgeschiedene $\text{Al}_2\text{F}_6(\text{OH})_2$ abfiltriert, gewaschen u. durch Erhitzen auf 450—550° in Al_2O_3 u. NH_4F übergeführt. Das gasförmige NH_4F wird in eine NaCl -Lsg. eingeleitet, worauf das gebildete NaF abgetrennt u. mit CaO in CaF_2 u. NaOH umgesetzt wird. Der bei der Umsetzung von $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ mit CaF_2 erhaltene Gips wird mit NH_3 u. CO_2 in $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ übergeführt u. dieses sowie das aus dem NaF erhaltene CaF_2 wieder in den Prozeß zurückgeführt. (Russ. P. 42 993 vom 6/6. 1934, ausg. 31/5. 1935.)

RICHTER.

S. P. Kametzki und N. F. Kaschtschejew, U. S. S. R., *Gewinnung von Aluminiumfluorid*. Gepulverter Flußspat wird mit einer Al-Sulfatlsg. behandelt, von dem CaSO_4 abfiltriert u. das Filtrat bis zu einer Konz. von 25—30% Al_2SO_4 eingedampft. Die eingedampfte Lsg. wird bei 50—100° mit 15—20%ig. HF behandelt, das ausgeschiedene $\text{Al}_2\text{F}_6 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ abfiltriert, gewaschen u. getrocknet. Die H_2SO_4 -haltige Mutterlauge wird durch Zusatz von Al-Hydrat auf $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ verarbeitet u. wiederverwendet. Der abfallende Gips kann mit NH_3 u. CO_2 zu $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ umgesetzt werden. (Russ. P. 43 417 vom 14/1. 1935, ausg. 30/6. 1935.)

RICHTER.

Deutsche Gold- und Silberscheideanstalt, vormals Roessler, Frankfurt a. M., *Aufschluß von Berylliummineralien*. Schwer aufschließbare Verbb. wie Beryll werden gepulvert, mit Atzalkali in Ggw. von W. längere Zeit auf 500° nicht übersteigende Temp. erhitzt, worauf die Schmelze in bekannter Weise ausgelaugt wird. Im Autoklaven genügen Temp. zwischen 150 u. 175°, um einen vollständigen Aufschluß zu erreichen. Auf 1 Mol Beryll werden zweckmäßig 16 Mole Alkalihydroxyd angewendet. (E. P. 435 092 vom 2/4. 1935, ausg. 10/10. 1935. F. P. 788 243 vom 2/4. 1935, ausg. 7/10. 1935. Beide: D. Prior. 3/4. 1934.)

BRÄUNINGER.

Walter Villa Gilbert, London, *Gewinnung von Chromsäure und Chromaten auf elektrolytischem Wege*. Unter Anwendung einer Zelle mit Tondiaphragma dient als Elektrolyt eine Lsg. von $\text{Na}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Je nach Art des Baustoffes für Kathode u. Anode werden CrO_3 oder die dem anod. Metall entsprechenden Chromate erhalten. (Aust. P. 20 288/1934 vom 22/11. 1934, ausg. 5/9. 1935.)

BRÄUNINGER.

E. N. Bogojawlenko und A. A. Milinski, U. S. S. R., *Gewinnung von Titan-dioxyd*. Titanerze werden in üblicher Weise mit H_2SO_4 aufgeschlossen, worauf die Schmelze mit W. ausgelaugt wird. Zwecks schnellerer Abtrennung der unl. Bestandteile wird die wss. Lauge mit dem beim Kochen von Leinölsamen oder Leinölkuchen mit W. erhaltenen Extrakt versetzt. Die Weiterverarbeitung der Lsg. erfolgt in üblicher Weise. (Russ. P. 41 612 vom 1/9. 1934, ausg. 28/2. 1935.)

RICHTER.

Titanium Alloy Manufacturing Co., New York, übert. von: **Charles J. Kinzie**, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Alkalizirkoniumtartrat und seine Herstellung*. Zr-Erze mit einem Geh. an Fe u. Ti werden mit einer stark alkal. Alkalimetallverb. bis zur Bldg. eines in Säure l. Alkali-Zr-Silicats erhitzt, dieses mit Weinsäure erhitzt, bis Zr, Si u. Alkali in Lsg. gegangen sind, u. zur Trockne gebracht, um die Si-Verb. unl. zu machen. Darauf wird mit W. das Alkali-Zr-Tartrat ausgelaugt, die vom Rückstand getrennte Lsg. bis zur Krystallbildg. konz. u. von den Krystallen die Mutterlauge, die Fe u. Ti enthält, abgetrennt. Zur Lsg. der Krystalle wird NH_3 bis zur neutralen oder schwach alkal. Rk. zugesetzt, ohne jedoch Fällung herbeizuführen, u. bis zur Bldg. einer nicht krystallinen, in W. ll. M. konz. Die konz. viscose wss. u. neutrale Lsg. von komplexem Alkali- z. B. Na-Zr-Ammoniumtartrat hat eine D. von 1,40 u. enthält weniger als 0,05% an Oxyden sowohl des Fe wie des Ti. Die Prodd. dienen z. B. zum Leimen von Papier, als Dispergiemittel u. dgl. (A. P. 2 013 856 vom 13/7. 1932, ausg. 10/9. 1935.)

DONAT.

Titanium Alloy Manufacturing Co., New York, übert. von: **Charles J. Kinzie**, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Zirkonium-Silicium-Alkalimetallverbindungen und ihre Herstellung*. Zr-haltiges Material wird mit stark alkal. Alkalimetallverb. wie Soda oder Pottasche bis zur Bldg. eines in Säure l. Alkali-Zr-Silicats erhitzt, das gegebenenfalls nach einer Auslaugung mit W. mit Citronensäure, z. B. mit einer h. Lsg. derselben behandelt wird, wobei ein Alkali-, z. B. Na- oder K-Zr-Si-Citrat erhalten wird, das in fl. Form oder als stabilisierte Lsg. stabil bleibt u. dessen Lsg. zu einer gummiartigen

in W. II. M. eingedampft werden kann. Die Prodd., die nur Spuren von Fe u. Ti enthalten, dienen z. B. als Mittel zum Verbinden von Stoffen wie Glas, Holz oder Metall, als Dispergiermittel, zur Bldg. von Filmen z. B. auf Metall u. dgl. (A. P. 2 013 857 vom 20/7. 1932, ausg. 10/9. 1935.) DONAT.

Les ressources minérales de la France d'outre-mer. IV: le Phosphate. Paris: Société d'éditions géographiques, maritimes et coloniales. 1935. (297 S.) gr. 8°. 20 fr.

VI. Silicatchemie. Baustoffe.

Karl Beyerlein, *Zur Systematik des Emails*. Ansätze u. Verss. zu einer Systematik des Emails, ausgehend von einem gewöhnlichen Gebrauchsemail. Bei einem Verhältnis von $B_2O_3 : SiO_2 = 1 : 3$ wurde gegen die Einw. von Essigsäure die beste Säurefestigkeit erhalten. (Keram. Rdsch. Kunstkeramik, Feinkeramik, Glas, Email 43. 589—92. 12/12. 1935.) PLATZMANN.

R. D. Cooke, *Laboratoriumskontrolle bei Emailbereitung im Trockenverfahren*. Beschreibung der Verff. zur Kontrolle der Rohstoffe, des Misch- u. Schmelzprozesses sowie der Auftragung von Trockenemails bei Gußeisen für sanitäre Zwecke. (Bull. Amer. ceram. Soc. 14. 373—74. Nov. 1935. Milwaukee, Rundle Manuf. Co.) PLATZM.

H. H. Holscher, *Kleinster Krümmungsradius emailierter Teile*. Vergleichende Verss., das Abspringen von Porzellanemail über gebogene Kanten mit verschiedenem Radius zu bestimmen, ergaben, daß der kleinste Radius $\frac{9}{16}$ Zoll betragen sollte. (Bull. Amer. ceram. Soc. 14. 369—71. Nov. 1935. Edison Gen. El. Appliance Co.) PLATZM.

F. R. Porter und **G. L. Bryant**, *Einschichtige Emailherstellung*. Verss. haben ergeben, daß die Schichtstärke von Email reduziert werden kann, wodurch Abspringen vermieden wird u. Materialkosten gespart werden können. Dies wird erreicht durch geeignet zusammengesetzten Schmelzfluß, durch Zusatz des Zinnoxids am Ende des Mahlens u. durch geeigneten Ton. Überdies ist sorgfältige Arbeit erforderlich. (Bull. Amer. Ceram. Soc. 14. 367—69. Nov. 1935. Edison Gen. El. Appliance Co.) PLATZM.

Vielhaber, *Bleifreie Majolikaemails*. Mit Abnahme des PbO-Geh. nimmt auch die Flußmittelmenge ab. Bei bleifreien Majolikaemails ist besonders darauf zu achten, daß der Fluß eine möglichst große Lsg.-Fähigkeit für Farboxyde aufweist. (Emailwaren-Ind. 12. 380—81. 21/11. 1935.) PLATZMANN.

Vielhaber, *Vorgänge beim Schmelzen von Emails*. Mitteilungen über die durch die Entw. von W.-Dampf u. CO_2 aus Borax u. Salpeter bedingte Schutzwirkg. Fe_2O_3 im feuerfesten Material der Schmelzwanne kann Verfärbungen des Emails herbeiführen. (Emailwaren-Ind. 12. 404. 12/12. 1935.) PLATZMANN.

Hans Hadwiger, *Geschmolzene oder ungeschmolzene Grundemails*. Es wurden Verss. angestellt, die bezweckten, festzustellen, ob es möglich ist, in der Blechemailierung reinen ungeschmolzenen Grund zu verwenden. Es wurde gefunden, daß bei Verwendung von ungeschmolzenem Grund sich Schwierigkeiten für einen glatten Ausbrand ergeben. Günstige Ergebnisse wurden erhalten durch Mischen des geschmolzenen Anteils eines Versatzes mit ungeschmolzenem Grund. Trotz verlängerten Einbrennintervalls werden die Schmelzkosten herabgesetzt gegenüber der Verwendung von nur geschmolzener Grundemail. (Glashütte 65. 738—40. 23/11. 1935.) GOTTFRIED.

R. Brauns, *Neue Schleifscheiben und Schleifmittel*. Es wird über Borcarbid B_4C als neues Schleifmittel berichtet. Die Härte übertrifft die des Siliciumcarbids. Übersicht über die verschiedenen Benennungen der wichtigsten für die Edelsteinschleiferei in Betracht kommenden Schleifmittel. (Dtsch. Goldschmiede-Ztg. 38. 512—13. 14/12. 1935.) PLATZMANN.

A. N. Dauwalter, *Krystallisation von färbenden Stoffen im Selenrubinglas*. Die von ROOXY (C. 1932. II. 2223) gegebene Erklärung der Färbung von farbigen Selenrubingläsern durch CdSe u. CdS wird bestätigt, dagegen wird die Annahme von CdSe-CdS-Mischkrystallen (feste Lsgg.) bei orange oder gelb gefärbten Gläsern abgelehnt. Es wird gezeigt, daß CdSe oder CdS, welche beide in hexagonalem System ohne Mischkrystallbildg. nebeneinander auskrystallisieren, je nach den Temp.-Bedingungen in ihrer Krystallisationsgeschwindigkeit bevorzugt u. die entsprechende rote, orange oder gelbe Farbe verursacht wird. Die roten CdSe-Krystalle werden durch längeres Halten der Schmelze auf 1050° erhalten, bei Temp. unter 1050° werden die isomorphen gelben CdS-Krystalle erhalten. Durch die Wahl von entsprechenden Temp.-Bedingungen können die gewünschten Färbungen erzielt werden. Die Färbung wird nur von krystalli-

sierten Verb. (CdSe u. CdS) verursacht; die im Glas molekulardispers gelösten Verb. sind farblos. Die Erklärung der Rotfärbung durch kolloidales Se wird abgelehnt. Die Möglichkeit der Anwesenheit einer ursprünglich auftretenden unbeständigen CdS_{Se}-Verb. wird zugegeben. (Ceramics and Glass [russ.: Keramika i Steklo] 11. Nr. 5. 30—34. 1935.) v. FÜNER.

M. A. Besborodow, A. A. Ssokolowa und G. A. Schinke, *Einfluß der Kohlenäure der Gasphase auf das Schmelzen des Glases*. Verss. mit Soda- u. Sulfatschmelzen im Laboratorium bei 900—1300° zeigten, daß CO₂-Ggw. in der Gasphase über der Schmelze prakt. keinen Einfluß auf den Grad der Klärung der Glasschmelze im Vergleich mit der Schmelze in Luft aufweist. (Ceramics and Glass [russ.: Keramika i Steklo] 11. Nr. 5. 26—30. 1935. Leningrad, Chem.-technolog. Inst.) v. FÜNER.

Albert Vasel, *Kaolin und Ton*. Es werden die Unterschiede in Schwindung u. Porosität bei Kaolin u. Ton besprochen. Die bei Ton gegenüber Kaolin vorhandene höhere Schwindung u. damit zusammenhängend höhere Bidsamkeit hat ihren Grund darin, daß das Mol. der Ton/Tonsubstanz 3-mal kleiner ist als das der Kaolin/Tonsubstanz, daß demnach der Ton viel feinere Suspensionen bilden kann als das Kaolin. Der Unterschied in der Porosität — Kaolin zeigt die größere Porosität — beruht darauf, daß beim Kaolin beim Brennen außer Mullit sich freie SiO₂ ausscheidet, u. zwar entstehen 63,9% Mullit u. 36,1% SiO₂. Bei den Tonen andererseits entsteht lediglich Metaton, Al₂O₃ · 2 SiO₂. Da bei den Tonen keine SiO₂ auftritt, brennen diese dicht, während bei den Kaolinen durch die SiO₂ bei denselben Brenntemp. die Porosität bewirkt wird. (Vgl. C. 1936. I. 139.) (Keram. Rdsch. Kunstkeramik, Feinkeramik, Glas, Email 43. 543—44. 14/11. 1935. Könnern a. S.) GOTTFRIED.

Bruno Spitta, *Schlufftone*. (Vgl. C. 1935. II. 419.) (Keram. Rdsch. Kunstkeramik, Feinkeramik, Glas, Email 43. 301—03 u. 05. 27/6. 1935.) SCHUSTERIUS.

W. W. Belowodski und N. A. Goluschko, *Der Vorgang der Bildung von Magnesitstau in Drehrohren*. Vff. zeigen, daß die Zerfallsgeschwindigkeit von MgCO₃ direkt von der Korngröße, der Brenntemp. u. Brenndauer abhängt, daß man also durch Regelung dieser Faktoren die Backzone verkürzen oder verlängern u. damit auch die Staubldg. regeln kann. Von Bedeutung ist auch die Natur des Futters, das man in den verschiedenen Zonen zweckmäßig aus verschiedenem Material herstellen kann. (Feuerfeste Mater. [russ.: Ogneupory] 3. 172—82. März 1935.) R. K. MÜLLER.

L. Litinsky, *Entwicklungswege feuerfester magnesiahaltiger Steine*. Bericht über die Eig. der Magnesitsteine u. deren Normung, die Steigerung der Temp.-Wechselbeständigkeit, die Problematik der Prüfverf. für Temp.-Wechselempfindlichkeit, die SCHAEFFERSche Prüfmethode, Magnesitsteine in der Zementindustrie, die Wärmeleitfähigkeit, Porosidonsteine, das Schlackenproblem, eisenarme u. -reiche Magnesite, ungebraunte Steine, zweckmäßige Preßdrucke, Änderung der Sinterbrandverf., Magnesiaabspaltung aus Dolomit, Chromdolomit- u. Chrommagnesitsteine, Bewahrung in SIEMENS-MARTIN-Öfen, Spinellsynthese u. Spinellsteine, Magnesiumorthosilicate, Snarumer MgO-Steine mit hohem SiO₂-Geh., Druckfeuerbeständigkeit u. Porosität, Magnesitsteine österreich. Type. (Ber. dtsh. keram. Ges. 16. 565—96. Nov. 1935.) PLATZMANN.

F. H. Clews und A. T. Green, *Alkalien und feuerfeste Stoffe*. Bericht über das vorliegende einschlägige Schrifttum (vgl. folgendes Ref.). (Trans. ceram. Soc. 24. 425—35. Okt. 1935.) PLATZMANN.

F. H. Clews, A. Green und A. T. Green, *Die Einwirkung von Alkalien auf feuerfeste Stoffe*. 1. Teil. *Die Einwirkung von Kalidampf auf feuerfeste Stoffe bei 900 und 1000°*. (Vgl. vorst. Ref.) Vier verschiedene Typen feuerfester Stoffe wurden der Einw. von Kalidampf bei 900 u. 1000° ausgesetzt. Die stärkste Absorption unter gleichzeitiger mechan. Zerstörung ergab sich für Al₂O₃-haltigen Feuertonen. Die SiO₂-haltigen Tone bedeckten sich mit einer Schicht viscosen Silicats, während bei Silicasteinen ein abtropfendes fl. Silicat sich bildete. Die chem. Zers. des feuerfesten Materials wurde durch Behandlung mit verd. HCl u. Wägung des unzersetzten Rückstands bestimmt. Weiter wurde die Verdampfung bei 1000° für wechselnden Geh. an K₂O — bis 4% — geprüft. (Trans. ceram. Soc. 24. 436—55. Okt. 1935.) PLATZM.

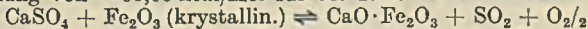
I. S. Smeljanski, *Sulfitecelluloselaugen als Sirupersatz*. Eingedickte Sulfitalauge kann (zusammen mit 2% CaO) vorteilhaft als Zusatz bei der Herst. von Dinassteinen verwendet werden. Im untersuchten Falle wird als optimaler Zusatz ein solcher von 0,25% gefunden. Im Vergleich mit Sirup wird ein höheres Bindevermögen festgestellt. (Feuerfeste Mater. [russ.: Ogneupory] 3. 100—02. Febr. 1935. Charkow.) R. K. MÜLLER.

Lewis B. Miller, *Einfluß der Isolierung auf Silica-Auskleidungen eines Stahlflammpfengewölbes*. Zwei Faktoren beeinflussen Lebensdauer u. Stabilität der Silicaausfütterung. Die Temp. ist der physikal. Faktor. Es bilden sich 3 Zonen. Die dem Feuer zugewandte ist in Cristobalit umgewandelt, die mittlere besteht aus Tridymit u. die äußere aus Quarz. Der chem. Faktor besteht in der Bldg. von Fe-Silicaten. Bei vorhandener Isolierung ist die Wrkg. der fl. Fe-Silicate weniger zerstörend. (Bull. Amer. ceram. Soc. 14. 359—64. Nov. 1935. JOHNS-MANVILLE Research Labor.) PLATZM.

S. Nagai und Y. Kosaki, *Studien über die Einflüsse der Fluoride auf die Thermal-synthese der Kalksilicate*. VII. (VI. vgl. C. 1935. II. 3077.) Mit Hilfe des Verf. von JANDER u. HOFFMANN (C. 1933. I. 1975) wird durch fraktionierte Aufslg. die Menge der Mineralien $\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$, $3 \text{CaO} \cdot 2 \text{SiO}_2$, $2 \text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ u. $3 \text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ festgestellt, die sich beim Brennen von Mischungen $\text{CaCO}_3 : \text{SiO}_2 = 2 : 1$ u. $3 : 1$ bei Temp. von 1000 bis 1400° bilden. Bei CaF_2 -Zusatz von 0,5—5% u. Annäherung an das Eutektikum $\text{CaO} - 2 \text{CaO} \cdot \text{SiO}_2 - \text{CaF}_2$ wird die Bldg. der Kalksilicate erheblich beschleunigt. Die für die Portlandzementherst. wichtige Bldg. des $3 \text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ geht bei 1200° auch bei hohem CaF_2 -Zusatz u. langer Erhitzungszeit noch nicht genügend vollständig vor sich (ca. 20% freier Kalk im Brennprod.), dagegen waren in dem bei 1300° gebrannten Prod. (1% CaF_2 -Zusatz) 83% $3 \text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$ vorhanden u. 93% in dem bei 1400° gebrannten Klinker, der überhaupt keinen freien Kalk mehr enthielt. (J. Soc. chem. Ind., Japan [Suppl.] 38. 294 B—97 B. 1935. [Nach engl. Ausz. ref.]) ELSNER v. GRONOW.

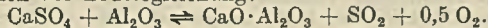
P. Mecke, *Über die Löslichkeit von Calciumsulfat und Calciumhydroxyd*. Das Verh. des CaSO_4 u. $\text{Ca}(\text{OH})_2$ wurde in solchen Lsgg. bzw. Mischungen mit anderen Verb. geprüft, wie sie bei der Einw. aggressiver Wasser auf Zement in Frage kommen können. Bei 18° sind 203 mg CaSO_4 in 100 g W. l., bei 100° 175 mg. Gebrannter Gips ergibt etwa 4-fach übersättigte Lsgg., die nach ca. 48 Stdn. wieder n. Konz. erreichen. — Mit steigendem CaCl_2 -Geh. der Lsg. sinkt die Löslichkeit des CaSO_4 , ähnlich verhält sich NH_3 , dagegen wird die Löslichkeit durch Alkalichloride u. NH_4Cl erhöht. In Kalkwasser ist die Löslichkeit des Gipses um 20% kleiner als in W. Mit steigender Konz. von NaCl -Lsgg. steigt die Löslichkeit des $\text{Ca}(\text{OH})_2$ etwas an. Sie beträgt in 2%/ig. NaCl -Lsg. 162 mg, in 8%/ig. NaCl -Lsg. 179 mg je 100 g Lsg., bei einer weiteren Erhöhung der NaCl -Konz. nimmt die Löslichkeit aber wieder ab. Bei der Einw. von Na_2SO_4 -Lsg. auf $\text{Ca}(\text{OH})_2$ entstehen die gleichen Verb. wie in der Lsg. von Gips in NaOH -Lsg. Es befinden sich im Gleichgewicht 88 $\text{Ca}(\text{OH})_2$, 136 CaSO_4 , 520 NaOH u. 889 mg Na_2SO_4 bei Zusatz von CaSO_4 zu 1% NaOH . (Zement 24. 764—65. 28/11. 1935.) GRONOW.

Otto Fr. Honus, *Beitrag zur Wärmetönung einiger bei der Portlandzementsynthese auftretenden Reaktionen*. (Vgl. C. 1934. II. 3161.) Die Bildungswärme des $\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ wird aus der Änderung chem. Gleichgewichtszustände mit Hilfe einer modifizierten Gleichung nach NERNST zu 18,85 kcal/Mol berechnet, während der Wärmehaufwand für die Bldg. des $\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ aus krystallin. Fe_2O_3 u. Kalkspat 23,5 kcal/Mol beträgt. Die vom Vf. berechneten Totalgleichgewichtsdrucke für die Rk. des CaSO_4 mit Fe_2O_3 stimmen mit denen von MARCHAL gefundenen gut überein, u. aus diesen wird zunächst die Wärmetönung von —95,95 kcal/Mol für die Rk.:

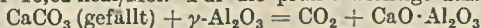


abgeleitet. Mit Hilfe des HESSschen Satzes wird dann unter Benutzung bekannter Bildungswärmen die gesuchte des $\text{CaO} \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$ als Differenz gefunden. (Zement 24. 761 bis 763. 28/11. 1935.) ELSNER v. GRONOW.

Otto Fr. Honus, *Beitrag zur Wärmetönung einiger bei der Portlandzementsynthese auftretenden Reaktionen*. II. (I. vgl. vorst. Ref.) Die Bldg. von $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ aus CaSO_4 u. Al_2O_3 erfolgt nach der Bruttogleichung:



Die Wärmetönung dieser Rk. wird nach einer modifizierten Gleichung nach NERNST zu $-98,182 \pm 0,051$ kcal/Mol gefunden. Die Gleichgewichtsdrucke dieser Rk. sind für verschiedene Temp. ausgerechnet. Für $p = 760$ mm Hg findet man $t = 1363^\circ$. — Für die Bldg. des $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ aus $\text{CaO} + \alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ wird 3,518 kcal/Mol gefunden, für $\text{CaO} + \gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ aber 16,62 kcal/Mol. Für die prakt. wichtige Rk.:



erhält man bei 20° einen Wärmehaufwand von 24,26 kcal/Mol. (Zement 24. 793—95. 12/12. 1935.) ELSNER v. GRONOW.

G. Mußnug, *Beitrag zur Frage der Quellung und Schwindung der Zemente*. Kürzere Mitt. über die C. 1936. I. 407 referierte Arbeit. (Zement 24. 717—21. 7/11. 1935.) ELSNER v. GRONOW.

A. Steopoe, *Die Einwirkung der Kohlensäure auf erhärteten Zement*. In W. gel. CO₂ ist betonschädlich wegen der Überführung des Ca(OH)₂ im erhärteten Beton in l. Bicarbonat. Die bei der Erhärtung gebildeten Kalksilicat- u. Aluminatgele werden ähnlich dem Ca(OH)₂ durch die Luftkohlensäure in CaCO₃ übergeführt. Die bei dieser Rk. freigesetzte SiO₂ ist nicht mehr HCl-l. Denn mit Calciumcarbid stark porös gemachte Purzementkörper erwiesen sich um so weniger HCl-l., je länger sie an der Zimmerluft gelegen hatten. Daher liefern die Verff. zur Best. des Mischungsverhältnisses im Beton, die auf der Best. der l. SiO₂ beruhen, häufig zu kleine Werte für den Zementgeh. Um alle SiO₂ zu lösen, muß der sauren Zers. eine alkal. Waschung des Rückstandes folgen, denn konz. HCl wirkt koagulierend auf die SiO₂. (Zement 24. 795—797. 12/12. 1935. Bukarest, Chem.-Techn. Inst. d. Univ.) ELSNER v. GRONOW.

Vieri Sevieri, *Die Kontrolle der chemischen Widerstandsfähigkeit der Zemente gegenüber Meerwasser*. (Vgl. C. 1934. II. 2578.) Überblick über bisherige Unterss. auf diesem Gebiet, Diskussion eines für systemat. Unterss. von belg. staatlichen Stellen aufgestellten Programms. (Cemento armato. Ind. Cemento 32. Nr. 8. Teil II. 77—80. Aug. 1935.) R. K. MÜLLER.

A. Hummel, *Vom Kriechen oder Fließen des erhärteten Betons und seiner praktischen Bedeutung*. Das Fließen des Betons muß bei allen behinderten Formänderungen spannungsvermindernd wirken. In diesen Fällen kann der Elastizitätsmodul E keine richtigen Aufschlüsse über die wahren Betonspannungen liefern. E als Quotient aus Belastung σ u. spez. Zusammendrückung ϵ , ist stets kleiner, wenn ϵ (gesamt) u. nicht ϵ (ferend) eingesetzt wird. Die Ergebnisse der Unterss. von R. E. DAVIES (J. Amer. Concrete Inst. 1931. 837) werden diskutiert. Bei jahrelanger Dauerlast kann das Fließmaß des luftgelagerten Betons den 3—4-fachen Wert der elast. Formänderung ϵ erreichen, während es bei W.-Lagerung kleiner als ϵ bleibt. Bei hoher Luftfeuchtigkeit u. hohem Feinheitsmodul der Zuschlagstoffe bleibt das Fließen gering. Es besteht eine Abhängigkeit des Fließens von der Natur des Gesteinsminerals. Dieser Einfluß geht nicht parallel dem auf die augenblickliche Formänderung ϵ . Das Fließmaß ist um so größer, in je jüngerem Alter ein Beton der Dauerbelastung unterworfen wird. E -Modul u. Druckfestigkeit des Betons werden durch das Fließen des Betons unter Last erhöht. Ca. 10% des Fließmaßes kann nach Abheben der Last durch Erholung zurückgehen. Diese Erholung vollzieht sich schon innerhalb von 24 Stdn. prakt. vollständig. Infolge von Fließen u. Schwinden konnte bei bewehrten Säulen eine Verringerung der Betonspannung auf weniger als die Hälfte u. eine Steigerung der Spannung in dem Moniereisen bis nahe an die Streckgrenze eintreten. Nach den Unterss. von W. H. GLANVILLE (Build. Res. Techn. Paper Nr. 12. London 1934) ist das Fließen bei Luftlagerung um so kleiner, je schneller ein Zement erhärtet u. sinkt mit steigendem Zementgeh. für alle Belastungszeiträume. Im Gegensatz zum Portlandzementbeton wird für Beton aus Tonerdezement ein höheres Fließen bei Naßbelastung gefunden, was auf die von HUMMEL (Der Bauingenieur 1924. 112) beobachtete Schwindung von Tonerdezement bei Wasserlagerung zurückgeführt wird. — Es wird gezeigt, daß der in Din 1045 § 17 zur Berechnung der elast. Formänderungen aller Tragwerke festgelegte E -Modul von 210 000 kg/qcm eine viel zu hohe Steifigkeit des Betons voraussetzt, die bestenfalls nur vom Tonerdezementbeton bzw. seinem Dauerwiderstandsmodul erreicht wird. — Langsam erhärtende Zemente in magerer Mischung begünstigen das Fließen u. dadurch wird die Neigung zur Rissebildg. in Betonstraßen u. Massenbauwerken verringert. (Zement 24. 799—802. 812—15. 19/12. 1935.) GRON.

C. R. Platzmann, *Über die Ursachen der Korrosion von Mörtel und Beton*. Eine große Zahl möglicher Ursachen für die Zerstörung von Beton wird krit. besprochen. (Chem. Apparatur 22. Werkstoffe u. Korros. 10. 53—56. 25/11. 1935.) GRON.

Heinrich Luftschitz, *Der Festigkeitsabfall erwärmter Mörtel*. Nicht nur der Tonerdezementmörtel, sondern auch Portlandzementmörtel erreicht nur geringere Festigkeiten, wenn während der Erhärtung dauernde oder period. Erwärmungen auf Temp. über ca. 30° angewandt werden. (Zement 24. 749—51. 21/11. 1935.) GRON.

Richard Grün, *Die Verwitterung der Bausteine vom chemischen Standpunkt*. (Vgl. C. 1933. II. 269. 1935. I. 3029.) Die früheren Unterss. werden durch neue Beobachtungen an Verwitterungsstellen des Essener Domes ergänzt, die Verschiedenheit der Zerstörung unter gleichen atmosphär. Bedingungen in Abhängigkeit von der Lage des Steines im Bauwerk erkennen lassen. In allen Fällen wird Verarmung der oberen Schicht an l. Salzen u. Kalkanreicherung im Kern beobachtet. (Chemiker-Ztg. 59. 289. 1935. Düsseldorf.) R. K. MÜLLER.

Kristen, *Erhöhung der Widerstandsfähigkeit von Mauerwerk gegenüber Feuer- einwirkung durch geeignete Mörtelzusammensetzung des Putzes*. Putzmörtel mit Schamottmehl-, Zement- u. besonders mit 10% Gipszusatz erwies sich wesentlich feuerbeständiger als Kalkputz ohne Zusatz. (Tonind.-Ztg. 59. 1209—13. 9/12. 1935. Berlin, Staatl. Materialprüfungsamt.) PLATZMANN.

Karl Letters, *Über neuzeitliche Anforderungen an Mörteldichtungsmittel*. Ein Vergleich von 11 handelsüblichen Mörteldichtungsmitteln lehrt, daß die fl. Präparate auch meist den Mörtel leichter verarbeitbar machen; die pastenförmigen Präparate machen dagegen den Mörtel in der Regel steifer. Zusätze von Seife u. Wasserglas können das Sedimentationsvolumen von Zementen stark verändern. Die Art der Ausscheidung der Kalkseifen u. anderer Reaktionsprodd. bewirkt das häufig bewirkte Nachlassen der Festigkeit bei Zusatz von Mörteldichtungsmitteln. (Zement 24. 777 bis 781. 5/12. 1935.) ELSNER v. GRONOW.

M. A. Rusher, *Meßapparat zur Bestimmung der Stärke von Emails*. Mitteilungen über Messung auf elektr. Wege. Beschreibung des betreffenden App. (Bull. Amer. ceram. Soc. 14. 365—67. Nov. 1935. Schenectady, New York, Gen. El. Co.) PLATZM.

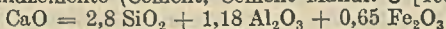
C. J. Kinzie und **J. B. Miller**, *Verfahren zur Prüfung der Haftfestigkeit von Emails an Metall*. Beschreibung eines, auf dem Prinzip der Kugeldruckprobe beruhenden App., der es gestattet, den Einfluß der Erhitzungsdauer wie -höhe auf die Haftfestigkeit zu bestimmen u. das Verh. einer Emaille in der Praxis zu beurteilen. (Bull. Amer. ceram. Soc. 14. 371—73. Nov. 1935. Res. Lab. Titanium Alloy Manuf. Co.) PLATZM.

Tuschhoff, *Über die Bestimmung der offenen und geschlossenen Poren in Schamotte- körnern*. (Vgl. 1935. II. 2262.) Kurze Erörterung bekannter Methoden zur Best. der Poren in keram. Körpern. (Tonind.-Ztg. 59. 603—05. 24/6. 1935. Höganäs, Schweden.) SCHUSTERIUS.

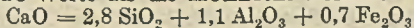
T. Westberg und **Y. Wahlberg**, *Der praktische Arbeitsgang der Höganäsmethode zur Bestimmung der offenen und geschlossenen Poren im Schamottekorn*. (Vgl. vorst. Ref.) Für die C. 1935. II. 2262 beschriebene Methode wird hier nochmals eine sehr ausführliche Arbeitsvorschrift gegeben. (Tonind.-Ztg. 59. 644—45, 655—58. 8/7. 1935. Höganäs, Schweden, Höganäs Billesholms Aktiebolag.) SCHUSTERIUS.

W. Steger, *Zur Temperaturleitfähigkeit keramischer Massen*. Es wurde das Prüf- verf. von **PYK** u. **STÄLHANE** (C. 1932. II. 1673), das die Temp.-Leitfähigkeit nur bis 100° zu bestimmen gestattet, derart erweitert, daß die Grenze bei 400° lag. Beschreibung der Apparaturen. Mitteilung der Grenzziffern für die Wärmeleitahlen von feinkeram. Massen. (Ber. dtsh. keram. Ges. 16. 596—606. Nov. 1935. Berlin, Chem.-Techn. Vers.-Anst. Staatl. Porzellanmanuf.) PLATZMANN.

Hans Kühl, *Kalkmodul, Kalksättigung und Kalkstandard der Portlandzemente*. In den Formeln für den Kalksättigungsgrad der Portlandzemente brauchen das MgO, Alkalien u. SO₂ nicht berücksichtigt zu werden, da sie weder Kalk, noch Hydraule- faktoren für sich in Anspruch nehmen. Es wird die Annahme gemacht, daß Alkalien u. SO₂ im Klinker sich annähernd neutralisieren. Das Einfrieren der beim Brennen von Zement sich bei ca. 1450° einstellende Gleichgewichte bei der Kühlung hat zur Folge, daß weniger Kalk gebunden wird, als nach der Kalksättigungsformel (Tonind.- Ztg. 54. 391. 1930) erwartet wird. Senkt man Silicat- u. Tonerdemodul auf etwa 1,2, so ist vollständige Kalksättigung schon bei tieferen Tempp. infolge reichlicher Bldg. von Sinterschmelze möglich (D. R. P. 457 621). Die Formel von **LEA** für den Kalk- standard der Portlandzemente (Cement, Cement Manuf. 8 [1935]. 45)



liefert etwas höhere CaO-Werte als die **KÜHL**sche Formel:



u. liefert die Kalkmenge, die nach den Regeln des chem. Gleichgewichtes von den Hydraulefaktoren bei der Sintertemp. gebunden werden kann. Als „Kalkstandard“ wird die tatsächlich gebundene Kalkmenge im Vergleich zur „höchstmöglichen Kalk- bindung“ (Kalkstandard 100) bezeichnet. (Tonind.-Ztg. 59. 1221—24. 12/12. 1935.) ELSNER v. GRONOW.

C. R. Platzmann, *Bestimmung der Mischungsverhältnisse in Mörtel und Beton*. Die in Deutschland üblichen Methoden der Best. des Anteiles an Bindemittel in Kalk- mörtel, Zementmörtel u. Beton werden an Hand der Literatur referiert. (Cement, Cement Manuf. 8. 257—60. Nov. 1935.) ELSNER v. GRONOW.

Minnesota Mining and Manufacturing Co., St. Paul, Minn., V. St. A., *Schleifpapier, Sandpapier o. dgl.*, bestehend aus der Trägerbahn, wie Papier, Gewebe o. dgl., einer Grundsicht (presize), einer Bindschicht für Schleifmasse u. einer Schicht für die Rückseite. — Beispiel für die Zus. der Grundsicht: 7,2 Nitrocellulose (I), 42 Leichtöl (mineral spirit); 37 Butyl-Cellosolve, 8 chines. Holzöl; 2,5 Ricinusöl u. 3 Harz. — Beispiel für die Rückseitenschicht: 8,8 I, 13,2 trocknendes Pflanzenöl; 29,0 Petroleumdest.; 25,5 Nitrocelluloselösungsm.; 17,0 gemahlene Silica; 4,5 Harz; 2 W. u. dann noch Weichmacher. (E. P. 425 355 vom 7/6. 1933, ausg. 11/4. 1935.) BRAUNS.

W. G. Ewreino, U. S. S. R., *Darstellung von kristallisiertem Borcarbid*. Eine Mischung aus Bor u. Kohle wird im Schmelzofen mit einer zerkleinerten Cu-Legierung mit etwa 10% Ag bedeckt, geschmolzen u. die erkaltete Schmelze in HNO₃ gel. (Russ. P. 38 134 vom 29/6. 1933, ausg. 31/8. 1934.) RICHTER.

Norton Co., V. St. A., *Borcarbidgeformkörper*. B₄C in kristalliner Form, frei von Graphit u. mit einer D. 2,4—2,55 wird zerkleinert, bis es von einem 80-Maschensieb auf den cm nicht mehr zurückgehalten wird u. in einer Kolbenpresse geformt unter elektr. Erhitzen auf etwa 2300°. Es entsteht ein Formkörper mit einem Geh. an über 99% B₄C, von metall. Aussehen u. einer Bruchfestigkeit von über 7000 kg/qcm, der sich als Schleifmittel eignet. Über die Herst. des B₄C vgl. F. P. 746 628; C. 1933. II. 4376. (F. P. 780 367 vom 16/10. 1934, ausg. 25/4. 1935. A. Prior. 20/10. 1933.) HOLZAMER.

Verreries de la Gare et A. Belotte réunies, Soc. an., Valenciennes, Frankreich (Erfinder: A. Kämpfer und A. C. Plötze), *Schleifen und Durchbohren von Sicherheitsglas* unter Verwendung von Werkzeugen, welche hergestellt sind aus hartkörnigen Schleifstoffen, wie Schmirgel, Carborundum, Korund o. dgl., feinkörnigen, weichen Stoffen, wie Steatit, u. einem gebräuchlichen Bindemittel. (Belg. P. 391 464 vom 7/10. 1932, Auszug veröff. 25/4. 1933. D. Prior. 29/4. 1932.) HOFFMANN.

Comp. International pour la Fabrication Mécanique du Verre (Procédé Libbey-Owens) Soc. An., Belgien, *Verwendung von geschmolzenem Quarz zur Herstellung von mit geschmolzenem Glas in Berührung kommenden Teilen*, wie besondere Abschnitte des Schmelzofens, in die Schmelze eintauchende Vorr., Schwimmer, Glaspeiser, Glasformteile u. Ausläufe. (F. P. 787 833 vom 26/3. 1935, ausg. 30/9. 1935. D. Prior. 8/9. 1934.) KARMAUS.

Georges Delacroix & Henri Horaist, Frankreich, *Herstellung von brikettierten Glasrohstoffmischungen* durch inniges Vermischen der benötigten Rohstoffe u. späterem Zusatz von in W. l. Glasbildnern (z. B. Na₂CO₃, Na₂SO₄), die als Bindemittel für die sonstigen Rohstoffe (SiO₂, CaCO₃, Al₂O₃ usw.) dienen. (F. P. 788 409 vom 12/7. 1934, ausg. 10/10. 1935.) KARMAUS.

Celanese Corp. of America, Del., übert. von: **William Henry Moss**, Cumberland, Md., V. St. A., *Verbundglas*. Zu Can. P. 317 919; C. 1934. II. 1512 ist folgendes nachzutragen: Als Bindemittel für die Cellulosederivatzwischen-schicht benutzt man Methyl- (bzw. Äthyl-) p-toluolsulfonamidharz, gegebenenfalls in Verb. mit Celluloseacetat, z. B. 10 (Teile) Acetylcellulose, 10 Äthyltoluolsulfonamidharz u. 100 Aceton. (A. P. 1 953 971 vom 20/10. 1928, ausg. 10/4. 1934.) SALZMANN.

Celanese Corp. of America, Del., übert. von: **Arthur Eichengrün**, Charlottenburg, *Künstliches Drahtglas* für Fenster, Geflügelställe, Wandbekleidungen u. dgl. aus mit Cellulosederiv. überzogenem Drahtgeflecht. Durch einen Zusatz von 50—150% halogenierter Phosphorsäureester, z. B. Triparachlorphenyl-, Chlorbromkresyl-, Tribrommethyl-, Trichlorbutylphosphat u. dgl., beispielsweise zu Celluloseacetat erhält man völlig unbrennbare Schichten. (A. P. 1 985 771 vom 19/10. 1931, ausg. 25/12. 1934. D. Prior. 7/8. 1931.) SALZMANN.

Max Perkiewicz, Ludwikowo, Polen, *Erzeugung reinfarbiger Tonwaren* durch oberflächliche Behandlung mit einer Aufschlammung von natürlichen oder künstlichen Harzen, wie Fichtenharz u./oder Harzstoffen, wie Harzsäure, gemäß D. R. P. 545 237, dad. gek., daß 1. der Harzaufschlammung (I) fein verteilter Ton oder Gemische von fein verteilten Tonen zugesetzt werden. — 2. die Tonwaren mit mehreren verschiedenen tonhaltigen I behandelt werden. — 3. der Harz-Tonaufschlammung (II) geringe Mengen an Schutzkoll., z. B. Leim, Dextrin o. dgl., zugesetzt werden. — 4. früh sinternde Tone, Flußmittel, Fritten o. dgl. als Zusatz zu der II verwendet werden. (D. R. P. 621 441 Kl. 80b vom 15/8. 1931, ausg. 7/11. 1935. Zus. zu D. R. P. 545 237; C. 1932. I. 3890.) HOFFMANN.

Giovanni Fuschi, Castelli, und **Maurizio Korach**, Bologna, Italien, *Herstellung dichter Porzellangegenstände*. Bei der Verformung von Porzellanschlicker durch Absetzenlassen der Porzellanmasse an den Wänden von Formen wird der Schlicker in dauernder Bewegung gehalten, um gasblasenfreie Formlinge zu erhalten. Der Schlicker kann auch noch erhitzt werden. (E. P. 434 494 vom 27/2. 1934, ausg. 3/10. 1935.)

HOFFMANN.

Eugen Brill, Deutschland, *Zahnersatzmasse*, bestehend z. B. aus 30 (Teilen) Al_2O_3 , 15 Li_2CO_3 , 15 Feldspat, 33 Sand u. 5 ZnO , die nach Zusammenschmelzen bei etwa 1300° u. Pulvern mit o-, Pyro- oder Metaphosphorsäure angerieben wird. Als Ansatzfl. kann auch eine Lsg. von Zn- u. Al-Phosphat unter Zusatz kleiner Mengen Li-Phosphat in H_3PO_4 dienen, wobei ein Zahnzement etwa folgender Zus. anzuwenden ist: 30—50 (Teile) Al_2O_3 , 10—20 Feldspat, 25—40 Sand u. 1—10 Füllstoffe, wie ZnO , Flußspat u. a. m. (F. P. 779 087 vom 28/9. 1934, ausg. 29/3. 1935. D. Prior. 28/9. 1933 u. E. P. 430 624 vom 27/9. 1934, ausg. 18/7. 1935. D. Prior. 28/9. 1933.)

SCHINDLER.

Wilhelm Rosemeier, Gleiwitz, *Herstellung eines feuerfesten Mörtels*, dad. gek., daß man zu dem gewöhnlichen feuerfesten Mörtel ein Gemisch von 6—15% Kohle, 3—10% Lehm, 5—15% Wasserglas u. 52% Kieselsäure sowie event. 2—8% wasserfreie Soda hinzugibt, bis 100° erhitzt, dann mahlt u. mit Wasserglas verarbeitet. (Poln. P. 20 514 vom 6/4. 1933, ausg. 3/11. 1934.)

KAUTZ.

P. P. Budnikow und **K. F. Muchin**, U. S. S. R., *Herstellung feuerfester Stoffe zum Auskleiden von rotierenden Zementöfen*. Dolomite verschiedener Zus. werden in einem solchen Verhältnis vermischt, daß nach dem Brennen bei etwa 1460° ein Prod. erhalten wird, in dem die Menge von $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{Fe}_2\text{O}_3$ 4—6% u. die des SiO_2 6—7% beträgt. Das Prod. wird als solches oder nach Zusatz organ. Bindemittel, wie Steinkohlenpech, Dextrin u. Melasse, oder von Wasserglas in üblicher Weise zum Ausfüttern der rotierenden Zementöfen verwendet. (Russ. P. 43 566 vom 27/10. 1934, ausg. 30/6. 1935.)

RICHTER.

Jerzy Konarzewski, Mała Dąbrówka, Polen, *Herstellung feuerfester Dolomitziegel*, dad. gek., daß Dolomit mit 3—5% Fe- u. Al-Geh. bei 1600° gebrannt, dann gemahlen u. mit Teer bzw. Pech oder Mineralölen vermengt wird. Die so erhaltene M. wird zu Ziegeln geformt, die Oberfläche mit Bindemitteln, welche Fe, Al oder Si enthalten, bedeckt u. bei 1600° gebrannt. Um das Zusammenkleben der Ziegel zu verhindern, wird zwischen dieselben vor dem Brennen ein entsprechend dickes, mit Mg- oder Ca-Verb. getränktes Papier gelegt. (Poln. P. 20 632 vom 1/3. 1933, ausg. 1/12. 1934.)

KAUTZ.

Dr. C. Otto & Co. G. m. b. H., Bochum, *Herstellung von Schamottesteinen* aus etwa gleichen Teilen grobkörniger Schamotte (Korngröße über 3 mm) u. feinkörniger Schamotte (Korngröße unter 0,5 mm) bei Fehlen von Schamotte mittlerer Körnung u. mit getrennter Zugabe des Bindetons zum Feinkorn, dad. gek., daß 1. das Grobkorn mit einer Tönhaut umhüllt u. der überwiegende Teil des Tones mit dem Feinkorn zu einer Paste verarbeitet, diese mit dem Grobkorn vermischt u. die Mischung verformt, getrocknet u. gebrannt wird. — 2. als Feinkorn Schamottemehl verwendet wird, das aus bei etwa 1000° geglühtem feingemahlenem Ton besteht. (D. R. P. 621 283 Kl. 80b vom 28/11. 1931, ausg. 4/11. 1935.)

HOFFMANN.

Bolidens Gruvaktiebolag, Stockholm, Schweden, *Zement*. Er enthält Al-Arsenat nebst Kalk, Ca-Silicat, Portlandzement, Aluminatzement o. dgl. kalkreiche techn. Prodd. — Das Al-Arsenat wird durch Oxydation von As_2O_3 in Ggw. von tonerhaltigem Material hergestellt u. darauf mit den übrigen Bestandteilen des Zements vermischt. Die Oxydation erfolgt durch Luftsauerstoff. Gegebenenfalls können auch Katalysatoren, wie Fe-, Mn- oder Cu-Verb. oder HNO_3 , Nitrat oder nitrose Gase, anwesend sein. (Schwed. P. 84 205 vom 19/2. 1934, ausg. 27/8. 1935.)

DREWS.

Valley Forge Cement Co., übert. von: **Charles H. Breerwood**, *Herstellung von Zementrohrmischungen*. Tonarmer Kalkstein wird gemahlen u. hierauf bei einer solchen Temp. gebrannt, bei der das CO_2 ausgetrieben wird, die jedoch noch nicht ausreicht. SiO_2 mit CaO in Rk. treten zu lassen. Das Brenngut wird in W. aufgeschlämmt, wobei eine Hydratisierung des CaO eintritt. Die Schlämme wird durchgerührt. Die sich absetzenden größeren Teile des Schlammgutes, welche im wesentlichen die für die Zementherst. unbrauchbaren Verunreinigungen des Kalksteines enthalten, werden verworfen. Aus den feinen Teilen des Schlammgutes wird die Zementrohrmischung hergestellt. (A. P. 2 006 939 vom 5/6. 1934, ausg. 2/7. 1935.)

HOFFMANN.

Soc. an. Le Ferrociment, Marchienne-au-Pont, *Herstellen von Hochofenzement*. Der Zementrohmschung werden 0,25—3% Alkalisulfat u. 0,25—3% CaSO₄ zugesetzt. (Belg. P. 389 742 vom 9/7. 1932, Auszug veröff. 7/2. 1933.)

HOFFMANN.

Cimenteries et Briqueteries réunis (C. B. R.) Soc. an., Antwerpen, *Herstellung von weißem Zement*. Auf den glühenden Zementklinker wird stückiges Holz, Lignit oder Kohle geworfen. (Belg. P. 388 949 vom 3/6. 1932, Auszug veröff. 14/1. 1933. D. Prior. 8/2. 1932.)

HOFFMANN.

Fred Ottman, Jersey City, N. J., V. St. A., *Herstellung eines wasserabweisenden Magnesiamentes*. Eine in W. unl. Seife, wie Al-Palmitat, wird in der Kälte mit einer geringen Menge eines fetten Öles vermischt u. hierauf mit einer konz. MgCl₂-Lsg. in Ggw. eines Emulgierungsmittels zur Emulgierung gebracht. Zur Stabilisierung der Emulsion wird ein geringer Zusatz eines kaust. Alkalis verwendet. Die M. wird mit den Bestandteilen des Magnesiamentes vermischt. (A. P. 2 008 034 vom 26/3. 1934, ausg. 16/7. 1935.)

HOFFMANN.

Eric Russell Harrap, Manchester, England, *Herstellung nicht auswitternder Asbestzementplatten*. Die Asbestzementplatten werden mit Oxiden, Hydroxyden oder unl. Salzen von Zn, Ca u. Mg behandelt u. hierauf entweder mit einer Wasserglaslsg. u. einer Lsg. eines Chlorides, z. B. ZnCl₂, oder mit einer Lsg. eines Chlorides, Sulfates oder Phosphates überzogen. In beiden Fällen bilden sich harte Rk.-Prodd., die keine Neigungen zu Auswitterungen besitzen. (E. P. 433 973 vom 27/4. 1934, ausg. 19/9. 1935.)

HOFFMANN.

J. O. Larsson und J. A. Johansson, Mariannelund, Schweden (Erfinder: **H. H. Hultgren und E. A. K. Hultgren**), *Veredeln von Asbestzementschiefer*. Zu Dän. P. 50 017; C. 1935. II. 104 ist nachzutragen, daß die grobgeschliffenen rohen Schieferplatten nach dem Trocknen u. Erwärmen mit einer wss. Lsg. von *Cu-Mg-Silicofluorid* behandelt werden. Hierauf läßt man die Platten von selbst trocknen, erteilt ihnen Feinschliff u. poliert sie. (Schwed. P. 84 323 vom 7/2. 1934, ausg. 11/9. 1935.)

DREWS.

Hans Köhl, Berlin-Lichterfelde, *Erzeugung von gegen Wasser und wäßrige Lösungen widerstandsfähigen Asbestzementfabrikaten*. Als Bindemittel für Asbest wird ein mit SiO₂-haltigen Zuschlägen versetzter Zement verwendet. Die M. wird nach der Formgebung durch gespannten W.-Dampf gehärtet. Beispielsweise wird als Bindemittel für 15—20 (Teile) Asbest 85—80 eines Gemisches verwendet, welches aus 20—30% Zement u. 80—70% Puzzolanen oder Quarz besteht. (Oe. P. 142 415 vom 14/8. 1930, ausg. 25/7. 1935. D. Prior. 24/8. 1929.)

HOFFMANN.

Karel Šticha, Hradec Kralove, Tschechoslowakei, *Herstellung gefärbter Asbestzementplatten*. Der Asbestzementmasse wird im Holländer ein Farbstoff zugesetzt. Die M. wird zu Platten verformt, die im feuchten Zustande mit einer wss. Farbstofflsg. besprüht werden. (A. P. 2 007 411 vom 20/6. 1934, ausg. 9/7. 1935. Tschechoslowak. Prior. 22/6. 1933.)

HOFFMANN.

„**Straba**“ **Straßenbaubedarfs-Akt.-Ges.**, Zürich, *Herstellung eines pulverförmigen hydraulischen Bindemittels*, dad. gek., daß die pulverförmigen hydraul. Bestandteile u. die pulverförmigen Zuschläge je für sich zerstäubt u. die entstehenden Staubwolken miteinander vermischt werden. (D. R. P. 620 989 Kl. 80 b vom 18/9. 1932, ausg. 31/10. 1935.)

HOFFMANN.

J. W. G de Verulam, London, *Mörtelmischung*, bestehend aus 4 (Teilen) CaCO₃- oder Dolomitpulver u. 1 (Ca(OH)₂ oder Ca(OH)₂·Mg(OH)₂). (Belg. P. 390 405 vom 12/8. 1932, Auszug veröff. 3/3. 1933. E. Prior. 18/8. 1931.)

HOFFMANN.

Robert Jones, Aberangell, England, *Herstellung von Bauelementen*. 2 (Teile) Portlandzement (I) werden mit 4 Tonstaub vermischt. 2 I werden mit 1 Schieferstaub (II) vermischt u. mit dem ersten Gemenge vereinigt. 2 I werden mit 1 II vermischt u. mit der bisher erzeugten M. vermengt. 2 I werden mit 1 Flußsand vermischt u. der vorhandenen M. zugesetzt. Das Ganze wird unter langsamem Zusatz von Kalkmilch zu einer plast. M. verarbeitet, welche geformt, getrocknet u. erhitzt wird. (E. P. 430 404 vom 15/1. 1935, ausg. 18/7. 1935.)

HOFFMANN.

Stefan Rulski, Warschau, Polen, *Herstellung eines leichten Baumaterials* dad. gek., daß man gemahlene Kork mit wss. Lsg. von Zement, hydraul. Mörtel u. etwas MgCl₂ vermengt, formt u. dann preßt u. trocknet. (Poln. P. 20 041 vom 10/10. 1932, ausg. 5/7. 1934.)

KAUTZ.

G. Tielemans, Woluwé-St.-Lambert, *Herstellung von leichten Isoliersteinen* aus einem Gemisch aus unverweslich gemachten Isolierstoffen, einem hydraul. Bindemittel

u. einer wss. Lsg. eines anorgan. Salzes. (Belg. P. 391 686 vom 18/10. 1932, Auszug veröff. 25/4. 1933.)
HOFFMANN.

Aktieselskabet for Kemisk Industri, Kastrup, und **Poul Harald Ussing**, Kopenhagen, Dänemark, *Isolierende Bauplatten*. Ein gegen Schall, Feuchtigkeit u. Wärme isolierendes Material mit einer D. von 0,2—0,5 erhält man aus Sägemehl, gegebenenfalls unter Zusatz geringer Mengen von Faserstoffen, wie Asbest, Torrfasern, Stroh, Holzfasern o. dgl.; diese Stoffe werden mit einer Emulsion versetzt, welche Latex, Asphalt sowie eine zur Vulkanisierung ausreichende Menge S enthält. — Aus Sägemehl u. der genannten Emulsion, welche höchstens 2% Kautschuk u. höchstens 10% Asphalt enthält, stellt man eine M. her, die nach dem Trocknen, Pressen u. Vulkanisieren 85—95% Sägemehl enthält. Die zu einer Platte geformte M. kann vor dem Vulkanisieren u. Trocknen beiderseits mit einer oder mit mehreren Schichten imprägnierten oder unimprägnierten Papiers bzw. Pappe versehen werden. Während des Trocknens sollen diese Schichten an den Platten verbleiben. Die auf diese Weise hergestellten Platten können ohne Vorbehandlung mit Ölmalereien versehen, mit Leimfarben angestrichen u. tapeziert werden. (Dän. P. 50 777 vom 2/7. 1934, ausg. 14/10. 1935.)
DREWS.

Anton Švarg, Tschechoslowakei, *Wandisolierung*. Die Wände werden mit einer etwa 7 mm starken Mörtelschicht bekleidet, die gut geebnet wird. Auf diese Mörtelschicht wird Asphaltpapier angepreßt, auf welches eine etwa 10 cm starke Mörtelschicht aufgebracht wird. (F. P. 785 924 vom 24/10. 1934, ausg. 22/8. 1935. Tschechoslowak. Prior. 25/10. 1933.)
HOFFMANN.

Viggo Hermansen, Moss, Norwegen, und **Oskar Wiig**, Oslo, Norwegen, *Isolationsmasse*. Sie wird hergestellt aus expandiertem Korkkorn (4 Vol.-Teile), Zement (1) u. soviel mit CaCl₂ (2% des Zementgewichts) versetztem W., daß eine feuchte M. erhalten wird. — Das erhaltene Prod. ist schall- u. wärmeisolierend; es findet insbesondere Verwendung für die Isolation von Eisenbetonfußböden. Hierzu vgl. Dän. P. 46 671; C. 1934. I. 2522. (N. P. 55 610 vom 14/7. 1934, ausg. 16/9. 1935.)
DREWS.

Johns-Manville Corp., New York, N. Y., übert. von: **Edward A. Tooney** und **Archibald Hughes**, Somerville, N. J., V. St. A., *Wärmeschutzstoff*. 87,5 (Teile) Asbestfasern werden mit 12% eines pulverigen Gemisches vermengt, welches aus 20% gepulvertem Al-Stearat (I) u. 80% Talkpulver (II) besteht. Die mit diesem Pulvergemisch überzogenen Fasern werden auf etwa 230° F erhitzt. Bei dieser Temp. schm. das I u. verkittet gleichzeitig das II mit den Fasern. Diese sind wasserabweisend u. können in üblicher Weise zur Herst. von Wärmeschutzpackungen verwendet werden. (A. P. 2 005 356 vom 4/8. 1927, ausg. 18/6. 1935.)
HOFFMANN.

Lawrence Trenergy Hallett, Rochester, N. Y., V. St. A., *Herstellung von hochporösen, wärme- und schallisolierenden Formkörpern*. Man vermischt Diatomeenerde (I), feinverteilte organ. Fasern, einen pflanzlichen, kolloidalen Klebstoff, ein schäumendes Mittel, eine wasserfestmachende Substanz u. W., rührt die M. heftig, so daß die M. aufgeschäumt wird, formt die schaumige M. u. trocknet die Formkörper. — Z. B. besteht die M. aus 22,3% I, 1,1% Papierfasern, 1,3% glutenhaltiger Stärke, 0,9% Cascin, 0,4% Alkali u. Ca(OH)₂ u. 74% W. Die erhaltenen Formkörper können auch mit schützenden Hüllen umgeben u. als Wandplatten usw. verwendet werden. (E. P. 421 077 vom 5/9. 1933, ausg. 10/1. 1935.)
SARRE.

Anthony M. Zottoli, Quincy, Mass., V. St. A., *Schallisolierende, plastische Korkmasse* zum Überziehen von Wänden, Decken usw., bestehend aus Korkklein, das ein Sieb von 12—20 Maschen pro Quadratzoll passiert, einer kleinen Menge in W. l. Klebstoff, wie Dextrin, Na₂SiCO₃ oder Gummi arabicum, u. einem hydraul. Bindemittel, wie Gips oder Portlandzement, wobei das Volumverhältnis von Kork zu Bindemittel 2—2½ zu 1 betragen soll. (A. P. 1 991 877 vom 19/7. 1932, ausg. 19/2. 1935.)
SARRE.

Ré, Sainte-Marguerite, Frankreich, *Herstellung von feuchtigkeitsbeständigen und isolierenden Korkformkörpern*. Das Ref. des F. P. 770 343 (C. 1935. I. 3974) ist dahin zu ergänzen, daß man auch ein Gemisch von Korkschrot u. pulverisiertem S, z. B. S-Blume, erhitzen u. darauf die h. M. formen kann, wobei das Erhitzen des Gemisches durch Einleiten von Dampf bewirkt werden kann. (E. P. 423 282 vom 6/3. 1934, ausg. 28/2. 1935. F. Priorr. 9/6. 1933 u. 31/1. 1934.)
SARRE.

M. I. Chigerowitsch und **M. E. Grischin**, U. S. S. R., *Wasserdichtmachen von Baustoffen*. Den üblichen Bestandteilen von Baustoffen, wie Kalk, Sand, Zement u. Beton, werden 3—12% bei n. Temp. festes Bitumen zugegeben, in Formen gepreßt

u. die Preßgegenstände bis zum F. des Bitumens erwärmt. (Russ. P. 43 329 vom 29/5. 1933, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

[russ.] Grigori Konstantinowitsch Dementjew, A. W. Ignatjew und M. A. Danzig, Umsetzung von Puzzolanzementen mit aggressiven Wässern. Baku, Wnii Wodgeo 1935. (72 S.) 3 Rbl.

Hellmuth Hoffmann, Über Calciumferrithydrate. Ein Beitr. zur Erhärtungstheorie d. Portlandzemente. Berlin: Zementverl. 1935. (69 S.) 8^o. = Mitteilungen aus d. Zement-techn. Inst. d. Techn. Hochschule Berlin. 52. M. 3.20.

[russ.] Michail Alexandrowitsch Matwejew und B. A. Kleimenow, Berechnungen zur Technologie des Glases. Moskau-Leningrad: Gislepprom 1935. (III, 213 S.) Rbl. 3.50.

VII. Agrikulturchemie. Schädlingsbekämpfung.

E. K. Lopatto und N. K. Firschtenberg, *Über ein kontinuierliches Verfahren zur Gewinnung von Superphosphat durch Zerstäubung*. Eine kontinuierlich arbeitende Apparatur, bestehend aus einem Mischer u. einem Zerstäubungstrockner, wird vorgeschlagen. Der Hauptvorteil soll neben der Einfachheit der Apparatur in der Verkürzung der Herst.-Dauer auf etwa 40 Min. liegen. Es werden einige Verss. mitgeteilt, bei denen aber absichtlich eine zu geringe H₂SO₄-Menge angewendet wurde. Dabei waren im frisch getrockneten Prod. 61,8% der P₂O₅ I., nach 45-tägigem Lagern 69,0%. Der W.-Geh. der frischen Probe betrug 6,29%. (J. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyschlennosti] 12. 495—97. 1935.) BAYER.

P. A. Turnass und A. F. Karetnikowa, *Versuchsergebnisse der Chemisation der Moorböden des äußersten Nordens*. Über Düngung von Moorböden des Murmangebotes (67—68° N. B.), vorwiegend mit Apatit u. Nephelin. (Chemisat. socialist. Agric. [russ.: Chimisazija ssozialistitscheskogo Semledelija] 1935. Nr. 6. 15—22. Juni.) SCHÖNF.

A. W. Senjuk, *Verwertung von kupferhaltigen Abfällen und niedrigprozentigen Kupfererzen als Dünger auf Moorböden*. 25—30 kg CuSO₄ pro Hektar lieferten bei gewissen Kulturen auf Moorböden erhebliche Ertragssteigerungen. Das CuSO₄ kann durch unl. Cu-Formen, wie Cu-arme Erze u. dgl. ersetzt werden. (Chemisat. socialist. Agric. [russ.: Chimisazija ssozialistitscheskogo Semledelija] 1935. Nr. 5. 45—53. Mai.) SCHÖNFELD.

M. D. Bachulin, *Wirksamkeit der Mineraldüngemittel auf den Moorböden der Unternehmen des „Glawtorf“ 1934*. (Vgl. C. 1934. II. 4012.) Düngungsverss. an Nieder- u. Hochmoorböden. Über die besondere Bedeutung der N-Düngung (Stallmist). (Torf-Ind. [russ.: Torfjanoje Djelo] 1935. Nr. 2. 24—28. März.) SCHÖNFELD.

R. O. E. Davis, R. F. Miller und Walter Scholl, *Nitrifizierung von ammonisiertem Torf und anderen Stickstoffträgern*. (Vgl. C. 1935. II. 1938.) Die Nitrifikation ist der Wertmesser für die bakterielle Einw. auf ammonisierte Prodd. Sie betrug bei den verschiedenen ammonisierten Torfen 13,4—31%. Der wasserl. Anteil wird genau so schnell verwertet wie (NH₄)₂SO₄. Bei ammonisierter Dextrose war der wasserl. Anteil in 18 Wochen bereits zu 40% nitrifiziert. Der in W. unl. Anteil ergab Nitrifikationswerte von 6—17%, wobei das Ligninprod. am stärksten verwertet wurde. Der Verlauf des Abbaues durch neutrale KMnO₄-Lsg. nach STREET gibt keinen Anhalt für die Nitrifikationsgeschwindigkeit. Mg-NH₄-Phosphat wird genau so schnell nitrifiziert wie (NH₄)₂SO₄, Guanidin hatte nach 12 Wochen erst einen Nitrifikationswert von 6%. Boden-N verhielt sich im Vers. wie der in W. unl. Anteil von ammonisiertem Torf. (J. Amer. Soc. Agron. 27. 729—37. Sept. 1935. Washington [DC.]) GRIMME.

E. Klapp, *Fortgesetzte Untersuchungen von Dauerviesen unter dem Einfluß kalibwasserführender Überschwemmungen*. (Unter Mitwirkung von Stählin und Zapfe.) Die Unterss. von IMMENDORF u. WEBER (C. 1930. I. 1357) wurden von 1928 an fortgeführt u. ergaben, daß selbst bei starker Abwasserführung der Flüsse die Überschwemmungswasser auf den Wiesen der 9 Unters.-Stellen keine erkennbaren Folgen einer dem Wiesenwuchs schädlichen Salzwirkg. hinterließen. (Landwirtsch. Versuchsstat. 123. 237—75. 1935. Hohenheim u. Jena.) LUTHER.

F. Berkner, *Die Nachwirkung von verschiedenen Kalidüngern und Pflanzzeiten des Vorjahres auf den Pflanzgutwert von Kartoffeln*. (Unter Mitwirkung von G. Hecker.) (Vgl. auch C. 1935. II. 2723.) (Landwirtsch. Jb. 82. 125—39. 1935. Breslau-Schwoitsch.) PANGRITZ.

F. Berkner, *Der Verlauf der Nährstoffaufnahme nach zeitlich gestaffelten Auspflanzzeiten bei Kartoffeln, die nach der Breslauer Anwelkmethode behandelt sind, unter der*

Wirkung von nach der Form verschiedenen Kaligaben. (Unter Mitwirkung von G. Hecker.) (Vgl. vorst. Ref.) (Landwirtsch. Jb. 82. 141—59. 1935. Breslau-Schwoitsch.) PANGR.

F. T. Wahlen und **S. Wagner**, *Anbauversuche und Qualitätsprüfungen mit Winterweizensorten.* (Landwirtsch. Jb. Schweiz 49. 665—92. 1935. Zürich-Oerlikon, Eidg. Landw. Vers.-Anst.) LUTHER.

F. Alten, *Einfluß der Düngung auf die Weizenqualität.* An Hand der Unters.-Ergebnisse von LEMMERZAHL (vgl. u. a. C. 1934. II. 2615), PFAFF (C. 1935. I. 3587) u. a. wird gezeigt, daß, wenn überhaupt eine Beeinflussung der Qualität des Weizens durch Düngung möglich ist, diese durch Handelsdünger nur in positiver Richtung erfolgt, falls sie dem Nährstoffbedürfnis des Weizens entsprechend angewandt werden. Einseitige Überdüngung kann qualitätsverschlechternd wirken. (Mehl u. Brot 1935. Nr. 30. 1—3. 2/8. Berlin-Lichterfelde, Landw. Vers.-Stat.) LUTHER.

A. W. R. Joachim und **S. Kandiah**, *Untersuchungen über Ceylonböden.* V. Kalksteinböden. (IV. vgl. C. 1935. II. 3694.) Mechan. u. chem. Analysen von Rohlehm u. Braunlehm. Näheres durch die Tabellen des Originals. (Trop. Agriculturist 85. 67—77. Aug. 1935. Powna.) GRIMME.

A. Musierowicz und **B. Dobrzański**, *Materialien zur Erforschung der Dynamik polnischer Böden.* II. (I. vgl. C. 1935. II. 1596.) Unters. der Schwankungen am Geh. an in 1⁰/₁₀ig. Citronensäure l. P₂O₅ in mit Futterrüben bebautem u. unbebautem grauem Lößboden. Die Hauptmenge der l. Phosphate trat auf in den oberen Schichten; während der Vegetationsperiode unterlag der Geh. an ll. Phosphaten erheblichen Schwankungen. Bei Ermittlung des P₂O₅-Düngebedarfs des Bodens ist es nicht gleichgültig, zu welcher Jahreszeit die Proben für die Analyse nach LEMMERMANN-KÖNIG entnommen werden. Beobachtet wurde eine Beziehung zwischen dem Geh. an ll. Phosphaten u. der Nd.-Menge. Zwischen der Bodenfeuchtigkeit u. dem Geh. an citronensäurelöslicher P₂O₅ konnte keine exakte Beziehung festgestellt werden. Die Rübenaussaat hatte keinen Einfluß auf den Geh. an l. P₂O₅. (Roczniki Nauk rolniczych i leśnych 34. Beilageheft. 203—11. 1935. Lemberg-Dublany, Techn. Hochschule.) SCHÖNF.

I. D. Ssedletzki, *Das Wasserstoffproton und die Bodendegradation.* Betrachtungen über die besondere Rolle der H-Adsorption im Boden, im Vergleich zur Adsorption anderer Rationen. (Chemisat. socialist. Agric. [russ.: Chimisazija ssozialistischeskogo Semledelija] 1935. Nr. 5. 20—27. Mai.) SCHÖNFELD.

G. B. Bodman und **N. E. Edlefsen**, *Das Bodenfeuchtigkeitssystem.* Es wurde untersucht: das Verhältnis zwischen Dampfdruck u. Kapillarpotential von W. bei 20°; die Beziehung zwischen der Zeit nach dem Verschwinden des W.-Spiegels von der Bodenoberfläche u. dem Feuchtigkeitsgeh. des Bodens; die W.-Transmission durch gesätt. Sande u. Böden. (Soil Sci. 38. 425—44. California University.) LINSER.

D. Fehér, *Untersuchungen über den bodenanzeigenden Wert der Pflanzenassoziationen einiger Sandböden.* Unters. über den Zusammenhang zwischen den wichtigsten Erscheinungsformen der Pflanzenassoziationstypen der Sandböden der ungar. Tiefebene u. deren Nährstoffgeh. Zur Erzielung befriedigender Ergebnisse sind neben den Pflanzenassoziationen auch die chem.-analyt. Unters.-Verf. anzuwenden. (Z. Pflanzenernährg. Düng. Bodenkunde 40. 129—37. 1935. Sopron, Botan. Inst. der Forsting.-Abt. der Kgl. Ungar. Univ. f. Techn. u. Wirtschaftswissenschaften.) LUTHER.

L. Meyer, *Erhaltung und Steigerung der Fruchtbarkeit unserer Ackerböden.* Allgemeinverständliche Darst. (Phosphorsäure 5. 583—95. 1935. Hohenheim, Pflanzenern.-Inst.) LUTHER.

—, *Jarovisation.* Diese von LISSENKO in Odessa empfohlene Methode zur Ertragssteigerung basiert auf künstlicher Erhöhung der Wasseraufnahme durch die Pflanze u. dadurch Verkürzung der Wachstumsperiode. Nach Verss. von DIX mit Winterroggen soll die Ertragssteigerung beträchtlich sein. (Moisson 6. Nr. 8. 1 Seite. Aug. 1935.) GRIMME.

Felix Frank, *Erfolgreicher Luzerneanbau in Gebirgslagen.* Beschreibung des Anbaues, der Düngung, Pflege u. Nutzung der Luzerne in Gebirgslagen. (Phosphorsäure 5. 499—503. 1935. Bruck a. M. [Obersteiermark].) LUTHER.

James G. Horsfall, *Zinkoxydbehandlung von Samen und Böden als Mittel gegen Fäule (damping off).* (Bull. New York State agric. Exp. Stat. Bull. Nr. 650. 23 Seiten. Dez. 1934. Geneva, N. Y., New York State Agricultural Exper. Stat.) LINSER.

Augusto Giovanardi, *Ein neuer Apparat zur Entnahme von Bodenproben in der Tiefe.* Beschreibung eines App. zur Entnahme von Bodenproben für bakteriolog.

Unters., wobei eine Infektion aus höheren Schichten vermieden ist. (Arch. Hyg. Bakteriolog. 114. 82—88. 1935. Bologna, Univ.)

MANZ.

L. B. Arrington, C. H. Wadleigh und J. W. Shive, *Apparat zur Kohlensäurebestimmung in Kulturlösungen*. Beschreibung u. Abbildungen. (Soil Sci. 39. 437—41. Juni 1935.)

GRIMME.

A. Sreenivasan, *Stickstoffbestimmung in Böden*. V. *Die Bestimmung des Gesamt-N, einschließlich des Nitrat-N*. (IV. vgl. C. 1935. I. 465.). 1. Die Red. der Nitrate aus saurer Lsg. mittels FeSO₄, Zn oder DEYARDASCHER Legierung gibt nur dann einigermaßen genaue Werte für den Gesamt-N, wenn der Nitratgeh. unter 40:1 Mill. (auf N berechnet) liegt. 2. N-Verluste treten in saurer Lsg. einmal durch Rk. zwischen NO₃' u. den im Boden befindlichen N-bildenden Substanzen, u. ferner dann auf, wenn die Red. der Nitrate in Ggw. von Proteinen u. ihren Zers.-Prodd. stattfindet. 3. Die Salicylsäuremethode sowie Fe reductum geben keine zufriedenstellenden Werte. 4. Die besten Resultate erzielt man durch Red. mit DEYARDASCHER Legierung in 3—4⁰/₁₀ig. alkal. Lsg. Red.-Dauer höchstens 2 Stdn. Das Verf. liefert genaue N-Werte bis zu einem Nitrat-N-Geh. von 500:1 Mill. (J. Indian Inst. Sci. Ser. A 18. 25—38. 1935. Bangalore.)

ECKSTEIN.

A. D. Pelsch, *Ein Silberadsorbent für gasförmige Halogenverbindungen*. Bei der Gehaltsbest. von organ. C. in Bodenarten nach dem Verf. von KNOPP machen besonders salzhaltige Böden Schwierigkeiten, weil die hierbei reichlich entstehenden flüchtigen Halogenverbb. durch die als Adsorbent dienende Fe-Spirale nur zum geringen Teil zurückgehalten werden. Eine vorherige Entfernung der halogenhaltigen Stoffe durch Auswaschen der Proben bringt zugleich Verluste an kolloid in Lsg. gehenden organ. Stoffen mit sich. Vf. empfiehlt als Adsorbent fein verteiltes Ag, das er aus Laboratoriumsabfällen von AgCl durch Überführung mittels metall. Zn u. nachfolgender Reinigung (insbesondere von Cr u. organ. Stoffen) erhält. Vor dem Einfüllen in das Adsorptionsrohr wird das Ag erhitzt u. darauf gemischt, um es zu lockern u. ein späteres Festbacken u. damit eine Verstopfung des Rohres zu vermeiden. Vf. erhielt gute Ergebnisse bei einer Temp. von 320° im Asbestkasten, der das Adsorptionsrohr umgibt. Nach Prüfung mit AgNO₃ erwiesen sich die durchgegangenen Gase als vollkommen halogenfrei. Der gebrauchte Adsorbent läßt sich leicht für eine Wiederverwendung regenerieren. (Chem. J. Ser. B. J. angew. Chem. [russ.: Chimitscheski Shurnal. Sser. B. Shurnal prikladnoi Chimii] 8. 184—85. 1935.)

HOEHNE.

A. Mehlich, E. B. Fred und E. Truog, *Die Cunninghamhamellamethode zur Bestimmung des verfügbaren Phosphors in Böden*. Der Durchmesser einer 48 Stdn. alten Kultur von Cunninghamhamella auf einer mit P-freier Lsg. angefeuchteten Bodenprobe ist ein Maß für den verfügbaren P. Eine Tabelle mit Abbildungen verdeutlicht den Effekt, der der Best. zugrundeliegt. (Soil Sci. 38. 445—60.)

LINSER.

A. Mehlich, E. B. Fred und E. Truog, *Weitere Versuche mit der Cunninghamhamella-Plattenmethode zur Bestimmung des ausnutzbaren Phosphors im Boden*. (Vgl. vorst. Ref.) Die Verss. ergaben gute Übereinstimmung mit NEUBAUER-Werten. Näheres im Original. (J. Amer. Soc. Agron. 27. 826—32. Okt. 1935. Madison [Wisc.].)

GRI.

William Eggert jr., Brooklyn, N. Y., V. St. A., *Düngemittel*. Gleiche Teile feingemahlene Feldspats, feingemahlene Rohphosphats u. Baumwollsaat- oder Ricinus- bzw. Leinsamenmehles werden innig vermischt. Das Gemisch wird mindestens eine Woche vor der Aussaat auf den Boden ausgestreut u. untergebracht. Es wird besonders zur Düngung von Tabakkulturen verwendet. (A. P. 2 017 090 vom 5/5. 1934, ausg. 15/10. 1935.)

KARST.

Bowker Chemical Co., Carteret, N. J., übert. von: John H. Fales, Baltimore, Md., V. St. A., *Pflanzenschutzmittel* in beständiger kolloidaler Form aus bas. Kupfer-sulfat u. Erdalkaliarsenat erhält man z. B. durch Anrühren einer Bordeauxmischung, CuSO₄ u. CaO, mit etwas W. u. Zufügen einer As-Verb., wie As₂O₃ oder Magnesiumarsenat. Diesem Prod. können noch andere wirksame Mittel wie Nicotin zugesetzt werden. (A. P. 1 979 213 vom 16/1. 1931, ausg. 30/10. 1934.)

GRÄGER.

General Chemical Co., New York, N. Y., übert. von: William McIlvaine Dickson, Woodside, Del., V. St. A., *Insekticid* zur Pflanzen- u. Bodenbehandlung, bestehend aus einem Gemisch von Bleiarsenat (I) (80%) u. Eisenarsenat (II) (20%). Diesem Gemisch kann noch Ca(OH)₂ oder Bordeauxmischung zugesetzt werden, das dann z. B. aus 80% I, 10% II u. 10% Ca(OH)₂ besteht. (A. P. 1 955 114 vom 11/5. 1931, ausg. 17/4. 1934.)

GRÄGER.

Tobacco By-Products & Chemical Co., Richmond, Va., übert. von: **Thomas J. Headlee**, New Brunswick, N. J., V. St. A., *Nicotinhaltiges Insekticid*, bestehend aus einer wss. Lsg. von Nicotin oder einer Nicotinverb., wie Nicotinsulfat u. etwa $\frac{1}{2}$ —2% Na- oder K-Oleat. Es bildet sich in der Lsg. Nicotinoleat. (A. P. 1 958 407 vom 18/5. 1929, ausg. 15/5. 1934.) GRÄGER.

William Thordarson, New York, N. Y., V. St. A., *Insekticid und Düngemittel*. Sulfitalblauge, die auch eingedickt sein kann, wird mit KOH, NaOH oder NH₄OH neutralisiert, dann werden l. Metallsalze, wie FeSO₄, CuSO₄, Pb(NO₃)₂, CaCl₂, ZnSO₄, MgSO₄ oder HgCl₂, im äquivalenten Verhältnis in bezug auf die in der Sulfitalblauge enthaltenen Ligninsulfonate zugesetzt. Diesem Gemisch werden l. Alkalisalze mit wirksamen Anionen, wie Arsenate, Arsenite, Fluorsilicate, Borate, Fluorborate, Antimonite, Antimonate, Fluoride oder Phosphate, zugefügt. Hierbei entstehen Ndd. aus den entsprechenden Metall-Ligninsulfonatphosphaten, -arsenaten, -arseniten usw., von denen z. B. das Calcium-Ligninsulfonatphosphat als Düngemittel zu verwenden ist. Diese Stoffe als Insekticid angewendet rufen auf empfindlichen Pflanzen keine Schädigungen hervor. (A. P. 1 976 905 vom 4/2. 1933, ausg. 16/10. 1934.) GRÄGER.

Jodine Educational Bureau, Inc., New York, übert. von: **George M. Karns**, Pittsburgh, Pa., V. St. A., *Insekticid und/oder Fungicid* in fester Form, bestehend aus einem Gemisch von einer J-Verb. u. einem reaktionsbeschleunigenden Mittel, das unter dem Einfluß der Luft langsam J entwickelt u. zur Bekämpfung von Pflanzenschädlingen verwendet werden kann. Z. B. wird Ba-, Ca- oder K-Jodat, -Perjodat oder -Hypojudit mit S oder K₂SO₃ oder KJ, NaJ, CaJ₂ oder BaJ₂ mit NaNO₃, K₂Cr₂O₇, NaJO₃ oder KJO₃ gemischt. (A. P. 1 964 518 vom 9/5. 1931, ausg. 26/6. 1934.) GRÄG.

Sharples Solvents Corp., Philadelphia, Pa., übert. von: **Melville M. Wilson**, Chicago, Ill., V. St. A., *Herstellung von Amylendiaminen*. Man erhitzt Amylendichlorid (I) u. Amylamin (II) im Autoklaven 55 Stdn. auf 100—105° oder 8 Stdn. auf 140°. Man erhält aus 1 Mol. I u. 1 Mol. II Amylchloramylamin, aus 1 Mol. I u. 2 Moll. II Diamylamylendiamin, aus 2 Moll. I u. 1 Mol. II Amyldichloramylamin, aus 2 Moll. I u. 2 Moll. II Diamyldecamethylendiamin, aus 1 Mol. I u. 1 Mol. Diamylamin das Diamylchloramylamin u. aus 1 Mol. I, 1 Mol. II u. 1 Mol. Amylalkohol den Amylamindiamyläther. Die Verb. werden als insekticide Mittel verwendet. (A. P. 2 014 077 vom 21/6. 1932, ausg. 10/9. 1935.) NOUVEL.

Hart & Co. Proprietary Ltd., Melbourne, übert. von: **James Reid** und **Alister Charles Johnston**, Victoria, *Herstellung von Arsensäureestern*. Ein oder mehrere aliph. oder arom. Alkohole oder deren Derivv., die ein oder mehrere Oxygruppen enthalten, werden mit As₂O₃ oder As₂O₅ oder den entsprechenden Säuren erhitzt u. das bei der Rk. entstehende W. stetig entfernt, z. B. mittels dehydratisierend wirkenden Stoffen oder mittels Unterdruck. Je nach den angewandten Mengen der Ausgangsstoffe erhält man z. B. folgende Verb. des Glycerins: (C₃H₅(OH)₂)₂AsO₃ (Triglycerinmonoarsenit), (C₃H₅)₂(OH)AsO₃ (Diglycerinmonoorthoarsenit), C₃H₅AsO₃ (Monoglycerinmonoorthoarsenit), C₃H₅(OH)AsO₂ (Monoglycerinmonometaarsenit), C₃H₅(OH)(AsO₂)₂ (Monoglycerindimetaarsenit), C₃H₅(AsO₂)₃ (Monoglycerintrimetaarsenit). Die Arsenverb. eignen sich als insekticide u. baktericide Mittel. (Aust. P. 20 665/1934 vom 21/12. 1934, ausg. 12/9. 1935.) KÖNIG.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Siliciumhaltige Organogucksilberverbindungen*. Alkyl-, Cycloalkyl-, Aralkyl- u. Arylquecksilberhydroxyde oder -oxyde, sowie ihre l. Salze werden mit SO₂, Si-Halogeniden u., falls in schwachsaurer Lsg. gearbeitet wird, mit Salzen der Kieselsäure, vorzugsweise in W., zu Verb. umgesetzt, deren chem. Zus. nicht genau feststeht, die aber einen Kieselsäurerest an Hg gebunden enthalten. Sie sind in W. u. in den üblichen organ. Lösungsm. unl. u. finden als Desinfektions- u. Schädlingsbekämpfungsmittel, insbesondere als Saatgutbeizmittel Verwendung. — Z. B. wird einer Lsg. von 15,9 Methoxyäthylmercuriacetat (I) in der gleichen Menge W. eine Lsg. von 20 techn. Wasserglas (II) in 25 W. zugesetzt. Es entsteht ein weißer Nd., der abgesaugt, mit W. gewaschen u. getrocknet wird. Nach Beispiel 15 wird eine Lsg. von 20 Al₂(SO₄)₃ in 25 W. mit einer konz. wss. Lsg. von I vermischt, worauf 15 II zugesetzt werden. Nach 24 Stdn. Stehen wird der weiße Nd. abgesaugt gewaschen u. getrocknet. Er enthält Hg, Si u. Al. (F. P. 784 329 vom 18/1. 1935, ausg. 22/7. 1935. D. Prior. 20/1. 1934.) EBEN.

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: **Paul La Frone Magill**, Niagara Falls, N. Y., V. St. A., *Entwickeln von Cyanwasserstoffgas*. Aus geeigneten Stoffen, wie Gemengen von Alkalicyaniden, dem Salz eines leichtzersetzliche

Cyanide bildenden Metalls u. einem Salz von großer Hydratationswärme oder aus $\text{Ca}(\text{CN})_2$ entwickelt man HCN , z. B. zu Zwecken der *Schädlingsbekämpfung*, indem man die Stoffe in einem geeigneten Behälter auf eine saugfähige Unterlage aufbringt u. die Unterlage mit W. trankt. (A. P. 2 004 332 vom 17/10. 1932, ausg. 11/6. 1935.)

MAAS.

Fahlberg-List Akt.-Ges. Chemische Fabriken, Magdeburg, Südost, *Lagerbeständiges Ackerunkrautvernichtungsmittel*, dad. gek., daß es wasserarmes CuSO_4 mit den aus ZnCl_2 u. NH_4Cl entstehenden Doppelsalzen gegebenenfalls mit einem Überschuß an ZnCl_2 gemischt enthält. Nach Anspruch 2 sind noch saure Salze, wie NaHSO_4 , zuzusetzen. (D. R. P. 619 237 Kl. 45 I vom 6/11. 1930, ausg. 25/9. 1935.) GRÄGER.

VIII. Metallurgie. Metallographie. Metallverarbeitung.

Günter Wassermann, *Entwicklung und Ergebnisse der Forschungen über Aushärtungsvorgänge*. Ausgehend von den Eigg. des Duralumins werden die an Al-Legierungen ausgeführten Unterss. über die Vorgänge bei der Aushärtung behandelt. Techn. u. wissenschaftliche Bedeutung der Aushärtung. An der grundlegenden Bedeutung der temperatur-abhängigen Mischkristallgrenze für die Aushärtung kann kein Zweifel bestehen. Die Notwendigkeit des Vorhandenseins fein verteilter Ausscheidungen im ausgehärteten Werkstoff hat sich dagegen nicht bestätigt. Neuere Unterss. haben zu der Erkenntnis geführt, daß dem Ausscheidungszustand eine Reihe anderer, vorbereitender Zustände vorausgeht, die für die Aushärtung von Bedeutung sind. Es wird betont, daß die Aushärtungsfrage heute noch keineswegs als gel. bezeichnet werden kann. Eine allgemeine Beschreibung u. Benennung der Vorgänge als Ausscheidungshärtung ist daher nicht gerechtfertigt. Auch an aushärtbaren Eisenlegierungen ist gezeigt, daß im ausgehärteten Zustand keine Ausscheidungen vorhanden sind. Die an Al-Legierungen gewonnenen Ergebnisse gewinnen damit für die Aushärtung des Eisens erhöhte Bedeutung. (Arch. Eisenhüttenwes. 9. 241—45. Nov. 1935. Düsseldorf, Kaiser-Wilhelm-Inst. f. Eisenforschung.)

HABEL.

Freitag, *Neue Wege der Härtungstechnik*. Beschleunigung des Nitrierhärtungsvorganges durch Zusatz von carbocycl. Verb., z. B. Anilin, Nitrobenzol oder Pyridin, zum NH_3 -Gas, indem man NH_3 derartige Fl. passieren läßt. Hierdurch läßt sich die Erwärmungszeit bei gleicher Endhärte des Werkstoffes auf $\frac{1}{4}$ verringern. Die gleiche beschleunigte Wrkg. besitzt gegenüber reinem NH_3 ein Gasgemisch aus 40% NH_3 u. 60% NO . Ebenso wurde die gleiche Beschleunigung durch Anwesenheit von bestimmten Metallen, vor allem solcher der Nichteisengruppe, z. B. durch ein Cu-Drahtnetz mit Drahtdurchmesser von 0,45 mm, erreicht, wobei die größte Beschleunigung des Nitriervorganges in einem Gas von 40% NH_3 u. 60% NO in Anwesenheit eines Cu-Drahtnetzes erreicht wurde. (Oberflächentechnik 12. 237. 1/10. 1935.)

HOCHSTEIN.

Thomas W. Hardy, *Einsatzhärtung und Einsatzstähle*. Zusammenfassende, im einzelnen an sich bekannte Mitteilungen über den Aufkohlungsprozess bei Stählen, über das Härten der Einsatzschicht u. die Maßnahmen zum Rückfein des Kernes unter Berücksichtigung von Aufkohlungszeit, -mittel (feste, fl. u. gasförmige), sowie -temp. MC QU Aid-EHN-Zementationsunterss. über „n.“ u. „anomale“ Stähle. Einsatzstähle, die vom Vf. in reine C- u. legierte Stähle unterschieden werden, mit mkr. Aufnahmen nach der Aufkohlung. (Iron Steel Canada 18. 51—53. 70—74. Okt. 1935.)

HOCHSTEIN.

—, *Aufkohlung nach dem „Carbonalverfahren“*. Beschreibung des Verf., der Vorr. u. der Arbeitsweise zum Aufkohlen von Stahl nach dem „Carbonalverf.“, welches in dem Umwälzen von KW-stoffreichen Gasen (Leuchtgas oder verdampfte, eingetropfte KW-stoffhaltige Fl.) mittels Ventilator in einer von außen elektr. beheizten Retorte besteht, wobei das aufzukohlende Gut innerhalb der Retorte in perforierten Blechkörben untergebracht ist. Durch die intensive Umwälzung der aufkohlenden Gase wird in den das Gut enthaltenden Blechkörben eine erhöhte Dissoziation der KW-stoffe u. dadurch eine beschleunigte Aufkohlungswrkg. erzielt. (Canad. Machinery manufacturer. News 46. Nr. 10. 15—16. 41. Okt. 1935.)

HOCHSTEIN.

R. T. Rolfe, *Warmbehandlung von Stahl*. Unterss. über Beeinflussung des Gefüges von Schmiedestücken durch Warmbehandlung. Abhängigkeit zwischen Korngröße u. mechan. Eigg. von gegossenen u. warmbehandelten, sowie von w. ausgeschmiedeten Stahlblöcken. (Heat Treat. Forg. 21. 477—82. Okt. 1935.)

HOCHSTEIN.

—, *Oxydische Einschlüsse in der Randzone von warmbehandelten Stählen*. Unterss. über kugelförmige u. zusammengeballte Ausblgd. oxyd. Einschlüsse in Stählen ver-

schiedener Zus. nach einer Warmbehandlung bei 950° in einer schwach oxydierenden Atmosphäre, im Vakuum u. in einem aufkohlenden Mittel, wobei die Glühzeiten von mehreren Std. bis zu 3 Wochen dauerten. Erklärung der Bldg. u. Form der Einschlüsse. (Chem. Age 33. Nr. 849. Metallurg. Sect. 23. 5/10. 1935.) HOCHSTEIN.

Werner Lueg, *Der Einfluß der Walzbedingungen beim Kaltwalzen von Bandstahl*. Unters. über die Walzbedingungen beim Kaltwalzen von 5 Bandstählen mit 0,02 bis 0,37% C, bis 2,18% Si u. bis 0,81% Mn unter Messung des Walzdruckes u. der Walzgutabmessungen. Hierbei ist die Walzgeschwindigkeit ohne prakt. Einfluß auf den Walzvorgang. Ebenso wird auch der Walzvorgang bei gehärteten Cr-Stahlwalzen oder Hartgüßwalzen nicht vom Walzenwerkstoff beeinflusst. Von großem Einfluß erwiesen sich dagegen Walzendurchmesser, Walzgutzus., Walzgutzustand u. -querschnitt, ferner Reibung u. Verformungsgrad. Der Vf. empfiehlt bei vorhandenen Walzanlagen zwecks wirtschaftlichen Walzvorganges u. zwecks Vermeidung unerwünscht großer Breitung eine reichliche Schmierung, gute Oberflächenbeschaffenheit der Walzen u. große Walzenoberflächenhärte. Bei Neuanlagen wird ferner noch ein kleiner Walzendurchmesser empfohlen, wodurch neben geringen Reibungsverlusten u. großer Streckwrkg. eine geringe Walzenabplattung u. somit eine große Gleichmäßigkeit der Enddicke der Bänder erreicht wird. (Stahl u. Eisen 55. 1105—12. 17/10. 1935. Düsseldorf, Kaiser-Wilhelm-Inst. f. Eisenforsch.) HOCHSTEIN.

Werner Lueg, *Kaltwalzversuche an Bandstahl*. Inhaltlich übereinstimmend mit der vorst. referierten Arbeit. (Naturwiss. 23. 465—69. 1935.) HOCHSTEIN.

G. R. Bolsover, *Nichtmetallische Einschlüsse im Stahl*. Zur Best. des Verunreinigungsgrades von Stahl wird aus Kopf, Mitte u. Fuß des Gußblockes eine Probe genommen, dieselbe auf ca. 35 mm Durchmesser ausgeschmiedet oder ausgewalzt u. in der Längsrichtung durchgeschnitten. Auf 2 Flächen, senkrecht zur Stabachse werden die Verunreinigungen mit 4 Vergleichsaufnahmen mengenmäßig bestimmt. Aus der Summe aller von einem Stahl so erhaltenen Zahlen ergibt sich die Güteiffer. Das Verf. hat sich in der Praxis bewährt. (Metallurgia 12. 83—84. 1935.) HOCHSTEIN.

Everett P. Partridge und **W. C. Schroeder**, *Das Sprödewerden von Kesselblech*. I. Die Unters. schafft eine Grundlage für das Verständnis über den Einfluß chem. Faktoren bei dem Vorgang des Sprödewerdens von Kesselblech. In Abwesenheit von O₂ reagiert W. mit Fe bei n. oder erhöhter Temp. unter Bldg. von H₂ u. eines schwarzen Überzuges aus Fe₃O₄ auf der Oberfläche des Fe. Der Oxydüberzug wirkt als ein mechan. Hindernis, indem er Fe vom W. trennt u. so die Rückwrkg. verzögert. Salzlsgg. zerstören oder verstärken nun die Wrkg. des Oxydüberzuges u. beeinflussen so den Verlauf der Rk. Geringe Konz. von NaOH im W. stellt einen Überzug von größter Schutzwrkg. her; dagegen verschlechtert eine wachsende Konz. an NaOH oder Na₂HPO₄, NaNO₃ u. NaCl die Schutzwrkg. im Gegensatz zu Na₂SO₄, welches einen sehr beständigen Überzug herzustellen vermag. Bei Anwesenheit mehrerer Salze im W. kann die Endwrkg. nicht ohne weiteres auf Grund der Einzelwrkg. der Bestandteile vorausgesagt werden. Unregelmäßigkeiten im Oxydüberzug beschleunigen den chem. Angriff auf das Fe. (Metals and Alloys 6. 145—49. 1935.) HOCHSTEIN.

B. L. Mc Carthy, *Die Korngröße und ihr Einfluß auf die Stahldrahtherstellung*. Unters. des Vf. über die Bedeutung der MC QUOID-EHN-Zementationsprobe für die Eignung von Stählen zum Drahtziehen. Der Vf. bespricht den Einfluß der Warm- u. Kaltbearbeitung auf die Probe, sowie den Einfluß der Temp., des Al-Geh. u. des Anteils von gel. Oxyden auf die Kornvergrößerung. Ferner wird noch der Einfluß der Korngröße auf die plast. Verformung beim Ziehen u. beim Patentieren von Stahldraht besprochen. (Iron Age 136. Nr. 15. 14—19. Nr. 16. 23—27. 80—81. 17/10. 1935.) HOCHST.

Pierre Chevenard, *Die warmfesten austenitischen Legierungen*. Die warmfesten Legierungstypen. Die Prüfung der Warmfestigkeit. Ergebnisse für einige warmfeste Legierungen. (Rev. du Nickel 6. 4—12. 1935. Saint-Étienne, École nationale supérieure des mines.) GOLDBACH.

—, *Nichtmetallische Einschlüsse in Ferrolegierungen*. Übersicht. (Metallbörse 25. 946—47. 978—79. 10.10. 1935.) HOCHSTEIN.

H. W. Mc Quaid, *Aluminium im neuzeitlichen handelsüblichen Stählen*. Al besitzt neben guter Wrkg. als Desoxydationsmittel einen großen Einfluß auf die Korngröße des mit ihm desoxydierten Stahles. Ein solcher Stahl ist viel feinkörniger als ein Stahl von sonst gleicher Zus., der mit Mn desoxydiert wurde. Besonders bei einsatzgehärteten Stählen erhöht Al die Zähigkeit, Härte u. den Widerstand gegen Verdrehung u. Stoß. Mkr. Gefügebilder beweisen den Einfluß des Al-Geh. auf das Gefüge. Diesen Einfluß

erklärt der Vf. dadurch, daß submkr. kleine Teile von kolloidaler Tonerde die Körner am Wachsen hindern. Der Einfluß von Mn wird bei diesen Stählen ebenfalls untersucht, bleibt aber noch ungeklärt, während Si die Wrkg. des zugesetzten Al-Geh. unterstützt. Einen Einfluß übt auch die Art u. Zeit der Al-Zugabe aus. Untersucht wird ferner der Vorgang der Härtung, wobei insbesondere die Verhältnisse bei austenit. Stählen berücksichtigt werden. Durch die Unters. wird die Theorie von der Umhüllung der Körner durch submkr. Tonerdeteilchen unwahrscheinlich. (Iron Age 136. Nr. 15. 20—27. Nr. 16. 28—34. 84. 86. 88. 17/10. 1935.) HOCHSTEIN.

—, *Hitzebeständige Legierung*. Angaben über Zus., Eigg., Herst. u. Verwendung einer hitzebeständige Legierung (Nr. 10 der A. O. SMITH metallurg. Lab.) aus Fe, Cr, Al u. geringeren Gehh. an anderen Elementen. Die Legierung besitzt hohen elektr. Widerstand, der um 50% größer als Nichrome oder Chromel ist, u. bei 925° ein Maximum aufweist. Bei höheren Temp. fällt der elektr. Widerstand wieder u. bei 1260° liegt er noch 10% u. bei 1425° noch 7% über dem bei Raumtemp. Der F. wurde bei 1555° ermittelt. Wegen ihrer Hitzebeständigkeit u. des hohen elektr. Widerstandes findet die Legierung Verwendung als elektr. Heizelement in Laboratoriums- u. Werkstofföfen für die Schmelz- u. Warmbehandlung von Metallen, sowie Stahl u. Eisen, sowie in keram. Öfen u. elektr. Kochgeräten. (Heat Treat. Forg. 21. 485—87. 489. Okt. 1935.) HOCHSTEIN.

S. A. Pletenew und A. L. Ssobolewa, *Vergleichende Untersuchung an unlöslichen Anoden verschiedener Zusammensetzung auf ihre Verwendung in der Standard-Zink-Elektrolyse*. Nachprüfung der von verschiedenen Forschern für das Material der unl. Anoden gemachten Vorschläge u. Bestätigung der Eignung der von TAINTON, TAYLOR u. EHRLINGER (C. 1929. II. 1970) für diesen Zweck gefundenen Legierung (Pb + 1% Ag). (Nichteisenmetalle [russ.: Zvetnye Metally] 10. Nr. 5. 48—54. 1935.) JUNGER.

—, *Eigenschaften und Herstellung der Britanniametalle*. Frühere u. jetzige Zuss. der Britanniametalle entsprechend ihrer Verwendung: Geschirr, Bier- u. Weinkrüge. Einfluß der Komponenten Sb, Cu, Pb, Fe auf die mechan. Eigg., das Schmelzen u. Gießen, das Formmaterial, das Walzen. (Metall-Woche 1935. 5—6. 5/10.) JUNGER.

P. I. Gradussov, *Mechanische Eigenschaften von Muntzmetall in Abhängigkeit vom Kupfergehalt*. Die mechan. Eigg. von Messingen mit 57—61% Cu u. ca. 1% Pb wurden in Abhängigkeit vom Walzgrad (prozentuale Querschnittsabnahme) u. von der Ausgleichtemp. untersucht. Ergebnis: die untersuchten Messinge verhalten sich nicht nennenswert anders als gleich behandelte n. Messinge. (Nichteisenmetalle [russ.: Zvetnye Metally] 10. Nr. 4. 103—12. 1935.) JUNGER.

E. Fetz, *Über aushärtbare Bronzen auf Kupfer-Nickel-Zinnbasis*. (Vgl. C. 1935. II. 910.) Auf Grund eigener Verss. an Cu-Ni-Sn-Legierungen wurden frühere Arbeiten anderer Vff., für die eine Quellenangabe gegeben wird, überprüft. Eine neue α -Phasengrenzfläche mit einem größeren Bereich vergütbarer Legierungen wird vorgeschlagen. Der Einfluß der chem. Analyse, der Wärmebehandlung: Ausglühen, Abschrecken, Vergütungstemp. u. -zeiten, auf Härte, Zugfestigkeit, Proportionalitätsgrenze, Bruchdehnung, Querschnittsverminderung der Bronzen zwischen den Grenzen 40% Ni u. 10% Sn wird angegeben. (Korros. u. Metallschutz 11. 217—29. Okt. 1935.) JUNGER.

B. K. Dering und D. M. Saszlawski, *Über Berylliumbronze*. (Vgl. MASING u. Mitarbeiter, C. 1929. II. 785—87; BORCHERS, C. 1932. I. 296; TANIMURA u. WASSERMANN, C. 1933. II. 2184.) Die Herst. von 2 Be-Cu-Legierungen: 1. Cu = 98,06%, Be = 1,56%, Fe = 0,20%, Al = 0,1%; 2. Cu = 97,50%, Be = 2,11%, Fe = 0,26%, Al = 0,08%; der Guß, die mechan. Eigg., das Gefüge, die Verformung durch Walzen werden angegeben. (Nichteisenmetalle [russ.: Zvetnye Metally] 10. Nr. 4. 94—102. 1935.) JUNGER.

Marcel Ballay, *Die Metallurgie des Nickels*. (Vgl. C. 1935. I. 1444 u. 3472.) Überblick über die Gewinnungs- u. Verhüttungsverf. Wirtschaftliche Betrachtungen im Anhang. (Bull. Ass. techn. Fonderie 9. 113—21. 1935.) GOLDBACH.

W. R. Barclay, *Das Ziehen von Nickel und seinen Legierungen auf der Ziehpresse*. Manche Metalle u. Legierungen, auch Ni, sind schwer nach den gewöhnlichen Verf. zu schmieden, zu walzen u. zu ziehen. Das Ziehen auf der Ziehpresse macht bei Einhaltung geeigneter Arbeitsbedingungen: gesunde u. richtig vorgewärmte Blöcke, Verwendung geeigneter Pressen, keine Schwierigkeiten. (Rev. du Nickel 6. 202—04. Okt. 1935.) JUNGER.

Jean Galibourg, *Die Warmfestigkeitseigenschaften von Nickellegierungen*. Nach Schilderung der verschiedenen Ausführungsarten von Warmzerreißverss. werden aus

der Literatur die wichtigsten Ergebnisse über die Warmfestigkeit von Ni-, Cr-Ni-Mo- u. austenit. Stählen, von Ni-Cr-Fe-Legierungen, von Ni u. von Cu-Ni-Legierungen in Zahlentafeln u. Schaubildern zusammengestellt. (Rev. du Nickel 6. 39—53. 1935.)

GOLDBACH.

—, *Zur Frage der Oberflächenbehandlung und Widerstandsfähigkeit von Nickellegierungen.* Aus der Literatur werden einige Beizbäder für Ni u. Ni-reiche Legierungen angegeben, einige Anweisungen über das Schleifen u. Polieren zusammengestellt u. Erfahrungen über die chem. Beständigkeit von Ni-Legierungen wiederholt. (Chemiker-Ztg. 59. 764—65. 1935.)

GOLDBACH.

Richard Thews, *Herstellung von Blockguß aus stark korrodiertem Aluminiumschrott.* Möglichst weitgehende mechan. Reinigung des Schrottes (Sandstrahl-, Stahlschrottgebläse, Drehfasser) vor dem Einschmelzen in Tiegeln bzw. Flammöfen, deren dem Schmelzmaterial angepaßte Bauart angegeben wird; Ofenatmosphäre, Flußmittel (80 NaCl + 20 CaF₂, ZnCl₂). (Metall-Woche 1935. 177—78. 197—98. 14/12.) JUNGER.

A. v. Zeerleder, *Die Verwendung von Aluminiumguß bei großen Lichtbogenöfen.* Für die Ofenmäntel eines MIGUET-Ofens von 3000 kW bei 50 000—80 000 Ampère wurden an Stelle von Bronzeplatten erstmalig Al u. Fontgußplatten verwendet. Zus.: 1,4% Fe, 2% Cu, 12% Zn, 0,2% Mg, Rest Al. Die Mäntel haben sich bisher gut bewährt. (Aluminium 17. 529—30. Okt. 1935. Neuhausen, Aluminium-Industrie A.-G.)

GOLDBACH.

W. Koch und F. W. Nothing, *Über den Einfluß von Metallen der Eisengruppe auf die Aushärtung von Aluminiumlegierungen hoher Reinheit.* Durch Aufnehmen von Zeit-Härtekurven für die Aushärtung bei Raumtemp., bei 135 u. 200° wurde der Einfluß von Fe, Co, Ni u. Mo auf die Aushärtung einer Al-Cu-Legierung mit 4% Cu untersucht. Der Fremdmetallzusatz wurde zwischen 0 u. 2% geändert. Weiterhin wurden die Höchst härten als Funktionen des Fremdmetallgehaltes dargestellt, ebenso die Härten der von 525, 380 u. 360° abgeschreckten Legierungen. Die Kurven für die Höchst härten bei verschiedenen Temp. laufen untereinander u. der Kurve der Abschreckhärte von 525° parallel. Das deutet an, daß sowohl die Abschreckhärte, wie die Selbstalterung u. Aushärtung bei erhöhter Temp. den gleichen Beeinflussungen unterliegen. Der danach zu vermutende Einfluß der Gefügeausbildung auf die Aushärtung wurde durch Gefügeunters. bestätigt. Die Ursache für die Änderung der Aushärtung durch Schwermetallzusätze sind im wesentlichen konstitutioneller Art. — Die Ergebnisse der einzelnen Vers.-Reihen werden eingehend besprochen. (Aluminium 17. 535—46. Okt. 1935. Aachen, Inst. f. Metallhüttenwesen u. Elektrometallurgie d. Techn. Hochschule.)

GOLDBACH.

G. Kurdjumow und T. Stelletzkaja, *Umwandlungen in Eutektoidlegierungen Cu-Al. I. Intermediäre Zustände in übereutektoiden Legierungen.* Zusammenfassung der C. 1934. II. 320 referierten Arbeit. Vgl. auch KAMINSKI, KURDJUMOW u. NEUMARX, C. 1934. II. 1986. (J. techn. Physik [russ.: Shurnal technitscheskoj Fisiki] 5. 395—406. 1935.)

JUNGER.

C. Panseri, *Untersuchungen über die Anlaßhärte bei Aluminiumbronzen. I. Die binären Bronzen vom Typus 90:10.* Es wird der Einfluß der Anlaßhärte auf die Eigge von Al-Bronzen mit 10,85% Al (Legierung „0“) u. mit 10,68% Al (Legierung „00“) untersucht. Die Temperhärte wird bei „0“ von 650° an bemerkbar u. nimmt bis zu der bei ca. 720° beginnenden Konstanz zu; die eutektoiden Temp. liegt somit über 537° (vgl. SMITH u. LINDSIEF, C. 1933. I. 2506), bei 720° beginnt das Existenzgebiet der reinen β -Phase. Auf 900° gegläute Legierung „0“ zeigt mit der Anlaßtemp. regelmäßig zunehmende Härte bis zu einem Maximum bei 400° (259,5 nach BRINELL), dann nimmt die Härte zuerst rasch, dann langsamer ab u. erreicht bei ca. 650° ein Minimum mit ca. 182. Bei „00“ sind die entsprechenden Zahlen: bei 350° Maximum mit 262,7, flacherer Abfall von 390° an, Minimum bei ca. 725° mit 130. Die Temperhärten nach erreichter Konstanz sind: bei „0“ 239,5, bei „00“ 251,2. — Als Best.-Methoden für die Härte kommen bei Al-Bronzen in Frage Brinellhärte mit $P = 30 \text{ d}^2$ u. Rockwellhärte mit Skala B. (Alluminio 4. 213—17. Juli-Aug. 1935. Mailand.)

R. K. MÜLLER.

Gastone Guzzoni, *Die Magnesiumlegierungen. Die Wirkung geringer Nickelzusätze auf die mechanischen Eigenschaften und auf die Korrodierbarkeit.* Entspricht im wesentlichen Inhalt der C. 1936. I. 161 referierten Arbeit. Vgl. gibt ergänzend noch einige Strukturbilder von Guß- u. Preßlegierungen des Systems Mg-Al-Ni. (Ind. meccan. 17. 690—96. 1935.)

R. K. MÜLLER.

Ichiji Obinata und Masami Hagiya, *Untersuchungen über die komplexen Magnesiumlegierungen auf Magnesium-Cadmiumbasis.* Zu binären Mg-Cd-Legierungen mit

1—10% Cd wurden als dritte Legierungskomponenten 0,5—6% Cu, Ag, Zn, Hg, Al, Ti, Sn, Pb, Sb, Te, Cr, Mn, u. Ni allein oder zu zweien hinzulagiert. Im gegossenen, geglühten, abgeschreckten u. gecaltrten Zustand wurde die Rockwellhärte u. die Korrosionsbeständigkeit gegen dest., Leitungs- u. Salzwasser festgestellt. — Härtend wirken besonders Zusätze von Cu, Ni, Ag u. Al. Am schwächsten ist die härtende Wrkg. von Pb u. Te. Die größte Härte wird im Gußzustand erreicht; Glühen u. Abschrecken macht die Legierungen weicher. Eine bemerkenswerte Alterung ließen die Legierungen mit Al oder Zn erkennen. Ni-, Cu- u. Ag-Zusätze wirken äußerst nachteilig auf die Korrosionsbeständigkeit ein; Al, Pb, Te u. Sb haben ebenfalls einen nachteiligen, wenn auch schwächeren Einfluß. (Ryojun Coll. Engng. Publ. Nr. 93. 85—90. [Nach engl. Ausz. ref.]

GOLDBACH.

R. Strauss, *Fortschritte auf dem Gebiete des Beryllauschlusses und der Herstellung von metallischem Beryllium. 1930—1935.* Übersicht mit Literaturangaben. (Angew. Chem. 48. 745—50. 30/11. 1935. Berlin.)

SKALIKS.

S. I. Mitrofanow, *Größe der Goldkörner im Erz der „Kupfergrube“.* Durch Natchlotation der Abgänge aus der Flotation der komplexen, Au-haltigen, sulfid. Cu-Zn-Erze der „Kupfergrube“ (Mittelural) werden Konzentrate mit Au-Körnern bis 10 μ gewonnen. (Nichteisenmetalle [russ.: Zvetnye Metally] 10. Nr. 4. 54—55. 1935.)

JUNG.

J. Dresel, *Gold und Goldersatz in der zahnärztlichen Praxis.* Besprechung der in der Zahntechnik angewendeten Edelmetallegerierungen u. goldfreien Werkstoffe, wie V 2 A-Stahl u. Vitalliumlegierung. (Metall-Woche 1935. 118—19. 16/11. Berlin.)

KUTZELNIGG.

François Canac, *Untersuchung der interkristallinen Korrosion nach der Methode der Lichtstreuung.* (Vgl. C. 1935. I. 1445.) Sind die Krystalliten des einen Elementes durch ein 2. Element verkitet u. wird dieses bevorzugt angegriffen, so erscheinen auf der korrodierten Oberfläche mehr oder weniger tiefe Furchen. Beleuchtet man unter verschiedenen Winkeln u. bestimmt den Lichtrückwurf, so erhält man Kurvenscharen, die anderer Art sind als die bisher betrachteten. 2 Phasen der Korrosion sind zu unterscheiden, die an Hand von schemat. Darst. näher besprochen werden. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 201. 330—32. 1935.)

KUTZELNIGG.

W. E. Hoare und Bruce Chalmers, *Die Oberfläche von Weißblech. Prüfung nach einem optischen Verfahren.* (Iron Coal Trades Rev. 131. 429—30. 20/9. 1935. — C. 1936. I. 162.)

KUTZELNIGG.

R. Berthold, *Zerstörungsfreie Werkstoffprüfung mit dem Magnetpulververfahren.* (Vgl. C. 1935. II. 116.) Besprechung der allgemeinen Grundlagen des Magnetpulververf. (Feilspänverfahren) u. seiner techn. Durchführung bei Erzeugung des Magnetfeldes durch „Fremderregung“ (mit Elektromagneten) u. „Selbsterregung“ (mit einem durch den Prüfkörper gesandten elektr. Strom). Beschreibung der Geräte u. der Anwendungsmöglichkeiten an einer Reihe von Beispielen. Zahlreiche Abbildungen. (Maschinenschaden 12. 139—46. 1935. Berlin-Dahlem, Röntgenstelle beim Staatl. Materialprüfungsamt.)

SKALIKS.

E. Zurbrügg, *Temperaturkontrolle mit einfachen Hilfsmitteln.* In einer Tabelle sind die Merkmale, welche Tannenholz, Kernseife u. Zucker bei verschiedenen Temp. zeigen, zusammengestellt. Während Holzspan oder Seife zur Temp.-Kontrolle (bei der spanlosen Formung von Metallen) über 300 bis zu 500° dienen, läßt sich mit Zucker die Temp. zwischen 160 u. 250° abschätzen. (Aluminium 17. 533—34. Okt. 1935. Neuhausen, Aluminium-Industrie A.-G.)

GOLDBACH.

R. E. Jamieson, *Restspannungen in lichtbogengeschweißten Zerreißproben.* (Vgl. C. 1935. II. 3973.) An 9 Blechen aus niedriggekohltem Stahl, die mit einem Abschragungswinkel von 45° einschichtig mittels Lichtbogenschweißung stumpfgeschweißt worden waren, wurde der Einfluß der Restspannungen auf die Ergebnisse des Zerreißvers. untersucht. Es wurden merkliche Einflüsse auf das Verh. der Proben unter Zugbeanspruchung u. Anwesenheit von örtlichen Grenzspannungen festgestellt, deren Größe annähernd die Streckgrenze des Werkstoffes erreicht. Diese örtlichen Anfangsspannungen scheinen auf die Festigkeit der Probe als Ganzes bei stat. Zugbeanspruchung keinen wesentlichen Einfluß zu haben. Ihre Anwesenheit führt wohl zu einer bedeutend größeren durchschnittlichen Verformung, doch kommt diese nur bei der ersten Belastungsstufe zum Ausdruck. Während der folgenden Belastungssteigerungen verhalten sich die Proben wie ein n. Werkstoff. Durch Schweißen scheint die Streckgrenze erhöht u. die Zähigkeit der Bleche erniedrigt zu werden. Die Abnahme der Zerreißfestigkeit, die durchschnittlich 9% beträgt, kann teilweise auf die Form des

Zerreibruches zuruckgefhrt werden, die wahrscheinlich von ungleichmigen Verformungen lngs der Blechkante, die der unregelmigen Verteilung der Restspannungen ber einen Querschnitt zuzuschreiben sind, beeinflusst wird. (Iron Age 136. Nr. 13. 78—79. 84. 90. 92. 26/9. 1935. Montreal, MC GILL Univ.) FRANKÉ.

Wilson Burden, *Entfettung durch Lsungsmittel*. Als Entfettungsmittel wird „Perm-A-Chlor“, ein gechlortes Lsungsm., dessen Zus. nicht angegeben ist, empfohlen. Die Reinigung erfolgt entweder durch Kondensation des Dampfes auf dem Gegenstande, durch Tauchen in die Fl. oder durch Abspritzen mit der Fl. (Metal Clean. Finish. 7. 504—6. 509. Okt. 1935. Detroit, Rex Prod. & Mfg. Co.) KUTZELNIGG.

J. Milinaire, *Das Beizen der Metalle*. Allgemeines ber das Beizen mit Suren u. die Sandstrahlbehandlung. (Mtallurgie Construct. mcan. 67. Sond.-Nr. 27—29. 16/11. 1935.) KUTZELNIGG.

Rudolf Plcker, *Feinstbearbeitung der Metalloberflche*. 2 Gruppen von Verf. sind zu unterscheiden: solche, die zur Oberflchenverschnerung u. zur Erhhung des Korrosionswiderstandes dienen u. solche, durch die gute Lauf- u. Dichtungsflichen u. gegen Abntzung widerstandsfhige Oberflchen erreicht werden sollen. Die 2. Gruppe wird als „Magltten“ bezeichnet u. umfat folgende Verf.: 1. Einschlirmeln, 2. Gegenseitiges Abziehen der Werkzeugflichen, 3. Reibschleifen oder „Lppen“, 4. Zieherschleifen oder „Honen“, 5. Pregltten, die nher beschrieben werden. (Metallwar.-Ind. Galvano-Techn. 33. 478—81. 15/11. 1935. Solingen.) KUTZELNIGG.

Mitowo Miwa, *ber die Natur der Politurschichte auf Metallen*. Polierte Oberflchen von Cr, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Ag, Cd, Sn u. Sb geben Elektronenbeugungsbilder mit nur 2, sehr verwachsenen, Linien. In den Diagrammen von poliertem Si, Mn u. Bi treten mehr als 2 Linien auf. Berechnung der Atomabstnde auf Grund der Linienabstnde u. Vergleich der Werte mit den nach der KESOMSchen Gleichung erhaltenen ergibt, da die polierten Oberflchen von Cr, Fe, Co, Ni, Cu, Zn u. Ag als amorph wie Fil. angesehen werden knnen, whrend dies fr Cd, Sn u. Sb nicht zulssig ist. Vers. mit verschieden weitgehend polierten Oberflchen zeigen, da mit zunehmender Politur nicht nur die Beugungslinien verwachsen werden, sondern da auch bestimmte Linien schwcher werden als andere, so da zuletzt 2 Linien entstehen. Die polierte Oberflche von Cd, Sn u. Sb ist als aus sehr kleinen Pseudokrystallen bestehend aufzufassen. Da solche im Grenzfalle aber nicht von einer Fl. unterschieden werden knnen, besagt es hier prakt. dasselbe, ob man von amorph oder feinkrystallin spricht. (Sci. Rep. Thoku Imp. Univ. [1] 24. 222—39. 1935. Res. Inst. for Iron, Steel a. other Metals. [Orig.: engl.] KUTZELNIGG.)

Fred B. Jacobs, *Polieren von Gueisen*. Verschiedene Arbeitsweisen werden besprochen. (Metal Clean. Finish. 7. 507—09. Okt. 1935.) KUTZELNIGG.

R. S. Leather, *Vorpolieren und Hochglanzpolieren von nichtrostenden Sthlen*. Die Ergebnisse amerikan. Autoren zusammenfassendes Referat mit einer bersichtlichen Darst. der Arbeitsgnge. (Metal Clean. Finish. 7. 437—42. 491—94. 518. Sept. 1935. Waterbury, Conn. The Lea Mfg. Co.) KUTZELNIGG.

—, *Die Behandlung von Aluminiumflichen vor dem Metallisieren*. Die Behandlung mit dem Sandstrahl u. das Beizen des Al werden besprochen. (Oberflchentechnik 12. 257. 5/11. 1935.) KUTZELNIGG.

Max Schltter, *Glnzende Metallniederschlge*. Vortrag. Inhaltlich gleich der C. 1936. I. 162 ref. Arbeit. (Z. Metallkunde 27. 236—37. Okt. 1935. Berlin.) KUTZ.

C. M. Hoff, *Glanz-zink*. Auf das GRASSELLI-Glanz-zinkbad wird hingewiesen, das mit Stromdichten von 35 Amp./Quadratfu u. mehr betrieben werden kann. Vergleiche mit Cd-berzgen werden angestellt. (Metal Clean. Finish. 7. 483—86. 490. Okt. 1935. Cleveland, O., GRASSELLI Chem. Co.) KUTZELNIGG.

A. Forny, *Die mechanische Feuerverzinkung kleiner Stcke durch Zentrifugieren*. Verschiedene Ausfhrungsformen des Verf., das sich besonders fr die Verzinkung von Ngeln, Schrauben usw. eignet, werden besprochen. (Galvano [Paris] 1935. Nr. 42. 28—29. Okt.) KUTZELNIGG.

R. J. Piersol, *Einflu des Boratrestes auf die Chromhrte*. Zusatz von Borsaure zu Bdern, die mit Fe-Anoden betrieben werden, drckt den Gleichgewichtswert der Cr³-Konz. erheblich herab, so da die Bder unbegrenzt brauchbar bleiben. Die Ggw. von Borat neben Sulfat bewirkt ferner eine wesentliche Hrtesteigerung (Zustze bis zu 10 g wurden untersucht). (Metal Clean. Finish. 7. 487—90. Okt. 1935.) KUTZ.

Bruce Chalmers und **W. D. Jones**, *Streifung von Zinnberzgen auf Kupfer*. Verzinnte Cu-Bleche, deren Abkhlung gleichmig in einer bestimmten Richtung

vor sich ging, zeigen eine eigenartige Streifung infolge des Abwechslens von n. u. diffus reflektierenden Zonen. Die Erscheinung wurde offenbar deshalb noch nicht beobachtet, weil die Handelsware ungleichmäßig auskühlt oder abgeschreckt wird. Sie hängt mit der Kristallisation des Sn/CuSn-Eutektikums zusammen. Es wird angenommen, daß das period. Freiwerden der latenten Wärme während der Erstarrung der unterkühlten Schmelze die Richtung des Warmestromes u. damit die Orientierung der CuSn-Kristalliten im Eutektikum bestimmt. (Trans. Faraday Soc. 31. 1299—1303. Sept. 1935. London u. Liverpool.) KUTZELNIGG.

W. Müller, *Die Bedeutung der Regelmäßigkeit des kristallinen Gefüges dicker elektrolytischer Überzüge*. Die Gefügeeigentümlichkeiten dicker Ni-Überzüge (0,5 bis 5 mm) bei befriedigender u. bei mangelhafter Beschaffenheit, wie sie die Querschnittsbilder zeigen, werden besprochen. (Metalwar.-Ind. Galvano-Techn. 33. 477—78. 15/11. 1935. Freiberg, Sa.) KUTZELNIGG.

R. Liebetanz, *Prüfung von Nickelplattierungen*. Bei dem üblichen Verf. zur Analyse Ni-haltiger Plattierungen wird die durch Diffusion des Ni in das Fe entstehende Zwischenschicht nicht berücksichtigt. Vf. schlägt daher vor, nach dem Ablesen der Hauptmenge mit k. HNO₃ (3 Teile $d = 1,4$ u. 1 Teil $d = 1,52$) eine Nachbehandlung mit Bromsalzsäure (13 ccm Br in 1 l HCl, $d = 1,12$) vorzunehmen. Der Analysengang zur Best. von Ni u. Cu ist beschrieben. (Metall-Woche 1935. 117—18. 16/11. Dusseldorf.) KUTZELNIGG.

J. F. Kesper, *Interessantes und Wichtiges über nickel- und kupferplattierte Bleche*. Bemerkungen über Eig. u. Anwendungsmöglichkeiten der nach dem deutschen Walzschweißverf. hergestellten plattierten Bleche. (Apparatebau 47. 247. 8/11. 1935.) KUTZELNIGG.

Raymond R. Rogers, *Plattieren von Eisenlegierungen. Ein neues elektrochemisches Verfahren*. Das Verf. besteht darin, das Plattierungsmetall elektrolyt. mit einer dünnen Fe-Schicht zu überziehen u. dann mit dem Grundmetall bei hoher Temp. zu verschweißen. 13-8-Cr-Ni-Stahl wird anod. in 6-n. HCl gebeizt, Schnelldrehstahl ebenfalls anod. aber im alkal. Bad u. darauf in HCl getaucht. Stellt (55% Co, 30% Cr, 15% W) muß zunächst in 12-n. HCl, dann nach dem Spulen in Alkali anod. gebeizt u. schließlich noch kurz in HCl getaucht werden. — Das Fe-Bad besteht aus 300 g/Liter FeCl₂ · 4 H₂O 335 g/Liter CaCl₂ u. soviel HCl, daß Nd.-Bldg. verhütet wird. Temp.: 90°, Stromdichte: 60 Amp./Quadratfuß. pH = 2. Die Ndd. haften gut. Querschnittsaufnahmen zeigen die Oxydfreiheit der Grenzfläche zwischen den Legierungen u. dem Elektrolyt-Fe u. die vollzogene Diffusion nach dem Erhitzen auf 950°. (Ind. Engng. Chem. 27. 783—89. 1935. New York, Columbia Univ.) KUTZELNIGG.

J. B. Nealey, *Neues Calorisierungsverfahren*. Vf. beschreibt die Anlagen der CALORIZING CO. in Wilkinsburg (Pa.) u. das dort durchgeführte Verf. Die zu calorifizierenden Werkstücke werden zunächst gebeizt, dann in Al-Pulver eingepackt, auf 820—1000° erhitzt, in sd. W. gereinigt, nochmals unter Luftabschluß, jedoch in einem anderen Ofen, erhitzt u. darauf fertig gemacht. (Heat Treat. Forg. 21. 483—84. Okt. 1935.) HOCHSTEIN.

L. Kenworthy, *Die atmosphärische Korrosion und das Anlaufen des Zinns*. Die Verss. wurden mit reinem, mit 2,2% Sb u. mit 0,2% Cu enthaltendem Sn a) im Innenraum, b) an der Außenluft, vor Regen geschützt u. c) außen, nicht geschützt durchgeführt. Proben von Cu, Messing, Ni, Zn u. Cd, deren Verh. bekannt war, wurden zu Vergleichszwecken miteinbezogen. In der Reihe a erwies sich reines Sn den Legierungen gegenüber etwas überlegen, in den anderen Fällen bestand kein Unterschied. Die Gewichtszunahme im Falle a schreitet nach den ersten Tagen linear fort (Vers.-Dauer: 792 Tage). In der Reihe c wurde der Gewichtsverlust nach Entfernung der Korrosionsprodd. bestimmt. Alle Vergleichsmetalle wurden stärker angegriffen als das Sn. Bezeichnet man den Angriff des Sn mit 100, so ist er für Ni 271, Cu 288, Messing 305, Zn 336 u. Cd 778. — In der Reihe b (Drahtspulen, Stevensonschirm) wurden die Zugfestigkeiten verglichen. Bei dieser Vers.-Anordnung waren Sn u. seine Legierungen dem Ni etwas über-, dem Cu etwas unterlegen. Die Widerstandsfähigkeit der 3 Metalle entspricht der relativen Wasseranziehung ihrer Korrosionsprodd. (Trans. Faraday Soc. 31. 1331—45. Sept. 1935. Birmingham, Univ., Metall. Dep.) KUTZELNIGG.

H. Röhrig und W. Nicolini, *Prüfung seewasserbeständiger Aluminiumlegierungen in der Nordsee*. Mitteilung der Ergebnisse eines 1½-jährigen Korrosionsvers. in der Nordsee. 1 mm dicke Proben aus Rein-Al, Albondur, Pantal, Hydronalium, KS- u. BS-Seewasser, die teilweise im ursprünglichen Zustand, teilweise geschweißt u. ge-

nietet vorlagen, wurden dabei dem wechselnden Angriff durch Ebbe u. Flut ausgesetzt. Neben der Veränderung der Blechoberflächen wurden vor allem die Festigkeitsverluste verfolgt. Es zeigte sich, daß eine merkliche Verminderung von Zugfestigkeit u. Dehnung als Folge der wechselnden Einw. von Seewasser u. Meeresluft nur beim walzharten Rein-Al eingetreten ist u. zwar hat in 90 Wochen die Festigkeit um 30%, die Dehnung um 45% abgenommen. Alle anderen glatten Proben waren in ihrer Festigkeit unverändert. Von den geschweißten Proben ließen die aus walzhartem Rein-Al, Pantal, KS-Seewasser (weich u. halbhart) u. weichem Hydronalium keine Festigkeitsverminderung erkennen. Die Nietproben haben sämtlich die Ausgangsscherfestigkeit behalten. — Beachtlich ist, daß die nach verschiedenen Verff. erschmolzenen Legierungen BS-Seewasser u. Hydronalium sich in ihrer Korrosionsbeständigkeit nicht unterscheiden. Beim Albondur ist die aufplattierte Rein-Al-Schicht teilweise aufgezehrt worden. (Aluminium 17. 519—29. Okt. 1935. Vereinigte Aluminium-Werke A. G., Forschungsstelle.) GOLDBACH.

Yeu Ki-Heng und Yeou Ta, *Ein neues Verfahren zur Feststellung des Korrosionsangriffes von Lauge auf Aluminium*. (Vgl. C. 1933. I. 2074.) Das Verf. benutzt die Erfahrung, daß sich in bas. Lsgg. ein Aluminotartrat der Formel $(\text{AlT}_3)_2\text{Na}_4$ bildet, worin T das Radikal $\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_6$ bezeichnet. — Wird ein Al-Blech in eine Lsg. aus Natriumtartrat u. NaOH gebracht, so verwandelt sich das Al in Al-Oxyd, das sich seinerseits mit dem Tartrat verbindet. Die Drehung der Lsg. α , steigt langsam von 6,60 auf 17,50° ($l = 10$ cm; $t = 20^\circ$). Die Anfangsdrehung entspricht offenbar der des reinen Natriumtartrats, die Enddrehung der des $(\text{AlT}_3)_2\text{Na}_4$. Die Rkk. verlaufen so:
 $\text{Al} + \text{OH}^- + \text{H}_2\text{O} \rightarrow \text{AlO}_2^- + \frac{3}{2} \text{H}_2 + \text{AlO}_2^- + \text{H}_2\text{O} \rightarrow (\text{AlT}_3)^- + 4 \text{OH}^-$
 Bei einer bestimmten Menge Tartrat muß am Ende der Rk. die gleiche Menge Soda freigesetzt, die sich in Form von Al-Oxyd bindet; sie ist von der ursprünglich zugesetzten NaOH-Menge unabhängig. Die Angriffswrkg. ist von der anfangs zugegebenen NaOH-Menge u. von der Reinheit des Al abhängig. Die Feststellung der Angriffswrkg. durch Messen der Drehung ist viel genauer als das Messen des Gewichtsverlustes. Auch kann man mit sehr geringen Laugenmengen arbeiten. (C. R. hebdom. Séances Acad. Sci. 200. 2153—55. 1935.) GOLDBACH.

Walter Zeiss, Berlin, *Herstellung von Metallen und anoxydierten Metallen in Pulverform*, dad. gek., 1. daß man den geschmolzenen oder schm. Ausgangsstoff mit einem feingekörnten festen Stoff in Ggw. eines indifferenten Gases dispergiert u. die erhaltene Dispersion (I) durch physikal. oder chem. Einw. in den festen Zustand überführt, worauf gegebenenfalls das I-Mittel abgetrennt wird. 2., daß die I in Ggw. von zur Oxydation des gesamten Metalles nicht hinreichenden Mengen von O_2 vorgenommen wird. 3., daß das von dem I-Mittel getrennte anoxydierte Metallpulver einer reduzierenden Nachbehandlung unterworfen wird, 4., daß das Metall während der I aus seinen Verb. erzeugt wird. Als I-Mittel können verwendet werden feinkörniger Sand oder andere Mineralien, Gesteinsarten oder auch künstlich hergestellte feste Stoffe, wie z. B. Glas, Porzellan, Carbide u. dgl. oder ein katalyt. wirkendes Mittel, z. B. harte, poröse, mit einem Katalysator getränkte Porzellanscherben. — Die bislang üblichen hohen Verdampfungstemp. sind nicht erforderlich; die oxydhaltigen Metallpulver sind besonders geeignet für die Akkumulatorenindustrie. (D. R. P. 620 126 Kl. 491 vom 2/11. 1933, ausg. 14/10. 1935. F. P. 780 698 vom 2/11. 1934, ausg. 30/4. 1935. D. Prior. 1/11. 1933.) HABEL.

Risaburo Torikai, Japan, *Herstellung von Metallpulver*. Aus dem Metall, dessen Pulver hergestellt werden soll, werden Elektroden erzeugt, zwischen denen man einen Lichtbogen überspringen läßt. Der erforderliche Druck, der bis auf 0,0005 mm Hg-Säule herabgesetzt werden kann, richtet sich nach dem Kp. des zu verarbeitenden Metalles. Die Metalle werden verdampft u. in Pulverform niedergeschlagen. Bei Elektroden aus verschiedenen Metallen kann man Pulvermischungen aus diesen Metallen herstellen. C enthaltende Metallpulver erhält man, wenn eine Elektrode aus diesem Element besteht. Wenn Metalloxyde erzeugt werden sollen, dann muß im Verdampfungsraum O_2 vorhanden sein. Bei höheren Gasdrücken erhält man auch höhere Oxyde. PbCO_3 -Pulver erhält man bei Gasfüllungen aus CO_2 oder O_2 u. einer Elektrode aus C. (F. P. 774 100 vom 4/6. 1934, ausg. 30/11. 1934. Japan. Prior. 5/6. 1933.) GEISZLER.

Mathias Fränkl, Augsburg, *Herstellen von Eisenschwamm im Schachtelofen* unter Verwendung eines reduzierenden Gases, das nach dem Einleiten in den unteren Teil des Schachtes zum Kühlen des dort angesammelten, im oberen Teil des Schachtes

entstandenen Fe-Schwammes dient, dad. gek., daß das reduzierende Gas beim Übergang vom unteren Teil des Schachtes in den oberen Teil durch seitliches Einblasen von höher erhitztem Gas in einen von zwei mit Brennstoff gefüllten Regeneratoren verdrängt wird, in diesem seine Wärme an die Regeneratorfüllung abgibt u. hierauf durch den zweiten Regenerator unter anschließender besonderer Nacherhitzung erneut in die Mittelzone des Ofens eingeblasen u. schließlich durch den Red.-Schacht abgeführt wird. Die Nacherhitzung des in die Regeneratoren verdrängten Gases kann nach Beendigung seines Kreislaufes durch Verbrennen von eingeblasener Feinkohle mit mehr oder weniger reinem O₂ unter teilweiser Verbrennung der Regeneratorfüllung erfolgen. — Die zur Red. dienenden 1000—1200° h. Gase sind prakt. frei (< 5%) von CO₂ u. H₂O, so daß sie eine starke Red.-Wrkg. besitzen u. auf den bereits gebildeten Fe-Schwamm nicht oxydierend einwirken. (D. R. P. 617 942 Kl. 18a vom 12/4. 1933, ausg. 29/8. 1935.)

HABEL.

Mathias Fränkl, Augsburg, *Vereinigtes Wind- und Erzfrischen* für Roheisenbäder unter Anreicherung des Gaslaufwindes mit O₂, dad. gek., daß das Bad in der 1. Verf.-Stufe nur so lange mit hoch an O₂ angereichertem Wind vorgefrischt wird, bis eine so hohe Badtemp. erzielt ist, daß das Nachfrischen mit Hilfe von Fe-Oxyd in Form von Erz oder Fe-oxydhaltigen Stoffen in fester Form, in der 2. Verf.-Stufe lediglich unter Ausnutzung der Oxydationswärme des P u. ohne besondere Wärmezufuhr von außen erfolgt. — Günstige Warmewirtschaft beim Frischen. (D. R. P. 617 943 Kl. 18b vom 13/5. 1933, ausg. 29/8. 1935.)

HABEL.

Elisabeth Keil Eichtenthurn, Leoben, *Beeinflussung der Erstarrungsart von Gußeisenschmelzen aller Art*, dad. gek., daß eine vollkommene oder teilweise Befreiung von feinstverteilten Schlackenteilchen submikroskop. Größe während des Herst.-Verf. oder darnach vorgenommen wird. — Schlackenteilchen sind infolge ihrer Keimwrkg. für die Graphitausbildg. maßgebend; durch Regelung der Menge der Schlackenteilchen wird die Graphitausbildg. beeinflusst. Die Regelung kann erfolgen durch Vordesoxydation, Zerstörung der Schlackentrübe, geeignete Schlackenführung. (Oe. P. 142 218 vom 19/12. 1932, ausg. 25/6. 1935.)

HABEL.

Mathias Fränkl, Augsburg, *Erzverhüttung auf Roh- und Flußstahl* mit oder ohne gleichzeitige Gewinnung einer für die Portlandschmelzzementherst. geeigneten Schlacke nach Patent 611 696, dad. gek., daß die Randzone durch eine absatzweise entgegengesetzt radikale, sich kreuzende Schichtung des aus Brennstoff, Feinerz u. Kalkstein bestehenden Beschickungsgutes gasdurchlässig gemacht wird. Ein weiterer Anspruch betrifft die Vorr. — Es wird eine weitere Verbesserung der Gasdurchlässigkeit im Sinterungsbereich erzielt, die bei großen Schlackenmengen, wie sie bei Verhüttung sehr saurer oder armer Erze oder bei der Erzeugung von Portlandschmelzementschlacke anfallen, erwünscht ist. (D. R. P. 618 037 Kl. 18a vom 23/2. 1934, ausg. 31/8. 1935. Zus. zu D. R. P. 611 696; G. 1935. II. 1952.)

HABEL.

Soc. d'Electrochimie, d'Electrometallurgie et des Aciéries Electriques d'Ugine, Frankreich, *Entfernung von Schwefel und Phosphor aus Stahlschmelzen*. Stahl u. Schlacke werden unter gegenseitiger Durchdringung durchwirbelt; die Schlacke muß dünnfl. u. stark oxydierend sein, einen großen Überschuß an einer oder mehreren Basen besitzen u. ihren stark bas. Charakter bis zur Beendigung des Verf. beibehalten. Je höher der P- oder Si-Geh. des Stahles ist, desto größer muß die Basizität oder die Menge der Schlacke sein. Das Schmelzen der Schlacke wird durch das Metallbad, eventuell mit zusätzlicher Wärmezufuhr, bewirkt. Das Durchwirbeln von Metall u. Schlacke kann z. B. durch heftiges Aufgießen des Stahles auf die geschmolzene Schlacke erfolgen. Die Behandlung kann in einem bas. Konverter derart vorgenommen werden, daß man nach dem 1. Blasen die n. Entphosphorungsschlacke entfernt u. dann während eines kurzen Nachblasens eine stark bas. u. stark oxydierende Schlacke zwecks Entphosphorung u. Entschwefelung einwirken läßt; vorzugsweise ist hierbei der P-Geh. nach der 1. Entphosphorung bereits weitgehend herabgesetzt. — Es wird eine sehr schnelle u. weitgehende Entschwefelung, gegebenenfalls unter gleichzeitiger Entfernung des P erzielt. (F. P. 786 386 vom 27/2. 1935, ausg. 2/9. 1935. It. Prior. 7/3. 1934.)

HABEL.

Victor Hertl, Wien, *Behandlung von Metallbädern*, insbesondere von Fe-Bädern. Das Bad wird durch Ultraschallschwingungen von einer Frequenz von 50 000 Schwingungen je Sekunde u. darüber in schwingende Bewegung versetzt. Die Übertragung der mechan. Schwingungen auf das Metallbad kann mit Hilfe eines schwingenden Stabes oder einer Röhre oder dadurch erfolgen, daß das Gefäß mit dem fl. Metall-

inhalt selbst die Ultraschallwellen auf den fl. Inhalt von außen fortplantzt. Vor der Behandlung durch Schwingungen werden die beizulegenden Stoffe zugesetzt, um sie mit Hilfe der mechan. Schwingungen in dem Metallbad gleichmäßig zu verteilen. — Weitgehende Entgasung, erhöhte Homogenität, verbesserte mechan. (Festigkeit, Dehnung) u. gießtechn. Eig. (Oe. P. 142 886 vom 7/5. 1934, ausg. 25/9. 1935.) HABEL.

Karl Eckardt und Rudolf Ingrisch, Wien, *Härtestreupulver*, dad. gek., daß es aus 70—80 (Gewichtsteilen) $K_4[Fe(CN)_6]$, 2—5 Na_2CO_3 , 6—12 $NaCl$, 3—8 Acetylenruß, 1—3 Pottasche, 1—2 KNO_3 u. je 2—3 Gummi arabicum, Ammoniumcarbonat u. Salmiaksalz besteht. — Es wird eine tief in den Kern reichende Glashärte erzielt. (Oe. P. 142 401 vom 3/4. 1933, ausg. 25/7. 1935.) HABEL.

Firma Adolf Thöl, Hamburg, *Herabsetzung der Entzündbarkeit und Veränderung der Härtewirkung von Ölbädern zum Härten von Stahl*, dad. gek., daß den Bädern die phosphatidhaltigen Abfallerzeugnisse der Sojabohne in mehr oder weniger konz. Form hinzugefügt werden. Diese Abfälle enthalten 50—70% Phosphatide u. 25 bis 35% Sojaöl. — Die mit der Konz. veränderliche Härtungswirkg. wird auf den wechselnden Geh. an organ. P zurückgeführt. (D. R. P. 619 458 Kl. 18c vom 8/2. 1934, ausg. 1/10. 1935.) HABEL.

Y. Kamishima, Dairen, China, *Schneldrehstahl*. Er ist frei von B u. enthält ca. 18% W, 4,5% Cr u. 0,7% C u. ist legiert mit 6—10% Zr. (Hierzu vgl. Schwed. P. 83472; C. 1935. I. 3596.) (Schwed. P. 84 058 vom 5/8. 1931, ausg. 13/8. 1935.) DREWS.

Electro Metallurgical Co., Amerika, *Nahtlose Behälter aus Stahl mit austenit. Gefüge* u. mit bis 0,2% C, 15—25% Cr, 6—12% Ni u. bis 4% Nb + Ta, wobei Nb > Ta u. vorzugsweise Nb < 2% ist. Nb + Ta soll mindestens 4 mal, vorzugsweise 10 mal so groß wie der C-Geh. sein. — Die Behälter, insbesondere nahtlose Rohre, sind bei 400—650° sicher gegen interkristalline Korrosion. (F. P. 783 598 vom 2/1. 1935, ausg. 16/7. 1935. A. Prior. 20/3. 1934. E. P. 436 184 vom 4/1. 1935, ausg. 31/10. 1935. A. Prior. 20/3. 1934. Zus. zu E. P. 414 211; C. 1935. I. 3043.) HABEL.

Nicola Spinelli, S. Pietro al Tanagro, *Zündkerzenstift für Explosionsmotore*, bestehend aus sehr hartem Stahl mit 15—18% Ag. (It. 316 252 vom 28/4. 1933.) HABB.

Canadian Westinghouse Co. Ltd., Hamilton, Ontario, übert. von: **Frygve D. Jensen und Albert A. Frey**, Wilkinsburg, Pa., V. St. A., *Glühen von ferromagnetischem Werkstoff* mit 40—60% Fe u. 60—40% Ni. Die fertig bearbeiteten Bleche werden 2—24 Stdn. bei 900—1300° geglüht, während durch den Ofen ein vorher getrocknetes u. gereinigtes inertes Gas geleitet wird. — Die Maximalpermeabilität beträgt 100 000—113 000. Vgl. A. P. 1 869 025; C. 1933. I. 3360. (Can. P. 344 224 vom 21/6. 1932, ausg. 28/8. 1934.) HABEL.

Deutsche Edelstahlwerke Akt.-Ges., Krefeld, *Herstellung von Dauermagneten hoher Remanenz und Koerzitivkraft, insbesondere Lautsprechermagneten*. Der Magnet besteht ganz oder zum Teil aus gesintertem Werkstoff, insbesondere mit einer Zus. von 10—90% Fe, 0,5—0,7% C, 5—50% Co u. 1—10% W; beim Sintern u. beim Zusammenbau von gesinterten mit gegossenen Einzelteilen können vorteilhaft Co-Oxalat u. Co-Acetat als Bindemittel verwendet werden. — Die durch Sintern hergestellten Magnete sind den durch Gießen oder Walzen hergestellten überlegen. (Oe. P. 140 126 vom 8/10. 1932, ausg. 10/1. 1935. D. Prior. 8/10. u. 13/10. 1931. F. P. 743 807 vom 8/10. 1932, ausg. 7/4. 1933. D. Prior. 8., 13. u. 15/10. 1931. E. P. 399 318 vom 10/10. 1932, ausg. 26/10. 1933. D. Prior. 8/10. 1931.) HABEL.

Oesterreichisch-Amerikanische Magnesit A.-G., Österreich, *Gießen von Magnesium*, bei welchem die Oberfläche des zu vergießenden Metalles mit Sulfiden in Berührung gebracht wird, dad. gek., daß Sulfide des Antimons oder Wismuts verwendet werden. — Durch Anwendung ein u. desselben Mittels wird einmal das geschmolzene Mg beim Vergießen vor Oxydation geschützt u. andererseits die Korrosionsbeständigkeit der Gußstücke erhöht. (Oe. P. 142 935 vom 25/4. 1934, ausg. 10/10. 1935.) FENNEL.

Dow Chemical Co., Midland, Mich., übert. von: **John A. Hann und William H. Gross**, *Reinigen von Magnesium und Magnesiumlegierungen*. Es wird eine Lsg. verwendet, die in 100 cem 10—30 cem konz. HNO_3 , 5—30 g eines Magnesiumsalzes, wie $Mg(NO_3)_2$ oder $MgSO_4$, u. 5—40 g einer Cr-Verb., wie die Chromate oder Bichromate von NH_3 , Ca, Mg, Na oder K enthält. Durch den Zusatz der Magnesiumsalze wird die Metalloberfläche selbst vor dem Angriff der Säure geschützt. (A. P. 1 992 204 vom 23/12. 1931, ausg. 26/2. 1935.) HÖGEL.

Dow Chemical Co., Midland, Mich., übert. von: **John A. Hann** und **William H. Gross**, *Reinigen von Magnesium und Magnesiumlegierungen*. Um bei der Reinigung von Gegenständen aus Mg oder Mg-Legierungen mit H_2SO_4 , H_3PO_4 oder HCl den Angriff der Säure auf Metalloberfläche zu verhindern, werden diesen Säuren Mg-Salze, wie $MgSO_4$, $Mg(H_2PO_4)_2$ u. $MgCl_2$ zugesetzt, u. zwar bei H_2SO_4 zweckmäßig die Sulfate, bei H_3PO_4 die Phosphate u. bei HCl die Chloride. Weiterhin können auch noch die Chromate oder Bichromate von NH_3 , Ca, Mg, Na u. K zugesetzt werden. Eine günstige Zus. der Lsgg. ist eine solche, die in 100 ccm 5—25% konz. Säure, 5—30 g Mg-Salz u. 5—30 g Chromat oder Bichromat enthält. (A. P. 1992 205 vom 23/12. 1931, ausg. 26/2. 1935.) HÖGEL.

Electro Metallurgical Co. (Erfinder: **Frederick Mark Becket**), New York, V. St. A., *Herstellung von Nioblegierungen* aus Nb_2O_5 enthaltenden Ausgangsstoffen, besonders Columbiterzen, die beträchtliche Mengen an Ta u. Ti enthalten. Zur Erzielung von Legierungen, in denen das Verhältnis der Gehh. an Nb zu Ta u. Ti größer als im Erz ist, schm. man dieses mit Si als Red.-Mittel, das in erster Linie die Nb-Oxyde reduziert. Zweckmäßig wird dabei mit einer bas. Schlacke gearbeitet. Aus einem Erz mit 56% Nb_2O_5 , 6% Ta_2O_5 u. 5% TiO_2 , in dem also das Verhältnis von Nb zu Ta bzw. Ti 8:1 bzw. 12:1 war, wurde bei Zumischung von 24,3% Si eine Nb-Fe-Legierung erschmolzen, die 55,6% Nb, 1,8% Ta, 0,15% Ti u. 6,7% Si enthielt. Das Verhältnis der Gehh. von Nb:Ta, Nb:Ti bzw. Nb:Si betrug somit 32:1, 70:1 bzw. 8,3:1. Da die Schlacken verhältnismäßig reich an Ta sind, schm. man sie nochmals mit Si zu einer an diesem Element reichen Legierung, die als Red.-Mittel für frisches Erz dient. (E. P. 434 400 vom 26/3. 1935, ausg. 26/9. 1935. A. Prior. 11/4. 1934.) GEISZLER.

Carl Gottfried Rudolf Melzer, Langenberg, Rheinland, *Schwimmmaufbereitung* von edelmetallhaltigen Erzen. In der Erztrübe wird für die Ggw. von koagulierten kolloidalen Sulfiden oder Sulfosalzen von Cu, Pb, Ag oder Hg gesorgt. Die genannten Verbb. haften an den Edelmetallen u. machen sie besonders leicht schwimmfähig. Ein geeigneter Zusatz kann z. B. dad. hergestellt werden, daß man eine verd. Pb-Salzlsg. (1—2%) mit einer verd. Alkalisulfidlg. (etwa 1%) zur Rk. bringt oder H_2S in sie einleitet. Die Koagulation der kolloidalen Sulfide erreicht man durch Erhitzen oder langsame Durchrührung der Fl. (E. P. 432 105 vom 22/12. 1933, ausg. 15/8. 1935. Zus. zu E. P. 407 963; C. 1935. I. 1301.) GEISZLER.

Beryllium Corp., New York, übert. von: **Joseph Kent Smith**, Detroit, Mich., V. St. A., *Goldlegierung*, bestehend aus 0,2—5% Be, Rest Au. Gegebenenfalls kann die Legierung noch die bei Au-Legierungen üblichen Zusätze, wie Cu, Ag, Ni oder Al, enthalten. Infolge des Geh. an Be ist der Werkstoff besonders hart. (A. P. 2 015 499 vom 22/12. 1931, ausg. 24/9. 1935.) GEISZLER.

Soc. Industrielle & Commerciale des Aciers, Frankreich, *Herstellung von Dauermagneten*. Als Ausgangsstoff dient eine aus Mischkristallen aufgebaute Legierung, deren Gehh. sich wie die einfachen oder mehrfachen At.-Gew. der betreffenden Bestandteile zueinander verhalten. Es kommen z. B. Legierungen aus 30—40% Fe, Rest Pd oder 18—28% Fe, Rest Pt in Betracht. Die aus den Werkstoffen hergestellten Gegenstände werden einer Wärmebehandlung unterworfen, die eine Gleichrichtung der Atome im Krystall bewirkt, wodurch eine Steigerung der Koerzitivkraft eintreten soll. Die Wärmebehandlung kann z. B. in einem Glühen bei hohen Temp. u. einem darauf folgenden Abschrecken u. Anlassen bei niedrigerer Temp. oder einem langsamen Abkühlen von der Glühtemp. bestehen. Eine Legierung aus 34,4% Fe, Rest Pd (was einem At.-Gew.-Verhältnis von 1:1 entspricht) weist z. B. im gegossenen Zustand eine Koerzitivkraft von 2 Oerstedt, nach mehrstd. Glühen bei 500° dagegen eine solche von 260 Oerstedt auf. (F. P. 785 732 vom 16/2. 1935, ausg. 17/8. 1935. D. Prior. 25/5. 1934.) GEISZLER.

Fried Krupp Akt.-Ges., Essen, *Herstellung von homogenen, harten Legierungen* aus schwer schmelzenden Metallen, wie W, Mo, Cr, Ur, Ti oder V, ferner C, B oder Si u. gegebenenfalls Hilfsmetallen, wie Fe, Ni oder Co. Die Bestandteile werden durch Schmelzen miteinander vereinigt. Das erstarrte Metall wird dann zu Pulver zerkleinert, das in Formen gepreßt u. z. B. bei 1500—1900° gesintert wird. Die Bedingungen beim Sintern werden derart geregelt, daß eine Kornvergrößerung möglichst vermieden wird. Sollte diese dennoch in geringem Umfang eingetreten sein, so wird sie durch ein weiteres Erhitzen bei 1000—2000° wieder rückgängig gemacht. Das Schmelzen u. Sintern soll in reduzierender Atmosphäre unter vermindertem Druck vor sich gehen. (E. P.

331 121 vom 25/7. 1929, ausg. 17/7. 1930. F. P. 679 531 vom 30/7. 1929, ausg. 14/1. 1930. It. P. 282 668 vom 2/8. 1929.)

GEISZLER.

G. A. Meerson, U. S. S. R., *Herstellung harter Legierungen*. Gepulverte Metallcarbide, z. B. W- oder V-Carbid, werden unter Zusatz von Bindemitteln, wie metall. Co u. Cr, bei etwa 1400° u. Drucken über 100 at gepreßt u. die erhaltenen Preßlinge in einer inerten Gasatmosphäre etwa 1—1,5 Stdn. auf eine Temp. erhitzt, die in der Nähe des Eutektikums der Legierung liegt. 75% W-Carbid, 13% V-Carbid, 10% Co u. 2% Cr werden bei 1480° unter einem Druck von über 100 at gepreßt u. darauf im elektr. Ofen im inerten Gastrome auf 1350—1420° erhitzt. (Russ. P. 43 157 vom 9/6. 1934, ausg. 31/5. 1935.)

RICHTER.

Leadizing Co., Chicago, Ill., V. St. A., *Lager*, bestehend aus einem äußeren Metallkörper aus Stahl, Messing, Bronze, Cu o. dgl. der mit einer Schicht aus einer Ca-Pb-Legierung mit mindestens 95% Pb ausgekleidet ist. Um eine gute Verb. zwischen der Auskleidung u. dem Grundmetallkörper herzustellen, übergießt man den ersten mit einer auf 340—370° erhitzten Pb-Legierung, die 20—30% Sn enthält. Als Flußmittel dient vorzugsweise eine wss., 50—75% ZnCl₂ enthaltende Lsg. Die Gießtemp. der Ca-Pb-Legierung soll 480—550° betragen (vgl. auch Can. P. 321 255; C. 1934. II. 2746). (E. P. 434 277 vom 24/2. 1934, ausg. 26/9. 1935.)

GEISZLER.

Fansteel Products Co., North Chicago, übert. von: Roy Arthur Haskell, Waukegan, Ill., *Herstellung von Bimetallkörpern*. Zur Herst. von mit Ta oder Nb überzogenen Gegenständen aus Cu, Ag oder anderen Metallen fertigt man die Gegenstände aus dünnen Blechen des Überzugmetalles an u. schlägt dann das eigentliche Basismetall, Cu oder Ag, hierauf in der erforderlichen Stärke nieder. (A. P. 2014 566 vom 27/5. 1931, ausg. 17/9. 1935.)

MARKHOFF.

Oxweld Acetylene Co., West-Va., übert. von: James M. Keir, Bayside, N. Y., V. St. A., *Lichtbogenschweißelektrode*, insbesondere zum Schnellschweißen von C-haltigen Stählen. Sie besteht aus einer Fe-Legierung mit 1,5—6% Si, 1,75—6% Mn u. bis zu 0,6% C. Die Elektrode ergibt Schweißen großer Festigkeit u. Dehnbarkeit. (A. P. 1 921 528 vom 30/9. 1929, ausg. 8/8. 1933.)

H. WESTPHAL.

American Murex Corp., New York, V. St. A., übert. von: Aubrey Thomas Roberts und John Hamilton Paterson, Walthamstow, London, England, *Elektrische Schweißelektrode* mit einer elektr. leitenden Umhüllung. Diese besteht aus pulverigem oder feinkörnigem Metall, welches durch ein Bindemittel, wie Leim, Harz, Wasserglas u. dgl. festgehalten wird. Im allgemeinen ist das Metall der Umhüllung das gleiche wie das des Kerns, jedoch können außer Fe — z. B. bei Fe-Elektroden — auch Si, Al usw. Verwendung finden. Das Metall der Hülle soll mindestens 15% des Kernmetalls entsprechen, jedoch kann die Menge auf 10% herabgesetzt werden, wenn ihr etwa 6% Mn zugesetzt werden. Die Umhüllung kann auch 5% mineral. Stoffe in kolloidaler oder semikolloidaler Verteilung enthalten, z. B. Ton oder SiO₂. Das Metall der Umhüllung schützt durch seine Verbrennung die Schweißstelle vor Aufnahme von O₂, N₂ u. anderen schädlichen Stoffen. (A. P. 2 009 240 vom 6/12. 1932, ausg. 23/7. 1935.)

H. WESTPHAL.

August R. Nyquist, Roseau, Minn., V. St. A., *Umhüllte Schweißelektrode*. Die Umhüllung besteht aus MgSO₄, KNO₃ u. MgCO₃, die zu gleichen Teilen vorhanden sind. Die Elektrode, die zum Schweißen von Stahl u. Gußeisen geeignet ist, ergibt von Verunreinigungen freie Schweißen u. kann gut zum Schweißen an senkrechter Wand u. zum Überkopfschweißen verwendet werden. (A. P. 1 922 692 vom 25/3. 1930, ausg. 15/8. 1933.)

H. WESTPHAL.

General Electric Co., übert. von: Walter B. Leir, Scotia, N. Y., V. St. A., bzw. British Thomson-Houston Co. Ltd., London, England, *Flußmittel für elektrische Schweißelektroden*, das entweder auf die nackte Elektrode aufgetragen ist oder zum Tränken einer aus Cellulose bestehenden Umhüllung dient. Es besteht zu gleichen Teilen aus Feldspat, besonders K-Feldspat, TiO₂ u. fl. Na-Silicat. Die M. kann noch bis 8% Ferromangan enthalten. Das Na-Silicat hat vorzugsweise ein spezif. Gewicht von 40° Baumé u. enthält Na₂O u. SiO₂ im Verhältnis 1:3,25. Die Elektrode ergibt feste u. gut dehnbare Schweißen. (A. P. 2 010 695 vom 27/2. 1934, ausg. 6/8. 1935. E. P. 430 722 vom 27/2. 1935, ausg. 18/7. 1935. A. Prior. 27/2. 1934.) H. WESTPHAL.

Allgemeine Elektrizitäts-Gesellschaft (Erfinder: Hermann Blomberg), Berlin, *Punkt- bzw. Rollenschweißelektrode zum Schweißen von Eisenwerkstücken*, gek. durch die Verwendung der bei Schalterkontakten bekannten Cu-Si-Legierung. Besonders zweckmäßig ist ein Si-Geh. bis zu 4,5%. Zur Herst. der Legierungen empfiehlt sich

die Verwendung von Elektrolyt-Cu u. 50%ig. Si-Kupfer u. die Fernhaltung anderer Zusätze. Die Elektrode besitzt neben hoher Härte u. genügender Leitfähigkeit eine außerordentlich geringe Legierungsfähigkeit mit Fe-haltigen Werkstücken. (D. R. P. 603 741 Kl. 21h vom 3/6. 1930, ausg. 6/10. 1934.) H. WESTPHAL.

Jack Churchward, New Haven, Conn., V. St. A., *Lichtbogenschweißelektrode zum Schweißen von Aluminium*. Die als positiver Pol dienende Elektrode besteht aus 77 bis 92% Al u. 23—8% Zn. Sie besitzt außer einer Hülle aus CaCO₃ eine Faserstoffumhüllung, die mit ZnCl₂ bedeckt bzw. getränkt ist. Beim Schweißen wird das Werkstück zweckmäßig auf ca. 150° vorehitzt. (A. P. 1 869 667 vom 8/7. 1922, ausg. 2/8. 1932.) H. WESTPHAL.

Stefan Bach, Nürnberg, und **Konrad Kurz**, Fürth, Bayern, *Prägefolie*. Zu D.R.P. 611353; C. 1935. II. 433 ist nachzutragen: Statt Au kann auch Ag, Pd u. Pt oder deren Legierungen auf Unterlagen kathod. zerstäubt werden, die aus Cellulosehydrat, -acetat o. dgl. bestehen; diese Trägerfolien können auch noch mit einem durchsichtigen, gefärbten Lack überzogen werden. Der Metallbelag wird abschließend mit einem Wachshäutchen versehen. Als Anwendungsgebiet wird unter anderem das Bedrucken von Leder, Galalith u. dgl. erwähnt. (It. P. 318 965 vom 22/3. 1934.) SALZMANN.

W. D. Romanow und **D. W. Stepanow**, U. S. S. R., *Galvanisieren von Metallgegenständen*. Der zu galvanisierende Gegenstand wird mit der Kathode verbunden u. dann mittels einer Düse, die in der hohlen Anode untergebracht ist, mit der Elektrolytfl. bespült, der gepulverte Schleifmittel, z. B. Quarz oder Korund, zugesetzt sind. (Russ. P. 43 526 vom 9/11. 1934, ausg. 30/6. 1935.) RICHTER.

D. N. Shukow, U. S. S. R., *Anodische Oxydation von Aluminium für elektrische Kondensatoren*. Al wird der anod. Oxydation in einer Elektrolytfl. unterworfen, die Alkalimolybdat oder -wolframat, insbesondere NH₄-Molybdat oder -Wolframat, in Mischung mit organ. Säuren, wie Citronen-, Wein- oder Oxalsäure, bzw. ihren Alkalisalzen, enthält. (Russ. P. 43 460 vom 11/8. 1934, ausg. 30/6. 1935.) RICHTER.

Texas Co., New York, übert. von: **Ross C. Powell**, Forest Hill, N. Y., V. St. A., *Herstellung von korrosionssicheren Überzügen auf Destillierkesseln für aus Kohlenwasserstoffen bestehende Öle*. Nach Erhitzung des Kessels auf 1900—2300° F wird auf die Oberfläche mit Hilfe einer Metallspritzpistole eine Cr-Schicht aufgebracht u. der Überzug dann einem Preßdruck unterworfen, um eine dicke gleichmäßige Schicht zu erhalten. Man kann auch Al-Schichten aufbringen, benötigt dann aber nur eine Temp. von 900 bis 1150° F. (A. P. 2 013 185 vom 24/6. 1932, ausg. 3/9. 1935.) MARKHOFF.

[russ.] **G. A. Abramo**, **K. P. Bataschow** u. **A. I. Shurin**, Laboratoriumspraktikum über die Elektrometallurgie der Nichteisenmetalle. Leningrad: Steklogr. LII 1935. (III, 136 S.)

[russ.] **Anatoli Grigorjewitsch Betehtin**, Das Platin u. andere Mineralien der Platingruppe. Moskau-Leningrad: Isd-wo Akad. nauk SSSR. 1935. (148 S.) 7 Rbl.

R. Castro, Progrès dans la technique de la métallographie microscopique. Paris: Hermann et Cie. 1935. (58 S.) 12 fr.

C. F. Keel, La soudure autogène aux ateliers de Constructions et de Réparations. Paris: Ch. Béranger. 1936. (63 S.) Br.: 6 fr.

IX. Organische Industrie.

L. M. Tschaschnik, *Zur Frage der Methanolsynthese*. Entw. von Formeln zur Berechnung der Konz. des Methanols im Gleichgewicht u. der maximalen Leistungsfähigkeit einer Apparatur in Abhängigkeit vom Verhältnis H₂:CO, sowie der Menge inerte Gase (CO₂, N₂) unter n. Betriebsverhältnissen (200 at, 400°). (J. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyshlennosti] 12. 366—69. 1935.) BERSIN.

R. Heublum, *Furfurol*. (Vgl. C. 1935. II. 1970.) Vf. berichtet zusammenfassend über die industriellen Verwertungsmöglichkeiten von Furfurol u. einigen seiner Derivv., über die großtechn. Darstellungsverf. für den Aldehyd u. das dazu benutzte Ausgangsmaterial. (Metall-Woche 1935. 61—62. 79. 25/10. Berlin.) SCHICKE.

J. N. Rostowski und **T. W. Scheremetewa**, *Zur Frage der Gewinnung von Bornylchlorid*. Zur Herst. von Bornylchlorid kann die HCl-Sättigung der Pinenfraktion auch bei Temp. bis 90° erfolgen. Die Rk. darf nicht in Pb- oder Cu-Gefäßen ausgeführt werden; geeignet sind mit Resollack überzogene App. (Plast. Massen [russ.: Plastitscheskoe Massy] 1935. Nr. 3. 33—34.) SCHÖNFELD.

G. J. Nikolajew, *Gewinnung von Phenanthren*. II. Mitt. Die halbtechn. Durchführung der früher (C. 1932. II. 286. I. Mitt.) beschriebenen Extraktion von Phenanthren aus Anthracenschlamm lieferte 47,3—54,5% eines hellen Prod., das sich als Zusatz zu Paraffinlichten bewährte. (J. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyslennosti] 12. 406—09. 1935. Charkow, Kohlechem. Inst.) **BER SIN.**

A. M. Monosson, W. A. Plesskow und A. I. Schattenstein, *Reinigung von Rohanthracen mittels flüssigen Ammoniaks*. Die Nachprüfung des Verf. von WILTON (D. R. P. 113 291) in Laboratoriumsverss. auf Grund von Löslichkeitsbestst. ergaben seine Brauchbarkeit u. Überlegenheit gegenüber der Reinigung mit fl. SO₂. (J. chem. Ind. [russ.: Shurnal chimitscheskoi Promyslennosti] 12. 389—90. 1935. KARPOW-Inst.) **BER SIN.**

Dow Chemical Co., übert. von: **Gerald H. Coleman**, Midland, Mich., V. St. A., *Reinigung von Tetrachloräthylen*. Rohes *Tetrachloräthylen* des Handels, das durch andere Chlorparaffine, Chlorcarbonsäuren, Phosgen usw. verunreinigt sein kann, wird am Rückflusssäule mit ca. 1% Al oder Al-Halogenid gekocht, bis die HCl-Entw. aufhört. Aus dem Gemisch wird das gereinigte Prod. mittels Dampf abgetrieben. Das wasserhaltige Dest. wird hierauf vom W. getrennt, getrocknet u. fraktioniert dest. (A. P. 2 000 881 vom 20/11. 1933, ausg. 7/5. 1935.) **PROBST.**

H. Th. Böhme Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von Alkylenen aus Aminen*. Sekundäre Amine mit unverzweigter Kette von mehr als 8 C-Atomen (*Undecylphenyl-, Pentadecylphenyl-, Heptadecylphenyl-, Äthylheptadecyl-, Diheptadecylmethylphenylamin*) werden in Ggw. von Katalysatoren (Mineralsäuren: Halogenwasserstoffsäuren, H₃PO₄, H₃PO₃, SiO₂, Zinkchloridchlorwasserstoffsäure, Pyrophosphorsäure, Polykieselsäuren, Phosphorwolframsäure oder Salze: ZnCl₂, Chloride des Co, Ni oder Cu), die in stöchiometr. Menge oder darunter zur Anwendung gelangen, bis zur Abspaltung des Amins erhitzt. — *Heptadecylphenylamin* wird in einem HCl-Strom allmählich bis auf ca. 220—250° erhitzt. Die Erhitzung wird fortgesetzt, bis die Dest. des Rk.-Prod. zum Stillstand kommt. Das Destillat besteht aus ca. 25% *Heptadecylen* u. ca. 75% *Heptadecylchlorid*, das sich durch HCl Abspaltung leicht in das erstere umwandeln läßt. Aus *Undecylphenylamin* wird auf ähnliche Weise *Undecylen* erhalten. (F. P. 785 005 vom 31/1. 1935, ausg. 31/7. 1935. D. Prior. 17/3. 1934.) **PROBST.**

Robert G. Wulff, Los Angeles, Cal., V. St. A., *Gewinnung von Acetylen*. Aus einem vorgekühlten, *Acetylen* u. *Äthylen* enthaltenden Methan-Wasserstoffgemisch werden *Acetylen*, *Äthylen* u. Spuren *Methan* bei ca. —80° mittels *Hexan* herausgewaschen. Aus dem mit diesen Gasen beladenen Waschmittel werden hierauf durch Erwärmen auf —12° *Methan* u. Spuren *Äthylen* abgetrieben. Durch weitere Steigerung der Temp. auf ca. 87° verflüchtigt man bei einem Dampfdruck des Hexans von 2 at aus demselben *Acetylen*, *Äthylen* u. Spuren *Hexan*. Dieses Gemisch trennt man bei —70° in seine Komponenten. — An Stelle von *Hexan* können auch andere *Paraffin-KW-stoffe*, sowie *Aceton*, *Acetaldehyd*, A. usw. verwendet werden. (A. P. 1 938 991 vom 22/8. 1928, ausg. 12/12. 1933.) **PROBST.**

F. N. Woronow und A. W. Woronowa, U.S.S.R., *Darstellung von Divinyl*. Spalt- oder Koksofengase werden in zwei Stufen auf etwa 700—750° erhitzt, wobei nach der ersten Stufe aus den Rk.-Gasen die *Äthylen-KW-stoffe* entfernt werden u. die verbleibenden ungesätt. *KW-stoffe* unter dauernder Entfernung der das *Divinyl* u. *Amylenbenzol* enthaltenden Fraktionen, z. B. mittels Aktivkohle, in der zweiten Stufe erhitzt werden. Aus der Aktivkohle wird das *Divinyl* durch W.-Dampf u. darauf folgende Fraktionierung abgeschieden. (Russ. P. 43 473 vom 23/5. 1934, ausg. 30/6. 1935.) **RICHTER.**

Deutsche Hydrierwerke A. G., Rodleben (Erfinder: **Walther Schrauth**, Berlin), *Gewinnung von Methylalkohol aus Rohholzgeist* durch katalyt. Behandlung mit H₂ oder diesen enthaltenden Gasgemischen in Ggw. von Katalysatoren bei höheren Temp., dad. gek., daß man den Rohholzgeist in fl. Phase unter erhöhtem Druck bei Temp. unterhalb 300° behandelt u. aus dem erhaltlichen Alkoholgemisch den Methylalkohol durch einfache Fraktionierung abscheidet. Man erhitzt z. B. mit H₂ in Ggw. eines Hydrierungskatalysators 2—3 Stdn. auf 100—150° unter 60 at. (D. R. P. 619 438 Kl. 12 o vom 6/4. 1932, ausg. 17/10. 1935.) **KÖNIG.**

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: **Henry S. Rothrock**, Wilmington, Del., V. St. A., *Herstellung niedrigmolekularer mehrwertiger Alkohole* aus höhermolekularen mehrwertigen Alkoholen durch katalyt. Hydrierung in Ggw. eines Hydrierungs-

katalysators (Co, Ni) enthaltend eine schwache bas. Verb., wie Erdalkalcarbonate, Borax, Al(OH)₃, Na₂CO₃, bei hohen Temp. (200°) u. hohen Drucken (1000 Pfund pro Quadratzoll). Die Rk. kann in wss. oder anderer Lsg., wie z. B. in A., Decalin, Propylenglykol, durchgeführt werden. — 150 g Glucose u. 75 g W. werden in Ggw. von 15 g Ni u. 10 g CaCO₃-Pulver bei 1800 Pfund Druck u. 150° mit H₂ geschüttelt. Nach 25 Min. hört die Adsorption des H₂ auf, es hat sich Sorbit gebildet. Die Temp. wird anschließend auf 250° u. der Druck auf 1000—2500 Pfund erhöht. Nach 60 Min. wird abgekühlt, vom Katalysator filtriert u. mittels fraktionierter Dest. im Vakuum 24 g Glycerin u. 35 g Äthyl- u. Propylenglykol gewonnen. Eine Druckerhöhung ergibt eine Ausbeutesteigerung an diesen mehrwertigen Alkoholen. Andere Monosaccharide, wie Fructose, Xylose, Mannose, Arabinose, Rhamnose u. dgl. können an Stelle Glucose Verwendung finden. Kohlenhydrate, wie Stärke, werden vor der katalyt. Hydrierung hydrolysiert, da unhydrolysierte Stärke bei der katalyt. Hydrierung ganz geringe Ausbeuten ergibt. 300 g Stärke in 380 g W. trägt man unter heftigem Rühren in eine Lsg. von 25,6 g konz. H₂SO₄ in 500 g W. u. hält die Mischung auf Kp.-Temp. Dann wird am Rückfluß 3 Stdn. u. 20 Min. gekocht, mit CaCO₃ neutralisiert u. filtriert, 92% der Stärke war zu Glucose hydrolysiert. Die eingedickte Lsg. wurde in Ggw. von 15 g Ni u. 5 g CaCO₃ bei 250° u. 3400—4400 Pfund 55 Min. lang hydriert. Man erhält aus etwa 150 g Stärke, 40 g (26,7%) Glycerin u. 42 g (28%) einer Mischung von Äthyl- u. Propylenglykol. Die Polysaccharide werden vor der Hydrierung zu Monosacchariden hydrolysiert u. dann zu den entsprechenden Zuckeralkoholen u. weiter zu den niederen mehrwertigen Alkoholen hydriert. An Stelle von Ni oder Co können Nickelchromit oder Cu-Zn-Kompositionen verwendet werden. (A. P. 2 004 135 vom 23/12. 1932, ausg. 11/6. 1935.) KÖNIG.

Böhme Fettchemie-Ges. m. b. H. (Erfinder: Heinrich Bertsch), Chemnitz, Herstellung von hochmolekularen Acetalen durch Umsetzung von Aldehyden mit Alkoholen die mehr als 8 C-Atome enthalten, bei erhöhter Temp. u. in Ggw. von Katalysatoren, dad. gek., daß man annähernd die berechnete Menge der Komponenten anwendet u. die Temp. nur so weit steigert, daß kein die Schichtenbildung der Rk.-Prodd. störender Siedevorgang eintritt. — 75 Butyraldehyd (I) werden mit 560 Oleinalkohol (II) vermischt. Hierauf werden der Mischung etwa 3—5 konz. H₂SO₄ zugesetzt, u. das Ganze wird in einem Rk.-Gefäß auf etwa 80—90° erwärmt. Nach mehrstd. Erhitzen hat sich der größte Teil der Rk.-Komponenten unter Acetalbildung kondensiert. Das sich hierbei bildende W. sammelt sich am Boden des Rk.-Gefäßes an u. kann abgelassen werden. Man erhält das Diolelacetal von I. An Stelle von I können andere Aldehyde oder deren Polymere, an Stelle von II andere gesätt. oder ungesätt. Alkohole mit mehr als 8 C-Atomen, wie z. B. Decyl-, Laurin-, Myristin-, Cetyl-, Octadecylalkohol, Undecenol, Hexadecenol usw. verwendet werden. Aus Triisobutyraldehyd u. Undecenol erhält man das Divundecylacetal des I. Aus Paraldehyd u. Dodecylalkohol erhält man das Didodecylacetal des Acetaldehyds. Aus Paraformaldehyd u. Decylalkohol erhält man das Didecylacetal des CH₂O (III). III u. Octadecylalkohol auf 85—95° erwärmt, ergibt das Dioctadecylacetal des III. (D. R. P. 621 962 Kl. 12 o vom 3/1. 1933, ausg. 16/11. 1935.) KÖNIG.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Willi Schmidt und Karl Huttner, Ludwigshafen a. Rh.), Herstellung von Aminen in Abänderung des Verf. des Patents 599 103, dad. gek., daß man zur Umsetzung mit den Carbonsäuren oder deren funktionellen Abkömmlingen an Stelle von Derivv. des NH₃ hier solche organ. Verbb. verwendet, die unter den benutzten Arbeitsbedingungen in Amine übergeführt werden. — Z. B. werden 107 g Laurinsäuremethylester (I) u. 117 g Benzylcyanid in Ggw. von 10 g eines Co-Katalysators bei 270° u. 200 at Druck mit H₂ behandelt. Es entsteht β-Phenyläthyl-dodecylamin u. daneben Mono- u. Di-β-phenyläthylamin. In ähnlicher Weise erhält man aus I, Cyclohexanol u. NH₃ ein Gemisch von Mono- u. Dicyclohexylamin, Dodecylamin u. Cyclohexyl-dodecylamin (Kp.₁₂ 180—181°); aus Palmkernfett, Acetaldehyd u. NH₃ ein Amingemisch; aus I u. Pyridin das N-Dodecylpiperidin (Kp.₁₅ 190—195°); aus Cocosfettsäuremethylester u. Acetonitril (II) ein Amingemisch u. Diäthylamin; aus Palmkernfettsäure u. II ein Amingemisch. (D. R. P. 618 109 Kl. 12 q vom 28/1. 1934, ausg. 2/9. 1935. Zus. zu D. R. P. 599 103; C. 1934. II. 4496.) NOUVEL.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Aminoalkylierung von Aminen. Vgl. D. R. P. 602 049; C. 1934. II. 4020. Nachzutragen ist: Man erhitzt Formanilid mit Na u. Diäthylaminoäthanol (I) in Dekahydronaphthalin (II) 4 Stdn. auf 140°, wobei N-Diäthylaminoäthylanilin erhalten wird, Kp.₁₄ 145°. — Aus α-Diäthylamino-δ-pentyl-

alkohol (III) u. Formyl- β -naphthylamin u. Na (24 Stdn., 180°) wird 2-(α -Diäthylamino- δ -pentylamino)-naphthalin erhalten, Kp.₁ 195°. — Aus III, Na-Amid u. Tetrahydronaphthalin nach Erhitzen auf 100° bis zur Beendigung der NH₃-Abspaltung wird durch Rk. mit Formyl- δ -amino-6-methoxychinolin das δ -(α -Diäthylamino- δ -pentylamino)-chinolin erhalten, Kp.₃ 196—198°. — Aus I, Formylbenzylamin u. Na in II das *N*-Diäthylaminoäthylbenzylamin, Kp._{1,5} 135°. — Aus 2-Formylaminopyridin, γ -Piperidino- β -dimethylpropylalkohol (IV) u. Na in II das 2-(γ -Piperidino- β -dimethylpropylamino)-pyridin, Kp.₁₄ 186—188°. — 4-(γ -Piperidino- β -dimethylpropylamino)-pyridin ebenso, Kp.₂ 183—186°, F. 78—79°. — Aus Formyl-dodecylamin, I u. Na in II *N*-Diäthylaminoäthyl-dodecylamin, Kp.₃ 195—210°. Aus Anilin (V), I u. Borphosphorsaure, 24 Stdn. bei 180—185° rühren, Bis-(*N*-diäthylaminoäthyl)-anilin, Kp.₁₃ 190°. — *N*-Diäthylaminoäthylbutylamin hat Kp.₁₀ 87—90°. — Aus Methylanilin, I u. P₂O₅ in Xylol das *N*-Methyl-(diäthylaminoäthyl)-anilin, Kp.₁₅ 145—146°, F. des Pikrats 113°. Aus 1,3-Phenylendiamin u. I in Xylol mit P₂O₅ ein Öl, Kp.₁ 208—212°. — Aus V, 2-(*n*-Butylamino)äthan-1-ol u. P₂O₅ das *N*-(*n*-Butylaminoäthyl)-anilin, Kp.₅ 144—145°, Pikrat F. 145 bis 147°; daneben eine Verb. vom Kp.₅ 190—191°, F. des Pikrats 167°, vermutlich die bisaminoalkylierte Verb. — Aus V, Aminoäthanol u. AlCl₃, 12 Stdn., 180—185°, das *N*-Phenyläthylendiamin, Kp.₂₅ 153—155°, F. des Dihydrobromids 198°. (E. P. 433 625 vom 17/2. 1934, ausg. 12/9. 1935.)

ALTPETER.

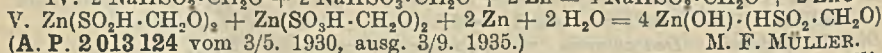
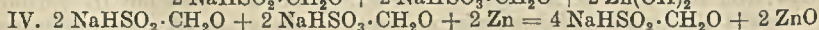
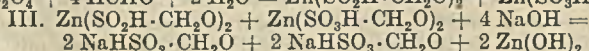
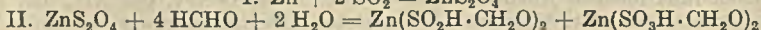
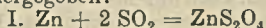
E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Arthur Lawrence Fox, Wilmington, Del., V. St. A., Herstellung von Aminhydrohalogeniden. Dämpfe von Aminen werden mit gasförmigem HCl, HBr oder H₂F₂ bei Temp. unterhalb 471° vereinigt. Z. B. werden 90 Teile Pyridindampf u. 75 Teile HCl innerhalb von 1 Stde. durch einen auf 220° erhitzten Rk.-Raum geleitet. Das als Fl. erhaltene Pyridinhydrochlorid kristallisiert beim Abkühlen. In ähnlicher Weise lassen sich die Hydrochloride, -bromide oder -fluoride von Methyl-, Äthyl-, Propyl-, Butyl-, Benzylamin, Anilin, Toluidin, Äthylanilin, Anisidin, Phenylendiamin, Naphthylamin, Piperidin usw. sowie der entsprechenden sekundären u. tertiären Amine herstellen. (Hierzu vgl. auch A. P. 1878675; C. 1933. I. 2315.) (A. P. 2 007 189 vom 6/5. 1932, ausg. 9/7. 1935.)

NOUVEL.

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: Lee Cone Holt, Edgemoor, und Herbert Wilkens Daudt, Wilmington, Del., V. St. A., Herstellung von Anilinhydrochlorid. Das Verf. des A. P. 2 007 189; vorst. Ref. wird bei 250—550°, insbesondere bei 260—270° ausgeführt. (A. P. 2 007 199 vom 14/7. 1932, ausg. 9/7. 1935.)

NOUVEL.

Virginia Smelting Co., Portland, Maine, übert. von: Frederick W. Binns, Quincy, Mass., V. St. A., Herstellung von basischen Zinkformaldehydsulfoxylaten durch Erhitzen von Zn-Formaldehydisulfid (I) mit Zn-Staub (II) in Ggw. von W. in einem geschlossenen Gefäß. — 62 (Pfund) II werden mit 169 W. verrührt u. 100 fl. SO₂ unter Kühlen unterhalb 105° F zugesetzt. Anschließend wird SO₂ u. HCHO oder eine H-CHO-Lsg., z. B. 129 einer wss. 37%_{ig} HCHO-Lsg., unterhalb 110° F eingeleitet u. 30 Minuten lang nachgeführt. Das Rk.-Gemisch besteht aus einer wss. Lsg. von Zn-Formaldehydsulfoxylat, I u. einer kleinen Menge metall. Zn. Es wird in ein geschlossenes Gefäß gebracht u. dann werden nacheinander 79,75 (Pfund) II u. 64,75 NaOH, vorzugsweise in W. gel., zugegeben. Die Rk.-Temp. beträgt 185—190° F. Der Rk.-Verlauf wird durch die Formelbilder wiedergegeben:



(A. P. 2 013 124 vom 3/5. 1930, ausg. 3/9. 1935.)

M. F. MÜLLER.

Standard Alcohol Co., Wilmington, Del., übert. von: Eugene J. Cardarelli, Newark, N. J., V. St. A., Herstellung von Ketonen aus sekundären Alkoholen. Man leitet ein Gemisch von Alkoholdampf, z. B. Isopropylalkohol, sekundärem Butyl- oder Amylalkohol, mit der theoret. notwendigen Menge O₂ durch mit fein verteiltem Cu auf Trägern, wie Ton oder Kaolin, als Katalysator beschickte Cu-Rohre, die mit einer zwischen 225 u. 325° sd. Kühlfl. umgeben sind, um die bei der exotherm. Rk. entstehende Wärme abzuleiten. Als Kühlfl. eignet sich z. B. Diphenyl-, Diphenylmethan-, Diphenyloxyd-, β -Naphthol. α - u. β -Naphthylamin. (A. P. 1 988 481 vom 11/9. 1931, ausg. 22/1. 1935.)

DERSIN.

I. L. Knunjanz, G. W. Tschelinzew, E. D. Ossetrow und S. W. Belewolskaja, U.S.S.R., Darstellung von Methyl- γ -brompropylketon. Eine wss. Lsg. von NaBr u. H_2SO_4 wird bei 90—120° mit Acetopropylalkohol (I) versetzt. — Eine wss. Lsg. von 2 kg NaBr in 1,8 l W. wird bei 80° mit 2,6 kg konz. H_2SO_4 vermischt, dann auf 90—120° erhitzt u. unter Röhren mit 1 kg I versetzt. Die Rk.-Mischung wird schnell abgekühlt, mit W. verd., die untere Schicht abgetrennt, mit Bzl. extrahiert u. der Extrakt nach dem Trocknen mit $CaCl_2$ dest. Ausbeute 80%. Kp.₁₅ —80°. (Russ. P. 42 998 vom 10/7. 1934, ausg. 31/5. 1935.)
RICHTER.

N. S. Wulfow und A. A. Prjanischnikow, U.S.S.R., Trennung gesättigter von ungesättigten Ketonen. Mischungen der Ketone, deren Kp. nahe beieinander liegen, wie z. B. das bei der trockenen Holzdest. erhältliche aus Mesityloxyd, Methylbutylketon, Methylamylketon u. Methylhexylketon bestehende Ketonol, werden mit einer Bisulfitlesg. behandelt, wodurch die gesätt. Ketone in die entsprechenden Bisulfitverb. übergeführt u. von den ungesätt. Ketonen abgetrennt werden. Die ungesätt. Ketone werden durch fraktionierte Dest. getrennt, während die Bisulfitverb. in üblicher Weise aufgearbeitet werden. (Russ. P. 43 422 vom 20/12. 1934, ausg. 30/6. 1935.)
RICHTER.

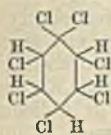
I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Wiedergewinnung von Fett-säuren oder ihren Salzen. Oxydationsprodd. fl. bis fester nicht arom. KW-stoffe werden in Ggw. alkal. reagierender Stoffe bei oder nach der Verseifung unter Druck u. in Ggw. von H_2 auf über 200° erhitzt, worauf das Unverseifbare entfernt wird. Durch Ansäuern werden, wenn gewünscht, die freien Säuren erhalten. Vorhandenes u. gebildetes W., dessen Abspaltung durch entsprechende Mittel gefördert werden kann, wird vorteilhaft beim Erhitzen entfernt. Gegebenenfalls werden Hydrierungskatalysatoren u. Stoffe verwendet, die in Ggw. alkal. reagierender Mittel H_2 abspalten. Die besten Temp. sind 260—320°. Durch das Verf. werden in den Oxydationsprodd. enthaltene Verunreinigungen entfernt. — Ein aus hartem Paraffinwachs mit Luft bei 150° in Ggw. von 1% eines Mn-Katalysators erhaltenes Prod. wird mit 5% Überschuß an NaOH in 20%ig. wss. Lsg. verseift u. 4—6 Stdn. im Rührautoklaven in Ggw. von 0,5% Zn-Staub auf etwa 300° erhitzt. Nach Entfernung des Unverseifbaren mit Bzn. u. Ansäuern mit verd. H_2SO_4 zeigen die erhaltenen Säuren gegenüber den in üblicher Weise hergestellten Vorteile bzgl. der SZ., der VZ., des in PAc. Unlöslichen u. des Rückstandes bei der Dampfdest. (E. P. 433 780 vom 14/2. 1934, ausg. 19/9. 1935.)
DONAT.

**I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Abtrennung von Estern ungesättigter Säuren aus den bei ihrer Darst., z. B. aus Cyanhydrin, Alkohol u. H_2SO_4 , anfallenden Mischungen von Ester, W., Alkohol u. Säure, indem man die in einer 1. Kolonne bei der Veresterung entstehenden dampfförmigen Gemische in eine 2. Kolonne leitet, durch welche man von oben h. W. tropfen läßt. Bei geeigneter Wahl von Temp. u. W.-Menge dest. so eine dampfförmige Mischung (I) von z. B. Acrylsäuremethylester (II) u. W. ab, während eine wss. Lsg. von Alkohol u. freier Säure aus der Kolonne abfließt. I trennt sich beim Kondensieren in 2 Schichten, deren obere aus 97—98%ig. säurefreiem II besteht. Das Verf. eignet sich auch zur Darst. von Äthyl-, Propyl-, Butyl-, Allyl-, Äthylenglykol-, Monoäthylglykolester der Acrylsäure, Methyl- u. Äthylester der Crotonsäure, Methyl-, Äthyl-, Allyl-, Butylester der Angelika-, Tiglin- u. Methacrylsäure. — Zeichnung. (E. P. 431 398 vom 5/1. 1934, ausg. 1/8. 1935.)
DONLE.**

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: **Wallace H. Carothers, Wilmington, Del., V. St. A., Alkylenerester von Polycarbonsäuren.** Glykole (I) der Formel $HO(CH_2)_mOH$, wobei m eine ganze Zahl größer als 2 bedeutet, werden mit Dicarbonsäuren der Formel $HOOC(CH_2)_nCOOH$, wobei n eine ganze Zahl größer als 2 bedeutet, bis zur völligen Entfernung des W. durch Dest. erhitzt, darauf bei solchem Unterdruck weiter erhitzt, daß der Überschuß an I abdest. u. eine weitere Kondensation stattfindet, wonach die mikrokristallin. polymeren Ester durch Lösen in einem Lösungsm., z. B. Chlf., u. Fällen mit Ä. gereinigt werden können. — 59 g Bernsteinsäure u. 78 g Trimethylenglykol werden 5 Stdn. auf 205—210°, darauf im Vakuum auf 170—240° erhitzt. Trimethylensuccinat hat den F. 52°. Analog erhält man Hexamethylensuccinat (F. 54°), Dekamethylensuccinat (F. 68°), Trimethylenadipat (F. 45°), Hexamethylenadipat (F. 56°), Dekamethylenadipat (F. 77°), Äthylensebacinat (F. 79°), Trimethylensebacinat (F. 56°), Dekamethylensebacinat (F. 68°), Hexamethylensebacinat (F. 67°). (A. P. 2 012 267 vom 1/8. 1929, ausg. 27/8. 1935.)
DONAT.

S. M. A. Corp., Cleveland, Ohio, übert. von: **Harold M. Barnett**, Garfield Heights, Ohio, V. St. A., *Herstellung von Leucin*. Man erhitzt 1 Teil *Protein* mit 3 Teilen HCl (D. 1,1) 16 Stdn. zum Sieden, dampft im Vakuum bis zur Sirupdicke ein, gibt eine konz. NaOH-Lsg. zu, bis ein pH-Wert von 1,8—8 erreicht ist, entfärbt mit Tierkohle, dampft im Vakuum weiter ein u. salzt mit NaCl das *Leucin* aus. Es kann aus 70%_{ig}. A. umkrystallisiert werden. (A. P. 2 009 868 vom 1/5. 1933, ausg. 30/7. 1935.) NOUVEL.

Great Western Electro-Chemical Co., San Francisco, übert. von: **Harry Bender**, Concord, Calif., V. St. A., *Chlorieren aromatischer Verbindungen* mittels fl. Cl₂ unter Ausschluß von Licht u. Katalysatoren. Bei Temp., die unterhalb des Kp. der chlorierten Verb. liegen, erhält man Additionsverb. — Behandelt man C₆H₅Cl mit fl. Cl₂,



so erhält man *Monochlorbenzohexachlorid*, C₆H₅Cl₇, weißer fester Körper. p-C₆H₄Cl₂ gibt *p-Dichlorbenzohexachlorid* nebenst. Formel: weißer fester Körper bei n. Temp. Die Chlorierung von *Toluol* ergibt C₇H₇Cl₆. Man erhält 2 oder mehr Isomere, die bei n. Temp. fest u. fl. sind. *Xylol* ergibt C₈H₁₀Cl₆. Auch mehrkernige aromat. Verb., wie *Naphthalin* u. *Anthracen* u. deren Derivv. können chloriert werden. Das C₆H₆Cl₆ u. andere Chloride sind gute *insekticide Mittel*. (A. P. 2 010 841 vom 21/7. 1933, ausg. 13/8. 1935.) KÖNIG.

Chemische Fabrik von Heyden Akt.-Ges., Radebeul-Dresden (Erfinder: **Batty Krier** und **Karl Willy Rittler**, Radebeul-Oberloßnitz), *Ersatz von Sulfonsäuregruppen in den Salzen aromatischer Oxysulfonsäuren durch Wasserstoff*, dad. gek., daß man das bekannte Erhitzen der Salze mit W. unter Druck hier bei Ggw. äquivalenter Mengen von wasserlöslichen Erdalkalisalzen vornimmt. — Z. B. löst man 400 g *phenol-sulfonsaures Na* u. 111 g CaCl₂ in W., gibt 5 cem konz. HCl zu u. erhitzt im Autoklaven 5 Stdn. auf 200°, wobei der Druck auf 14—15 at steigt. Nach dem Erkalten wird vom CaSO₄ abgesaugt u. aus der Lsg. das *Phenol* durch Einleiten von W.-Dampf oder durch Extraktion gewonnen. Ausbeute über 90%. In ähnlicher Weise können *Guajacol* oder *Brenzcatechin* aus ihren Sulfonsäuren erhalten werden. Statt CaCl₂ läßt sich BaCl₂ oder CaHPO₄ verwenden. (D. R. P. 617 720 Kl. 12 q vom 9/12. 1932, ausg. 24/8. 1935.) NOUVEL.

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: **Frank A. Canon**, New Brunswick, N. J., V. St. A., *Herstellung von Hydrochinon*. Man oxydiert *Sulfanilsäure* in Ggw. einer Suspension von naß gemahlenem MnO₂. (A. P. 2 002 627 vom 1/12. 1933, ausg. 28/5. 1935.) NOUVEL.

Eastman Kodak Co., Rochester, N. Y., übert. von: **Harold von Brammer** und **John W. Zabriskie**, Kingsport, Tenn., V. St. A., *Herstellung von Hydrochinon*. *Anilin* wird mit einer Mischung von MnO₂, H₂SO₄ u. W. unter Rühren zu *Chinon* oxydiert, worauf die Rk.-Fl. durch einen mit Holzkohlestücken angefüllten Turm in eine Dest.-Blase übergeführt wird, während gleichzeitig W.-Dampf in den Turm eingeblasen wird. In dem Dest.-System herrscht ein Vakuum von 5—10 mm Hg u. eine Temp. von 90 bis 95°. Ein Gemisch von *Chinon* u. Dampf dest. in eine unter Vakuum stehende Vorlage über, wobei es mit einer im Kreislauf geführten Suspension von Fe-Staub in W. bei etwa 60—65° in innige Berührung gebracht u. zu *Hydrochinon* reduziert wird. (A. P. 1 998 177 vom 25/4. 1934, ausg. 16/4. 1935.) DERSIN.

Carus Chemical Co., übert. von: **Joseph Schumacher**, Peru, Ill., V. St. A., *Herstellung von Hydrochinon*. Man leitet die Dämpfe von 75 g *Chinon* in eine Lsg. von 75 g *Hydrochinon* (1), wobei *Chinhydrin* entsteht, gibt 2 g FeSO₄ u. 60 g Fe-Pulver hinzu, rührt 1 Stde. bei 40°, filtriert ab u. läßt aus dem Filtrat das I auskrystallisieren (A. P. 2 006 324 vom 21/11. 1934, ausg. 25/6. 1935.) NOUVEL.

Carus Chemical Co., Inc., La Salle, Ill., übert. von: **Karl Christian Kleimenhagen**, ebendort, V. St. A., *Herstellung von Chinhydrin*. Man dest. aus einer rohen *Chinon*oxydationsmischung unter einem Vakuum von etwa 27,5 Zoll Hg im Dampfstrom bei etwa 54° das *Chinon* in eine mit einer wss. Lsg. von *Hydrochinon* beschickte Vorlage, die bei einer solchen Temp., z. B. 42°, gehalten wird, daß kein *Chinon* aus der Fl. verdampft. In der Vorlage scheidet sich *Chinhydrin* in Krystallen ab. (A. P. 1 987 143 vom 19/2. 1934, ausg. 8/1. 1935.) DERSIN.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: **Kurt Meisenburg**, Leverkusen a. Rh.), *Herstellung von Säureestern von Cyanhydrinen ungesättigter aliphatischer Aldehyde*, dad. gek., daß man auf ein Gemisch von einem ungesätt. aliphat. Aldehyd u. Aroylhaloid bzw. dessen Substitutionsprodd. eine wss. Alkalicyanidlg. allmählich einwirken läßt. Zweckmäßig wird diese Rk. in Ggw. eines Lösungsm. u.

bei niedriger Temp. ausgeführt. Z. B. wird in ein Gemisch von 35 (Gewichtsteilen) *Crotonaldehyd*, 35 Bzl. u. 70,3 *Benzoylchlorid* (I) unter Rühren bei -10° eine Lsg. von 28 NaCN in 50 W. eintropfen gelassen. Nachdem alles eingetragen u. das Rk.-Gemisch von der NaCl-Lsg. getrennt ist, wird die abgeschiedene benzol. Lsg. über CaCl_2 getrocknet u. im Vakuum dest. In nahezu quantitativer Ausbeute wird der *Benzoensäureester des Crotonaldehydcyanhydrins* vom Kp.₄ 128—129° erhalten. Aus 2,5-Dichlorbenzoylchlorid, Crotonaldehyd u. KCN erhält man den 2,5-Dichlorbenzoesäureester des Crotonaldehydcyanhydrins vom Kp.₄ 154—156° u. F. 47°. — *Sorbinsäurealdehyd*, I u. KCN ergibt den *Benzoensäureester des Sorbinsäurealdehydcyanhydrins* vom Kp.₅ 158—159°. Der *Benzoensäureester des Acroleincyanhydrins* vom Kp.₁₀ 138—140° wird aus *Acrolein*, I u. NaCN gewonnen. In weiteren Beispielen ist die Herst. des α -*Athyl- β -propylacroleincyanhydrinbenzoensäureesters* vom Kp.₂ 156—158° u. des *Naphthoesäureesters des Crotonaldehydcyanhydrins* vom Kp._{2,5} 180—182° beschrieben. Die gewonnenen Verbb. sollen besonders in der *Schädlingsbekämpfung* u. für *pharmazeut. Zwecke* Verwendung finden. (D. R. P. 617 764 Kl. 12 o vom 11/8. 1932, ausg. 24/8. 1934.) GANTE.

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: Louis Spiegler, South Milwaukee, Wis., V. St. A., *Herstellung von 2'-Nitrodiphenylamin-2-carbonsäure*. Man trägt eine Mischung von 145 g *Anthranilsäure*, 146,7 g K_2CO_3 u. 0,3 g Cu-Pulver innerhalb von 2—3 Stdn. in 435—870 g auf 150—160° erhitztes *o-Nitrochlorbenzol* ein, erhöht innerhalb von 1 Stde. die Temp. um 10° u. erhitzt 2 Stdn. auf 185—195° u. schließlich noch auf 200—205°. Beim Aufarbeiten erhält man 2'-*Nitrodiphenylamin-2-carbonsäure* vom F. 206—213°. Daneben entsteht etwas 2,2'-*Dinitrodiphenyl*. (A. P. 2 003 842 vom 23/11. 1933, ausg. 4/6. 1935.) NOUVEL.

John J. Ritter, Yonkers, N. Y., V. St. A., *Herstellung von synthetischem Campher*. Man erhitzt *Bornylchlorid* mit *Camphen* u. *Anilin* u. erhält *Isobornylanilin*, das durch Dest. von dem überschüssigen *Camphen* u. *Anilin* getrennt wird. Das *Isobornyl* wird mit *S* erhitzt u. in *Campheranil* durch Abspaltung von *H* umgewandelt. Das *Campheranil* wird mit verd. H_2SO_4 durch Kochen hydrolysiert u. in *Campher* u. *Anilinsulfat* übergeführt. (A. P. 1 987 750 vom 3/8. 1933, ausg. 15/1. 1935.) DERSIN.

I. S. Chaikin, U.S.S.R., *Darstellung von Diphenyl* (I). *Phenanthrenchinon* (II) wird mit $\text{Ba}(\text{OH})_2$ auf hohe Temp., z. B. 600°, erhitzt. — 1 Teil II wird mit 10—15 Teilen $\text{Ba}(\text{OH})_2$ in einem Eisen- oder Kupfergefäß auf 500—600° erhitzt u. das gebildete I abdest. (Russ. P. 42 995 vom 23/7. 1934, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: James A. Arvin, Wilmington, Del., V. St. A., *Herstellung von Diphenylolpropan*. Man schm. 564 g *Phenol*, gibt 174 g *Aceton* zu, versetzt mit einer Mischung von 3776 g 67,5%ig. H_2SO_4 u. 9,8 g H_3BO_3 u. rührt 15 Stdn. bei 30—35° u. 12 Stdn. bei 50°. Beim Aufarbeiten erhält man 540 g *Diphenylolpropan* vom F. 155—156°. Hierzu vgl. auch A. P. 1 977 627; C. 1935. I. 3201. (A. P. 1 986 423 vom 19/1. 1933, ausg. 1/1. 1935. E. P. 431 945 vom 18/1. 1934, ausg. 15/8. 1935. A. Prior. 19/1. 1933.) NOUVEL.

E. I. du Pont de Nemours and Co., V. St. A., *Alkaliadditionsprodukte des Naphthalins und seiner Homologen*. Zu F. P. 779105; C. 1935. II. 1787 ist nachzutragen, daß an Stelle der dort verwendeten Monoäther Polyäther verwendet werden können. Als solche dienen z. B. ganz oder zum größten Teil verätherte mehrwertige Alkohole sowie Acetale u. dgl. — Z. B. in 100 cem *Athylenglykoldimethyldiäther* bei gewöhnlicher Temp. 19 Naphthalin in Blättchen u. dann 5,6 fein verteiltes Na unter Rühren eingetragen. Nach 15 Min. weiteren Rührens wird ein langsamer Strom CO_2 unter Fortdauer des Rührens eingeleitet, wobei die grüne Färbung der Lsg. nicht eher verschwinden darf, als bis alles Na reagiert hat, wobei sich ein weißer Nd. der Isomeren der Dihydro-naphthalindicarbonsäure abscheidet. Andere geeignete Polyäther sind z. B. der *Methyl-äthyl-, Diäthyl-, Methylbutyl-, Dibutyl- u. Butyllauryldiäther des Glykols*, *Methylal-, Diozan u. Pentaerythridimethyläther*. Dem Naphthalin analog reagieren analog α - u. β -*Methylnaphthalin*. (F. P. 784 440 vom 29/4. 1934, ausg. 22/7. 1935. A. Prior. 29/6. 1933.) EBEN.

N. I. Bunzelman, U.S.S.R., *Trennung der 1-Naphthylamin-8-sulfonsäure von der N-Phenyl-naphthylamin-8-sulfonsäure* (I). Die Lsg. der beiden Sulfonsäuren wird mit HCl angesäuert u. I mit Amylalkohol oder Athylacetat extrahiert. (Russ. P. 43 001 vom 7/7. 1934, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

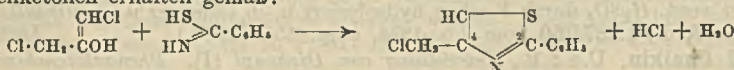
L. M. Glusman und **M. M. Krassowitzkaja**, U.S.S.R., *Reinigung von Rohphenanthren*. Rohphenanthren wird bei 100—130° mit bis zu 30% konz. H_2SO_4 (1,84)

behandelt, die H₂SO₄ abgetrennt, in W. von 80—90° gewaschen u. bei 320—340° dest. (Russ. P. 43 418 vom 8/1. 1935, ausg. 30/6. 1935.) RICHTER.

J. S. Salkind und I. J. Tscheikin, U. S. S. R., *Darstellung von Aminen der Phenanthrenreihe*. Phenanthrole werden mit überschüssigem NH₄-Sulfit u. NH₄OH auf 140—190° erhitzt u. die gebildeten Amine mittels Säure u. Alkali isoliert. Beispiel: 1 kg Phenanthrol-3 wird mit 31 30⁰/₁₀g. NH₄OH u. 2,5 kg NH₄-Sulfit auf 150 bis 160° erhitzt. Die Rk.-Masse wird mit HCl versetzt, filtriert u. aus dem Filtrat das Phenanthrol-3-amin durch NaOH abgeschieden. Ausbeute 86—90%. (Russ. P. 40 988 vom 21/9. 1934, ausg. 31/1. 1935.) RICHTER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Werner Schulteis, Frankfurt a. M.-Höchst, und Gerhard Langbein, Hofheim, Taunus), *Darstellung von Aminochrysenen*, dad. gek., daß man Dinitrochrysen mit reduzierend wirkenden Mitteln behandelt oder daß man Monoaminochrysen, in denen die Aminogruppe in bekannter Weise geschützt ist, mit nitrierenden u. dann mit reduzierenden Mitteln behandelt. — Z. B. werden 20 g Dinitrochrysen [erhältlich durch Kochen von Chrysen mit HNO₃ (D. 1,5) in Eg.] in 500 g A. suspendiert u. durch Zusatz von 160 g Na₂S·9 H₂O reduziert. Man erhält Diaminochrysen (I, gelbe Nadeln, F. aus Chlorbenzol 284—286°). Bei Anwendung geringerer Mengen des Red.-Mittels entsteht Aminonitrochrysen (II, orangerote Nadeln, F. 228—229°). Durch Nitrieren von Acetaminochrysen (F. 286—288°) erhält man Acetaminonitrochrysen (goldgelbe Nadeln, F. 322—325°), das beim Verseifen II u. bei der Red. Acetaminoaminochrysen (farblose Blättchen, F. aus Eg. 266—268°) liefert. Letzteres geht beim Verseifen in I über. — Die Verbb. dienen zur Herst. von Farbstoffen u. Heilmitteln. (D. R. P. 617 106 Kl. 12q vom 23/12. 1933, ausg. 12/8. 1935. F. P. 783 120 vom 22/12. 1934, ausg. 3/7. 1935. D. Prior. 22/12. 1933.) NOUVEL.

Winthrop Chemical Co. Inc., New York, N. Y., übert. von: Treat B. Johnson, Bethany, Conn., V. St. A., *Halogenthiazole* werden aus in der Enolform reagierenden Halogenketonen erhalten gemäß:



Z. B. 43 (g) Dichloraceton (I) + 47 Thiobenzamid (II) in 150 cem A. am W.-Bad 1 Stde. erhitzen; das 2-Phenyl-4-chlormethylthiazol hat F. 51°, Kp.₃ 155—156°. — Aus I u. p-Methoxy-II das 2-p-Methoxyphenyl-4-chlormethylthiazol, F. 55—56°. Ferner lassen sich erhalten die entsprechende 2-Piperonylverb., F. 106—107°, — die 2-(3',4'-Dimethoxyphenyl)-verb., F. 88—89°, — aus I u. Thioacetamid die 2-Methylverb., Kp.₃ 65—67°, Öl. — Die Verbb. sind Zwischenprodd. (A. P. 2 014 498 vom 18/8. 1932, ausg. 17/9. 1935.) ALTPETER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Hans Buschmann und Richard Michel, Krefeld-Uerdingen), *Herstellung von Isochromanen* in Abänderung des Verf. des Hauptpatents 614 461, dad. gek., daß man hier den Chlormethyläther des β-Phenyläthylalkohols (I) oder dessen Substitutionsprodd. mit wss. Säuren behandelt. — Z. B. werden 250 g I mit 250 g konz. HCl 2 Stdn. verrührt, wobei die Temp. auf 20 bis 40° steigt. Man trennt die wss. Säureschicht ab u. dest. das Rk.-Prod. im Vakuum. Ausbeute 160 g Isochroman. Aus den durch Einw. von Paraformaldehyd auf β-Tolyläthylalkohol bzw. β-Nitrophenyläthylalkohol erhältlichen Prodd. werden in ähnlicher Weise Methylisochroman vom Kp.₂₂ 128—135° bzw. Nitroisochroman vom F. 97—99° gewonnen. — Die Verbb. dienen zur Herst. von Farbstoffen u. Heilmitteln. (D. R. P. 617 646 Kl. 12q vom 23/3. 1934, ausg. 23/8. 1935. Zus. zu D. R. P. 614 461; C. 1935. II. 2127.) NOUVEL.

Dow Chemical Co., übert. von: Ernest F. Grether, Midland, Mich., V. St. A., *Reinigen von 2-Phenylechinolin-4-carbonsäure* (I). 700—800 (Teile) W. u. 72 I werden auf 80—100° erhitzt, mit NH₃ versetzt u. mit akt. Kohle entfärbt. Beim Erkalten der filtrierten Lsg. krystallisieren 75—85% des NH₄-Salzes der I aus. Die Mutterlauge wird für neue Ansätze verwendet. Das NH₄-Salz wird mittels HCOOH, CH₃COOH o. dgl. zerlegt. (A. P. 2 018 354 vom 28/4. 1932, ausg. 22/10. 1935.) ALTPETER.

X. Färberei. Organische Farbstoffe.

G. H. Pearson, *Korrosionsfeste Färbeparken*. (Text. Mercury Argus 93. 129. 9/8. 1935.) FRIEDEMANN.

Ugo Pelagatti, *Methode zur Tonveränderung organischer (Azo-) Farbstoffe*. Der Ton eines Farbstoffes ist nicht nur abhängig von seiner chem. Zus., sondern auch von seiner physikal. Struktur u. Krystallgröße. Die Krystallgröße kann man beeinflussen durch eine Behandlung mit einer Monochlorbenzol-A.-Mischung. Ansteigen der Krystallgröße vermindert die Farbtiefe. Das Ansteigen der Krystallgröße durch Einw. obiger Mischung wird beeinflusst durch die Länge der Behandlung u. die Konz. an Monochlorbenzol. Die Mischung übt auch gewisse lösende Wrkkg. auf die Azofarben u. ihre Verunreinigungen aus. Eine Nachprüfung dieser Vorverss. an umfassendem Material soll folgen. (Vernici 11. 345—51. 1935. Mailand.) GRIMME.

Noel D. White, *Fünfzehn Jahre Strumpffärberei*. III. (Schluß zu C. 1936. I. 439.) Das Färben von Zweifarbeneffekten u. das Arbeiten mit Entwicklungsfarbstoffen ist besprochen. (Amer. Dyestuff Reporter 24. 579—81. 7. Okt. 1935.) SÜVERN.

Siegfried I. Obermann, *Farbstoffe für den Spielzeugmacher*. Verwendung von bas. Farbstoffen, wie *Bismarckbraun*, bei Stofftieren; Farben *beinerer Teile* mit sauren u. bas. Farbstoffen; Färben von *Wolle* für Puppenhaar mit gut egalisierenden sauren Farbstoffen bzw. *Sulfocyaninschwarz* für schwarzes Haar; *Roßhaar* wird sauer gefärbt; *Kork* wird mit KMnO_4 u. Bisulfit gebleicht u. bas. gefärbt; *Celluloid* wird durch Tauchen in die k. neutrale Lsg. bas. Farbstoffe gefärbt; *Holzgeräte* werden durch Aufbürsten oder durch Tauchen bei nicht über 180° F bas. gefärbt; *Stroh*, *Gräser* u. *getrocknete Blumen* werden auf *Katanolbeize* bas. gefärbt, *Stroh* auch sauer, *Blumen* durch Aufsprühen bas. Farbstoffe; *Pappe* u. *Papier maché* wird durch kurzes Tauchen in eine Lsg. bas. Farbstoffe gefärbt; *Tonwaren* werden in Lsgg. bas. Farbstoffe getaucht. Bei *Spielzeugen aus Preßmassen von Leim, Stärke u. Gips* wird der bas. Farbstoff mit der Stärke aufgeköcht u. der M. vor der Formung zugegeben. (Amer. Dyestuff Reporter 24. 435—36. 29/7. 1935.) FRIEDEMANN.

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, *Aminoxyde als Textilhilfsmittel*. (Vgl. Schwz. P. 175351; C. 1935. II. 2713.) Nachzutragen ist folgendes: Aus *Laurinsäurechlorid*, ZnCl_2 u. *Dimethylanilin* wird das *4-Dimethylamino-1-laurophenon* erhalten, Kp.₁₂ 220—260°, hieraus mit CARÖscher Säure das N-Oxyd, l. in W. — Ebenso lassen sich als Ausgangsstoffe für N-Oxyddarst. verwenden: *1-Dodecyl-4-dimethylaminobenzol* (aus dem Keton durch Red. nach CLEMMENSEN), — *Lauryldimethylamin*, *Cetyldimethylamin*, *Stearoyldiäthylendiamin*, *N-Laurylpiperidin* (Kp.₁₃ 170 bis 182°, aus Laurylchlorid u. Piperidin), — *N-Cetylpiperidin*, *Octadecenyldimethylamin*. (F. P. 786 911 vom 15/2. 1935, ausg. 14/9. 1935. Schwz. Prior. 16/2. 1934.) ALTP.

Deutsche Hydrierwerke Akt.-Ges., Berlin, *Wasserlösliche Mineralsäurederivate hochmolekularer Amine*. Man behandelt Glykole (C-Geh. über 6) mit Halogenwasserstoff, kondensiert die Prodd. an einem Halogen mit NH_3 oder Aminen u. führt durch Ersatz des anderen Halogens eine Sulfonsäuregruppe ein. Z. B. *6-Hexandiol* (durch katalyt. Hydrierung von Adipinsäureestern) mit 20%/jg. HCl 5 Stdn. auf 70—80° heizen, das Chlorhydrin abtrennen, mit *Diäthylamin* 1—2 Stdn. auf 100—120° erhitzen u. das Prod. hierauf mit Monohydrat bei 0—5°, dann 25—30° in den Schwefelsäureester umwandeln. — Aus dem Bromhydrin aus *1,10-Hexandiol* hergestellt durch Vercstern des Diols mit HCOOH an einer OH-Gruppe) mit Sulfonierungsmitteln den Schwefelsäureester herstellen, diesen mit Na_2S , dann mit *Butylamin* umsetzen. Das Prod. kann acetyliert u. dann mit wss. HNO_3 in Ggw. von V_2O_5 zu ω -*Butylaminododecylsulfonsäure* oxydiert werden. — Aus *Suberonsäureester* durch Hydrierung das *1,8-Octandiol*, hieraus mit 1 Mol konz. H_2SO_4 ω -*Oxyoctylschwefelsäureester*; das Na-Salz des letzteren wird im Autoklav mit *Piperidin* zu ω -*Piperidinoctylalkohol* umgesetzt u. dieser in den Schwefelsäureester übergeführt. Die Verbh. haben *capillarakt.* Eigg. (E. P. 435 290 vom 20/8. 1934, ausg. 17/10. 1935. D. Prior. 19/8. 1933.) ALTPETER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a/M. (Erfinder: **Karl Hintzmann**, Leverkusen), *Herstellung von hochkonzentrierten, wässrigen Lösungen aus Salzen organischer, Sulfonsäuregruppen enthaltender Verbindungen mit capillaraktiven Eigenschaften*. dad. gek., daß man dem W. oder den Salzen vor oder während des Lösens *Harnstoff* (I) oder *Thioharnstoff* zusetzt. Danach ist es möglich, hochkonz. Lsgg. von Alkali- oder NH_4 -Salzen organ. Säuren, z. B. *propylierte* oder *butylierte Naphthalinsulfonsäuren*, *Sulfopalmitinsäure*, *Oxyoctodecansulfonsäure*, H_2SO_4 -Ester *aliphat. Alkohole* usw., in W. herzustellen. — Man vermischt 34,5 (Teile) *butyl-naphthalinsulfonsaures Na* mit 17,2 I. Dieses Gemisch löst man in 48,3 w. W. auf u. erhält auf diese Weise eine klare, dickfl., mit W. leicht mischbare Lsg. Die erhaltene Lsg. kann für

Feuerlöschzwecke u. zur Herst. von kaltebeständigen *Textilpräparaten* benutzt werden. (D. R. P. 612 417 Kl. 12o vom 26/9. 1929, ausg. 30/4. 1935.) M. F. MÜLLER.

Celanese Corp. of America, Del., übert. von: **William Whitehead**, Cumberland, Md., V. St. A., *Färben und Entschlichten von Textilstoffen*, dad. gek., daß man die Ware, hergestellt durch Verweben von Garn aus Wolle, Seide, *Acetatseide oder Kunstseide aus umgefällter Cellulose*, das mit Lsgg. von Vinylacetat oder anderen teilweise polymerisierten Vinylverb. oder Nitrocellulose in organ. Lösungsm. geschlichtet wurde, aus Badern färbt, die neben einem auf die Faser ziehenden Farbstoff ein organ. Lösungsm. für die *Schlichte* enthalten. (A. P. 2 003 409 vom 3/10. 1933, ausg. 4/6. 1935.) SCHMALZ.

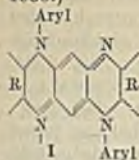
I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Färben von Faserstoffen*, dad. gek., daß man Farbstoffe, ausgenommen bas. Farbstoffe, die SO₃H- oder COOH-Gruppen oder beide Gruppen enthalten, unter Zusatz von wasserlöslichen Salzen 2- u. 3-wertiger Metalle, z. B. von l. Mg-, Ca-, Ba-, Fe- oder Cr-Salzen, oder von unsulfoziierten organ. Verb., die 3- oder 5-wertigen N, 5-wertiges As oder Sb oder 5-wertigen P oder 4-wertigen S u. mindestens einen organ. Rest mit wenigstens 6 C-Atomen enthalten u. mit den Farbstoffen swl. Salze bilden, in üblicher Weise, gegebenenfalls unter Mitverwendung von Dispergiermitteln oder Schutzkoll. oder beiden, färbt. Pflanzliche Faserstoffe oder Mischgewebe aus pflanzlichen Fasern u. *Kunstseide aus regenerierter Cellulose* können auch mit salzbildenden organ. Verb., die sich von 5-wertigen As, Sb oder P oder von 4-wertigen S ableiten, vorbehandelt u. dann mit substantiven Farbstoffen gefärbt werden. Beim Färben mit sauren Farbstoffen oder komplexen Metallverb. von sauren Farbstoffen unter Zusatz der Oniumverb. kann man die Temp. zwischen 40 u. 90° halten u. mit viel geringeren Säuremengen, als sie sonst beim Färben tier. Fasern mit sauren Farbstoffen erforderlich sind, auskommen. Man erhält in allen Fällen sehr gleichmäßige Färbungen. (F. P. 783 008 vom 19/12. 1934, ausg. 6/7. 1935. D. Prior. 20/12. 1933.) SCHMALZ.

Imperial Chemical Industries Ltd., London, **Norman Hulton Haddock**, **Frank Lodge** und **Colin Henry Lumsden**, Blackley, Manchester, England, *Färben von tierischen Fasern*, dad. gek., daß man *Anthrachinon-, Perylen- oder Azoverbb.*, die 2 COOH-Gruppen in solcher Stellung zueinander enthalten, daß sie ein inneres Anhydrid bilden können, auf die Faser bringt u. durch Behandeln mit NH₃, Alkyl- oder Arylaminen oder Salzen dieser N-Verb. mit schwachen Säuren in die entsprechenden Imide überführt. Das Verf. kann als Einbadverf. durchgeführt werden. — 5 g gut vorgewetzte Wolle u. 2 g NaCl werden zu einer sd. Lsg. von 0,2 g *Perylen-3,4,9,10-tetracarbonsäure (I)* in 200 g W., die 0,2 g NH₃-Lsg. d = 0,88 enthält, 2½ Stdn. gefärbt. Die Imidbildg. erfolgt erst, nachdem I auf die Faser gezogen ist. Man spült mit k. W., kocht mit verd. NH₃-Lsg. aus u. erhält eine klare rote Färbung von guter Reibechtheit. — In ähnlicher Weise erhält man aus I u. *Methylamin* ein gelbstichiges Rot, aus dem Azofarbstoff aus diazotierter *3-Aminophthalsäure (II)* u. *2-Oxynaphthalin* mit NH₃ ein Orange, aus *1-Methylamino-4-phenylaminoanthrachinon-2',3'-dicarbonsäure* u. NH₃ ein Blaurot, aus *1-Amino-4-phenylaminoanthrachinon-2',3'-dicarbonsäure* u. NH₃ ein Rotblau, aus *1-Methylamino-4-mercapto-2'-naphthylanthrachinon-4',5'-dicarbonsäure* u. NH₃ ein Violett, aus den Azofarbstoffen: aus II u. *1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon* u. NH₃ ein Rotgelb, aus II u. *2-Phenylamino-8-oxynaphthalin-6-sulfonsäureanilid* u. NH₃ ein tiefes Braun, aus *4-Aminonaphthalsäure* u. *1-Amino-3-methylbenzol* u. NH₃ auf Wolle u. Seide ein Gelbbraun. (E. P. 429 681 vom 1/12. 1933, ausg. 4/7. 1935. F. P. 782 193 vom 1/12. 1934, ausg. 31/5. 1935. E. Prior. 1/12. 1933.) SCHMALZ.

C. F. Plouquet (Erfinder: **Theodor Walther**), Heidenheim, Brenz, Deutschland, *Herstellung von Indigoblaufärbungen auf Baumwolle*, dad. gek., daß man die Ware in mehreren Zügen unter Verwendung eines gewöhnlichen offenen Jiggers ohne Vergrünungsbahn u. einer Rollenküpe mit gewöhnlichem *Indigo (I)* oder *Bromindigo (II)* oder Gemischen daraus in beliebiger Reihenfolge färbt, wobei die Herst. einer Grundfärbung mit gewöhnlichem I auf dem offenen Jigger u. das Überfärben mit II auf der Rollenküpe ausgeschlossen sein soll. — Das Verf. bietet gleiche Vorzüge wie D.R.P. 600334 (C. 1935. I. 635). Die Grundfärbung kann z. B. mit II auf dem offenen Jigger u. die Überfärbung mit I in der Rollenküpe erfolgen. Es kann auch in beiden App. eine Mischung von II oder einem rotstichigen Indigo mit I verwendet werden. Vielfach genügt die Anwendung von I allein. Besonders lebhaft u. blumig rotstichige Töne werden erhalten, wenn man II oder einen ähnlich rotstichigen Indigo ausschließlich verwendet. Man erhält gleichmäßigere Durchfärbungen von hervorragender Wasch-

Reib- u. Nahtechtheit. (D. R. P. 617 512 Kl. 8 m vom 18/12. 1931, ausg. 20/8. 1935.)

SCHMALZ.



I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Färben von Cellulose*. Man verwendet Alkalisalze von *Fluorindinsulfonsäuren* von der Zus. I, worin R gleiche oder verschiedene arom. Ringsysteme darstellt. Die Farbstoffe ziehen substantiv in blauen Tönen auf die Faser. Über die Herst. von I vgl. F. P. 777 702. (C. 1936. I. 654.) (F. P. 785 489 vom 11/2. 1935, ausg. 10/8. 1935. D. Prior. 10/2. 1934.)

SCHMALZ.

Böhme Fettchemie-Gesellschaft m. b. H., Chemnitz, *Färben von Acetatseide (I) oder Cellulosefasern enthaltender Acetatseide (II) mit Azofarbstoffen* durch Behandeln der Faser mit Dispersionen, die durch Dispergieren diazotierbarer wasserunl. Amine mit Netzmitteln in W. erhältlich sind, Diazotieren u. Entwickeln mit Naphtholen, dad. gek., daß mit Sulfonierungsprodd. aliph. Alkohole mit mehr als 5 C-Atomen bzw. deren 1. Salzen hergestellte wss. Dispersionen der Amine verwendet werden, die gegebenenfalls noch auf die Cellulosefaser ziehende Farbstoffe u. Natriumsulfat enthalten können. — Beschrieben ist die Herst. folgender Azofarbstoffe unter Verwendung von *sulfoniertem Oleinalkohol* als Netzmittel: 1-Aminobenzyl-3-nitro-6-methylbenzol → 2-Oxynaphthalin (auf I, rot); 2-Amino-5-benzoylamino-1,4-dimethoxybenzol → 2-Oxynaphthalin-3-carbonsäure (III), (auf II, blau); 4,4'-Diamino-3,3-dimethoxydiphenyl → III (auf I, blau). (D. R. P. 617 381 Kl. 8 m vom 15/4. 1931, ausg. 19/8. 1935.)

SCHMALZ.

British Celanese Ltd., London, übert. von: Albert Mellor und Ralph James Mann, Spondon b. Derby, England, *Färben von Acetatseide (I) oder Mischgeweben daraus*, dad. gek., daß man die Ware in beliebiger Form mit einem Lösungsm., Quellungs- mittel oder Weichmachungsmittel unter Bedingungen behandelt, bei denen das angewendete Mittel die *Acetatseide* nicht vollständig durchdringt, u. dann färbt oder einer anderen Naßbehandlung unterwirft. — Man imprägniert I mit einer 10%ig. Lsg. von Ameisen- oder Essigsäure oder Mischgewebe aus I u. *Kunstseide aus regenerierter Cellulose* mit einer 10%ig. Lsg. von Äthylglykolmonoacetat bei gewöhnlicher Temp. u. wäscht nach einem Luftgang von 30 Sek. mit W. von 70°. Dann wird gefärbt. — I verweilt 2 Min. bei gewöhnlicher Temp. in einer Lsg. aus 80% Tetrachloräthan u. 20% Toluol. Dann wird mit Toluol gewaschen u. getrocknet. — Das Verf. wird besonders bei der Naßbehandlung von Wickelgut oder anderweitig zusammengelegtem Färbegut angewendet. (E. P. 434 203 vom 28/2. 1934, ausg. 26/9. 1935.)

SCHMALZ.

McLoughlin Textile Corp., übert. von: George Ives Putnam und Clifford Tasker Worthen, Utica, N. Y., V. St. A., *Färben von gewirkter Stückware aus Acetatseide mit Küpenfarbstoffen*, dad. gek., daß man die Ware in eine Küpe einbringt, die ein Alkali u. ein Faserschutzmittel, z. B. *Sulfitcelluloseablauge*, enthält, dann den reduzierten Küpenfarbstoff u. ein Red.-Mittel, wie Hydrosulfit, zusetzt, bei erhöhter Temp. färbt u. dann wie üblich fertigmacht. — Eine Vorr. ist durch Zeichnung erläutert. (A. P. 2 010 320 vom 12/1. 1929, ausg. 6/8. 1935.)

SCHMALZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Färben mit Küpenfarbstoffen*, dad. gek., daß man pflanzliche, tier. u. künstliche Fasern vor dem Färben aus der alkal. Hydrosulfitküpe mit Küpenfarbstoffen, die nur geringe Affinität zu diesen Fasern haben, mit Lsgg. von *quarlären Ammonium- oder Phosphoniumverb.* oder von *tertiären Sulfoniumverb.*, die eine aliph. Kette von höherem Mol.-Gew. mindestens einmal enthalten, behandelt. — 50 kg Baumwolle werden 1 Stde. lang bei 80° in einem Bade, das auf 1000 l W. 500 g *Trimethyl-dodecylammoniumbromid* enthält, behandelt, ausgequetscht, getrocknet u. wie üblich mit Indigo gefärbt. Ebenso kann man Lsgg. verwenden, die im Liter 1 g *Octacyldiäthylphosphoniumbromid* enthalten. Die Ware ist im lebhaften Ton durchgefärbt. — Als verwendbar sind weiterhin aufgezählt: *Trimethyloctyl-, Trioxyäthylcetylammoniumhydroxyd-, Trimethyloctodecylammoniumbromid-, Trimethyloctylphosphoniumhydroxyd-, Tripropylolethylphosphoniumchlorid-, Diäthylethylsulfoniumhydroxyd u. Dipropyloctodecylsulfoniumacetat.* (F. P. 782 143 vom 22/11. 1934, ausg. 28/5. 1935. D. Prior. 9/12. 1933.)

SCHMALZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Färben mit Küpenfarbstoffen*, dad. gek., daß man alkal. Färbeküpen verwendet, die bas. alkalibeständige Verb. enthalten, welche sich von 3-wertigem oder 5-wertigem N oder P oder 4-wertigem S ableiten u. mindestens einen aliph. cycl.-aliph. oder arom. Rest von 6 oder mehr C-Atomen enthalten. Sofern sich mit dem Leukoküpenfarbstoff swl. Verb. bilden,

setzt man der Küpe zweckmäßig Dispergiermittel oder Schutzkoll., wie Sulfonsäuren oder Schwefelsäureester hochmolekularer organ. Verbb., Kondensationsprodd. aus organ. Verbb. mit beweglichen H-Atomen u. Alkylenoxyden oder aus Fettsäurechloriden u. Eiweißspaltprodd., Sulfitcelluloscablauge oder Leim, zu. Man erhält gleichmäßige Färbungen. (F. P. 784 276 vom 17/1. 1935, ausg. 22/7. 1935. D. Prior. 18/1. 1934. E. PP. 435 443 u. 435 444 vom 15/3. 1934, ausg. 17/10. 1935.) SCHMALZ.

H. Th. Böhme Akt.-Ges., Chemnitz, *Färben mit Küpenfarbstoffen*, dad. gek., daß man zu der alkal., den reduzierten Küpenfarbstoff enthaltenden Färbeküpe zuerst dissoziierbare Verbb., die durch ein Kation oberflächenwirksam sind, zusetzt, färbt u. dann zur Erschöpfung der Küpe dissoziierbare Verbb., die durch ein Anion oberflächenwirksam sind, nachsetzt. Von den zuerst genannten Verbb. kommen hochmolekulare quartäre Ammonium- oder Phosphoniumverbb. oder tertiäre Sulfoniumverbb., d. h. Verbb., die einen aliph. Rest von wenigstens 8 C-Atomen enthalten, als durch das Anion wirksame Verbb. solche, die mindestens einen aliph. Rest von 8 C-Atomen u. mindestens eine SO₃H- oder OSO₃H-Gruppe enthalten, in Betracht. Im ersten Falle wird z. B. *Laurylpyridiniumsulfat*, im zweiten Falle ein *Fetialkoholschwefelsäureester* verwendet. Zum Schluß kann der Küpe noch Farbstoff zugesetzt werden. Man erhält gleichmäßige Färbungen. (E. P. 435 431 vom 14/8. 1934, ausg. 17/10. 1935. D. Prior. 9/10. 1933.) SCHMALZ.

E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., V. St. A., *Entwickeln von Eisfarben* unter Verwendung von alkal. Gemischen aus stabilisierten Diazoverbb. u. substantiven Azokomponenten, die zu ihrer Entw. Säure benötigen, dad. gek., daß man die mit den Gemischen behandelte oder bedruckte Ware unmittelbar bevor oder nach der Säureeinw. mit starken Salzsgg., z. B. mit Lsgg. von Alkali- oder Erdalkalichloriden oder Alkalisulfaten oder Al-Sulfat oder Al-Chlorid, Na-Phosphaten oder Zn-Sulfat oder Zn-Chlorid behandelt. — Man erhält lebhaftere Drucke als ohne Mitverwendung der Salze. (E. P. 435 171 vom 8/12. 1933, ausg. 17/10. 1935.) SCHMALZ.

James Hardcastle & Co., Ltd., Manchester, Charles Schwabe Parker, Charles Leonard Wall und Franklin Farrington, Bolton, England, *Reservieren von Eisfarben*, dad. gek., daß man Lsgg. von Al-Salzen, wie *Al-Acetat*, vor dem Grundieren mit der substantiven Azokomponente als Reservieren auf die Faser druckt u. den Azofarbstoff wie üblich entwickelt. Dem Reserveverdünnungsmittel kann zur Membranbildg. ein Mn-Salz u. als peptisierendes Mittel NH₄CNS zugesetzt werden. (It. P. 315 632 vom 19/7. 1933. E. Prior. 20/7. 1932.) SCHMALZ.

Imperial Chemical Industries Ltd., London, Charles Dunbar, John Gwynant Evans und Leslie Gordon Lawrie, Blackley, Manchester, England, *Abziehen von Eisfarben* nach E. P. 400 239 (C. 1934. I. 1887), dad. gek., daß man den alkal., neutralen oder sauren Abziehbädern, die ein Amin oder das Salz eines Amins, vorzugsweise aber ein quartäres Ammoniumsalz mit einer aliph. Kette von nicht weniger als 10 C-Atomen enthalten, *Anthrachinon* oder *Oxy-, Halogen-, Amino- oder Alkyl-anthrachinone* als Red.-Katalysatoren zusetzt. — Man erhält bessere Abzieheffekte, insbesondere auch auf Seide. (E. P. 436 076 vom 2/2. 1934, ausg. 31/10. 1935. Zus. zu E. P. 400 239; C. 1934. I. 1887.) SCHMALZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Abziehen von Farbstoffen von gefärbten Textilstoffen, Leder oder Papier*, dad. gek., daß man die Ware mit Lsgg. von wasserlöslichen organ. Verbb., die sich von 4-wertigem S oder 5-wertigem P ableiten u. mindestens einen aliph. Rest mit wenigstens 6 C-Atomen, aber keine SO₃H-Gruppen enthalten, behandelt. Entw.-Farbstoffe werden zweckmäßig unter Zusatz von Alkali u. Hydrosulfit abgezogen, u. nach dem Abziehen wird gegebenenfalls gebleicht. — Als Oniumverbb. werden verwendet: *Methyläthylcetyl-sulfoniumhydroxyd* oder *-methylsulfat*, *Diäthylododecylsulfoniumchlorid*, *Diäthylododecylsulfoniumbromid*, *Trimethylododecylphosphoniumbromid*, *Dimethyläthylcetylphosphoniumchlorid*, *Diäthylododecylphosphoniumsulfat*. — Die Arbeitsweise wird durch die Art des Farbstoffs bestimmt. Man arbeitet in der Regel bei Temp. zwischen 50 u. 100° u. setzt den Abziehbädern zweckmäßig Netz-, Dispergier- u. Waschmittel oder Schutzkoll. zu. Auch die Mitverwendung von Salzen, z. B. von Mg- u. Ca-Salzen, oder von Katalysatoren, wie Anthrachinon, ist häufig vorteilhaft. (E. P. 434 810 vom 3/3. 1934, ausg. 10/10. 1935.) SCHMALZ.

Deutsche Hydrierwerke, Akt.-Ges., Deutschland, *Verbesserung der Echtheiten von Färbungen mit wasserlöslichen Farbstoffen auf Textilstoffen*, dad. gek., daß man die Färbungen mit Lsgg. von quartären Ammoniumverbb., die mindestens einen aliph.

Rest mit mindestens 10 C-Atomen enthalten u. durch Umsetzen von α -Halogenäthern mit gesätt. tertiären Aminen erhältlich sind, nachbehandelt. — Geeignete Verbb. dieser Art sind: *Triäthyl-octadecozymethylammoniumchlorid*, erhalten durch Umsetzen von *Octadecylchloromethyläther* mit *Triäthylamin*, u. *Dodecyldodecozymethylpiperidiniumchlorid*, erhalten durch Mischen von *Dodecylchloromethyläther* mit *Dodecylpiperidin* bei tiefer Temp. Man verwendet 0,1—0,2%ig. Lsgg. dieser Verbb. bei 80—100°, behandelt z. B. Baumwolle $\frac{1}{2}$ Stde., spült u. trocknet. Die Färbungen mit substantiven Farbstoffen sind dann wasserechter u. die Ware besitzt einen geschmeidigen Griff. (F. P. 782 802 vom 17/12. 1934, ausg. 12/6. 1935. D. Prior. 19/12. 1933. E. P. 434 911 vom 19/12. 1934, ausg. 10/10. 1935. D. Prior. 19/12. 1933.) SCHMALZ.

Calico Printers' Association, Ltd., England, *Verbessern der Waschbarkeit von Färbungen und Drucken auf Textilstoffen und Fixieren von Farbstoffen auf Cellulosefasern, die für Cellulose keine Affinität haben.* Man behandelt die Fasern, wie Baumwolle, Kunstseide aus regenerierter Cellulose, Seide oder Mischgewebe aus diesen Fasern nach dem Färben oder Drucken mit wss. Lsgg. von *Formaldehyd* u. *Phenol* oder *Harnstoff* oder deren Derivv. oder *Dicyandiamid* oder von Anfangskondensationsprodd. aus diesen Verbb., die einen geeigneten Katalysator enthalten, oder setzt diese Lsgg. den Farbädern bzw. Druckpasten zu, trocknet u. erwärmt kurze Zeit, etwa 30 bis 60 Sek., auf erhöhte Temp. von 180—210°. — Auf diese Weise können substantive u. Entwicklungsfarbstoffe, bas. u. Beizenfarbstoffe waschecht fixiert werden. (F. P. 784 692 vom 25/1. 1935, ausg. 22/7. 1935.) SCHMALZ.

Daniel Bertho und Richard André, Hirschhorn a. N., *Erhöhung der Naßreißbarkeit von Entwicklungsfärbungen mit 2,3-Oxynaphthoesäurearyliden* auf pflanzlichen Fasern, daraus hergestellten Garnen, Stück- u. Wirkwaren oder auf Naturseide im Strang u. Schappe im Vorgespinst u. Strang, dad. gek., daß man das nach dem Entwickeln mit der Diazolsg. k. gespülte u. in einem Kochapp. mit kreisender Flotte h. geseifte Farbegut, offen oder in Säcke verpackt, in Seifenlsg., die Färberton oder ähnliche Erden sowie Fettilösungsm., wie CCl_4 oder Trichloräthylen, enthalten kann, von Hand oder in App. einer Stampfwalke unterwirft u. die Seifenlsg. zum Schluß nach u. nach unter ständigem Walken durch reines W. ersetzt. — Die Abkürzung des üblichen Verf., die weitgehende Ausschaltung von Handarbeit u. die hohe Ersparnis an Seife machen das Verf. auch gegenüber den bekannten Verf. wirtschaftlich. (D. R. P. 621 038 Kl. 8 m vom 21/10. 1932, ausg. 31/10. 1935.) SCHMALZ.

Johann Georg Kästner, Deutschland, *Drucken mit Farbstoffen, die zu ihrer Fäzierung Alkali benötigen*, dad. gek., daß man Pasten, die als Verdickungsmittel ausschließlich oder teilweise alkaliempfindliche, durch chem. Behandlung veränderte Pflanzenschleime u. als Farbstoff z. B. einen *Küpenfarbstoff* enthalten, auf die Faser druckt, trocknet, die bedruckte Faser mit einer Lsg., die ein Alkali u. ein Red.-Mittel, z. B. 50 g K_2CO_3 u. 50 g Na-Formaldehydsulfoxylat im Liter enthält, foulardiert u. ohne zu trocknen wie üblich fertig macht. — Als Verdickungsmittel sind besonders die durch Behandeln mit Säure oder durch Kochen mit Alkalien, gegebenenfalls unter Zusatz von Formaldehyd, erhältlichen Verdickungsmittel aus sehr fein gemahlener Keimhüllen von *Johannisbrotkernen* mit Vorteil verwendbar, da die daraus hergestellten Druckpasten zügig sind. (F. P. 783 455 vom 29/12. 1934, ausg. 12/7. 1935. D. Prior. 30/12. 1933.) SCHMALZ.

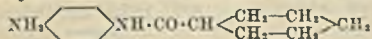
I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Drucken von Textilstoffen mit Küpenfarbstoffen*, gek. durch die Verwendung von Druckpasten mit einem Geh. an N-haltigen Zuckerderivv., z. B. *Glucamin*, *Methyl-*, *Butyl-*, *Phenyl-*, *Benzyl-*, *Oxäthyl-*, *Diäthyl-*, *Dioxäthyl-glucamin*, *Äthylendiglucamin*, *Butylxylamin* u. *Methylfructamin*, hergestellt durch katalyt. Red. der Zucker in Ggw. von NH_3 oder aliphat., aromat. oder aliphat-aromat. Aminen, die auch substituiert sein können. — Das Verf. umfaßt den direkten Druck sowie den *Atz-* u. *Reservedruck* u. führt zu farbtiefen Drucken, die sich schnell fixieren lassen. Die Druckpasten sind haltbarer als ohne die erwähnten Zusätze. (F. P. 783 093 vom 21/12. 1934, ausg. 8/7. 1935. D. Prior. 21/12. 1933.) SCHMALZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. *Küpen- und Schwefelfarbstoffdruckpasten für Zeugdruck*, gek. durch einen Geh. an *Mercaptobenzothiazolen* oder *Mercaptobenzimidazolen* oder Substitutionsprodd. dieser Verbb. — Die Drucke werden schneller fixiert u. farbtiefer als ohne diesen Zusatz u. die Druckpasten sind haltbarer. (F. P. 785 822 vom 19/2. 1935, ausg. 20/8. 1935. D. Prior. 19/2. 1934.) SCHMALZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung von Farbstoff-zwischenprodukten und Azofarbstoffen daraus, dad. gek., daß man ein 1-Amino-3- oder 4-nitrobenzol mit Carbonsäuren von der Zus. R₁O—R—COOH, worin R für eine Alkylengruppe u. R₁ für eine Alkyl-, Alkoxalkyl-, Aralkyl- oder Cycloalkylgruppe steht, kondensiert, die NO₂-Gruppe zur NH₂-Gruppe reduziert, die entstandenen Amine diazotiert u. in Substanz oder auf einem Substrat mit arom. o-Oxycarbonsäure-arylden vereinigt, die in o-Stellung zur OH-Gruppe kuppeln. — 182 g 5-Nitro-4-methyl-1-methoxy-2-aminobenzol werden in 300 g Pyridin unter Zusatz von 170 g Methoxyessigsäureanhydrid zum Sieden erhitzt. Beim Abkühlen fällt die Nitroverb. krystallin. aus (F. 147°). 254 g dieser Verb. werden mehrere Stdn. in einem Gemisch aus 700 g A. u. 300 g W. unter Zusatz von 250 g Fe-Pulver u. 20 g Essigsäure zum Sieden erhitzt, bis die gelbe Farbe der Nitroverb. verschwunden ist. Man erhält krystallin. 5-Amino-4-methyl-1-methoxy-2-methoxyacetylaminobenzol (F. 137°). — In gleicher Weise erhält man durch Red.: aus 1-Nitro-2,4-dimethoxy-5-methoxyacetylaminobenzol, F. 198°, 1-Amino-2,4-dimethoxy-5-methoxyacetylaminobenzol (I, F. 155°); aus 1-Nitro-2,5-diäthoxy-4-methoxyäthoxyacetylaminobenzol, F. 78—79°, 1-Amino-2,5-diäthoxy-4-methoxyäthoxyacetylaminobenzol, F. 58—59°; aus 1-Nitro-2,5-diäthoxy-4-benzyloxyacetylaminobenzol, F. 87—88°, 1-Amino-2,5-diäthoxy-4-benzyloxyacetylaminobenzol (II, F. 98°); aus 1-Nitro-2,5-diäthoxy-4-cyclohexyloxyacetylaminobenzol, F. 102—103°, 6-Amino-2,5-diäthoxy-3-cyclohexyloxyacetylaminobenzol (III, F. 60°). Weiter sind genannt: 1-Amino-2,5-dimethoxy-4-methoxyacetylaminobenzol (IV), 1-Amino-2,5-diäthoxy-4-methoxyacetylaminobenzol (V), 1-Amino-2,5-dimethoxy-4-äthoxyacetylaminobenzol (VI), 1-Amino-2,5-diäthoxy-4-äthoxyacetylaminobenzol (VII), 1-Amino-2,5-diäthoxy-4-n-butoxyacetylaminobenzol, 1-Amino-2,5-diäthoxy-3-γ-methoxybutoxyacetylaminobenzol (VIII), 1-Amino-2,5-diäthoxy-4-isobutoxyacetylaminobenzol (IX). — Die Herst. folgender Farbstoffe ist beschrieben: IV → 1-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-2,5-dimethoxybenzol (XVII); V → 1-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-4-chlorbenzol (X); I → X oder 1-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-2-methyl-4-methoxybenzol (XI); IV → X oder 1-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-2,4-dimethoxy-5-chlorbenzol (XII) oder -3-nitrobenzol oder -3-chlor-4-methoxybenzol; V → 2',3'-Oxynaphthoylamino-benzol (XIII) oder XI oder XII oder 1-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-4-äthoxybenzol (XIV) oder -4-methoxybenzol (XV) oder -4-methylbenzol (XVI) oder XVII; VI → XI; VII → X oder XI oder XII oder XIV oder XV; 1-Amino-2,5-diäthoxy-4-isopropoxyacetylaminobenzol → XIII oder XII oder XV; 1-Amino-2-äthoxy-5-methoxy-4-methoxyacetylaminobenzol → XIII oder XVI oder 1-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-2-methylbenzol; IX → X; VIII → XIV oder XVI; III → XII; II → X; 1-Amino-2-phenoxy-4-methoxyacetylaminobenzol → XII; 1-Amino-2-methyl-5-methoxy-4-äthoxyacetylaminobenzol → 1-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-2,5-dimethyl-4-methoxybenzol; 1-Amino-2-chlor-5-methoxy-4-äthoxyacetylaminobenzol → 1-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-2-methyl-4-chlorbenzol oder 1-(1',2',2',1'-Benzo-5'-oxycarbazol-4'-carbonylamino)-4-methoxybenzol; 1-Amino-2,5-diäthoxy-4-β-methoxybutyrylamino-benzol → X oder XI oder XIII oder XVI oder 1-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-naphthalin. — Die Farbstoffe färben je nach Zus. in violetten u. blauen Tönen. (F. P. 784 666 vom 25/1. 1935, ausg. 22/7. 1935. D. Priorr. 3/2. u. 9/3. 1934. E. P. 435 711 vom 27/3. 1934, ausg. 24/10. 1935.)

SCHMALZ.

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: **Miles A. Dahlen** und **Ribert E. Etzelmiller**, Wilmington, Del., V. St. A., Herstellung von Arylaminen. Man erhält Verb. der allgemeinen Formel X—CONH—Arylen—NH₂, in der X einen hydroaromat. Kern darstellt, wenn man das Chlorid einer hydroaromat. Carboxylsäure mit einem Nitro-arylamino, einem Arylazoarylamino oder einer Monosulfaminsäure eines Arylendiamins umsetzt u. die Nitrogruppe durch Hydrierung in die Aminogruppe überführt. — Man erhitzt z. B. 13,8 Teile p-Nitranilin, 200 Teile Bzl., 16 Teile K₂CO₃ u. 16 Teile Hexahydrobenzoylchlorid unter Rückfluß 3 Stdn., versetzt mit 100 Teilen W. u. läßt abkühlen. Es scheidet sich das 4-Nitro-1-hexahydrobenzoylamino-benzol aus, das aus W. + A. umkrystallisiert wird. F. 161—162°. Die Nitroverb. wird bei 100° mit H₂ in Ggw. von Ni reduziert. Man erhält das N-Hexahydrobenzoyl-p-phenylendiamin der nebenst. Formel. F. 178—179°. — In analoger Weise erhält man aus Hexahydro-p-toluoylchlorid das N-(Hexahydro-p-toluoyl)-p-phenylendiamin, F. 196—201°, das N-(Hexahydro-p-anisoyl)-p-phenylendiamin mit F. 161—162° aus dem entsprechenden Anisoylchlorid, ferner bei Verwendung von 5-Nitro-2-aminotoluol das 4-Hexahydrobenzoylamino-3-methylanilin mit F. 198—199°, ferner in analoger Weise das 4-Hexahydrobenzoylamino-3-methoxyanilin



mit F. 164°, das 4-Hexahydrobenzoylamino-2,5-dimethoxyanilin mit F. 120—121°, ferner aus *m*-Nitrilanilin das *N*-Hexahydrobenzoyl-*m*-phenylen-diamin, F. 143—144°, ferner aus 2-Nitro-4-aminotoluol das 5-Hexahydrobenzoylamino-2-methylanilin, F. 151°, ferner aus 4-Nitro-2-aminoanisol das 3-Hexahydrobenzoylamino-4-methoxyanilin u. aus 4-Nitro-1-aminonaphthalin das 4-Hexahydrobenzoylamino-1-aminonaphthalin. Die erhaltenen Verbb. eignen sich als Farbstoffzwischenprodd. (A. P. 1 985 601 vom 12/7. 1933, ausg. 25/12. 1934.)

DERSIN.

Aziende Coloro Nazionali Affini, Mailand, Herstellung von Diazoderivaten von Aminodiphenylaminen, dad. gek., daß man die durch Diazotieren von Aminodiphenylaminen in wss. Lsg. erhältlichen Lsgg. der Diazoverbb. der *N*-Nitrosodiphenylamine ohne Zusatz chem. Verbb. erwärmt. — 263 g 4-Amino-4'-methoxydiphenylaminsulfat werden unter Zusatz von 400 g HCl 20° Bé in W. suspendiert. In diese Suspension wird bei 15° unter starkem Rühren eine konz. Lsg. von 140 g NaNO₂ eingetragen. Die Diazolsg. wird dann 2 Stdn. auf 40—50° erwärmt, wobei die Nitrosogruppe unter Bldg. von HNO₂ frei wird. Nach Abkühlen wird die Diazoverb. durch Zusatz von NaCl krystallin. aus der filtrierten Lsg. gefällt. Verwendet man an Stelle von NaCl 150 g ZnSO₄ u. 150 g Na₂SO₄, so scheidet sich das Zinkdoppelsalz der Diazoverb. in kleinen gelben Krystallen ab. — Beim Entwickeln naphtholierter Ware mit Lsgg. dieser Diazoverb. erhält man bei bicarbonatalkal. Rk. sofort die bekannten blauen Eisfarben. (It. P. 314 483 vom 15/5. 1933.)

SCHMALZ.

Gesellschaft für Chemische Industrie in Basel, Schweiz, Herstellung von Aminoverbindungen von *N*-Nitraminen. Nitroverbb. der *N*-Nitramine von primären aromat. Aminen werden reduziert. Z. B. löst man 132 g des Na-Salzes des 1-Nitramino-4-nitro-2,5-dimethoxybenzols (erhältlich durch Diazotieren von 1-Amino-4-nitro-2,5-dimethoxybenzol u. Behandeln der Lsg. mit NaClO in Ggw. von NaOH) in 1320 g W. u. versetzt in der Siedehitze allmählich mit 100 g Na₂S. Durch Zusatz von NaCl wird das Na-Salz des 1-Nitramino-1-amino-2,5-dimethoxybenzols ausgefällt. In ähnlicher Weise werden die Na-Salze von 1-Nitramino-4-amino-2,5-diäthoxybenzol, 1-Nitramino-4-amino-2-methylbenzol, 1-Nitramino-4-amino-2,5-dichlorbenzol, 1-Nitramino-2-aminobenzol, 1-Nitramino-2-amino-4-methylbenzol u. 1-Nitramino-2-amino-4-chlorbenzol aus den entsprechenden Nitroverbb. hergestellt. Bei der Red. von 1-Nitramino-2-methyl-4-nitrobenzol mit Zn-Staub erhält man 4,4'-Dinitramino-3,3'-dimethylazobenzol. Die Aminoverbb. lassen sich acylieren oder diazotieren; sie dienen zur Herst. von Farbstoffen. (F. P. 784 543 vom 22/1. 1935, ausg. 22/7. 1935. Schwz. Priorr. 27/1. u. 14/12. 1934.)

NOUVEL.

Texas Co., New York, N. Y., übert. von: Ernest F. Pevere, Beacon, N. Y., V. St. A., Herstellung von Aminophenylmethanderivaten. Man erhitzt Äthylorthoformiat in einem mit einer Fraktionierkolonne versehenen Gefäß auf 150° u. läßt allmählich Anilin (I) zufließen. Es entsteht Triaminotriphenylmethan. In gleicher Weise wird Methylendiäthyläther u. I in Diaminodiphenylmethan übergeführt. Die Verbb. dienen zur Herst. von Farbstoffen. (A. P. 2 015 039 vom 19/7. 1933, ausg. 17/9. 1935.)

NOUV.

Imperial Chemical Industries Ltd., England, Herstellung von Nitrosodiarylaminen. Diarylamine werden in Ggw. von HCl-haltigem Methanol nitrosiert, wobei sich das zuerst entstehende *N*-Nitrosoderiv. in das *C*-Nitrosoderiv. umlagert. Z. B. löst man 169 g Diphenylamin in 80 g Methanol, gießt die Lsg. unter Rühren bei einer Temp. unterhalb 30° in 800 g HCl-haltiges Methanol, kühlt auf 10° ab, gibt 80 g NaNO₂ hinzu u. verd. mit der doppelten Menge W. Man erhält 4-Nitrosodiphenylamin. In ähnlicher Weise werden Phenyl- α -naphthylamin in 4-Nitrosophenyl- α -naphthylamin, 4-Acetylamino-diphenylamin in 4'-Nitroso-4-acetylamino-diphenylamin u. 2-Methyldiphenylamin in 4-Nitroso-2-methyldiphenylamin übergeführt. Die Red. der Nitroverbb. zu den entsprechenden Aminoverbb. kann in der gleichen Lsg. ohne vorherige Abscheidung der Nitroverbb. vorgenommen werden. Die Prodd. dienen zur Herst. von Farbstoffen. (F. P. 783 088 vom 21/12. 1934, ausg. 8/7. 1935. E. Priorr. 27/12. 1933.)

NOUVEL.

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Herbert A. Lubs, John E. Cole und Arthur L. Fox, Wilmington, Del., V. St. A., Herstellung von *o*-Aminoarylmereaptanen. Aminobenzothiazole werden mit Alkalien unter Druck aufgespalten. Z. B. erhitzt man 230 g 1-Amino-5-äthoxybenzothiazol, 2000 g W. u. 230 g NaOH in einem Autoklaven unter 5,6 at Druck 2 Stdn. auf 160°. Man erhält 2-Amino-5-äthoxy-1-mercaptobenzol. In ähnlicher Weise wird 1-Amino-3-methylbenzothiazol in 2-Amino-3-methyl-1-mercaptobenzol übergeführt. Die Verbb. werden auf Thioglykolsäuren weiterverarbeitet. Hierzu vgl. auch A. P. 1 954 706; C. 1934. II. 1691. (A. P. 2 007 335 vom 17/9. 1930, ausg. 9/7. 1935.)

NOUVEL.

Imperial Chemical Industries Ltd., England, *Herstellung von Amino-o-nitrophenylthioglykolsäuren*. Aminosubstituierte o-Nitrohalogenbenzole werden mit Thioglykolsäuren umgesetzt. Z. B. gibt man 30 g NaOH, gel. in 30 g W., zu einem Gemisch von 53,6 g 3-Chlor-4-nitroacetanilid, 25 g Thioglykolsäure (I) u. 500 g A., kocht 14 Stdn. unter Rückfluß u. gießt in 1200 g W. Beim Ansäuern erhält man 2-Nitro-5-aminophenylthioglykolsäure vom F. 198—200°. Das gleiche Prod. entsteht, wenn man von 3-Chlor-4-nitranilin ausgeht. In ähnlicher Weise werden 2,5-Dichlor-4-nitroacetanilid (II) u. I in 4-Chlor-2-nitro-5-aminophenylthioglykolsäure (F. 248—249°), 5-Chlor-4-nitro-2-methylacetanilid u. I in 2-Nitro-5-amino-4-methylphenylthioglykolsäure (F. 213—214°), 5-Chlor-4-nitro-2-methoxyacetanilid (IV) u. I in 2-Nitro-5-amino-4-methoxyphenylthioglykolsäure (F. 213—214°), II u. Mercaptopropionsäure (III) in 4-Chlor-2-nitro-5-aminophenylthioisobuttersäure (F. 200°), II u. Mercaptoisobuttersäure (V) in 4-Chlor-2-nitro-5-aminophenylthioisobuttersäure (F. 181—182°), 1-Chlor-2,4-dinitranilin u. V über die 2,4-Dinitrophenylthioisobuttersäure (F. 148°) in 2-Nitro-4-aminophenylthioisobuttersäure (F. 174°), IV u. III in 2-Nitro-5-amino-4-methoxyphenylthioisobuttersäure (F. 160—161°), IV u. V in 2-Nitro-5-amino-4-methoxyphenylthioisobuttersäure (F. 117—118°), 4-Chlor-3-nitrophenylsulfon-4'-aminoanilid u. I in 2-Nitrophenylthioglykolsäure-4-sulfon-(4'-amino)-anilid (F. 236°) übergeführt. Die Verb. dienen zur Herst. von Farbstoffen. Hierzu vgl. auch F. P. 764 700; C. 1934. II. 2904. (F. P. 780 998 vom 9/11. 1934, ausg. 7/5. 1935. E. Prior. 9/11. 1933.)

NOUVEL.

Imperial Chemical Industries Ltd., England, *Herstellung von Amino-o-nitrophenylglykol- und -thioglykolsäuren*. Hierzu vgl. F. P. 764 700; C. 1934. II. 2904. Nachzutragen ist folgendes: Die aus 2,4-Dinitro-1-chlorbenzol über die 2,4-Dinitrophenylthioisobuttersäure (F. 159°) erhaltene 2-Nitro-4-aminophenylthioisobuttersäure schm. bei 141—142°. Die aus 1-Oxy-4-acetylaminobenzol über die 4-Acetylaminophenylthioisobuttersäure (F. 173°) u. 2-Nitro-4-acetylaminophenylthioisobuttersäure (F. 195°) erhaltene 2-Nitro-4-aminophenylthioisobuttersäure schm. bei 153°. Die Verb. dienen zur Herst. von Farbstoffen. (F. P. 781 294 vom 15/11. 1934, ausg. 11/5. 1935. E. Prior. 15/11. 1933.)

NOUVEL.

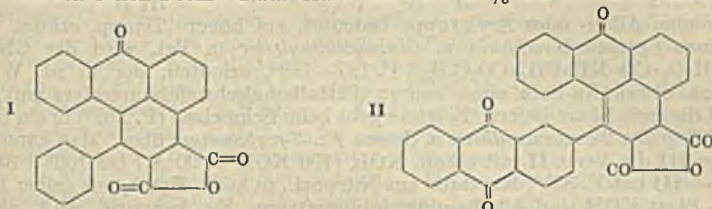
Imperial Chemical Industries Ltd., London, Max Wyler und Arnold Kershaw. Blackley, Manchester, *Herstellung von Acenaphthenabkömmlingen*. Acenaphthen (I) oder Acenaphthen-5-carbonsäurealkylanilide werden mit Alkyl-(Methyl- oder Äthyl-)phenylcarbaminsäurechlorid, das im Phenylrest durch Cl oder CH₃ substituiert sein kann, in Ggw. eines Kondensationsmittels wie AlCl₃ mit oder ohne inertes Lösungsm. kondensiert u. gegebenenfalls die erhaltenen Acenaphthen-5-carbonsäure- bzw. -5,6-dicarbonsäureanilide zur entsprechenden Carbonsäure bzw. dem Säureanhydrid hydrolysiert. Ohne Lösungsm. entsteht dieses Anhydrid unmittelbar. — 77 Teile I, 92 Phenyläthylcarbaminsäurechlorid (II) u. 300 Leichtbenzin vom Kp. 80—100° auf 70—80° erhitzt u. mit 78 AlCl₃ versetzt, ergeben nach Behandlung mit HCl verd. Acenaphthen-5-carbonsäureäthylanilid (III), F. 158°, das mit alkoh. KOH in Acenaphthen-5-carbonsäure, F. 219°, übergeht. Entsprechend ergibt III mit II in Ggw. von Chlorbenzol Acenaphthen-5,6-dicarbonsäureäthylanilid, gelbe Nadeln, F. 217°, das mit 60%_{v/v} H₂SO₄ Acenaphthen-5,6-dicarbonsäureanhydrid vom F. 294° ergibt. Mit o-Tolyläthylcarbaminsäurechlorid entsteht Acenaphthen-5-carbonsäureäthyl-o-toluidid, farblose Krystalle, F. 134°. Die Verb. sind Farbstoffzwischenprodd. (E. P. 432 885 vom 5/1. u. 7/5. 1934, ausg. 5/9. 1935.)

DONAT.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M. (Erfinder: Werner Schultheis, Frankfurt a. M.-Höchst), *Darstellung von Aminochrysensulfonsäuren*, dad. gek., daß man 1. Aminochrysen mit sulfonierend wirkenden Mitteln behandelt; — 2. Nitrochrysen mit sulfonierend wirkenden Mitteln behandelt u. die so erhaltenen Nitrochrysensulfonsäuren zu den Aminochrysensulfonsäuren reduziert; — 3. saure Sulfate der Aminochrysen, zweckmäßig im Vakuum, auf höhere Temp. erhitzt; — 4. Sulfaminsäuren der Aminochrysen, zweckmäßig in hochsd. Lösungsm., auf höhere Temp. erhitzt. — Z. B. verrührt man 20 g 2-Aminochrysen (I, F. 206°) mit 200 g Monohydrat, wobei die Temp. auf 40—45° steigt. Beim Aufarbeiten erhält man Aminochrysensulfonsäure. Das gleiche Prod. entsteht durch Sulfonieren von 2-Nitrochrysen (F. 210°) u. Red. der Nitrochrysensulfonsäure [sowie durch Sulfonieren von 2-Acetylaminochrysen (F. 286 bis 288°) oder von 2-Benzoylaminochrysen (F. 250—251°)]. Ein anderes Prod. erhält man beim Verbacken des sauren Sulfats von I; es ist vermutlich eine 2-Aminochrysen-8-sulfonsäure. Die gleiche Verb. wird durch Erhitzen des aus I u. SO₂HCl gewonnenen Sulfaminochrysens hergestellt. Beim Sulfonieren von 2,8-Diaminochrysen (F. 284°, erhältlich durch Red. von Dinitrochrysen) [oder von Aminoacetaminochrysen (F. 266 bis

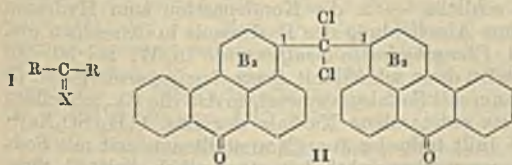
268⁹) entsteht *Diaminochrysensulfonsäure*. — Die Verbb. dienen zur Herst. von *Farbstoffen*. (D. R. P. 619 755 Kl. 12q vom 16/12. 1933, ausg. 5/10. 1935. F. P. 782 756 vom 15/12. 1934, ausg. 12/6. 1935. D. Prior. 15/12. 1933.) NOUVEL.

Erich Clar, Herrnskretsch, Elbe, Tschechoslowakei, *Herstellung von Kondensationsprodukten aus Methylenanthronen*, dad. gek., daß man in der Methylengruppe substituierte Methylenanthrone mit Verbb., die reaktionsfähige Doppelbindungen enthalten, in Ggw. von milde wirkenden Oxydationsmitteln umsetzt. Z. B. erhitzt man 14 (Teile) *Benzylidenanthron* (I) u. 4,9 *Maleinsäureanhydrid* (II) 4 Stdn. lang in 50 Nitroblz. zum Sieden u. läßt dann erkalten, wobei die entstandene Verb. sich abscheidet. Sie bildet bräunlichgelbe Nadeln vom F. 208°, die sich in konz. H₂SO₄ mit orangefarbener Farbe u. in verd. NaOH mit intensiv grüner Fluorescenz lösen; der Verb. kommt wahrscheinlich Formel I zu. Ausbeute etwa 60% der Theorie. Aus 2'-*Anthra-*



chinonylmesomethylenanthron u. II wird ein Kondensationsprod. erhalten, dem vermutlich die obenst. Formel II zukommt, es hat den F. 316—317°, ist in konz. H₂SO₄ mit bräunlichgelber Farbe l. u. liefert mit alkal. Na-Hydrosulfitslg. eine braune Küpe. I u. *Fumarsäure* ergibt die *Bz-3-Phenylbenzanthron-Bz-2-carbonsäure*. Als Oxydationsmittel kommen außer Nitroblz. auch andere hochsd. NO₂-Gruppen-haltige KW-stoffe in Betracht. Die Prodd. können als Zwischenprodd. für die Herst. von *Farbstoffen* Verwendung finden. (D. R. P. 619 246 Kl. 12o vom 7/3. 1934, ausg. 26/9. 1935.) GANTE.

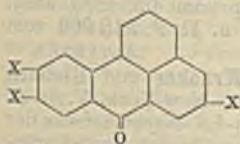
E. I. du Pont de Nemours & Co., Wilmington, Del., übert. von: **Henry J. Weiland**, South Milwaukee, und **Viktor M. Weinmayr**, Milwaukee, Wis., V. St. A., *Herstellung von Benzanthronderivaten* der allgemeinen Formel I, in der R ein einwertiges



Benzanthronradikal u. X zwei Atome Cl oder ein Atom O darstellt. Man erhitzt *Benzanthron* mit CCl₄ u. AlCl₃ im Autoklaven unter Druck u. Röhren 6 Stdn. lang auf etwa 100° u. zers. die Anlagerungsverb. an das AlCl₃ mit k. W. Man erhält *Bz-1-Bz-1'*-

dibenzanthronyldichloromethan der Formel II, welches durch 24-std. Kochen mit verd. NaOH-Lsg. in das entsprechende *Dibenzanthronylketon* übergeführt wird. Dieses löst sich in konz. H₂SO₄ mit roter Farbe u. schm. nicht bis 360°. Es dient als *Farbstoff-zwischenprod.* (Ä. P. 1 990 506 vom 19/9. 1932, ausg. 12/2. 1935.) DERSIN.

Gesellschaft für chemische Industrie in Basel, Basel, Schweiz, *Herstellung von Bz-1-Brommethylbenzanthronen*, indem man Methylbenzanthrone der allgemeinen



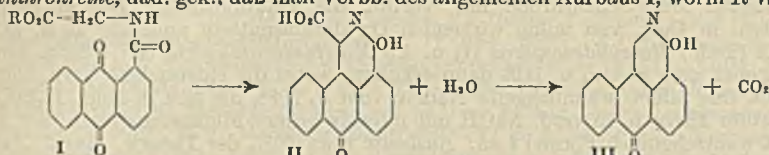
Formel (nebenst.), in welcher 2 X H-Atome u. das 3. X eine CH₃-Gruppe darstellen, in Ggw. einer verd. H₂SO₄, deren W.-Geh. mindestens 5% u. höchstens 20% beträgt, bei Temp. bis zu 100° mit Br₂ behandelt. Z. B. werden 100 (Teile) *6-Methylbenzanthron* in 1000 90%ig. H₂SO₄ k. gel. u. bei 55° mit 72 Br₂ versetzt. Man hält 4 Stdn. bei dieser Temp., kühlt ab, u. gießt das Rk.-Gemisch in

eine Mischung von Eis u. NaHSO₃-Lsg., sodann wird filtriert, mit W. neutral gewaschen u. getrocknet. Man erhält ein gelbliches Pulver, dessen Br.-Geh. annähernd demjenigen eines *Monobrommethylbenzanthrons* entspricht, das gewonnene Prod. ist in H₂SO₄ mit roter Farbe u. schwach gelber Fluorescenz l. Man kann auch das Gemisch der isomeren Methylbenzanthrone, das man bei der Abtrennung des 2-Methylbenzanthrons aus der auf bekannte Weise aus 2-Methylanthrachinon gewonnenen Mischung von Methylbenzanthronen erhält, als Ausgangsprod. anwenden. Die Körper sind Zwischen-

prodd. für die Herst. von Farbstoffen. (F. P. 787 175 vom 13/3. 1935, ausg. 18/9. 1935. Schwz. Prior. 17/3. 1934. Schwz. P. 176 020 vom 17/3. 1934, ausg. 1/6. 1935.)

GANTE.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. (Erfinder: Friedrich Ebel, Mannheim-Freudenheim, und Otto Bayer, Leverkusen), Frankfurt a. M., Verbindungen der *Bz.-2-azabenzanthronreihe*, dad. gek., daß man Verb. des allgemeinen Aufbaus I, worin R Wasser-



stoff oder eine Alkyl- oder Arylgruppe bedeutet, auf höhere Temp. erhitzt. — Aus *Anthrachinon-1-carbonsäurechlorid* u. *Glykokolläthylester* in Bzl. wird der Glykokoll-ester $\text{C}_{14}\text{H}_{10}\text{O}_2 \cdot \text{CO} \cdot \text{NH} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CO}_2 \cdot \text{C}_2\text{H}_5$, F. 187—189°, erhalten, der in sd. W. unter Zusatz von etwas Na-Salz eines sauren Fettalkoholschwefelsäureesters mit NaOH behandelt die freie Säure liefert. Letztere geht beim Schmelzen (F. 257°) in ein Gemisch von *Bz.-1-Oxy-Bz.-2-azabenzanthron* u. dessen *Bz.-3-carbonsäure* über. Man kann zwecks Darst. von III die Verb. II mit alkoh. KOH (100 KOH u. 90 A.) bei 100° 1 Stde. behandeln. — III hat F. 335°, Krystalle aus Nitroblz., in konz. H_2SO_4 mit gelber Fluoreszenz l. — Statt KOH sind Alkaliamide, Anilinnatrium, Eg.-Anhydrid, AlCl_3 , akt. SiO_2 verwendbar. Die Verb. sind *Zwischenprodd. für Farbstoffe*. (D. R. P. 621 455 Kl. 12p vom 8/7. 1934, ausg. 7/11. 1935.)

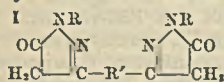
ALTPETER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. (Erfinder: Herbert Kracker und Richard Schmid), Frankfurt a. M., Darstellung von *Sulfonsäure- und Carbonsäureabkömmlingen*

der *1,3-Diaryl-5-pyrazolone* der Zus. I, worin R u. R' Arylreste bedeuten, die beliebig substituiert sein können, von denen aber mindestens einer eine oder mehrere SO_3H - oder COOH -Gruppen oder beide enthalten soll, dad. gek., daß man 1. Aroylessigester der Formel $\text{R}'-\text{CO} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{COOR}''$ mit aromat. Hydrazinen der Formel $\text{R} \cdot \text{NH} \cdot \text{NH}_2$, worin R u. R' die oben angegebene Bedeutung zukommt u. R'' für einen Alkylrest steht, in wss. Medium zum Hydrazon kondensiert u. hierauf unter Abspaltung des entsprechenden Alkohols ebenfalls in W. den Pyrazolonring schließt, — 2. die Kondensation zum Hydrazon u. den nachfolgenden Ringschluß ohne Abscheidung des Hydrazons in demselben wss. Medium durchführt. — Z. B. wird *Phenylhydrazin-o-sulfonsäure* in W. bei 50—60° mit Na_2CO_3 gegen Kongo neutral gestellt, dann schnell mit *Benzoylessigsäureäthylester* (I) $\frac{1}{4}$ Stde. bei 50—60° verrührt u. langsam mit Sodaslg. versetzt, so daß die Rk. schließlich noch schwach lackmussauer ist. Das entstandene Na-Salz der Zus. $\text{C}_6\text{H}_4[\text{SO}_3\text{Na}]^2 \cdot [\text{NH}-\text{N}=\text{C}(\text{C}_6\text{H}_5)\text{CH}_2-\text{COO} \cdot \text{C}_2\text{H}_5]^2$ fällt teilweise aus. Man stellt nun erst mit Soda gegen Brillantgelb, dann mit NaOH gegen Phenolphthalein stark alkal., heizt $\frac{1}{2}$ Stde. auf 80—85°, wobei *1-(2'-Sulfophenyl)-3-phenyl-5-pyrazolon* entsteht, rötlichbraune Krystalle. — Ferner kann man I mit folgenden Derivv. des Phenylhydrazins umsetzen: *m-* oder *p-Sulfo-*, *2-Chlor-4-* oder *-5-sulfo-*, *3,4-Dichlor-6-sulfo-*, *2-Oxy-3-carboxy-5-sulfo-*, *2-Methyl-4-sulfo-*, *p-Carboxy-*; *4'-Oxy-3'-carboxy-4-sulfo-1,1'-diphenylsulfon-2-hydrazin*, *3-Methyl-4-chlor-6-sulfo-* oder *2,5-Dichlor-4-sulfophenylhydrazin*, *1-Sulfo-2-naphthylhydrazin*. Statt I kann man dessen *p-Chlor-* oder *p-Carboxyderiv.* verwenden. Die Verb. sind *Farbstoffzwischenprodd.* (D. R. P. 622 113 Kl. 12p vom 4/3. 1933, ausg. 19/11. 1935. F. P. 769 572 vom 3/3. 1934, ausg. 28/8. 1934, u. It. P. 318 900 vom 2/3. 1934. Beide: D. Prior. 3/3. 1933.)

ALTPETER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges. (Erfinder: Herbert Kracker und Richard Schmid), Frankfurt a. M., bzw. **General Aniline Works Inc.**, New York, V. St. A. *Sulfon-* bzw. *Carbonsäureabkömmlinge* von *1,1'-Diaryl-3,3'-arylen-5,5'-bispyrazolonen* der



allgemeinen Zus. I (R = Aryl, R' = Arylen, wobei mindestens einer der Reste SO_3H - oder COOH -Gruppen enthält, durch Rk. von Aroylenbisacetessigestern $\text{R}''\text{OOC} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{CO} \cdot \text{R}' \cdot \text{CO} \cdot \text{CH}_2 \cdot \text{COOR}''$ mit aromat. Hydrazinen $\text{R} \cdot \text{NH} \cdot \text{NH}_2$. Man setzt z. B. *Terephthaloylbisessigsäureäthylester* (I) in W. bei 60—65° u. schwach alkal. Rk. mit *4'-Oxy-3'-carboxy-4-sulfo-1,1'-diphenylsulfon-2-hydrazin* um. — Ferner kann man folgende Derivv. des Phenylhydrazins umsetzen: *o-*, *m-* oder *p-Sulfo-*, *o-Carboxy-*, *2-Chlor-4-* oder *-5-sulfo-*, *2,5-Disulfo-*, *2-Nitro-4-sulfo-*, *2-Methyl-4,5-disulfo-*,

4-Nitro-2-sulfo-, 3-Carboxy-2-oxy-5-sulfophenylhydrazin, 1-Sulfo-2-naphthylhydrazin. Statt I kann man verwenden: Chlor-I, Nitro-I, Isophthaloylbisacetessigester, Naphthoylen-1,4- oder -1,5-bisacetessigester, Diphenyloyl-4,4'-bisessigester. Die Pyrazolonderivv. sind Farbstoffzwischenprodd. (F. P. 44 843 vom 12/3. 1934, ausg. 15/4. 1935. Zus. zu F. P. 769 572; vorst. Ref. u. A. P. 2 013 181 vom 9/3. 1934, ausg. 3/9. 1935. Beide: D. Prior. 11/3. 1933.)

ALTPETER.

E. I. du Pont de Nemours & Co., übert. von: Max Engelmann, Wilmington, Del., V. St. A., Herstellung von Azofarbstoffen, dad. gek., daß man 1-Amino-3-trifluormethylbenzol (I) mit 1,3-Diaminobenzol (II) oder dessen Derivv. kuppelt. — Die Herst. folgender Farbstoffe ist beschrieben: I → II, 1-Äthyl-, 1-Propyl-, 1-Isopropyl-, 1-Butyl-, 1-Isobutyl-, 1-sek.-Butyl-, 1-Amyl-, 1-Isomyl-, 1-Hexyl-, 1-Heptyl-, 1-Lauryl-, 1-Palmityl-, 1-Stearyl-, 1-Mellissyl-2,4-diaminobenzol; 1-Methyl-, 1,4-Limethyl-, 1,2-Dimethyl-, 1,2,4-Trimethyl-3,5-diaminobenzol; 1-Methyl-2,6-diaminobenzol; 1,3-Dimethyl-2,4-diaminobenzol. — I → 1-Methoxy-, 1-Äthoxy-, 1-Propyloxy-, 1-Isopropyloxy-, 1-Butyloxy-, 1-Isobutyloxy-, 1-sek.-Butyloxy-, 1-Amyloxy-, 1-Isoamyl-, 1-Hexyloxy-, 1-Heptyloxy-, 1-Heptyloxy-, 1-Lauryloxy-, 1-Palmityloxy-, 1-Stearyloxy-, 1-Mellissyloxy-, 1,3-Dimethoxy-2,4-diaminobenzol; 1-Methoxy-, 1,4-Dimethoxy-, 1,2-Dimethoxy-, 1,2,4-Trimethoxy-3,5-diaminobenzol; 1-Methoxy-2,6-diaminobenzol. — I → 1-Dimethylamino-, 1-Monomethylamino-, 1-Monoäthylamino-, 1-Monopropylamino-, 1-Monoisopropylamino-, 1-Monolaurylamino-3-aminobenzol; 1-Methylamino-3-dimethylaminobenzol; 1,3-Tetramethyldiaminobenzol; 1-Methyläthylamino-3-propylbutylaminobenzol. — Als Azokomponenten sind weiter aufgezählt: 1-Methoxy-3-methyl-, 1-Methyl-3-methoxy-, 1-Methyl-3,5-dimethoxy-2,4-diaminobenzol; 1-Methoxy-4,5-dimethyl-2,6-diaminobenzol; 2,5-Dimethyl-6-methoxy-1-methylamino-3-aminobenzol; 2,6-Dimethoxy-5-methyl-1-amino-3-methylaminobenzol; 5,6-Dimethoxy-2-methyl-1-dimethylamino-3-aminobenzol; 2,6-Dimethyl-5-methoxy-1,3-tetramethyldiaminobenzol. Als Diazokomponente kann auch 1-Amino-2- oder -4-trifluormethylbenzol verwendet werden. — Die bas. Farbstoffe färben insbesondere Celluloseacetat oder andere Celluloseester- u. -äther, ferner Wolle, Seide u. Leder sowie organ. Lösungsmm. u. Öle gelb bis orange u. haben netzende Eigg. (A. P. 1 999 185 vom 17/8. 1933, ausg. 30/4. 1935.)

SCHMALZ.

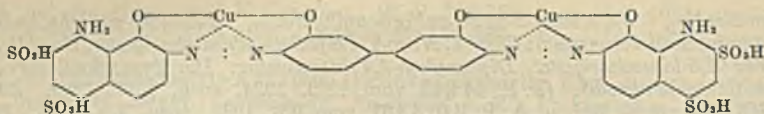
General Aniline Works, Inc., New York, übert. von: Heinrich Ohlendorf, Dessau, Herstellung von wasserunlöslichen Azofarbstoffen, dad. gek., daß man diazotiertes 1-Amino-2,4-dinitro-6-chlor- oder -6-brombenzol (I) mit 1-(β,γ-Dioxypropylamino)-naphthalin (II) oder 1-(γ-Methoxy- oder -Äthoxy-β-oxypropylamino)-naphthalin (III) oder deren Kernhalogensubstitutionsprodd. kuppelt. — Die Herst. folgender Farbstoffe ist beschrieben: I → II; I → III; I → 8-Chlor-1-(γ-methoxy-β-oxypropylamino)-naphthalin. — Die Farbstoffe färben Acetatseide in rein blauen, weiß ätzbaren Tönen. (A. P. 2 016 944 vom 4/12. 1934, ausg. 8/10. 1935. D. Prior. 9/12. 1933.)

SCHMALZ.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Herstellung von wasserunlöslichen Azofarbstoffen, dad. gek., daß man diazotierte 1-Amino-2-halogenbenzol-6-carbonsäurealkylester mit Azokomponenten, die in der zu einer OH-Gruppe benachbarten Stellung kuppeln u. keine SO₂H- oder COOH-Gruppen enthalten, in Substanz oder auf der Faser kuppelt. Die Herst. folgender Farbstoffe ist beschrieben: 1-Amino-2-chlorbenzol-6-carbonsäuremethylester (I) → 1-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-2-methyl-4-methoxybenzol (II) oder 4-methoxybenzol (III); 1-Amino-2-chlorbenzol-6-carbonsäureäthylester (IV) → 1-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-2-methyl-5-chlorbenzol; I → 1-(2'-Oxycarbazol-3'-carboylamino)-4-chlorbenzol (V); I → 1-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-4-chlorbenzol (VI) oder 4-methylbenzol (VII) oder 2-methyl-4-chlorbenzol (VIII) oder 4-chlor-2,5-dimethoxybenzol (X) oder 2,5-dimethoxybenzol oder 2-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-naphthalin (IX) oder 4,4'-Diacetoacetylamin-3,3'-dimethylbenzol oder 1-(2'-Oxynaphthalen-3'-carboylamino)-2-methylbenzol oder 1-(5'-Oxybenzo-1',2',1'',2''-carbazol-4'-carboylamino)-4-methoxybenzol oder 2-Oxynaphthalin oder 1-Phenyl-3-methyl-5-pyrazolon oder 1-Acetoacetylamin-2-chlorbenzol oder Terephthaloylbisaceto-1-amino-3-chlor-4,6-dimethoxybenzol oder 1-amino-4-chlor-2-methoxy-5-methylbenzol; IV → V oder VI oder VIII; 1-Amino-2-brombenzol-6-carbonsäuremethylester → II oder VII oder 1-(2',3'-Oxynaphthoylamino)-2-methoxybenzol; 1-Amino-2-brombenzol-6-carbonsäureäthylester → III oder IX oder X. — Die Farbstoffe färben je nach Zus. in gelben, orangen, roten u. braunen Tönen. (F. P. 784 384 vom 19/1. 1935, ausg. 22/7. 1935. D. Prior. 19/1. 1934.)

SCHMALZ.

Imperial Chemical Industries Ltd., London, England, Herstellung eines kupferhaltigen Farbstoffes von der Zus.:



Der durch Kuppeln von 1 Mol tetrazotiertem Dianisidin im alkal. Medium mit 2 Mol 1-Amino-8-oxynaphthalin-2,4-disulfonsäure erhaltene Azofarbstoff wird mit einer w. alkal. Cu-Lsg. behandelt, bis die Methoxygruppe vollständig entmethyliert ist. Der erhaltene Farbstoff ist II. in W. u. ergibt eine grünblaue Lsg. Die Färbungen auf Baumwolle sind sehr lichtecht. (Schwed. P. 84 341 vom 29/12. 1934, ausg. 17/9. 1935. E. Prior. 12/1. 1934.) DREWS.

Belloni & Colli, Mailand, *Küpenfarbstoffe der Thiazinchinonreihe*. Man läßt S₂Cl₂ auf Mono- oder Diarylidochinone oder ihren Mischungen in Ab- oder Anwesenheit von Verdünnungsmitteln bei gewöhnlicher oder ein wenig erhöhter Temp. einwirken. Die erhaltenen Küpenfarbstoffe färben Wolle, Seide u. gebeizte Baumwolle. Der Farbstoff aus Di-p-chloranilidobenzochinon u. S₂Cl₂ in HClSO₃ bei 20° färbt licht- u. waschecht goldorange. Ein Gemisch aus Mono- u. Di-p-chloranilidobenzochinon liefert einen olivgrünen Küpenfarbstoff. Je nach den Mengenverhältnissen der Mischungen aus Mono- u. Di-p-chloranilidobenzochinon erhält man verschieden farbende Farbstoffe. (It. P. 279 484 vom 18/4. 1929.) FRANZ.

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

J. Cruickshank Smith, *Der Einfluß geringer Verunreinigungen*. Die Bedeutung geringer Verunreinigungen bei Gasruß u. von wasserlöslichen Salzen in Pigmenten. (Paint Colour Oil Varnish Ink Lacquer Manuf. 5. 270—72. Sept. 1935.) SCHEIFELE.

Harley A. Nelson, *Anstrich von Zink und Zinklegierungen*. Grundierfarben für Zink u. Zinklegierungen sollen langkettige Verb. von bestimmter Polarität aufweisen. Die Verbesserung der Haftfähigkeit durch Mitverwendung von Zinkstaub dürfte darauf beruhen, daß der Zinkstaub schädliche Bindemittelbestandteile adsorbiert. Der allmähliche Verlust des Haftvermögens dürfte auf einem elektrolyt. Angriff des Zinks beruhen. Günstig ist ein Anstrichaufbau aus elast. Grundierung, härterer Zwischenschicht u. elastischerem Deckanstrich. (Ind. Engng. Chem. 27. 1149—52. Okt. 1935.) SCHEIFELE.

H. Rasquin, *Pigmente und Pigmentverschnitt bei der Öllackfarbenherstellung*. Stellungnahme zu den Ausführungen von ZERR, C. 1935. I. 3990. Das Selbstverschneiden der Pigmente im Lackbetrieb ist üblich, wobei das Strecken der Pigmente keine besonderen techn. Schwierigkeiten bereitet. (Farben-Ztg. 40. 1038—39. 12/10. 1935.) SCHEIFELE.

C. G. Gray, *Erdölderivate in der Lack- und Farbenindustrie*. (Petrol. Times 34. 187—89. 213. 1935. — C. 1935. I. 3990.) SCHEIFELE.

Emil J. Fischer, *Triäthanolamin in der Industrie der Harze, Lacke, Anstrich- und Isoliermittel*. Anwendung als Emulgierungsmittel für Öle, Wachse, Harze. Verwendung von Triäthanolaminseifen in Lacken, Anstrichmitteln, Überzugs- u. Imprägnierschichten. (Farbe u. Lack 1935. 519. 533—35. 6/11.) SCHEIFELE.

Fritz Kolke, *Leitfaden über Herstellung und Verarbeitung von Lacken und Farben*. (Forts. zu C. 1935. II. 2743.) (Farben-Chemiker 6. 325—30. 372—74. Okt. 1935.) SCHEIFELE.

P. H. Faucett, *Vom Schellack zum Öl-Celluloselack für Holzgrundierung*. Als porenfüllendes Holzgrundiermittel ergab ein Nitrocelluloselack mit Zusatz von geblasenem Ricinusöl sehr günstige Resultate. (Paint, Oil chem. Rev. 97. Nr. 14. 12 bis 15. 11/7. 1935.) SCHEIFELE.

—, *Goldlacke aus synthetischen Stoffen*. Goldlacke mit Schellack u. Glyptalharz u. ihre Eigg. (Synthet. appl. Finishes 6. 99—100. 1935.) SCHEIFELE.

E. Assheton, *Weißer Einbrennlacke*. Als Bindemittel für weiße Einbrennemails werden trocknende Glycerinphthalsäureharze u. vor allem Harnstoffharze verwendet. (Paint Colour Oil Varnish Ink Lacquer Manuf. 5. 259—61. Sept. 1935.) SCHEIFELE.

H. J. Loycke, *Deutsches Harz*. Ausführliche Wiedergabe des C. 1935. II. 602 referierten Vortrages (mit 16 Abbildungen). (Papierfabrikant 33. Ver. Zellstoff- u. Papier-Chemiker u. -Ing. 337—40. 345—47. 353—56. 1935.) PANGRITZ.

G. F. Hogg, *Allgemeiner Vergleich von Kolophonium und Wurzelharz (gum rosins)*. Über Zus. u. Gewinnung der verschiedenen Kolophoniumsorten. (Oil and Soap 12. 44—47. 1935.) SCHÖNFELD.

J. Barrington Stiles, *Metallspritzguß in der Industrie der plastischen Massen*. Seine Verwendung beim Bau der Maschinen u. App. für die Preßmassenindustrie. (Brit. Plastics moulded Products Trader 7. 194. Okt. 1935.) W. WOLFF.

Fritz Ohl, *Weißpigmente in der Kunststoffindustrie*. Nach kurzer Übersicht über die gestellten Anforderungen werden Bleiweiß, Zinkweiß, Lithopone u. Titanweiß näher besprochen. Während Bleiweiß kaum u. Zinkweiß nur wenig gebraucht werden, gelangen Titanweiß u. besonders Lithopone in großen Mengen zur Verwendung. Vf. hält Lithopone sowohl auf Grund ihrer techn. Eignung, wie auch ihrer Wirtschaftlichkeit als das für die Kunststoffindustrie bedeutendste Weißpigment. (Plast. Massen Wiss. Techn. 5. 294—95. Okt. 1935.) W. WOLFF.

L. Vanino, *Über die Untersuchung von Leuchtfarben*. Phosphore von großer Nachleuchtendauer sind stets Erdalkalisulfide; letztere zeigen beim Übergießen mit 5%/jg. Essigsäure H₂S-Entw. Die Feststellung des Schwermetallzusatzes kann durch chem. Analyse oder durch spektroskop. Unters. des ausgestrahlten Lichts erfolgen. (Chemiker-Ztg. 59. 656—57. 10/8. 1935.) SCHEIFELE.

L. A. Wetlaufer und J. B. Gregor, *Die volumetrische Bestimmung von Verdampfungskurven*. Nach einer Übersicht über die Gründe, die die Best. der Verdampfungskurven von Lösungs- u. Verdünnungsmitteln wichtig erscheinen lassen u. einer krit. Durchsicht der bisher für diese Unterr. angewendeten Verff. wird eine neue volumetrische Methode beschrieben. Sie besteht darin, daß ein konstanter trockener Luftstrom über die in waagrecht befestigten, mit für den Ein- u. Austritt der Luft doppelt durchbohrten Gummistopfen versehenen Zentrifugengläschen befindliche Substanz (2 ccm) geleitet wird. In bestimmten Zeitabständen wird nach dem Senkrechtstellen der Gläschen das jeweilige Vol. gemessen; der nichtflüchtige Rückstand kann zum Schluß gewogen werden. Das Verf., das bisher nur an mittelsd. Fl. erprobt wurde, ist schnell, genau u. gibt infolge der gleichmäßigen Entfernung der Dämpfe von der Fl.-Oberfläche Werte, die den prakt. Verhältnissen in der Anstrichtechnik besser entsprechen, als die nach den üblichen gravimetr. Methoden ermittelten. (Ind. Engng. Chem., Analyt. Edit. 7. 290—93. 15/9. 1935. Philadelphia, V. St. A., Du Pont.) W. WOLFF.

A. Mantegazza, *Die analytische Untersuchung des Formaldehyds*. Ausführliche Angaben über die Best. des Formaldehyds u. die Best. von A. in CH₂O, sowie eine kurze Übersicht über seine verschiedenen techn. Anwendungsgebiete. (Materie plast. 13. 84—86. 117—22. 1935.) W. WOLFF.

I. W. Risskin, U.S.S.R., *Herstellung eisenhaltiger Farbpigmente*. Eisensulfat wird gegebenenfalls unter Zusatz von Al- oder Zn-Salzen mit Soda oder Pottasche geglüht, ausgewaschen, filtriert u. getrocknet. Die erhaltenen Pigmente haben hohe korrosionsverhindernde Eigg. (Russ. P. 43 469 vom 1/2. 1935, ausg. 30/6. 1935.) RICHTER.

Dubois & Kaufmann G. m. b. H., Mannheim-Rheinau, *Herstellung rasch-trocknender Firnisse*, dad. gek., daß man braunen, aus nichttrocknenden Ölen hergestellten Faktis in zur n. Firnisherst. benutzten fetten Ölen löst. — Beispiel: Im Rührwerk werden 200 kg Leinöl auf 120—130° erhitzt u. dann langsam 100 kg brauner Faktis eingetragen u. solange ohne größere Temperatursteigerung gerührt, bis Lsg. eingetreten ist. (D. R. P. 621 440 Kl. 22h vom 9/4. 1932, ausg. 7/11. 1935.) BRAUNS.

E. I du Pont de Nemours, Wilmington, Del., übert. von: **Henry Lyne Plummer**, Philadelphia, und **Leslie Field Stone**, Merton, Pa., V. St. A., *Anstrichmasse aus Holzöl*, welche beim Trocknen keine Runzeln ergibt, wird gewonnen durch Erhitzen der freien Holzölsäuren, beispielsweise 30 Min. auf 540—585° F. (A. P. 2 011 908 vom 18/2. 1932, ausg. 20/8. 1935.) BRAUNS.

Canadian Industries Ltd., Montreal, Canada, übert. von: **Edward F. Arnold**, New Brunswick, und **Micheal J. Callahan**, Parlin, N. J., V. St. A., *Überzugsmasse aus Cellulosenitrat*, A. u. Athylacetat als Lösungsm., einem Verdünnungsmittel u. einem nichttrocknenden, pflanzlichen Öl. (Can. P. 334 123 vom 17/6. 1932, ausg. 18/7. 1933.) BRAUNS.

Roar M. Bye und Th. Ström, Trondheim, Norwegen, *Plastische Farbe*. Die Grundmasse enthält Mineralfarben, Leinöl u. W.; außerdem werden ihr körnige nadel-, blatt- oder faserförmige Stoffe, z. B. Eibennadeln, Schalen von Fichtenzapfen, Wolle,

Stroh, Moos o. dgl., zugesetzt, die zuvor mit einer oder mehreren von der Grundmasse abweichenden Farben gefärbt wurden. — Zur Herst. der Grundmasse verwendet man z. B. 1 kg Kreide, 1 kg Roggenmehlkleister, 400 (g) gekochtes Leinöl, 600 W., 200 Gips u. 400 Titanweißpaste. Die M. wird gut gerührt, mit 200 g Sägemehl u. dem gewünschten Farbstoff versetzt. Hierzu gibt man dann die mit einer Anilinfarbe gefärbten nadel-, blatt- oder faserförmigen Stoffe. Nach dem Aufbringen z. B. auf eine Wand kann die Oberfläche des Anstrichs mit Sandpapier o. dgl. abgeschliffen werden, so daß die Struktur deutlicher hervortritt. (N. P. 55 628 vom 19/7. 1933, ausg. 30/9. 1935.) DREWS.

Xaver Meier, Passau, *Herstellung von farbigen Mustern auf getünchten Flächen*, dad. gek., daß man Papier mustergemäß mit Farbanstrichen versieht, die als Bindemittel eine Aufkochung von isländ. Moos mit Zusatz von etwas tier. Leim u. einigen Tropfen Glycerin besitzen, das feuchte Papier auf die getünchten Flächen aufbringt u. das Papier abzieht. (D. R. P. 619 378 Kl. 75b vom 17/11. 1933, ausg. 28/9. 1935.) BRAUNS.

Hans Bode, Moers a. Rhein, *Herstellung eines Gesteinsoberflächen darstellenden Anstriches*, dad. gek., daß man auf den Untergrund eine breiige, mit dem Pinsel aufstreichbare gefärbte M., bestehend aus CaO, MgCl₂, Alaun, gemahlenem Asbest, Zement u. W. dick aufträgt, den Anstrich in weichem Zustande mit Erhöhungen u. Vertiefungen in beliebigen Musterungen versieht u. nacheinander Anstrichmasse in gewünschten Farben so aufschleudert, daß jeder Farbleck eine Narbe bildet. Nach Erhärten wird der Anstrich geschliffen. — Beispiel für die M.: 5 (%) CaO, 2 MgCl₂, 2 Alaun, 10—15 Asbest, 40—50 Zement, 30 W. u. 2—6 Farbe. (D. R. P. 619 379 Kl. 75d vom 6/2. 1932, ausg. 28/9. 1935.) BRAUNS.

Multistamp Co. Inc., Norfolk, übert. von: **Louis G. Brandt**, Portsmouth, Va., V. St. A., *Schablonenblatt*. Die Überzugsmasse besteht aus 13 Gelatine, 42 Seife, 56 Weichmacher, z. B. Glycerin. Nach dem Trocknen des Blattes wird es in 15%ige Formaldehydsg. getaucht. (A. P. 2 004 484 vom 3/5. 1932, ausg. 11/6. 1935.) KITTLE.

Marbo Products Corp., Chicago, Ill., übert. von: **Edouard M. Kratz**, Gary, Ind., V. St. A., *Mustern von Filmen*. Eine glatte Gießunterlage wird mittels Offsetdruck mustergemäß bedruckt. Die Druckfarbe muß in dem darauffolgenden Filmmaterial l. sein. Dann wird die filmbildende M. aufgegossen. Beim Abziehen des fertigen Films überträgt sich das Muster auf diesen. (A. P. 2 001 389 vom 14/5. 1932, ausg. 14/5. 1935.) BRAUNS.

The Grasselli Chemical Co., Cleveland, O., übert. von: **Ernest R. Boller**, *Ätzmittel für Zinkklichees*. Um bei der Herst. von Zinkklichees durch Ätzen mit HNO₃ eine gleichmäßige u. kräftige Ätzwirkg. zu erreichen, werden der HNO₃ geringe Mengen von Cu-, Ag- oder Pt-Salzen zugesetzt. Eine geeignete Ätzlsg. wird erhalten, indem HNO₃ von 40° B \acute{e} , der 0,1—2% dieser Salze zugesetzt sind, mit W. auf 10% HNO₃ verd. werden. Die Wrkg. einer solchen Ätzlsg. kann noch weiter verbessert werden durch den Zusatz geringer Mengen organ. Verb., die eine oder mehrere OH-Gruppen enthalten. Als solche Verb. kommen in Betracht: aliph. u. arom. Oxyverb. oder -carbonsäuren, wie Phenol, Kresol, Citronensäure, Weinsäure, Milchsäure, Salicylsäure, Äthylenglykol, ferner Saccharide. Von diesen Verb. werden etwa 3,5 Teile auf 100 Teile HNO₃ zugesetzt. (A. PP. 1 994 499 u. 1 994 500 vom 31/12. 1932, ausg. 19/3. 1935.) HÖGEL.

Thorp-Hambrock Co., Ltd., übert. von: **John Hunter**, Montreal, Canada, *Grundlack für Holz*, bestehend aus gel. Cellulosederiv. u. einer Fl. aus geschmolzenem Wachs, z. B. Carnaubawachs, ev. Harz u. einem Verdünnungsmittel, wie Toluol. (Can. P. 347 403 vom 7/3. 1934, ausg. 8/1. 1935.) BRAUNS.

Ges. für chemische Industrie in Basel, übert. von: **Wolfgang Jaeck**, Basel, Schweiz, *Färben von Nitrocelluloselacken* durch Mischen des Farbstoffes mit einem Farbeinstellmittel, bestehend aus Arylsulfamiden u. Lösen der Mischung durch Wärme in dem Lack. Beispiel: 4 (Teile) Auramin werden mit 1 p-Toluolsulfamid gemischt u. in 100 handelsüblichem Nitrocelluloseesterlack durch Erwärmen gel. Die Lsg. dient zum Lackieren von Al-Folien. (A. P. 2 000 393 vom 12/5. 1932, ausg. 7/5. 1935. Schwz. Prior. 28/5. 1931.) BRAUNS.

N. V. tot Voortzetting der Zaken van Pieter Schoen & Zoon, Zaandam, Holland, *Bindemittel für Lacke*, bestehend aus einer Mischung von rohen oder polymerisierten Ölen mit Ölglyptalharz (I) u. Chlorkautschuk (II). Beispiel: 1 (Teil) II, gel. in 3 Xylol, wird mit 1 I u. 1 Standöl gemischt. (E. P. 434 870 vom 7/2. 1935, ausg. 10/10. 1935. Holl. Prior. 15/5. 1934.) BRAUNS.

Henkel & Cie. G. m. b. H., Düsseldorf, *Harzester*. Saure Harze, wie *Kolophonium* u. *Tallöl* oder Harzsäuren, wie *Abietinsäure* u. *Pinabietinsäure*, werden oxydiert u. mit ein- u. mehrwertigen *Alkoholen* oder *Phenolen*, sowie deren Substitutionsprodd., z. B. *Oxyäthern*, *Oxysäuren* u. ihren Estern, *Oxyhalogeniden* u. *Aminoalkoholen*, nach bekannten Methoden, gegebenenfalls in Ggw. von Veresterungskatalysatoren u. Verdünnungsmitteln verestert. Die Prodd. dienen als *Weichmachungsmittel* oder *Harzersatz* in *Lacken*, *Überzügen*, *Kunstharzen* u. dgl. Als OH-Komponente dienen z. B. *Glycerin*, *Glykol* u. ihre Homologen, ferner *Butanol*, *Hexanol*, *Benzylalkohol*, *Epichlorhydrin*, *Aminopropandiol* u. *Triäthanolamin*. (F. P. 785 486 vom 11/2. 1935, ausg. 10/8. 1935. D. Prior. 17/5. 1934.) EBEN.

Ludwig Rosenstein und Walter J. Hnnd, San Francisco, Cal., V. St. A., *Ester zwei- und mehrwertiger Alkohole*. Dicarbonsäuren, besonders *Phthalsäureanhydrid*, werden mit *Glykol*, vorteilhaft in äquimolekularen Mengen, in Ggw. fein verteilter fester neutraler Katalysatoren wie *Silicagel*, *Diatomeerde* z. B. durch Erhitzen auf 160° erhitzt, bis die SZ. etwa auf die Hälfte gesunken ist, dann auf etwa 180° u. schließlich im Vakuum auf etwa 230° bis zur neutralen Rk. der M. Die erhaltenen Ester haben konstante Zus. u. polymerisieren nicht; sie sind für die Herst. von *Lacken*, *Firnissen*, *Gummen* u. *Harzen* verwendbar. (A. P. 2 013 318 vom 22/1. 1929, ausg. 3/9. 1935.) DONAT.

Carbide and Carbon Chemicals Corp., New York, übert. von: **Thomas F. Caruthers**, South Charleston, W. Va., V. St. A., *Ester des 2-Butyloctanols*. Durch übliches Erhitzen unter Rückfluß mit Carbonsäuren oder ihren Anhydriden in Ggw. von Katalysatoren wie H₂SO₄ wird *2-Butyloctanol* (I) in Ester übergeführt, die wegen ihres geringen Dampfdruckes, ihrer Unlöslichkeit in W. u. anderer Eig. als *Plattifizierungsmittel* für *Lacke*, *Firnisse* u. dgl. geeignet sind. — Das aus 196 g I u. 74 g *Phthalsäureanhydrid* in Ggw. von 0,2% H₂SO₄ u. Bzl. als W. entfernendes Mittel erhaltene *Di-2-butyloctylphthalat* ist eine viscose Fl. von leichtem Geruch u. der D. 0,933 bei 20°/20°. In ähnlicher Weise erhält man das *2-Butyloctylacetat* vom Kp.₇₅ 121° u. der D. 0,865 bei 20°/20° oder das *Di-2-butyloctylsuccinat*, geruchlose ölige Fl. von der D. 0,906 bei 20°/20°. (A. P. 2 014 310 vom 11/5. 1934, ausg. 10/9. 1935.) DONAT.

N. D. Korjukin, U.S.S.R., *Reinigung von Rohfichtenharz*. Das Rohharz wird in *Terpentinöl* gel. u. mit 1—5% feingepulverter Bleicherde behandelt. (Russ. P. 43 425 vom 25/4. 1933, ausg. 30/6. 1935.) RICHTER.

G. A. Korshenikowski und J. N. Reked, U.S.S.R., *Gewinnung von Pflanzengummi*. Zerkleinerte Pflanzenstoffe, wie *Stroh*, *Maissstengel*, *Holzspäne* u. dgl., werden mit NaOH ausgelaugt u. filtriert, worauf das Filtrat mit festem Cu(OH)₂ behandelt wird. Der ausgeschiedene Nd., der aus einer alkal. Cu-Verb. des Gummis besteht, wird abgetrennt, mit HCl oder H₂SO₄ versetzt u. zwecks Entfernung der Cu-Salze mit W. gewaschen. (Russ. P. 43 103 vom 13/9. 1934, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

J. I. Tschulkow, U.S.S.R., *Herstellung von Kunstharzen*. Die gemäß Russ. P. 38319 erhaltenen Kunstharze werden mit kristallisiertem Phenol erhitzt, mit HCHO in alkal. Lsg. kondensiert u. mit einer organ. Säure, z. B. *Milchsäure*, neutralisiert. — 100 g der gemäß Russ. P. 38319 erhaltenen Kunstharze werden mit 50 g kristallisierten Phenols in W.-Bade bis zur Bldg. von zwei Schichten erhitzt. Die abgetrennte untere Schicht wird mit 160 g 40%ig. HCHO u. 40 g NaOH kondensiert u. nach dem Erkalten 75 g *Milchsäure* zugesetzt. Es scheidet sich ein gelbes Harz ab, das gewaschen u. getrocknet wird. Das Kunstharz ist in A.-Aceton l. (Russ. P. 43 003 vom 15/9. 1934, ausg. 31/5. 1935. Zus. zu Russ. P. 38 319; C. 1935. II. 2588.) RICHTER.

Siemens & Halske Akt.-Ges. (Erfinder: **Hans Gerdien** und **Werner Nagel**), Berlin, *Herstellung von Kunstharzen*, dad. gek., daß 1. man schmelzbare Glycerin-Phthalsäureanhydridharze (I) mit durch Verseifen mittels Alkalilauge plastifizierten Schellack bei Temp. von etwa 50—180° zusammenschmilzt. — Beispiel: Aus 1 kg Schellack erhält man 800 g plast. Schellack. Letzterer wird im Ölbade auf etwa 60° erwärmt u. dieselbe Menge grob gepulvertes I zugegeben. I löst sich in geschmolzenem Schellack, event. wird die Temp. unter Umrühren auf 120—130° gesteigert. (D. R. P. 621 541 Kl. 22h vom 21/8. 1932, ausg. 9/11. 1935.) BRAUNS.

Etablissemments Lambiotte Frères und Jean Lichtenberger, Frankreich, *Herstellung von Phenolformaldehydharzen*. Das Verf. des Hauptpatents (Umsetzung von H₂S mit CH₂O u. Kondensation mit Phenol) wird in der Weise abgeändert, daß der H₂S in Lsg. oder im Entstehungszustande angewandt wird. Statt auf die Komponenten kann H₂S auch auf harzartige Phenolformaldehydkondensationsprodd. zur Einw. ge-

bracht werden. CH₂O läßt sich durch seine Äquivalente ersetzen. (F. P. 45 083 vom 17/2. 1934, ausg. 29/5. 1935. Zus. zu F. P. 764 824; C. 1934. II. 1693.) NOUVEL.

Universal Oil Products Co., übert. von: **William J. Mattox**, Chicago, Ill., V. St. A., *Herstellung von harzartigen Massen aus Alkylolaminen* durch Erhitzen mit Al-Katalysator; letzterer wird aus gefällttem Al(OH)₃ durch Erhitzen auf 300° erhalten. Man leitet die Dämpfe der Amine über den Kontakt bei Temp. über 50° u. erhält z. B. bei 350° aus *Triäthanolamin* einen Schellackersatz, wobei zunächst eine ölige M. entsteht, die beim Stehen bei 30—40° nach einigen Tagen zu einem polierfähigen Harz erstarrt. Man kann das Öl auf die zu überziehenden Gegenstände auftragen. (A. P. 2 011 064 vom 20/10. 1934, ausg. 13/8. 1935.) ALT PETER.

Standard Oil Development Co., Wilmington, Del., V. St. A., *Löslichmachen von harzartigen Kondensationsprodukten*. In harzartige, auf synthet. Wege durch Kondensation erhaltene, organ. Verb., mit reaktionsfähigen arom. Ringen (Bzl.), werden z. B. nach der Methode von **FITIG** oder **FRIEDEL-CRAFTS**, ein oder mehrere Alkylgruppen auf 1 Molekül Harz eingeführt. Zur Alkylierung geeignete Verb. sind niedrig- oder hochmolekulare aliph. Halogenverb., wie Chlorparaffine, chloriertes Paraffinwachs u. Alkohole, ferner gasförmige u. fl. Olefine. Vorteilhafte Wrkgg. werden erzielt, wenn Verb. mit gerader Kette eingeführt werden. Die Löslichkeit der alkylierten Verb. hängt von der Anzahl u. Größe der eingeführten Alkylgruppen ab. Die alkylierten harzartigen Stoffe in Mengen von etwa 5% den *Schmierölen* zugesetzt, verändern die Viscositätszahlen derselben vorteilhaft. Verb. mit hohem Mol.-Gew. bilden *Filme* u. sind daher zur Herst. von *Überzugmassen* verwendbar. (E. P. 428 438 vom 4/4. 1934, ausg. 6/6. 1935. A. Prior. 6/6. 1933.) KÖNIG.

Bakelite G. m. b. H., Berlin, übert. von: **Ernst Elbel**, Erkner b. Berlin, *Herstellung von Preßkörpern*. Man trinkt einen saugfähigen Füllstoff mit einem hitzehärtbaren Harz, härtet die M., zerkleinert sie, vermischt die zerkleinerte M. mit neuen Mengen von härtbarem Harz u. verpreßt diese Mischung in bekannter Weise zum Formkörper. — Z. B. verknetet man 8 kg Papiermehl mit 8 kg schmelzbarem Phenol-CH₂O-Harz (I) in alkoh. Lsg., verjagt den A., erhitzt die M., bis das Harz den C-Zustand erreicht hat, zerkleinert sie u. verarbeitet sie dann auf h. Walzen mit 6 kg gepulvertem schmelzbarem I. Die erhaltenen Preßkörper sind besonders unempfindlich gegen W. u. Säuren. (A. P. 1 996 757 vom 10/12. 1931, ausg. 9/4. 1935. D. Prior. 15/12. 1930.) SARRE.

Distillers Co., Ltd., Edinburgh, **Harold Allden Auden**, Banstead, England, **Hanns Peter Staudinger**, Oesterreich, und **Philip Eaglesfield**, Carshalton, England, *Celluloseesterpreßmassen*, bestehend aus vorwiegend Cellulosetriacetat (I), Lactiden oder organ. Saureanhydriden mit Kp. von mindestens 200°. — Beispiel: 100 (Teile) I, 15 Lactid, 25 Methylchlorid, 12 Triacetin u. 5 Äthylacetanilid. (E. P. 434 970 vom 9/5. 1934, ausg. 10/10. 1935.) BRAUNS.

Distillers Co., Ltd., Edinburgh, **Harold Allden Auden**, Banstead, England, und **Hanns Peter Staudinger**, Oesterreich, *Preßmasse* aus Cellulosetriacetat (I) als Celluloidersatz, gek. durch den Zusatz geringer Mengen Quellmittel, wie Cyclohexanon, Cyclohexanylacetat, Benzylacetat (II), Äthyl-Acetylglykolat u. a. — Beispiel: 100 g I u. 160 g II werden bei 150° verknetet, dann werden 40 g Äthylenglykol, 40 p-Toluolsulfanilid u. 50 g Füllstoffe zugemischt u. die Temp. bis 180° gesteigert. (E. P. 435 311 vom 21/2. 1934, ausg. 17/10. 1935.) BRAUNS.

M. W. Sobolewski, U.S.S.R., *Herstellung plastischer Massen*. Aus einer Mischung von Cellulosexanthogenat u. Phenolformaldehydharzen werden Filme gegossen u. mehrere Filme h. zusammengepreßt. — 100 Teile einer 7,5%ig. Cellulosexanthogenatlg. werden mit 3—10 Teilen Phenolformaldehydharzen in alkal. oder wss. Lsg. vermischt, worauf die Mischung in üblicher Weise auf Filme verarbeitet wird. Die Filme werden gewaschen, bei 50—60° getrocknet, übereinandergelegt u. bei 130—140° unter Druck gepreßt. (Russ. P. 43 154 vom 13/10. 1933, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

A. D. Wolik und **P. M. Milanitsch**, U.S.S.R., *Herstellung plastischer Massen*. Die gemäß Russ. P. 18851 erhaltenen plast. Massen werden h. gewalzt, mit Graphit, Talkum o. dgl. eingerieben u. erneut h. gewalzt. Vor dem Einreiben mit Graphit o. dgl. können die Massen mit Mineralölen h. imprägniert werden. (Russ. P. 43 386 vom 5/4. 1932, ausg. 31/5. 1935. Zus. zu Russ. P. 18 851; C. 1931. II. 1793.) RICHTER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Farben von plastischen Massen* aus ganz oder teilweise polymerisierten, ungesätt., in W. unl. organ. Verb. (Vinylchlorid, -ester, -äther, Ester oder Nitrile der *Acrylsäure*, Mischpolymerisate u. dgl.)

gehärteten Kondensationsprodd. aus Phenol oder Casein mit HCHO oder Knochen, Horn, Perlmutter, Elfenbein. Man verwendet wss., gegebenenfalls Netzmittel (Seife, Türkischrotöl, alkylierte Naphthalinsulfosäuren, Polyäthylenoxyde, Taurine höherer Fettsäuren oder Sulfonate höherer Alkohole) enthaltende Suspensionen von in W. schwer oder unl. Farbstoffen, wie sie zum Färben von Celluloseestern geeignet sind. Geeignete Farbstoffe sind z. B.: *Aminoanthrachinon*, *Nitroarylamine*, *Aminoazoverbb.*, *Pyrazolonfarbstoffe*, die *Kupplungsprodd. diazotierter aromat. Basen mit aromat. Oxyäthylaminen* oder *Amincarbonsäuren*. — Kämme aus einem Mischpolymerisat von 80% Vinylchlorid u. 20% Vinylacetat werden 15—30 Min. in ein 40—50° w. Bad, enthaltend 5 Teile einer wss. 10%ig. Suspension von *Amino-4-methylaminoanthrachinon*, der etwas Seife zugesetzt ist, gelegt. (It. P. 319 474 vom 30/3. 1934. D. Prior. 2/9. 1933.)

Harry P. Bassett, Cynthiana, Ky., V. St. A., *Entfernen von Lösungsmitteln aus plastischen Massen*, insbesondere Celluloseestermassen, durch Eintauchen in ein Bad von Nichtlösern mit gleichem osmot. Druck wie in der plast. M. Der osmot. Druck des Bades wird dann erniedrigt u. schließlich die M. mehrere Tage bei steigender Temp. 100—160° F getrocknet. Als Badfl. dient W. mit 2—25% vorzugsweise 10% Alkohol. Das alkoholhaltige Bad wird nach einigen Tagen durch k. W. ersetzt. (A. P. 2 017 177 vom 19/6. 1931, ausg. 15/10. 1935.)

SALZMANN.

BRAUNS.

[russ.] **Anatoli Jakowlewitsch Drinberg**, Chemie und Technologie der filmbildenden Substanzen. (Lacke u. Farben.) Teil I. Chemie. Leningrad: Onti. 1935. (419 S.) Rbl. 5.75.

XII. Kautschuk. Guttapercha. Balata.

P. E. Cholet, *Weichgummi*. (India Rubber J. 89. Nr. 18. 11—12. 4/5. 1935. — C. 1935. I. 3992.)

H. MÜLLER.

R. Gaunt, *Die Anwendung von Latex bei Gewebestoffen*. (Vgl. C. 1935. II. 2890.) Ausführliche Besprechung der unmittelbaren Verwendung von Latex zur Anbringung eines Kautschukfinish auf Gewebestoffen, der dabei auftretenden Schwierigkeiten u. zu berücksichtigenden Gesichtspunkten mit zahlreichen prakt. Winken. (Text. Manufacturer 61. 341—42. Aug. 1935.)

RIEBL.

N. S. Golouschin und **K. P. Segshda**, *Torfpech für die Kautschukindustrie*. Torfpech (verwendet wurde ein Prod. vom Erweichungspunkt 75—85°) wurde mit Erfolg als Füllmittel bei der Herst. von Ebonit verwendet an Stelle von Steinkohlenteerpech, unter Verbesserung der dielekt. Eigg. Auch bei der Herst. von Sohlenkautschuk u. dgl. ist das Prod. gut verwendbar. (J. Rubber. Ind. [russ.: Shurnal resinowoi Promyschlennosti] 12. 460—62. Mai 1935.)

SCHÖNFELD.

D. D. Pratt und **R. Handley**, *Kautschuk im Straßenteer*. (Vgl. C. 1935. II. 3018.) Beschreibung der ausgeführten Verss. u. Unterss. zwecks Ausarbeitung einer prakt. brauchbaren Methode zur Herst. stabiler Kautschuk-Teernischungen u. Besprechung der erhaltenen Resultate. (Chem. Trade J. chem. Engr. 97. 152—53. 23/8. 1935.)

RIEBL.

I. N. Buschmakin, **M. M. Goldman** und **K. J. Kutschinskaja**, *Physikalisch-chemische Eigenschaften von Pseudobutylchlorhydrin und Pseudobutylendichlorid*. II. Mitt. (I. vgl. BATALIN, UGRJUMOW u. TICHOMIROWA, C. 1935. II. 2459.) Verss. zum Auswaschen des Chlorhydrins vom Dichlorid u. die Dest. der Gemische der Chloride mit W. Best. des Gleichgewichts im System Chlorhydrin-Dichlorid-H₂O, sowie der Zus. der Dämpfe u. der ihnen entsprechenden Gleichgewichtsgemische des Chlorhydrins u. Dichlorids bei verschiedenen Temp. (Synthet. Kautschuk [russ.: Ssinteticheski Kautschuk] 4. Nr. 1. 33—35. 1935.)

SCHÖNFELD.

S. W. Lebedew, **J. A. Gorin** und **S. N. Chutoretzkaja**, *Über den Mechanismus der Kontaktumwandlung von Alkoholen in Diäthylenkohlenwasserstoffe*. Unters. der katalyt. Zers. von A.-Gemischen mit den neben *Divinyl*, bei dessen Herst. nach **LEBEDEW** (C. 1935. I. 2598) entstehenden Nebenprodd. Das auf 420—425° überhitzte Dampf-gemisch wurde über die auf 450° erhitzte Schicht des **LEBEDEW**schen Kontaktes unter stets gleichen Vers.-Bedingungen geleitet. — Zers. von A.-Aldehydgemischen: Die Gasldg. nimmt ab mit zunehmendem Aldehydgeh. des Gemisches; bei 50:50 ist sie 2 $\frac{1}{2}$ -mal geringer als bei Anwendung reinen A. Die *Divinylkonz.* des Gases erreicht ein Maximum für Gemische 70:30 u. 50:50 u. sinkt dann scharf ab. Die *Divinylausbeute* zeigt ein Maximum beim Gemisch 80:20, um dann zu sinken; berechnet auf das zers. Gemisch bleibt die *Divinylausbeute* bis zu 20% Aldehydgeh.

unverändert, um dann stark abzunehmen. Sehr stark nimmt mit dem Aldehydgeh. die Menge der in W. unl. KW-stoffe im Kondensat zu, ebenso die Menge des gebildeten W., berechnet auf den durchgeleiteten A.; ferner die Abscheidung von C. Der %-Anteil zers. A. sinkt stark, berechnet auf die durchgeleitete Menge des Gemisches. Mit zunehmendem Aldehydgeh. sinkt in den gasförmigen Rk.-Prodd. der H₂-Geh., CO + CH₄ nimmt in ebensolchem Maße zu; es sinkt die C₂H₄-, es nimmt zu die C₂H₆- u. C₃H₈-Menge. Divinyl + Butylen nimmt anfänglich zu, erreicht ein Maximum bei 70:30 u. 50:50, um dann stark abzunehmen; das Vol.-Verhältnis Pseudobutylen:Divinyl nimmt zu. Mit steigender Aldehydkonz. des Gemisches nimmt die Aldehydbldg. allmählich ab, während die auf Divinylbldg. verbrauchte Aldehydmenge bei Gemischen mit über 20% Aldehyd größer ist als nach dem H₂ berechnet. Die H₂-Bldg. nimmt ab mit zunehmender Aldehydkonz. des Gemisches. — Zers. von A. - A. - G e m i s c h e n: Mit zunehmendem A.-Geh. sinkt die Divinylkonz. des Gases, nimmt die C₂H₄-Bldg. zu, sinkt die auf den zers. Gemischanteil berechnete Divinylausbeute, während das Vol.-Verhältnis Pseudobutylen-Divinyl nahezu unverändert bleibt. A. beteiligt sich an der Divinylbldg. u. ist auch für sich befähigt, Divinyl zu erzeugen. — Zers. von A. - C₂H₄ - G e m i s c h e n: C₂H₄ wird beim Durchleiten durch den Kontakt selbst bei 500° kaum verändert. Die Divinylbldg. wird bei Ggw. von 10 bis 20% im A.-Gemisch nur wenig begünstigt. Bei weiterer Steigerung des C₂H₄-Geh. des A. sinkt der Divinylgeh. des Gases, während das Pseudobutylen-Divinyl-Vol.-Verhältnis fast unverändert bleibt. — Zers. von A. - H₂O - G e m i s c h e n: Die Gasbldg. sinkt auffallend mit der Verdünnung des A., berechnet auf durchgeleitetes Gemisch; berechnet auf zers. A. nimmt sie etwas zu. Der Divinylgeh. bleibt bei geringem W.-Geh. des A. nahezu unverändert, um bei steigender Verdünnung allmählich abzunehmen. Bis zu 30% H₂O bleibt die Divinylausbeute, berechnet auf zers. A., unverändert, um bei weiterer Verdünnung scharf zu sinken. In den Rk.-Prodd. steigt die Menge der Carbonylverbb., in den Gasen die H₂- u. CO + CH₄ u. C₃H₈-Menge, während die C₂H₄-Konz. u. Pseudobutylen + Divinyl abnehmen. Die prozentuale Dehydrogenisation des A. (H₂.100/C₂H₅OH) nimmt zu, die Dehydratation geht zurück. — Zers. von A. - H₂ - G e m i s c h e n: H₂ ist ohne wesentlichen Einfluß auf die Divinylbldg. aus A. Um die Möglichkeit des Verbrauchs des H₂ zur Bindung des durch Zers. des A. gebildeten CO klarzustellen, wurde Aldehyd u. Aldehyd + H₂ über den Kontakt bei 450° geleitet. Mit Aldehyd allein bildeten sich nahezu gleiche Mengen CO u. CH₄; aus Gemischen mit H₂ entstand stets mehr CH₄ als CO. — Zers. von A. - B u t y l a l k o h o l - G e m i s c h e n: Bis zu 20% n-C₄H₉OH vermindern nur unerheblich die auf den zers. A.-Anteil berechneten Divinylausbeuten. Infolge der Dehydratation des C₄H₁₀O nimmt zu die Menge der Butylene im Gas u. die W.-Menge im Kondensat. Die Pseudobutylenbldg. bei der katalyt. A.-Zers. kann auf dem Wege über n-Butylalkohol erfolgen. (Synthet. Kautschuk [russ.: Sintetitscheski Kautschuk] 4. Nr. 1. 8—27. 1935.)

SCHÖNFELD.

Fa. Louis Blumer, Zwickau, Sa., *Weichmachungsmittel für Kautschukumwandlungsprodukte*, bestehend aus Phenoläthern mehrwertiger Alkohole. — Z. B. ganz oder teilweise mit Phenol, Kresol, Guajacol, Resorcin, Naphthol, p-Dioxydiphenylmethan, veräthertes Glycerin. Auch halogenierte Phenole können verwendet werden. (D. R. P. 620 751 Kl. 39b vom 31/5. 1932, ausg. 25/10. 1935.)

PANKOW.

United States Rubber Co., New York, N. Y., übert. von **Ludwig Meuser** und **Percy Joshua Leaper**, Naugatuck, Conn., V. St. A., *Herstellung von Aminketonkondensationsprodukten*. Die Kondensation der im A. P. 1 807 355; C. 1931. II. 1774 genannten sekundären arom. Amine u. Ketone, insbesondere von *Phenyl-β-naphthylamin* oder *Diphenylamin* u. *Aceton*, erfolgt durch vielstd. Erhitzen in Ggw. von H₂. Nach Beendigung der Rk. wird eingedampft. Die erhaltenen harzartigen Prodd. dienen als *Alterungsschutzmittel* für Kautschuk. Hierzu vgl. auch A. P. 1 975 167; C. 1935. I. 3056. (A. P. 2 002 642 vom 28/4. 1932, ausg. 28/5. 1935.)

NOUVEL.

S. A. Subbotin, **W. W. Andrejew** und **F. A. Wergiles**, U.S.S.R., *Regenerieren von Kautschuk*. Der zerkleinerte Gummi wird mit etwa der 10-fachen Menge einer bei 140—180° sd. KW-stoff-Fraktion extrahiert, die bei der Darst. von Divinyl aus A. erhalten wird. (Russ. P. 43 152 vom 25/11. 1934, ausg. 31/5. 1935.)

RICHTER.

W. A. Fomin, U. S. S. R., *Entschwefeln von Gummi*. Der Gummi wird in einem organ. Lösungsm., z. B. C₆H₅Cl₂, gel. u. nach Zusatz von etwa 20% CCl₄ in Ggw. von Fe-, Al- oder Cu-Pulver u. geloschtem Kalk auf 100—120° erhitzt. Das Rk.-Prod.

wird filtriert u. das Lösungsm. abdest. Der erhaltene Kautschuk ist noch S-haltig u. wird zwecks Entfernung des restlichen S bis auf etwa 1% mit Aceton extrahiert. (Russ. P. 40 565 vom 18/12. 1934, ausg. 31/12. 1934.) RICHTER.

Thomas Arnold und Stanley Arnold, England, *Kautschukmischung*, enthaltend fein gepulverte Schlacke, sowie event. Sand-, Kohle-, Koks-, Zement-, Bimsstein- oder Granitpulver. Bei Verwendung größerer Schlackemengen ist ein neutralisierender Alkalizusatz zweckmäßig. Ferner Zusatz üblicher Füll- u. Vulkanisiermittel. Für Pflasterblöcke, Schieferdächer, Fliesen, Reifen, Schuhe mischt man 900 g Hochofenschlacke u. 57 g Kohle in 1130 g Kautschukmilch u. rührt bis zur beginnenden Koagulation, worauf die M. in die entsprechenden Formen gegossen wird. Nach dem Trocknen wird gepreßt. Statt in Kautschukmilch kann man die Schlacke auch in Rohkautschuk oder Kautschuklg. einmischen. (F. P. 774 861 vom 22/6. 1934, ausg. 15/12. 1934. E. Priorr. 23/6. 1933 u. 12/2. 1934.) PANKOW.

Brown Co., übert. von: **Milton O. Schur**, Berlin, N. H., V. St. A., *Herstellung wäßriger Dispersionen von Wachsen, Ölen oder Fetten und deren Zusatz zu Kautschukmilch*. Man kann wachs-, öl- oder fettartige Stoffe in W. dispergieren, wobei man die erweichten Stoffe mit einem pulverförmigen Kautschukfüllstoff (z. B. ZnO) mischt u. danach in W. dispergiert. Verwendung zum Gewebestreichen. Man kann diese Dispersionen auch Kautschukmilch zusetzen. Genannt sind Ozokerit, Ceresin u. Age Rite Gel (Mischung von Ditolyamin u. Petroleumwachs). Verwendung der Kautschukmilch für Tauchwaren, Gewebe- oder Cordimprägnerung. (A. P. 1 977 211 vom 4/9. 1931, ausg. 16/10. 1934.) PANKOW.

Georg Goll und Ernst Helft, Berlin, *Herstellung von Leim-Kautschukmischungen*, dad. gek., daß man Mischungen aus Leim u. höhermolekularen Fettalkoholen herstellt u. diese Mischungen in den Kautschuk (I) einmischt. — Man setzt z. B. zu Leimbrühe 5% Dodecylalkohol, trocknet u. mischt in I oder man löst Perlleim nach Zusatz von etwas Stearinalkohol, mischt mit I u. gibt diese Vormischung zu anderen Kautschukmischungen. (D. R. P. 618 657 Kl. 39b vom 9/8. 1933, ausg. 13/9. 1935.) PANKOW.

Fürst & Hoefft, Berlin, übert. von: **Bertold Fürst**, Berlin-Niederschöneweide, *Klebeschichten aus Kautschuk*. Lederbänder, die verklebt werden sollen, erhalten auf einer Seite eine Schicht aus Kautschuk, einem Beschleuniger u. einem Aktivator, auf der Gegenseite eine Schicht aus Kautschuk, S u. einem Aktivator (ZnO). Beim Aneinanderpressen dieser Schichten erfolgt Verklebung u. Vulkanisation der Kautschuk-schicht. (E. P. 417 987 vom 29/5. 1934, ausg. 15/11. 1934. D. Prior. 18/1. 1934.) PANK.

Nicola S. Archetti, Germantown, Pa., V. St. A., *Reparaturmasse zum Reparieren von Kautschuk- und Lederwaren* (Sohlen, Schläuche, Matten, Reifen, Regenmänteln, auch für Dachbedeckungsmaterial). Man gibt zu einer Kautschuklg. etwas weniger als die gleiche Menge fein gemahlener Asbest, der mit etwas Bleiweiß gemischt ist, u. darauf die halbe Menge (bezogen auf Asbest) MgO, das zweckmäßig einen Trockner enthält. Vorteilhaft ist ein geringer Zusatz von Portlandzement. Soll die M. für Dachbekleidungen verwendet werden, so erhält sie einen weiteren Zusatz von Cu- oder Stahlwolle; Lederfasern sind weniger brauchbar. (A. P. 1 981 769 vom 4/6. 1932, ausg. 20/11. 1934.) PANKOW.

Naugatuck Chemical Co., Naugatuck, Conn., übert. von: **Merwyn C. Teague**. Jackson Heights, N. Y., V. St. A., *Verwendung von Kautschukmilch als Klebmittel*. Man versetzt ammoniakal. Kautschukmilch mit etwas Nekal u. evtl. etwas Seife u. gibt HCHO zur Bldg. von Hexamethylentetramin zu. Statt Nekal kann man bei Kautschukmilch, die nicht zusammen mit Gewebe verwendet wird, auch NaOH oder KOH verwenden u. nach der Bindung des NH₂ mit HCHO noch Na-Perborat zufügen. Die so behandelte Kautschukmilch wird mit Öl, Gummi u. Füllstoffen versetzt u. zum Kleben von Schuhen verwendet. (A. P. 1 967 836 vom 2/10. 1931, ausg. 24/7. 1934.) PANKOW.

Roddis Lumber and Veneer Co., Marshfield, Wis., übert. von: **Wilbur L. Jones**, Madison, Wis., V. St. A., *Vereinigen von Metall- mit Holzplatten*. Man überzieht das Metall mit einer Mischung aus *Kautschukmilch* u. Na-Silicat (26,4—31,5% SiO₂ u. 8,9—10,5% Na₂O), die auch etwas Casein, Harzleim, NH₄Cl, Füllstoffe u. Beschleuniger enthalten kann, trocknet u. vulkanisiert vor oder nach Aufbringen der eigentlichen Leimschicht (Casein-, Blutalbumin-, Kunstharzleim), worauf die Holzschicht aufgepreßt wird. (A. P. 2 006 770 vom 4/2. 1933, ausg. 2/7. 1935.) PANKOW.

National Standard Co., V. St. A., *Kautschuküberzüge auf Eisen und Stahl*. Die Teile werden zunächst elektrolyt. oder auf schmelzfl. Wege verzinkt u. dann elektrolyt. verkupfert, worauf der Kautschuküberzug durch Vulkanisieren aufgebracht wird. Der erste Metallüberzug soll nur dünn sein, z. B. taucht man die Teile nur 1—5 Sek. in ein Bad aus fl. Zn von 449° u. entfernt den Überschub. (F. P. 773 928 vom 31/3. 1934, ausg. 28/11. 1934. A. Prior. 10/4. 1933.) MARKHOFF.

Lucien Chiquand, Frankreich, Orne, *Schutzüberzug auf Brennstoffbehältern* u. dgl., insbesondere bei Flugzeugen u. Luftschiffen. Man überzieht die Behälter mit einer Mischung aus *Kautschuk* (20—70%), polymerisiertem u. vulkanisiertem Öl (28—78%) u. einem Alterungsschutzmittel (2—10%) oder aus harzartigem Kongokautschuk (1 kg) u. Harzöl (200 g). Hierüber kommt ein Überzug aus vulkanisiertem Kautschuk, kautschukiertem Gewebe oder flammensicher gemachtem undurchlässigem Seidenpapier. Geschößlöcher in den Behältern werden durch die M. abgedichtet. (F. P. 785 146 vom 24/4. 1934, ausg. 2/8. 1935.) PANKOW.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Herstellung plastischer organischer Polysulfidmassen* durch Umsetzung von Sulfiden oder Polysulfiden der Alkalien oder Erdalkalien mit Polyhalogenverbb., deren Halogen mit C-Atomen verbunden ist u. die eine oder mehrere CO-Gruppen enthalten. Solche Verbb. sind Ester mehrwertiger Alkohole wie Glycerin mit halogenierten Fettsäuren wie Mono- oder Dichloressigsäure oder -propionsäure, Ester von Halogenalkoholen mit halogenierten Säuren oder mit mehrbas. Säuren oder mit Kohlensäure, Polyhalogenketone, Amide von Halogen-säuren u. Polyamiden, Harnstoffderiv., bei denen die Halogenalkylgruppe am N sitzt, Amide der Halogensäuren u. der Halogenalkylamine oder Amide von Polycarbonsäuren u. Halogenaminen. Die Harnstoffderiv. können statt der CO- auch die CS-Gruppe enthalten. Genannt sind im einzelnen *Glycerintrimonochloracetat*, *Glykoldi-(dichloracetat)*, *Sorbitetra-(chloracetat)*, *symm. Dichloracetone*, der *Monochloressigsäure-β-chloräthylester*, das *Monochloressigsäure-β-chloräthylamid*, *Dichlordiacetyläthylendiamin*, der *Dichlordiäthylester* der Kohlensäure. Die Umsetzung kann in Ggw. von Verdünnungsmitteln wie W. oder A. bis zu 100° erfolgen, evtl. unter Zusatz von Emulgierungsmitteln wie Na-Diisobutyl-naphthalinsulfonat, Kondensationsprodd. von Fettsäuren mit aliph. Aminalkylsulfonsäuren, Kondensationsprodd. von Ölsäurechlorid mit Aminosäuren wie hydrolysiertem Albumin, ferner frisch gefälltem BaSO₄, Mg(OH)₂ oder Al-Silicat. In diesem Fall erhält man die Kondensationsprodd. in Form von Latex, der wie Kautschukmilch gereinigt u. verarbeitet werden kann. Die erhaltenen Polysulfidverbb. sind sl. in organ. Lösungsm. u. eignen sich für ölfeste Gegenstände. Sie können einer Nachbehandlung durch Erwärmen ähnlich der Kautschukvulkanisation unterworfen werden, wobei sie evtl. vorher mit Kautschuk gemischt werden können. Man erhält dann kautschuk- oder lederähnliche Prodd. (F. P. 785 705 vom 15/2. 1935, ausg. 17/8. 1935. D. Priorr. 17/2. u. 26/5. 1934.) PANKOW.

General Cable Corp., New York, übert. von: **George Spencer Lobdell**, Pierrepont, N. Y., V. St. A., *Vulkanisieren einer plastischen Alkylenpolysulfidmasse* durch Erhitzen in Ggw. eines Stoffes, der mit den während des Heizens entstehenden gasförmigen Stoffen Kondensationsprodd. bildet. (Can. P. 346 675 vom 24/10. 1933, ausg. 11/12. 1934. A. Prior. 26/10. 1932.) PANKOW.

XIII. Ätherische Öle. Parfümerie. Kosmetik.

E. Bontcheff, *Rosenöl*. II. (Vgl. C. 1936. I. 207.) Es werden die Rosenkrankheiten besprochen. (Manufactur. Chemist pharmac. Cosmetie Parfum. Trade J. 6. 325—28. Okt. 1935.) ELLMER.

A. Lewinson, *Neuere Arbeitsmethoden der Riechstoffchemie*. Krit. Abhandlung über die in den letzten Jahren veröffentlichten Arbeiten. Besprechung der Herst. von *KW-stoffen*, *Alkoholen* u. *Aldehyden* nach neuen Verff. (Riechstoffind. u. Kosmetik 10. 85—88. 104—06. 120—23. 133—36. 1935.) ELLMER.

G. Louveau, *Von Pinus maritima zur Parfümerie*. Abhandlung über die *Terpentin-gewinnung* in Frankreich (Landes) u. die *Umwandlungsprodd.* des *Terpentinöls* bzw. des *Pinens*. (Rev. Marques Parfum. Savonn. 13. 272—73. 293—94. Sept. 1935.) ELLM.

Erich Walter, *Die künstliche Alterung von Parfüms*. (Vgl. C. 1934. II. 4030.) Besprechung der künstlichen Alterung im „Oxyestator“ u. Erweiterung auf die Bemerkungen von JANISTYN (C. 1935. I. 3860). (Dtsch. Parfum.-Ztg. 21. 195—96. 10/7. 1935.) ELLMER.

H. Janistyn, *Die künstliche Alterung von Parfams*. Das von WALTER (vgl. vorst. Ref.) empfohlene *Katadyn*-Verf. ist zwar geeignet, den Geruch von A. zu mildern; Vf. ist jedoch nicht der Ansicht, daß es die natürliche Alterung eines Extrakts ersetzen kann. (Dtsch. Parfüm.-Ztg. **21**. 275—76. 25/9. 1935.) ELLMER.

Th. Ruemele, *Alkalische oder saure Kosmetika?* Mit Ausnahme spezif. wirkender Mittel, z. B. Depilatorien oder speziellen biolog. Cremes, ist denjenigen Haut- u. Haarpflegemitteln der Vorzug zu geben, deren pH-Wert dem der n. Haut am nächsten kommt. Erläuterung an Beispielen. (Seifensieder-Ztg. **62**. 807—08. 827—29. 1935.) ELLMER.

N. A. Daew und B. A. Roppoport, U.S.S.R., *Trennung von Salicylsäurealdehyd und Phenol*. Die Mischung aus Salicylsäurealdehyd (I) u. Phenol (II) wird in wss. NaOH gel. u. mit NaHSO₃ u. NaCl versetzt. Die ausgeschiedene Bisulfiterverb. wird abgetrennt, angesäuert u. mit W.-Dampf dest. — Eine Mischung aus 50 g I u. 50 g II wird in 300 g 15%ig. NaOH gel. u. mit 25 cem NaHSO₃-Lsg. (36%₀ig) sowie 100 g NaCl versetzt. Bei der Dest. der abgeschiedenen Bisulfiterverb. mit W.-Dampf werden 47 g I erhalten. Der gereinigte Aldehyd findet in der *Riechstoffindustrie* Verwendung. (Russ. P. **42 997** vom 26/11. 1934, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Kosmetische Lichtschutzpräparate*, bestehend aus einer Lsg. oder Dispersion (W., A., Bzl., CCl₄, CHCl₃ u. Aceton sind nicht geeignet) von farblosen ungiftigen organ. Verb., die keine phenol. OH-Gruppen enthalten u. stark absorbierend für Ultraviolett mit einem Minimum der Kurve zwischen 310 u. 350 m μ entsprechend einem Ansteigen des Logarithmus des molekularen Auslöschungskoeff. bei wenigstens 1—10 m μ sind. Solche Verb. sind z. B. *Phenylbenzimidazolsulfonsäure*, *2-p-Tolylbenzimidazol*, *2-p-Methoxyphenylbenzimidazol* (F. 224—225°, aus *o*-Phenylendiamin u. *p*-Methoxybenzoesäure, mehrere Stunden, 170—180°), *Stilben*, *2-Phenylindol* bzw. *-benzimidazol*, *-benzoxazol*, gel. in Wollfett, Paraffinöl u. dgl. (E. P. **435 811** vom 29/3. 1934, ausg. 24/10. 1935.) ALTP.

Nicolas Marchione, Frankreich, *Haarpflegemittel*, bestehend aus 4 (g) Henna, 15 S, 1 $\frac{1}{2}$ Chinin, 5 Campher, 1 Ricinusöl, 4 $\frac{1}{2}$ Formol, 1 l A. (38°), Riechstoff. (F. P. **787 918** vom 12/2. 1935, ausg. 1/10. 1935.) ALTPETER.

Milthiade Stamati Athirnaris, Griechenland, *Herstellung von Dauerwellen*. Bei der Herst. der Dauerwellen wird zur Vermeidung von Versengen das Erhitzen mit Hilfe einer chem. Heizmasse vorgenommen, die z. B. aus 90% Papiermasse, 7% kristallin. Sublimat („sublimé“), 3% Citronensäure besteht; die M. wird zwischen Al-Folien gepackt u. kurz vor Gebrauch in W. getaucht, worauf durch exotherm. Rk. die M. sich auf etwa 100° erhitzt. (F. P. **788 003** vom 28/3. 1935, ausg. 2/10. 1935. Griech. Prior. 16/10. 1934.) ALTPETER.

P. Coremans, Vieux-Dieu, Belgien, *Lösung für Dauerwellen*, bestehend aus dest. W. (85%₀), (NH₄)₂SO₃ (3%₀), Glycerin (10%₀), NH₃ (2%₀) u. Farbstoff. (Belg. P. **399 636** vom 13/11. 1933, Ausz. veröff. 12/4. 1934.) ALTPETER.

Robert Bushby, *Cosmetics, and how to make them*. London: Pitman. 1936. (103 S.) 5 s.

XIV. Zucker. Kohlenhydrate. Stärke.

F. Tödt, *Die Bedeutung der physikalisch-chemischen Forschung für die Zuckerindustrie*. Vf. behandelt die Bedeutung der physikal.-chem. Gesetzmäßigkeiten bei der Zuckerfabrikation u. die Wichtigkeit u. Anwendung physikal.-chem. Meßmethoden für die Betriebskontrolle in der Zuckerindustrie. (Z. Elektrochem. angew. physik. Chem. **41**. 514—18. 1935.) TAEGENER.

Bodo Heinemann und Hans Schiebel, *Diffusion nach dem Prinzip der inneren Massenenlastung*. Vf. legen sowohl die theoret. Grundlagen, als auch die prakt. Durchführung ihrer neuen Arbeitsweise in der Diffusionsbatterie dar. — In einem gefüllten Diffuseur nimmt der Massendruck von oben nach unten zu; er verursacht im wesentlichen die unvollkommene Saftgeschwindigkeit in der Batterie. Es werden deshalb ringförmige Druckaufnahmeelemente im Innern der Diffuseure angebracht, welche den inneren Massendruck der Schnitzelmasse unterteilen usw. (Beschreibung der Anordnung). Die Verlängerung des Diffusionsweges, die durch diese Aufhebung des inneren Massendruckes möglich ist, ist das Entscheidende. Dadurch kann der Saftabzug bei

n. Auslaugung bis auf 93% herabgesetzt werden (gegenüber sonst 120—140%). (Dtsch. Zuckerind. 60. 121—22. 141—42. 160—64. 1935.) TAEGENER.

B. Heinemann und H. Schiebel, *Über Einbauten in Diffuseuren zum Zwecke des besseren Drückens*. (Vgl. vorst. Ref.) Durch weitgehende Aufhebung des inneren Massendruckes war es möglich, die wirksame Diffusionslänge in der Batterie beinahe zu verdoppeln, ohne die Saftgeschwindigkeit herabzusetzen. Die gleiche Fl.-Menge wurde in der gleichen Zeit über die 2,2-fach größere Gewichtsmenge Schnitzel hinweggeführt. Die ausgelagerten Schnitzel zeigten niedrigere Werte als sonst, der Saftabzug konnte auf ca. 90% herabgesetzt u. die Saftdichten auf etwa 20° Brix erhöht werden. (Dtsch. Zuckerind. 60. 245—48. 1935.) TAEGENER.

B. Heinemann und H. Schiebel, *Über Einbauten in Diffuseure*. (Vgl. die vorst. Reff.) (Dtsch. Zuckerind. 60. 337. 1935.) TAEGENER.

C. W. Schonebaum und W. H. G. Moen, *Entfernung der Kolloide aus dem Rubenrohssaft bei verschiedenen Saftreinigungsmethoden*. (Int. Sugar-J. 37. 303—06; Zbl. Zuckerind. 43. 512—13. 1935. — C. 1935. II. 611.) TAEGENER.

J. Dědek und J. Vašátko, *Die optimale Koagulation mit Kalk. Der Einfluß der natürlichen Alkalität*. Das Optimum der Vorsecheidung u. demnach auch das Koagulationsoptimum sind keineswegs an ein bestimmtes p_H gebunden; ebenso ist auch die Alkalität des Filtrates kein Maß des Koagulationsoptimums. Auch die in den Nd. übergegangen bzw. in der Lsg. verbliebene Ca-Menge ist nicht konstant. Es kann also weder der zugesetzte Kalk oder die Gesamtalkalität, noch die akt. Alkalität (p_H) imstande sein, das Koagulationsoptimum eindeutig u. für alle Rubensaftarten einheitlich zu charakterisieren. Das Koagulationsoptimum liegt bei um so höherem p_H-Wert, je höher der Geh. an NaOH bzw. je höher die natürliche Alkalität des Saftes ist. Es ist auch nicht durch die gesamte Ca⁺⁺-Konz. gegeben. Wenn eine optimale Vorsecheidung mit dem Zusatz einer kleinen Kalkmenge „auf einmal“ vorgenommen werden soll, so muß stets der Prozentsatz an CaO neu bestimmt werden. Das erübrigt sich aber bei der progressiven Vorsecheidung. (Z. Zuckerind. čechoslov. Republ. 59 (16). 469—71. 1935.) TAEGENER.

O. Spengler und St. Böttger, *Beitrag zur Aufklärung einiger Verfärbungserscheinungen beim Verdampfen und Verkochen*. Obwohl zwischen Saftfarbe u. Zuckertype nicht unbedingt eine Parallelität besteht, wird eine Farbverbesserung der Säfte doch stets mit einer wesentlichen Verbesserung der Zuckertype parallel gehen. Auch die übrigen Faktoren zur Kennzeichnung der Saftbeschaffenheit (Filtration, Reinheit, Ca-Geh. usw.) laufen der Saftfarbe parallel. Die in der Farbe der Säfte öfters beobachteten, z. T. erheblichen Schwankungen können auf den verschiedenen Reifegrad des Rübenmaterials, sowie die Bodenart bzw. Düngung zurückgeführt werden. Die Saftfarbe wird durch den Reifegrad bzw. die auf Grund verschiedener Reife bedingte verschiedenartige Zus. der Rübe am stärksten beeinflusst, dagegen ist die Änderung durch Düngung verschwindend gering. Der Invertzucker u. seine Zers.-Prodd. dürften den Hauptanteil der anormal hohen Saftverfärbung ausmachen. Großen Einfluß hat die Batteriarbeit (Temp., Zeitdauer, p_H-Wert u. Schnitzelgröße) auf den Invertzuckergeh. u. damit auf die zu erwartende Saftfarbe bzw. Zuckertype. Vf. empfehlen, die Betriebskontrolle auch auf die Best. des Invertzuckers in den frischen Schnitzeln, im Rohsaft u. Dünnsaft zu erweitern. Zur Vermeidung anormaler Saftfarbe hat sich die Schnitzelschwefelung bewährt, besonders in Verb. mit einer kräftigen Einw. des Scheidekalkes in der Hitze. Auch die Verfärbung des Dicksaftes nach etwa 4 Stdn. langem Erhitzen auf ca. 90° bei einem p_H von 9,6 kann zur Kennzeichnung der Saftbeschaffenheit dienen. Erleidet Dicksaft nach dieser Einw. keine besondere Verfärbung, dann besteht zwischen der Dicksaftfarbe u. der Zuckertype eine Parallelität. (Z. Wirtschaftsgruppe Zuckerind. 85. 447—60. 1935.) TAEGENER.

A. Mirčev, *Der Einfluß des Ölzusatzes auf die Verringerung der Schaumbildung bei Zuckersäften und Lösungen*. Bei der Unters. der Wirksamkeit von Fetten auf die Schaumbldg. von Zuckersäften u. Rohzuckerlsgg. stellte Vf. fest, daß die zur Beschränkung der Schaumbldg. bei den verschiedenen Zuckerlsgg. erforderlichen Ölmengen sich innerhalb sehr weiter Grenzen bewegen. Emulsionen zeigten eine bessere Wrkg. als Rüböl allein. Auch Mineralöle bzw. Mischungen von Rüböl mit Mineralöl ergeben günstige Resultate. (Z. Zuckerind. čechoslov. Republ. 60 (17). 36—40. 4/10. 1935.) TAEGENER.

P. M. Siline, *Krystallisation des Zuckers und Melassebildung. II. Krystallisationsgeschwindigkeit der Nachproduktfüllmasse*. (I. vgl. C. 1936. I. 209.) Vf. behandelt

die Theorie u. die Experimentalunterss. der Krystallisationsgeschwindigkeit (K.) von Zuckerlsgg. mit niederer Reinheit. Die K. ist in solchen Lsgg. proportional der überschüssigen Übersättigung, die sich beim Erwärmen durch Auflösen von verschiedenen Mengen Zucker in ein u. demselben Ablauf ergibt (jedoch nicht bei Verdampfung desselben Saftes zu verschiedenen Konz.). Die Krystallisationsgeschwindigkeit hängt weder von der Größe, noch von der Anzahl der Krystalle in der Füllmasse ab. Auch die Schnelligkeit des Umrührens hat keinen Einfluß auf die K., da die Rolle des Rührwerkes nur darin besteht, die Krystalle im ununterbrochenen Fallen zu halten. Dagegen beeinflußt der Reinheitsquotient der gesätt. Lsg. die K. in hohem Maße. Melassen von 55,5 Reinheit besitzen eine K., die etwa 64-mal geringer ist als die reiner Saccharose. (Bull. Ass. Chimistes 52. 364—72. Mai 1935.) TAEGENER.

P. M. Siline und Z.-A. Siline, *Krystallisation des Zuckers und Melassebildung*. III. *Krystallisation der 2. Füllmasse und Melassebildung*. (II. vgl. vorst. Ref.) Kritik der alten Theorie der Krystallisation der Nachprodukte. — Die Regulierung der Übersättigung ist das Hauptproblem. — Das Zufügen von W. am Ende der Krystallisation in der Füllmasse soll die Viscosität bis auf etwa 4000 Centipoise herabsetzen, um ein gutes Schleudern zu gewährleisten. Nach der Wasserzugabe muß (bei normaler Arbeitsweise) die Melasse eine gesätt. (aber nicht übersättigte!) Zuckerlsg. sein. — Angabe einer Formel zur Berechnung des nötigen Wasserzusatzes. — Der Reinheitsquotient der Melasse hängt ab: von ihrem Sättigungskoeff., von der Gleichmäßigkeit der Krystalle u. der Höhe der Konz. der 2. Füllmasse am Ende des Verkochens, von der Anzahl der Zentrifugen u. ihrer Umdrehungszahl. Es wird eine einfache Methode angegeben, um den „normalen“ Reinheitsquotienten der Melasse zu finden. (Bull. Ass. Chimistes 52. 516—26. Juli/Aug. 1935.) TAEGENER.

B. Hospes, *Der Gang der Reinheitsquotienten bei der Kartoffelstärkeerzeugung*. II. (I. vgl. C. 1936. I. 455.) Beschreibung der Bewegung des Reinheitsquotienten der Stärke in der Haupterzeugungslinie. Einzelheiten (Tabellen) im Original. (Z. Spiritusind. 58. 333—34. 31/10. 1935. Deutsch-Brod.) GROSZFELD.

Josef Kadlec, *Neues Filtrierpapier für Zuckerfabriklaboratorien*. (Z. Zuckerind. čechoslov. Republ. 60 (17). 31. 27/9. 1935.) TAEGENER.

Erhard Landt, *Über die Viscosität konzentrierter Zuckerlösungen*. Gegenüberstellung eigener, mit dem HÖPLER-Viscosimeter ermittelter Meßergebnisse mit denen anderer Forscher innerhalb eines Konz.-Bereiches von 60—73% u. eines Temp.-Intervalles von 20—70°. (Z. Wirtschaftsgruppe Zuckerind. 85. 394—404. 1935.) TAEGENER.

E. Landt, *Über das neue Zeissche Eintauchrefraktometer mit Goldbachdurchflußkivette*. Beschreibung des App. u. Darlegung seiner Verwendungsmöglichkeiten. Eine neue Umrechnungstabelle ist beigegeben. (Dtsch. Zuckerind. 60. 641—42. 1935.) TAEG.

R. Salani und S. Fineschi, *Über die direkte Bestimmung der Fructose und ihre Anwendung*. Nachkontrolle der Methode von NYNS (C. 1925. I. 1463) ergab deren Brauchbarkeit. (Ind. saccarif. ital. 28. 291—94. 1935. Florenz.) GRIMME.

F. W. Zerban, W. J. Hughes und M. H. Wiley, *Vergleich offizieller Methoden zur Bestimmung reduzierender Zucker in Rohrrohzzuckern*. (Vgl. C. 1935. I. 3730.) Die Methoden von HERZFELD, ALLIHN-BROWNE u. MUNSON u. WALKER (20, 25 u. 4 g Zucker in 100 cem) werden verglichen. Für die Unters. werden die Rohzuckerlsgg. zunächst mit neutralem Bleiacetat (Lsg.) geklärt u. dann mit trockenem K-Oxalat entbleit. Die ALLIHNSche Methode ergab, nach der Korrektur mit der Formel von BROWNE, wesentlich niedrigere Resultate, während die Ergebnisse nach MUNSON u. WALKER beträchtlich höher lagen, als die nach HERZFELD gefundenen Werte. Es ist möglich, daß diese Unterschiede in einem verschiedenen Verhältnis der im Zucker vorliegenden Dextrose u. Lävulose begründet sind. Bei Vergleichsverss. mit reiner Saccharose, der wechselnde Mengen reinen Invertzuckers zugesetzt wurden, ergab HERZFELDS Methode die besten Resultate. Während die niedrigen Zahlen nach ALLIHN vielleicht auf ein anderes Reduktionsverhältnis zwischen Dextrose u. Invertzucker in Ggw. von Saccharose als in Abwesenheit derselben zurückzuführen sind, ließen sich die höheren Werte nach MUNSON u. WALKER eventuell auf Versuchsfehler (bei nur 4 g in 100 cem) zurückführen, die sich bei der Umrechnung noch mehr bemerkbar machen. Bei Rohrrohzzuckern scheint demnach die Methode von HERZFELD die beste zu sein; sie gab im Vergleich mit der volumetr. Arbeitsweise von LANE u. EYNON gute Übereinstimmung. (J. Ass. off. agric. Chemists 18. 118—22. 1935.) TAEG.

F. P. Woitenko, U.S.S.R., *Konservieren von Zuckerrüben*. Die Zuckerrüben werden mit Ofengasen behandelt. (Russ. P. 43 269 vom 24/7. 1934, ausg. 31/5. 1935.) RICHT.

A. Hacquart, Tervueren, Belgien, *Gewinnung von Zucker aus Rohzuckersaft*. Der Rohsaft aus Rüben, Zuckerrohr oder zuckerhaltigen Pflanzen wird bis zur Sirupdicke u. bis zum Sättigungspunkt eingedickt, worauf zu dem w. Sirup A. zugesetzt wird. Die M. wird langsam abkühlen gelassen u. die ausgeschiedenen Zuckerkrystalle werden dann abgeschleudert. (Belg. P. 380 504 vom 12/6. 1931, Auszug veröff. 12/2. 1932.) M. F. MÜLLER.

XV. Gärungsindustrie.

Wilhelm Halden, *Zur Kenntnis des Fett- und Lipidstoffwechsels der Hefen*. 3. Mitt. *Sterin- und Fettanreicherung in untergäriger Brauereihefe*. (2. vgl. BILGER, HALDEN u. ZACHERL, C. 1934. II. 3687.) Für eine untergärige Hefe, Typus FROHBERG, werden die Behandlungsbedingungen ermittelt, unter denen die Lipoid-Bldg. in den meisten Zellen zur Haupttrk. wird. Dies ist der Fall bei einem W.-Geh. der Suspension unter 85%. Bei der Lipoidanreicherung auf festen Unterlagen nimmt der Geh. an Sterinen rascher zu als der Geh. der Glyceridfette. Der Ergosterinanteil der Steringemische aus untergäriger Bierhefe lag im Mittel bei 80%. Die Säuerung der auf Agar behandelten Hefekulturen zeigt raschen Anstieg. Das p_H sinkt in wenigen Tagen auf 3,8. Der Glykogengeh. blieb während der Behandlung auf Agar prakt. konstant. Während der Lipoidanreicherung sammelte sich in den Agarböden *Acetylmethylcarbinol (Acetoin)* an. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 225. 249—72. 1934.) SCHINDLER.

Martha Sobotka, Wilhelm Halden und Ferdinand Bilger, *Zur Kenntnis des Fett- und Lipidstoffwechsels der Hefen*. 4. Mitt. *Der Vorgang der Sterin- und Fettanreicherung in untergäriger Brauereihefe*. (3. vgl. vorst. Ref.) Es wurde festgestellt, daß der Vorgang der Lipoidanreicherung in untergäriger Brauereihefe durch W.-Entzug ausgelöst u. gesteuert wird. Ausschlaggebend hierbei ist die Behandlung der Hefekultur mit A.-Dampf bei mäßiger Lüftung, wobei der Prozeß auf glucosehaltigem Nährboden günstiger verläuft, als auf nährstofflosem. Es besteht kein Zusammenhang zwischen Lipoid- u. Total-N-Werten. Der Abfall des Total-N-Wertes ist bedingt durch N-Mangel u. W.-Entzug, dessen Schwellenwert bei 73% W.-Geh. liegt. Der Vorgang verläuft gesetzmäßig in bezug auf Vers.-Dauer, Trockengewichts-, Lipoid- u. Sterinzunahme. Mehrere Tabellen u. Angaben der Vers.-Anordnungen. (Hoppe-Seyler's Z. physiol. Chem. 234. 1—20. 19/6. 1935.) SCHINDLER.

Soc. An. Usines de Melle, Frankreich, *Gärverfahren*. Die Unterdrückung der den gebildeten A. oxydierenden Mikroorganismen, z. B. *Mycoderma vini*, geschieht durch Vergärung in CO₂-Atmosphäre unter Druck in geschlossenen Behältern. Statt CO₂ kann auch H₂ oder N₂ verwendet werden. (F. P. 788 126 vom 1/4. 1935, ausg. 4/10. 1935.) SCHINDLER.

George L. N. Meyer, Milwaukee, Wis., V. St. A., *Imprägnieren von auf Flaschen gefülltem Bier mit CO₂*. Das Sättigen mit CO₂ erfolgt in 2 Stufen, u. zwar wird zunächst bei 10° u. 3,7 kg/qem u. dann bei 4,5° u. 4,6 kg/qem Druck imprägniert. Es wird hierdurch eine innigere Bindung der CO₂ in der Fl. erreicht. (A. P. 2 016 384 vom 5/5. 1933, ausg. 8/10. 1935.) SCHINDLER.

Michel Haimovici, Frankreich, *Entfernen von Eisenverbindungen aus Weinen*. Der Wein wird zunächst mit O₃ behandelt u. dann durch ein mit Bimsstein beschicktes Rohr geleitet, worauf sich die unl. gewordenen Fe-Verbb. abscheiden. (F. P. 787 273 vom 16/6. 1934, ausg. 19/9. 1935.) SCHINDLER.

Felix Werner, Berlin, *Herstellung eines schäumenden, alkoholhaltigen Getränkes aus Getreide durch Gärung*, dad. gek., daß als Ausgangsstoff eine Abkochung von ungemälztem Getreide verwendet wird, die nach Zusatz von Zucker in üblicher Weise vergoren wird. — Zu 100 l Fl. werden z. B. 25 kg Weizen 2 Stdn. in 75 l W. gekocht u. nach dem Abkühlen der Fl. diese nach u. nach mit 20—25 kg Zucker, 50 g Citronensäure u. später mit 2 g Tannin versetzt. (D. R. P. 621 289 Kl. 6c vom 27/10. 1931, ausg. 4/11. 1935.) SCHINDLER.

J. Ribéreau-Gayon, Collage bleu. *Traitement des vins par le ferro-cyanure*. Complexes du fer dans les vins. Bordeaux: Delmas. 1935. (43 S.) 8°. 6 fr.

XVI. Nahrungs-, Genuß- und Futtermittel.

Kurt Opitz, *Neuere Erkenntnisse über die Backfähigkeit des Weizens*. Darlegungen über Backfähigkeit u. Klebereig. als erbliches Sortenmerkmal. (Mehl u. Brot 1935. Nr. 37. 1—3. Berlin-Dahlem.) HAEVECKER.

—, *Schädlinge im Mehlvorrat*. Beschreibung der Lebensweise u. Bekämpfungsmittel des Mehlkäfers, der Mehlmotte u. des Getreideplattkäfers. (Mehl u. Brot 1935. Nr. 13. 3—4.) HAEVECKER.

G. Kunike, *Mehlschädlinge und ihre Bekämpfung*. (Vgl. C. 1935. I. 2239.) (Mehl u. Brot 1935. Nr. 29. 2—3.) HAEVECKER.

—, *Herstellung und Verwendung der Paniermehle*. (Mehl u. Brot 1935. Nr. 31. 2—3.) HAEVECKER.

B. Czyżewsky, *Vor einer neuen Roggenmehltype*. Hinweis auf die Ascheskala von MOHS. (Mehl u. Brot 1935. Nr. 13. 1—3.) HAEVECKER.

A. Beythien, *Zur Ernährungsphysiologie des Brotgetreides*. (Mehl u. Brot 1935. Nr. 35. 1—3. Dresden.) HAEVECKER.

C. W. Brabender, *Die moderne Mehl- und Bäckereichemie*. Bedeutung des Farinographen u. Fermentographen. (Mehl u. Brot 1935. Nr. 17. 9—11. Duisburg.) HAEV.

Kauko V. Laine, *Über die Entwicklung der heutigen Brotbereitungstechnik*. Übersicht. (Suomen Kemistilehti [Acta chem. fenn.] 8. A. 98—102. 25/9. 1935. [Orig.: finn.]) ROUTALA.

Alfred Häußler, *Über die Reinhaltung der Sauerteiggärung durch Milchsäure*. (Mehl u. Brot 1935. Nr. 15. 1—3. — C. 1935. I. 3862.) HAEVECKER.

O. Gregory, *Winke zur Schimmelverhütung*. Zur Schimmelverhütung soll Brot immer auf Holzrosten, die der Luft Zutritt lassen, gelagert werden. Bei gepacktem Brot empfiehlt sich Sterilisieren bei 120° unter Dampf ca. 20 Minuten. (Mehl u. Brot 1935. Nr. 22. 3—4.) HAEVECKER.

Kurt Seidel, *Untersuchungen über die Verhütung des Schimmeln der Brote*. Gutes Ausbacken, Kühlen u. luftige Lagerung verhindern Schimmelbildg. im Brot. Eingewickelte Brote können durch Bestreichen mit einer 3—5%_{ig} Essigsäurelsg. geschützt werden. (Mehl u. Brot 1935. Nr. 25. 1—5. Berlin.) HAEVECKER.

M. P. Bolotow, *Über die Zulässigkeit des Fleisches von mit Arsenik vergifteten Tieren zur Nahrung*. Die experimentelle Unters. an Meerschweinchen, die per os mittels As₂O₃ vergiftet wurden, zeigte, daß das As₂O₃ sich sehr rasch in den Geweben verbreitet. Die größten Mengen sind in den inneren Organen u. den Drüsen enthalten. Im Fleisch (Muskeln) wurden meist nicht mehr als 1 mg pro kg Fleisch beobachtet, in einzelnen Fällen enthielt dasselbe jedoch 11—25 mg. Im Fett ist der As₂O₃-Geh. geringer als im Fleisch. Demnach sind alle inneren Organe, sowie auch die Drüsen u. der Kopf des Tieres zu Genußzwecken unbrauchbar, während beim Fleisch u. Fett von Fall zu Fall durch eine entsprechende Unters. die Zulässigkeit zur Nahrung entschieden werden muß. (Problems Nutrit. [russ.: Woprossy Pitaniija] 3. Nr. 6. 1—11. 1934. Krassnodar, Inst. für Epidemiologie.) KLEVER.

Ume Tange, *Über den Vergleich des Nährwertes von Butter und Margarine*. (Bull. agric. chem. Soc. Japan 11. 101. 1935. [Nach engl. Ausz. ref.] — C. 1935. I. 2838.) GROSZFIELD.

Ume Tange, *Über die Beziehung zwischen der Resorption von Fetten und ihrem Nährwert*. (Bull. agric. chem. Soc. Japan 11. 101—02. 1935. [Nach engl. Ausz. ref.] — C. 1935. I. 2838.) GROSZFIELD.

A. I. Virtanen, *Der Weg zur selbstversorgenden Stickstoffwirtschaft in der Landwirtschaft*. Zusammenstellung der Ergebnisse bei der A. I. V.-Fütterung. (Suomen Kemistilehti [Acta chem. fenn.] 8. A. 90—98. 25/9. 1935. Helsinki, Biochem. Inst. [Orig.: finn.]) ROUTALA.

* **Ella Woods, F. W. Atkeson, I. W. Slater, C. D. Arndt und R. F. Johnson**, *Vitamin-A-Gehalt von Wiesenpflanzen*. IV. Weißer Steinklee (*Mellilotus alba Desoz.*), *gemeines Knäulgras (Dactylis glomerata L.) und hoher Schwingel (Festuca elatior L.) unter Weideverhältnissen und als Futtergrün*. (III. vgl. C. 1936. I. 669.) Nach Rattenverss. enthielten bei Prüfung im grünen Zustande 2 jähriger weißer Steinklee 242 ± 19, 1 jähriger 500 ± 30, Knäulgras 275 ± 13, Schwingel 250 ± 13 Ratten-einheiten Vitamin A in 1 g. Da alle bisher untersuchten Wiesenpflanzen reich an Vitamin A waren, kann die Weide als starke Vitamin-A-Quelle gelten, wobei es weniger

auf die Art der einzelnen Pflanzen ankommt. (J. Dairy Sci. 18. 639—45. Okt. 1935. Idaho, Agricultural Experiment Station.) GROSZFIELD.

Boleslaw Broda, *Eine mikroskopische Methode zum Nachweis von Aleuronkörnern im Mehl mittels Färbung.* (Vgl. BERLINER u. RÜTER, C. 1930. I. 1867.) Gelegentlich der Unters. zum mikrochem. Nachweis des Mg mit Farbstoffen wurde beobachtet, daß die Rk. gute Resultate bei Auffindung der Aleuronkörner liefert. Die organ. Farbstoffe geben mit Mg-Salzen in alkal. Medium charakterist. Färbungen. Zu den sehr empfindlichen u. spezif. Farbstoffen gehören *Chinalizarin, Titangelb, Azoblau*; der Nachweis der Aleuronkörner im Mehl geschieht indirekt, durch entsprechende Färbung der Mg-haltigen Globoide. Bereitung der Reagentien: 1 Teil Chinalizarin wird mit 5 Teilen Na-Acetat zerrieben u. zu 0,5% in 5%ig. NaOH gel. Das Reagens hält sich nur einen Tag. — Man löst Titangelb in 0,2%ig., Azogelb in 0,1%ig. wss. Lsg. Man gibt auf die Mehlprobe (Objektträger) 1—2 Tropfen Chinalizarinlg. oder je 1—2 Tropfen Azoblau oder Titangelb u. 10%ig. NaOH, zerreibt usw. In alkal. Medium werden Stärke u. Bestandteile der Aleuronkörner, wie die Gesamthaut, Grundmasse u. die Kristalloide gel. Die Globoide lösen sich nicht u. färben sich mit Chinalizarin kornblumenblau, mit Titangelb rosa, mit Azoblau violett. Mkr. konnten im Mehl nicht nur Aleuronkörner, sondern außerhalb der Aleuronschicht liegende Körnchen nachgewiesen werden. Die gefärbten Globoide werden schon bei geringer Vergrößerung sichtbar in Gestalt von in den Zellen lokalisierten oder lose zerstreuten Kügelchen, die bei starker Vergrößerung innerlich hohl erscheinen. Nach der Menge der gefärbten Globoide kann man auf die Ggw. von Aleuronkörnern schließen u. damit das Mehl bewerten. Vers. in vitro zur Unterscheidung von Getreidemehl, welches in Globoiden gebundenes Mg enthält, von Mehl anderer Herkunft (Sago, Tapioka usw.), das keine Aleuronkörner enthält, verliefen negativ. Die beiden Mehlsorten lassen sich aber nach der mkr. Methode unterscheiden. (Widomosci farmac. 62. 599—601. 20/10. 1935.) SCHÖNFELD.

E. Schmidt, *Die Maltosebestimmung bei der Regulierung der Gärfähigkeit eines Weizenmehles durch Diastasezusatz und der Einfluß der Lagerung.* Während der Lagerung erhöht sich die diastat. Kraft eines Mehles bis zu einem gewissen Grade, der den Endpunkt der Nachreifung des Mehles kennzeichnet. (Mehl u. Brot 1935. Nr. 4. 1—3. Berlin, Inst. f. Bäckerei.) HAEVECKER.

E. Schmidt, *Die Bestimmung der proteolytischen Wirkung von Malzpräparaten.* 10 g Mehl, mit 0,2 g Malzmehl versetzt, werden angeteigt u. bleiben 1 Stde. stehen. Die Differenz zwischen der Quellzahl des unbehandelten u. des mit Malzmehl versetzten Mehles dient als Maß für die proteolyt. Wrkg. des Malzes. (Z. ges. Getreide-, Mühlen- u. Bäckereiwes. 22. 138—40. Aug. 1935. Berlin, Institut für Bäckerei.) HAEV.

G. N. Grinling, *Gemahlene Mandeln des Handels und ihre Verfälschung.* Die Kennzahlen des Öls von Aprikosenkernen, des üblichen Verfälschungsmittels, stimmen mit Mandelöl prakt. überein. Zur Unterscheidung dient die Rk. von BIEBER in folgender Form: 2 cem Öl + 4 cem Reagens (gleiche Voll. W. + HNO₃, D. 1,5) werden kräftig geschüttelt, wobei Mandelöl eine höchstens strohfarbige obere Schicht u. nahezu immer heller als die Ölunterschicht liefert. Eine braune oder bernsteinfarbige Oberschicht deutet auf fremde Nüsse, auch auf Aprikosenkerne, die zur Verdeckung der BIEBER-Probe behandelt wurden. Noch 10% Aprikosenkernöl sind nachweisbar. — Bei der Emulsionsprobe nach NEGRI u. FABRIS (nach ELSDON, Edible Oils and Fats 1926) lieferten gleiche Voll. (4 cem) von Aprikosenkernöl + gesätt. Kalkwasser über Nacht bestandige Emulsionen, nicht Mandel-, Olivenöl usw. Noch 10—15% Aprikosenöl-zusatz lieferten die Emulsion. Eine Probe Majorkamandelöl ergab ausnahmsweise mit 4 cem Kalkwasser die Emulsion, nicht mit 5 cem, wodurch dann aber die Empfindlichkeit auf 25% vermindert wurde. (Analyst 60. 461—63. Juli 1935.) GROSZFIELD.

Elsie May Widdowson und Robert Alexander McCance, *Die freien Kohlehydrate von Früchten. Bestimmung von Glucose, Fructose, Saccharose und Stärke.* Angabe des Geh. an genannten Kohlenhydraten von 41 Fruchtarten in einer Tabelle im Original. (Biochemical J. 29. 151—56. 1935. London, King's College Hospital.) GROSZFIELD.

L. W. Redina und S. N. Tjuchtenewa, *Bestimmung der „Nessler-Zahl“ in Fleisch und Fleischprodukten nach einer modifizierten Methode von Tillmans.* Die vorgeschlagene Methode zur Best. der NESSLER-Zahl von Fleisch u. Fleischprodd. zur Feststellung der Brauchbarkeit derselben zur Nahrung unterscheidet sich im Wesentlichen von der von TILLMANS (C. 1927. I. 2612) angegebenen dadurch, daß zur Vereinfachung K₂Cr₂O₇-Standardlsgg. hergestellt werden, mit denen der Farbton der zu unter-

suchenden Lsg. verglichen wird. (Problems Nutrit. [russ.: Woprossy Pitanija] 3. Nr. 6. 14—17. 1934. Moskau, Inst. für Volksernähr.) KLEVER.

Alb. J. J. van de Velde, *Über die Aufbewahrung von Fischen für die chemische Untersuchung*. Durch Unterss. an Pleuronectes, Scyllium, Merlangus u. Scomber werden die (stets in der genannten Reihenfolge steigenden) Koeff. bestimmt, mit denen die Werte nach Lagern in 2^o/ig. Formollsg. zu multiplizieren sind, um die Werte für den frischen Fisch zu erhalten. Es sind dies für den Geh. an Trockensubstanz 1,175—1,245, für den N-Geh. (nach Trocknung bestimmt) 1,117—1,229 u. für die Asche 1,236—1,796. Entsprechende Werte sind auch, je nach Größe, für andere Fische anzuwenden. (Naturw. entensch. Tijdschr. 17. 190—96. 16/10. 1935. Gent, Univ., Lab. f. Lebensmittelkunde.) R. K. MÜLLER.

Carlo Nuti, *Verwendung der Reaktion von Schiff-Sörensen bei der Bestimmung der Proteinsubstanzen der Milch*. Bei schneller Ausführung gibt das Verf. von SCHIFF-SÖRENSEN sehr gute Resultate für die Best. der gesamten grauen Proteinsubstanz (Gesamt-N \times 6,37), es ist jedoch nicht verwendbar für die Best. von Casein. (Ann. Chim. applicata 25. 482—88. 1935. Perugia, R. Ist. Sup. Agrario.) BEHRLE.

Arnold K. Balls und Walter S. Hale, Washington, *Verhinderung der Verfärbung von geschälten Früchten und anderen Vegetabilien*. Man behandelt die geschälten Äpfel, Kartoffeln, Rüben usw. mit wss. oder HCl-haltigen Lsgg. von Stoffen, die eine Sulfhydrylgruppe enthalten, insbesondere von diese enthaltenden Aminosäuren oder Peptiden, Cystein u. Glutathion. Man kann auch Pflanzenextrakte verwenden, die ein akt. Enzym vom Typ des Papains enthalten, z. B. Papaya- oder Ananas-Extrakt, deren Oxydation vorher durch Behandlung mit H₂S verhindert werden kann. (A. P. 2 011 465 vom 28/2. 1934, ausg. 13/8. 1935.) VIELWERTH.

Louise Josephine Eugenie Rasmussen, Frederiksberg, Dänemark, *Konservierung von Meerrettich unter Zusatz von Säure*, dad. gek., daß der Meerrettich getrocknet wird, wobei vor, während oder nach der Trocknung eine nicht flüchtige, ungiftige, feste, organ. Säure zugesetzt wird. — Genannt sind Citronen- u. Weinsäure, die in Mengen von ca. 1^o/_o zugegeben werden. (Hierzu vgl. Dan. P. 44268; C. 1933. II. 469.) (Dan. P. 50 827 vom 14/12. 1934, ausg. 28/10. 1935.) DREWS.

Hansa-Mühle Akt.-Ges., Hamburg (Erfinder: Bruno Rewald, Hamburg), *Herstellung von hochemulsionsfähigen Stoffen aus Rohphosphatiden und Emulgierungsmitteln*, dad. gek., daß man die Rohphosphatide, auch wasserhaltige, mit einem selektiven Lösungsm., wie Aceton, teilweise oder vollständig entölt u. gegebenenfalls entwässert, hierauf die noch lösungsmittelfeuchten Phosphatide mit Emulgierungsmitteln oder Emulsionsbegünstigern vermischt u. den Lösungsm.-Rest entfernt. Als Emulgierungsmittel dienen z. B. Sulfoniumprodd. des Ricinusöls u. hochmolekularer Alkohole, sowie geblasene oder oxydierte polymerisierte Öle hoher Viscosität u. Emulsionsfähigkeit. Die so erhaltenen Prodd. sind an der Luft haltbar u. enthalten keine freien Öle. Sie werden im Textil-, Leder- u. Nahrungsmittelgewerbe verwendet. (D. R. P. 619 235 Kl. 23c vom 22/4. 1932, ausg. 25/9. 1935.) EBEN.

Karl Wille und Eugen Fritsch, Duisburg, *Diabetikergebäck*. Weizen- oder Roggenkeime werden zunächst einen Tag bei etwa 30^o u. dann mehrere Tage bei Zimmertemp. mit Hefe u. Milchsäure behandelt, die sich ergebende M. wird mit frischen Keimen gemischt, erneut mit Hefe während einiger Stdn. vergoren u. nach abermaliger Zugabe von Keimen u. Hefe nochmals gären lassen u. schließlich in üblicher Weise gebacken. (E. P. 435 978 vom 9/4. 1935, ausg. 31/10. 1935.) VIELWERTH.

Alexander Gerner-Rasmussen, Odense, Dänemark, *Früchtekonservierung*. (E. P. 435 587 vom 28/9. 1934, ausg. 24/10. 1935. Dan. Prior. 17/10. 1933. — C. 1934. II. 3862 [Dan. P. 49 343].) VIELWERTH.

Alexander Gerner-Rasmussen, Odense, Dänemark, *Früchtekonservierung*. (Hierzu vgl. Dan. P. 49 343; C. 1934. II. 3862.) Das Überzugsmittel, bestehend aus einer alkoh. Lsg. von Schellack, der Ricinusöl, Bienenwachs oder Paraffinöl zugesetzt sein können, erhält einen weiteren Zusatz von etwa 2^o/_o Sandarakgummi. (E. P. 435 613 vom 28/9. 1934, ausg. 24/10. 1935. Dan. Prior. 17/10. 1933. Zus. zu vorst. E. P. 435 587.) VIELW.

W. W. Tichomirow und G. D. Scherschon, U. S. S. R., *Überziehen von Betongefäßen, die zum Konservieren von Früchten o. dgl. dienen, mit einer Schutzschicht*. Ceresin wird in Bzn. gel. u. mit Asbest bis zur Bldg. einer breiigen M. vermischt. Die erhaltene Paste wird auf die Wände der zu schützenden Betongefäße aufgetragen. (Russ. P. 41 098 vom 20/7. 1934, ausg. 31/1. 1935.) RICHTER.

Royal Baking Powder Co., New York, V. St. A., *Herstellung von Geschmacksstoffen*. Aus einer Gelatine- u. Zuckerlsg., zu der man Geschmacksstoffe, wie Phenylmethylalkohol, Phenylpropylalkohol, eßbare Derivv. von organ. Säuren, z. B. die Ester der Wein-, Malein, Citronensäure u. dgl., gegebenenfalls auch Öl zugesetzt hat, wird eine Emulsion hergestellt, die dann z. B. im Vakuum oder in einer Zerstäubungsvorr. getrocknet wird. (E. P. 435 272 vom 19/3. 1934, ausg. 17/10. 1935. A. Prior. 24/3. 1933.) NITZE.

Chemische Werke vorm. H. & E. Albert, Wiesbaden-Biebrich (Erfinder: **Hans Mengele**, Wiesbaden), *Herstellung von klar löslichem Speisesalz* aus Alkalichloriden u. Säuren u. wl. Salzen des Mg, der Erdalkalien u. der Schwermetalle etwa im Verhältnis der Anionen- bzw. Kationenrelation des Blutes, dad. gek., daß die sauren u. wl. Salze in Ggw. größerer Mengen Alkalichloride erzeugt werden, wodurch sie in feinsten Verteilung auf den Alkalichloriden niedergeschlagen u. dadurch l. werden. Beispiel: 60 g KCl, 815 g NaCl, 55 g CaHPO₄, 10 g Eisenlactat u. 0,1 g CuSO₄ werden innig gemischt u. mit 100 cem einer Lsg. behandelt, die 20% H₃PO₄ enthält. Darauf wird 30 g feinst pulverisiertes MgSO₄ u. schließlich noch 20 cem einer 25% H₂SO₄ zugegeben, die ganze M. gut durchgemischt u. bei niedriger Temp. getrocknet. Das Salzgemisch soll 31,5 g K; 320 g Na; 12,8 g Ca; 2,96 g Mg; 1,7 g Fe; 0,02 g Cu; 520,9 g Cl, 36,6 g P₂O₅; 16,7 g SO₄ u. 8,3 g Milchsäure enthalten. (D. R. P. 621 230 Kl. 53 k vom 8/12. 1931, ausg. 4/11. 1935.) NITZE.

G. m. b. H. Ricofin, Frankreich, *Veredeln von Kaffee*. Man setzt dem Kaffee vor dem Übergießen mit h. W. oder auch dem h. W. selbst ein Gemisch von Na₂HPO₄, (NH₄)₂CO₃ (auch Carbamat), NaHCO₃ u. einem Fe- oder Al-Salz (z. B. Carbonat) zu. (F. P. 785 418 vom 8/2. 1935, ausg. 9/8. 1935. D. Prior. 19/7. 1934.) BIBERSTEIN.

Tabakforschungsinstitut für das Deutsche Reich, Forchheim, *Fermentieren von Tabak*, dad. gek., daß 1. die Fermentierung in Preßballen durchgeführt wird, — 2. die Ballen durch Zwischenlagen in mehrere Zonen unterteilt werden, — 3. die Zwischenlagen aus wärmeisolierenden Stoffen, z. B. Zellstoffwatte, Gaze oder ähnlichen Stoffen bestehen, — 4. mit arom. Stoffen gefüllte Zwischenlagen verwendet werden, — 5. gek. durch Umhüllung der Ballen mit wärmeisolierendem Material. — Als arom. Füllung können Steinkleeheu, Tonkabohnen u. dgl. dienen. Durch Veränderung des Preßdruckes läßt sich auch die Fermentations-temp. beeinflussen, die bei Zigarrentgut bis 60°, bei Schneidegut bis 45°, bei Zigarettegut bis 40° beträgt. (D. R. P. 619 680 Kl. 79c vom 30/3. 1933, ausg. 5/10. 1935.) ALTPETER.

Industrial Patents Corp., übert. von: **Oscar T. Bloom** und **Levi Scott Paddock**, Chicago, Ill., V. St. A., *Mittel zum Entfernen von Haaren, Flaumfedern* u. dgl. bei eßbaren geschlachteten Tieren, insbesondere *Federvieh*, das aus Burgunder Pech, Montanwachs u. Paraffin besteht. Beispiel: 15 (Teile) Burgunder Pech, 5 Montanwachs u. 10 Paraffin. (A. P. 2 017 648 vom 27/3. 1934, ausg. 15/10. 1935.) NITZE.

S. N. Surshin, U.S.S.R., *Herstellung von Räucherflüssigkeiten*. Das bei der trockenen Holzdest. bei Temp. nicht über 400° erhaltene Teerwasser wird zunächst zwecks Entfernung der leicht flüchtigen Anteile auf 100° erhitzt u. dann mit Bicarbonat neutralisiert. Die neutrale Lsg. wird hierauf auf 80—85° erwärmt u. etwa 6—8 Stdn. auf dieser Temp. gegebenenfalls unter Durchleiten von Luft gehalten. (Russ. P. 43 266 vom 8/1. 1933, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

K. P. Petrow, U.S.S.R., *Herstellung von Räucherflüssigkeiten*. Eine Lsg. von *Guajakolharz* (I) in wss. NaOH wird mit gleichen Teilen *Guajakol* (II) u. *Kreosot* (III) versetzt. — In 1 l W. werden 3 g I u. 25 cem 25%ig. NaOH gel. u. darauf unter Erwärmen 1 g II u. 1 g III zugegeben. Zum Räuchern von *Fischen* werden 100 cem der Fl. mit 900 cem W. verd. (Russ. P. 43 267 vom 9/12. 1933, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

Milton Arland Bridges, Food and beverage analyses. Philadelphia: Lea & Febiger. 1935. (248 S.) 8°. 3.50.

G. Paiseau, Le lait concentré sucré. Son emploi chez le nourrisson sain et le nourrisson malade. Paris: G. Doin et Cie. 1935. (150 S.) Br.: 15 fr.

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

Otto Krebs, *Die Wärmewirtschaft einer stetig betriebenen Fettsäuredestillieranlage*. Ausführliche Berechnung. (Teer u. Bitumen 33. 377—82. 20/10. 1935.) CONSOLATI.

Yoshiomi Yendo, *Über den Mechanismus der Kohlenwasserstoffbildung durch Hydrierung von Fettsäuren bei hoher Temperatur und hohem Druck*. (Vgl. C. 1935. I. 3867 u. früher.) Vf. hat Stearin- u. Ölsäure bei hoher Temp. u. unter hohem Druck hydriert. Es erwies sich als günstig, 100 g Säure mit 3 g Katalysator unter einem anfänglichen H-Druck von 125 bis 150 at 2—3 Stdn. auf ca. 450° zu erhitzen. Ausbeute 60—70% an niederen KW-stoffen von D.²⁰ ca. 0,7. Noch bessere Resultate wurden durch Hydrierung in 2 Stufen, zuerst bei 400° u. dann bei 450°, erhalten. Die Hydrierungsprodd. bestanden hauptsächlich aus Paraffin-KW-stoffen. Der Rk.-Mechanismus ist wohl so zu erklären: Stearinsäure, durch Red. der Ölsäure bei 180—200° gebildet, wird in die höheren gesätt. KW-stoffe umgewandelt, aus welchen sich bei 450° die niederen gesätt. KW-stoffe bilden. Der plötzliche Temp.-Fall im Anfangsstadium der Erhitzungsperiode ist durch Verdampfung der höheren KW-stoffe nahe ihrer krit. Punkte zu erklären. Die gebildeten CO₂ u. CO werden in CH₄ u. H₂O übergeführt, wie Verss. mit beiden bestätigten. Das W. reagiert mit dem Fe der Autoklavenwand unter Bldg. von FeO u. H₂. — Die durch Hydrierung von Fischölen gebildeten KW-stoffe waren gesätt. Durch Hydrierung von Glycerin wurden olige Prodd. erhalten. (Sei. Pap. Inst. phys. chem. Res. 28. Nr. 603/606. Bull. Inst. phys. chem. Res. [Abstr.], Tokyo 14. 61—62. Okt. 1935. [Nach engl. Ausz. ref.]) LINDENBAUM.

Wl. Sinowjew und A. Sinowjew, *Kontinuierliche thermische Bearbeitung von trocknenden Ölen*. Kurze Beschreibung einiger kontinuierlich arbeitender App. zur Herst. von polymerisierten Ölen. (Lack- u. Farben-Ind. [russ.: Sa lakokrassotschnuju Industriju] 1935. Nr. 2. 32—35. März/April.) V. FUNER.

V. Williams, *Schallplattenwachs*. Vf. macht Angaben über Schallplattenwachs, die zur Originalaufnahme dienen. Als Ausgangsmaterialien dienen Stearinsäure (F. 120 bis 122° F) u. Montanwachs. Die Herst. geeigneten Plattenmaterials erfordert den Zusatz von Na- u. Pb-Seifen. Herst., Eigg., Unters. u. Analysenergebnisse werden ausführlich mitgeteilt. (Ind. Chemist chem. Manufacturer 11. 400—01. Okt. 1935.) NEU.

Carl Becher jun., *Pflege-, Polier- und Schleifmittel für Autolackierungen*. Die für Autolackierungen geeigneten Pflege-, Polier- u. Schleifmittel teilt Vf. in Ölemulsionen, Wachsölpasten, Wachsölverdünnungen u. Wachsölseifenpasten ein u. gibt zu deren Herst. Vorschriften an. Ferner werden Angaben über Stoffe gemacht, die in solchen Mitteln nicht enthalten sein sollen. (Seifensieder-Ztg. 62. 709—11. 732—33. 752—53. 772—74. 11/9. 1935. Erfurt.) NEU.

—, *Autopolituren*. Rezeptmäßige Angaben. (Synthet. appl. Finishes 6. 88—89. 1935.) SCHEIFELE.

Carl Becher jun., *Mattine und Wachsbeizen sowie Möbelpolituren*. Mattine dient zur Erzeugung von Mattglanz auf gebeizten u. ungebeizten Holzern u. besteht vorwiegend aus einer wachshaltigen, spirituösen Schellacklg. Wachsbeizen bestehen entweder aus Lsgg. von Wachsen in Terpentinol oder Terpentinersatz (Terpentinol-Wachsbeizen) oder aus wss. Wachsemulsionen (Wasser-Wachsbeizen). Rezeptmäßige Angaben. (Farben-Chemiker 6. 285—89. Aug. 1935.) SCHEIFELE.

C. Bergell, *Der Titer des Fettansatzes*. Die Berücksichtigung des Titers des Fettansatzes soll nur bei Verwendung u. Zusammenstellung bekannter Rohstoffe u. der Beurteilung der Gesamtanalysendaten zuverlässige Werte ergeben. Vf. macht Angaben über den Titer von Talgfettsäure mit Harz, Cocos- u. Sojafettsäure u. von Palmölfettsäure mit Harz, Cocos- u. Sojafettsäure. (Seifensieder-Ztg. 62. 839—40. 9/10. 1935.) NEU.

Benjamin Clayton, Sugarland, Tex., V. St. A., *Reinigung roher pflanzlicher und tierischer Öle*, auch Fischöle, indem man eine wss. Lsg. von NaOH, Na₂CO₃ u. dgl. in einen fließenden Strom des erhitzten Öls derart einbringt, daß sich die Lsg. in feinen Tropfchen durch das gesamte Öl verteilt u. die Säure neutralisiert wird, dann die M. für geraume Zeit schwach rührt, bis sich die ausgeschiedenen Verunreinigungen abgesetzt haben, u. schließlich zentrifugiert. — Zeichnung. (E. P. 417 996 vom 25/3. 1933, ausg. 15/11. 1934.) DONLE.

Metallgesellschaft Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Reinigung pflanzlicher und tierischer Öle und Fette und Wiedergewinnung der verwendeten Lösungsmittel*. Die bei der Neutralisation von Fetten u. Ölen entstehenden Seifen werden entweder für sich, oder zusammen mit dem Neutralöl im Vakuum getrocknet, mit wss. A. oder mit einer wss.-alkoh. Lsg. eines Salzes behandelt, diese Lsg. mit anorgan. oder organ. Säuren versetzt, wobei eine Lsg. aus Alkalisalz, freien Säuren, A. u. W. entsteht; der A. wird abdest.,

die gewonnenen Fettsäuren sind von hoher Reinheit u. für die Hydrierung brauchbar. (E. P. 430 381 vom 30/4. 1934, ausg. 18/7. 1935. D. Prior. 15/2. 1934.) DONLE.

Robert Saint-André, Seine, Frankreich, *Reinigung gebrauchter Fette, Lösungsmittel, Schmieröle usw.*, sowie Verbesserung minderwertiger Öle durch 1. Dest. („1. Phase“) im Vakuum zur Entfernung leicht flüchtiger Stoffe; 2. Dest. („2. Phase“) unter Behandlung mit h. Luft; 3. Filtrieren der nach 2 erhaltenen Stoffe durch ein senkrecht angeordnetes Filter aus Filtrierpapiermasse, die mit Asbestpulver u. feinsten Baumwollfäden vermischt sein kann, wobei im Auffanggefäß Unterdruck herrscht. — Zeichnungen. (F. P. 782 600 vom 11/12. 1934; ausg. 7/6. 1935.) DONLE.

Aktiebolaget Separator, Schweden, *Entölung der bei der Neutralisation essbarer Öle mit NaOH (bis zu 13° Bé) erhaltenen Seifenpasten*, deren wss. Phase eine D. von 18 bis 25 Bé hat, durch kontinuierliches Einleiten der dekantierten Pasten in einen Zentrifugalseparator von großer Geschwindigkeit u. Auffangen des gewonnenen Neutralöles u. der entölten Paste in getrennten, besonders ausgebildeten Behältern. Zeichnungen. (F. P. 788 560 vom 9/4. 1935, ausg. 12/10. 1935.) DONLE.

W. G. Leites, U. S. S. R., *Entölen von Ölkuchen zwecks Gewinnung von Leim*. Die Ölkuchen werden bei etwa 40° mit einer 2%ig. Elektrolytlsg., z. B. NaOH, NH₄OH, Na-Phosphat oder -Fluorid, erwärmt. (Russ. P. 41 100 vom 25/2. 1934, ausg. 31/1. 1935.) RICHTER.

August Gehrke, Harburg-Wilhelmsburg, *Halbارة Mischungen von Öl und Lecithin* werden erhalten, wenn man den bei der Ölextraktion von Sojabohnen anfallenden Schlamm, der hauptsächlich aus Lecithin, Öl u. W. besteht u. kurze Zeit nach der Extraktion in Gärung überzugehen pflegt, sofort mehrere Male mit wasserfreiem Glycerin, in dem man so viel trockenen Zucker lösen kann, daß die D. 1,36—1,39 beträgt, innig vermischt u. gegebenenfalls zentrifugiert. Die nun entwässerte, wachsartige Lecithin-Ölmischung wird von der Fl. getrennt. Sie ist sehr haltbar u. ll. u. kann ohne weitere Reinigung für Ernährungs- u. techn. Zwecke verwendet werden. — Z. B. werden 100 (kg) einer Emulsion, die aus 50 W., 40 Lecithin u. 10 Sojaöl besteht, bei ca. 60° mit 50 wasserfreiem Glycerin gerührt; beim Stehenlassen trennt sich die Öl-Lecithinmischung von der Glycerin-W.-Lsg. (A. P. 2 018 781 vom 14/8. 1933, ausg. 29/10. 1935. D. Prior. 21/11. 1932.) DONLE.

Isser Davidsohn und **Robert Strauss**, Berlin, *Verhinderung des Ranzigwerdens von Ölen, Fetten, Wachsen, deren Gemischen und den aus ihnen hergestellten Produkten*, insbesondere Seifen, fett-, öl-, wachs- u. seifenhaltigen kosmet. Präparaten, dad. gek., daß ihnen bis zu 3% aliphat., hochmolekulare, halogenierte KW-stoffe zugesetzt werden. Z. B. wird 100 kg Olivenöl 1 kg gechlortes Paraffin (I) (Cl-Geh. ca. 40%) einpilliert. — 100 kg Grundseife werden 0,75 kg Wollfett u. 1 kg I einpilliert. — Es können auch gechlortes Ceresin, gechlorte Mineralöle, bromierte, aliphat. KW-stoffe verwendet werden. Eine Tabelle gibt Peroxydzahlen (nach 1, 2 u. 3 Monaten) für Öl 1. ohne Zusatz, 2. mit 1% I (33%), 3. mit 1% I (44%) u. 4. mit 0,2% p-Oxybenzoesäuremethylester als Zusatz an. (D. R. P. 619 928 Kl. 23a vom 28/4. 1934, ausg. 9/10. 1935.) DONLE.

Adolf Welter, Krefeld-Rheinhafen, *Durchführung von bei 180° oder bei höheren Wärmegraden unter Druck vor sich gehenden chemischen Umsetzungen in der Seifenindustrie unter Benutzung strömenden Dampfes*, dad. gek., daß man 1. in die Seifenmasse solchen hochgespannten W.-Dampf einleitet, dessen Sattedampftemp. in an sich bekannter Weise durch Kompression so weit erhöht ist, daß sie ständig über der für die betreffenden Umsetzungen erforderlichen Temp. liegt; — 2. daß man den komprimierten Dampf vor dem Einleiten in das Druckgefäß durch an sich bekannte geeignete Maßnahmen vom Kondenswasser befreit; — 3. daß man die Wrkg. des Dampfeinleitens noch durch eine beliebige andere äußere Beheizung des Druckgefäßes unterstützt. ((D. R. P. 620 391 Kl. 23a vom 7/10. 1931, ausg. 21/10. 1935. SALZM.

New Process Fat Refining Corp., V. St. A., *Fettsäuredestillation*; hierzu vgl. E. P. 406 184 [C. 1935. I. 1315] u. E. P. 408 117 [C. 1935. I. 3072]. — Nachzutragen ist, daß auf die Böden der Dest.-Kolonne Ringe aus Quarz, die innen schraubenförmig ausgebildet sind, gefüllt werden, wodurch man höheres Vakuum, gleichmäßigeren Verlauf der Dest. u. Prodd. von besserer Farbeig. erhält. (F. P. 773 635 vom 20/7. 1933, ausg. 22/11. 1934. A. Prior. 1/12. u. 12/12. 1932, 1/4. 1933.) DONLE.

Achille Parodi, Genua, *Seifenpulver*. 48 (Teile) Fettsäureseife werden in 19 W. gel., nach Zugabe von 18,5 Na₂CO₃ in Formen getrocknet, zu Pulver gemahlen u. mit 3,08 NaBO₃ versetzt. (It. P. 313 642 vom 12/2. 1934.) SALZMANN.

Edmund Milwicz, Posen, Polen, *Wasch- und Bleichmittel*, bestehend aus einem Gemisch von NaCl bzw. KCl mit NaHCO₃ u. einem bekannten Waschmittel, z. B. Seifenpulver u. Soda. (Poln. P. 20 215 vom 14/9. 1931, ausg. 8/9. 1934.) KAUTZ.

Shell Development Co., San Francisco, übert. von: **Leo V. Steck**, Oakland, Cal., V. St. A., *Reinigungsmittel*, bestehend aus einer Mischung von CCl₄ u. Dichlorbutan bzw. einer mit Hilfe von *Alkylolaminseife* bereiteten wss. Emulsion von Dichlorbutan. (Can. P. 346 023 vom 4/10. 1933, ausg. 13/11. 1934.) R. HERBST.

M. G. Bartholomeussen, Antwerpen, Belgien, *Reinigungs- und Kesselsteinverhaltungsmittel*, bestehend aus Waschpulver, CaO u. W. (Belg. P. 382 376 vom 1/9. 1931, ausg. 19/5. 1932.) SCHREIBER.

Walter Roy Weeks, Frankreich, *Verbesserung von Emulsionen*, die als Poliermittel für lackierte oder gefirniste Flächen Verwendung finden, dad. gek., daß die Konsistenz der Emulsionen auf 60—120 Sek. (GARDNER-Mobilometer) eingestellt wird u. die Leitfähigkeitsmessung einen p_H-Wert von 5,2—8 ergibt. Z. B. werden in einer 5 g Athanolaminolat in 47 W. enthaltenden Lsg. 8 Bienenwachs u. 35 Mineralöl emulgiert. Alsdann fügt man 5 SiO₂ hinzu. Um den p_H-Wert 7,2—7,3 zu sichern, werden 0,8 Na₂HPO₄ u. 0,16 Na₂CO₃ beigegeben. (F. P. 787 095 vom 5/6. 1934, ausg. 16/9. 1935.) SCHREIBER.

I. P. Morosow, U. S. S. R., *Poliermittel*, bestehend aus einer alkal. Emulsion von Alizarinöl mit pflanzlichen oder mineral. Ölen, Kieselerde, Kaolin u. Kreide. (Russ. P. 39 897 vom 24/5. 1934, ausg. 30/11. 1934.) RICHTER.

A. P. Agafonov, U. S. S. R., *Poliermittel*, bestehend aus einer Mischung von tier. Fetten, Paraffin, Umbra, Holzkohle u. Schmirgelpulver. Beispiel: 65 (Teile) Umbra, 2 Birkenholzkohle werden fein gepulvert, mit 6,5 Schmirgelpulver vermischt u. in eine geschmolzene Mischung aus 19 Pferdefett u. 6,5 Paraffin eingetragen. (Russ. P. 40 478 vom 23/5. 1933, ausg. 31/12. 1934.) RICHTER.

Maria Belloni, Mailand, Italien, *Flüssiges Poliermittel*, bestehend aus 0,75 l Benzin, 150 g Spiritus, 100 g Paraffin, 30 g Stearin u. 5 g Desinfektionsmittel. (It. P. 277 616 vom 2/4. 1929.) SCHREIBER.

G. K. Dolnokow, U. S. S. R., *Polierpulver*. Zerkleinertes Pb u. Sn werden mit Infusorienerde u. HNO₃ vermischt u. erhitzt. Das Rk.-Prod. wird nach dem Abkühlen fein gemahlen. (Russ. P. 37 208 vom 7/6. 1933, ausg. 30/6. 1934.) RICHTER.

A. Danguoumau, Recherches sur l'insaponifiable de l'huile de froment. Bordeaux: Delmas. 1935. (148 S.) 4°.

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

Rinoldi, *Der p_H und die Textilindustrie*. Definition u. Best. des p_H. Anwendung des p_H in der Wäscherei, Walkerei, Färberei u. Bleicherei der Wolle. (Boll. Laniera 48. 589—98.) KRÜGER.

Hansjürgen Saechtling, *Über einige Probleme der strukturellen Holzforschung*. Übersicht über den materiellen u. strukturellen Aufbau des Holzes sowie über frühere Arbeiten des Vf. über die Quellung des Holzes mit W. u. organ. Lösungsm. (Zellstoff-Faser 32. 161—70. Nov./Dez. 1935. Beil. zu Wbl. Papierfabrikat.) NEUMANN.

L. Hartshorn und **W. H. Ward**, *Die dielektrischen Eigenschaften von Papier*. Bericht über eine ausführliche Unters. über die grundlegenden dielekt. Eigg. von Papier. An drei verschiedenen Papiersorten wurden in weiten Bereichen Messungen vorgenommen in trockenem Zustand u. nach Tränkung mit Öl. Der Strom durch das Material unter den verschiedenen Bedingungen wird in mannigfaltiger Weise beeinflusst von Änderungen des Feuchtigkeitsgeh., der Temp. u. der Spannung. Aus den gefundenen Gesetzmäßigkeiten wurden folgende Schlüsse gezogen: Die Verlusterscheinungen unter gewöhnlichen Bedingungen sind Folgen der dielekt. Absorption; der von der n. Leitfähigkeit (Isolationsfehler) beigetragene Energieverlust ist gewöhnlich vernachlässigbar; dagegen wird er der bestimmende Faktor beim Durchschlag von Papier unter hohen Spannungen sein; Tränkung mit Öl bewirkt vor allem die Beseitigung von Feuchtigkeit, beeinflusst dagegen die grundlegenden Eigg. des Papiers selbst nicht. (J. Instn. electr. Engr. 77. 723—25. Nov. 1935. National Phys. Lab.) ETZRODT.

Eero J. Muhonen, *Über die Festigkeits- und Steifheitseigenschaften des aus weißem Holzstoff hergestellten Kartons*. Zu den Bestst. der Reißblänge u. des Berstdruckes kann

bei der Fabrikationskontrolle auch die Best. der Steifheit mit dem SMITH-TABER PRECISION STIFFNES-Tester zugefügt werden. Es zeigte sich, daß die Anfangsteiligkeit mit dem steigendem bhm-Gewicht größer wird. (Suomen Paperi- ja Puutavaralehti 1935. 592—96. 30/6.)
ROUTALA.

K. Sisido, T. Kimura, S. Mititaka, K. C. Ting und Y. Hukuda, *Untersuchungen über Zellstoffe. I. Die chemische Analyse der Zellstoffhölzer aus Südsachalin und Korea*. Tabellar. Zusammenstellung der Ergebnisse. (Cellulose Ind. 11. 27—28. 1935. Kioto, Chem.-techn. Inst. d. Univ. [Nach dtsh. Ausz. ref.])
NEUMANN.

Ossian Aschan, *Einige Resultate bei der Untersuchung von Moostorf*. Mit der Absicht, chem. Prodd. aus Torf herzustellen, wurde derselbe einer Destillation mit H₂SO₄ oder HCl unterworfen oder einer Kochung mit Ca-Bisulfit in geschlossenen Glasröhren ausgesetzt u. auf diese Weise Furfurol bzw. Methylfurfurol oder Cellulose gewonnen. Die experimentellen Arbeiten wurden von **Arnold Simons** durchgeführt. (Suomen Paperi- ja Puutavaralehti 1935. 884—88. 15/10.)
E. MAYER.

E. Munds und Yung-Hui Chang, *Chemische Zusammensetzung und technologische Eigenschaften von Kaoliang-Stengeln und Ku Tze-Stroh*. Kaoliangstengel (39,70% Cellulose, 22,52% Lignin, 24,40% Pentosan) sind papiertechn. dem Ku Tze-Stroh (42,25% Cellulose, 24,20% Lignin, 26,06% Pentosan) überlegen, die Zellstoffasern (Sulfatverf.) sind durchschnittlich länger, Verfilzbarkeit u. Geschmeidigkeit besser. Bleichbarkeit u. Festigkeit des Kaoliangzellstoffs sind gut. Ku Tze-Zellstoff ist nicht bleichbar. Ausbeute, Verfilzbarkeit u. Geschmeidigkeit sind schlecht. — Ausführliche Tabellen über chem. Analysen, Aufschlußverf., Faserlänge u. technolog. Eigg. Zahlreiche Fasermikroaufnahmen. (Zellstoff-Faser 32. 170—74. Nov./Dez. 1935. Beil. zu Wbl. Papierfabrikat. Dresden, Inst. f. Papiertechnik an d. Techn. Hochschule.)
NEUMANN.

Seiichi Uchiyama und Tsuruo Okada, *Über den Sulfitzellstoff der roten Kiefer*. Tabellen von Analysen u. Kochproben über die empfehlenswerte Verwendung der japan. roten Kiefer (*Pinus densiflora*) zur Herst. von Sulfitzellstoff. Die Ausbeute ist größer als bei den meist gebrauchten *Picea ajanensis* u. *Abies sachalinensis*. Harzreiches Kernholz ist ungeeignet. (Cellulose Ind. 11. 35—37. Okt. 1935. Japan, Analyt. Lab. d. Hokuetsu Seishi Kaisha. [Nach engl. Ausz. ref.])
NEUMANN.

A. J. Corey und O. Maass, *Der Einfluß des Vorerhitzens von Holz in Wasser auf die Geschwindigkeit der Entlignifizierung durch Sulfitlauge*. Vff. haben die Geschwindigkeit der Entlignifizierung von Rottannespänen untersucht, die in N₂-Atmosphäre, in dest. W. u. in Toluol vor dem Aufschluß erhitzt wurden. Aus den Vers. ging hervor, daß Erhitzen des Holzes (bei 105° 24 Stdn. getrocknet) in N₂-Atmosphäre (bei 130°) bzw. in Toluol auf 130° auf die Geschwindigkeit der Entlignifizierung durch Ca-Bisulfit (5,15% freies u. 1,25% gebundenes SO₂) bei 140° ohne Einfluß ist. Vorbehandlung in W. jedoch bei 130° setzt die Geschwindigkeit herab. Vff. erörtern den Mechanismus der Verminderung der Aufschlußgeschwindigkeit durch die Vorbehandlung mit W. u. weisen darauf hin, daß es auf Grund der Vers.-Ergebnisse vorteilhaft ist, die Kochdauer herabzusetzen. (Canad. J. Res. 13. Sect. B. 149—55. Sept. 1935. Montreal, Mc Gill Univ.)
SCHICKE.

H. Engel, *Strümpfe aus Kunstseide*. Das Präparieren der Kunstseide im Strang u. nach dem Durchspulpräparationsverf., das Waschen u. substantive Färben auch der Mattseiden sowie das Formen ist behandelt. (Mh. Seide Kunstseide 40. 420—25. Okt. 1935.)
SÜVERN.

Julius Grant, *Ultraviolettes Licht als Hilfsmittel in der Papierfabrikation*. (Paper-Maker Brit. Paper Trade J. 88. Internat. Nr. 37—47. 90. Techn. Suppl. 110—12. 120—25. — C. 1935. II. 1111.)
FRIEDEMANN.

Joseph Razeq, *Farbanalyse und Farbfestlegung*. Physikal.-mathemat. Ableitungen über die spektrophotomet. Best. von Farbton, Weißgeh. u. Helligkeit. Zu den Messungen wurde das *automat. photoelektr. Spektrophotometer* nach RAZEK-MULDER benutzt. Die Auswertung geschah unter Benutzung dreilinearer Koordinaten gemäß der Methode des INTERNATIONAL COMMITTEE ON ILLUMINATION. (Paper Trade J. 101. Nr. 13. 91—95. 26/9. 1935.)
FRIEDEMANN.

Julius Bekk, *Was der Druckprozeß vom Papier verlangt*. (Paper-Maker Brit. Paper Trade J. 89. Nr. 5. Techn. Suppl. 71—78. 88—93. 1/6. 1935. — C. 1935. I. 3870.)
FRIEDE-

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Herstellung von Aminen*. Man läßt NH₃ oder primäre oder sekundäre Amine in Ggw. von katalyt. erregtem H₂ unter Druck auf Monosaccharide (bei mindestens 100°) oder auf Di- oder Polysaccharide (bei min-

destens 150° einwirken. Z. B. erhitzt man 120 g *Glucose* (I), 66 g *Methylamin* (II) u. 240 g Methanol in Ggw. von Ni unter einem H₂-Druck von 100—200 at im Autoklaven auf 180—200°. Man erhält als Hauptprod. *N,N'*-*Dimethylpropylendiamin* vom Kp. 125 bis 128°. Das gleiche Prod. entsteht aus *Rohrzucker* (III) u. II. In ähnlicher Weise kann aus I u. *Butylamin* (IV) das *N,N'*-*Dibutylpropylendiamin* vom Kp. 82—86° hergestellt werden. Aus I u. *Diäthylamin*, aus III u. NH₃, aus III u. IV, sowie aus *Stärke* u. IV werden *Amingemische* erhalten, die zum Teil in W. l. sind. Die Prodd. dienen zur Herst. von *Textilhilfsmitteln*. (F. P. 783 148 vom 24/12. 1934, ausg. 8/7. 1935. D. Prior. 23/12. 1933.)

NOUVEL.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Deutschland, *Interessante organische Stickstoffverbindungen und ihre Herstellung*. Nach üblichen Methoden werden Aminoverbb. hergestellt, die wenigstens einen Rest mit einer Kette von mindestens 6 C-Atomen sowie wenigstens 2 NH₂-Gruppen enthalten, von denen mindestens eine nicht tertiär gebunden ist. In diese Verbb. wird mindestens eine freie COOH-Gruppe eingeführt. Die erhaltenen Prodd. sind *Textilhilfsmittel*. Die Ausgangsstoffe sind aus Aminen wie *Äthylendiamin*, *Propylendiamin* (V), *Dimethyläthylendiamin* (VI), *Diäthylentriamin* (I), *Triäthylentetramin* (II), *o*-, *m*-, *p*-*Phenylendiamin*, *Toluylendiamin*, *Benzidin* u. *Diaminodiphenylamin* erhältlich. Die Reste mit mindestens 6 C-Atomen können direkt als Alkyle oder durch eine CO-Gruppe als Acyle mit dem N der Amine verbunden sein. Sie können OH-, NH₂-, NO₂-, Ester-, Äther-, Halogengruppen, besonders Cl enthalten sowie durch Gruppen wie —NH-, —N-Alkyl-, —O-, —S- oder —CO- unterbrochen sein. — 370 Teile eines *Amides* aus 2 Mol. I u. 1 Mol. *Stearinsäure* (IV) werden geschmolzen u. bei 160° mit 94 *Monochloressigsäure* (III) unter Rühren behandelt. Das zerkleinerte Rk.-Prod. ist ein gelbes in W. l. Pulver von schwach saurer Rk. Ähnliche Prodd. erhält man aus der Fettsäure des Copraöls, II u. III, aus IV, II u. III, aus *N-Octodecylpropylendiamin* u. *Monochlorpropionsäure*, aus III, V u. dem Bromid oder Sulfat eines Gemisches von Alkoholen aus hydriertem Palmöl sowie aus VI, Formaldehyd u. HCN, Verseifen zur *Dimethyläthylendiaminoessigsäure* u. Kondensation mit dem Chlorid der Coprafettsäure. (F. P. 783 255 vom 11/12. 1934, ausg. 10/7. 1935. D. Prior. 12/12. 1933.)

DONAT.

Gustave Maubec, Frankreich (Seine-Inférieure), *Überführung von Fettsäuren in Amide und deren Verwendung*. Fettsäuren beliebigen Sättigungsgrades u. Mol.-Gew. werden, vorteilhaft in geschmolzenem Zustand u. bei Temp. von 100—150°, im offenen Gefäß mit wasserfreiem NH₃ behandelt, z. B. *Stearinsäure* bei 125°. Dabei gehen die Säuren zum Teil in ihre Amide, z. B. *Stearinsäureamid*, über. Die Prodd. dienen in der Textilindustrie als *Weichmachungsmittel*, zum *Appretieren* usw. (F. P. 787 641 vom 22/6. 1934, ausg. 16/9. 1935.)

DONAT.

Canadian Industrie Ltd., Montreal, übert. von: **Marjorie H. Morrison** und **Edgar H. Nollau**, Newburgh, N. Y., V. St. A., *Überzug für Textilstoffe*, bestehend aus Nitrocellulose, Ricinusöl, einem Pigment u. einem Lösungsmittel aus 15—25% Aceton, 30—75% A. u. 10—45% Dichloräthylen; statt des Acetons kann auch ein Gemisch von Äthylacetat u. Aceton benutzt werden. (Can. P. 343 937 vom 12/5. 1933, ausg. 14/8. 1934.)

SALZMANN.

Elly Pollak, Österreich, *Veredeln von Fasern, Garnen, Geweben, Filz und Papier*. Das Fasergut wird gegebenenfalls nach einer Vorbehandlung mit quellenden Mitteln mit wss. Lsgg. von *härteren Kunstharzen*, wie *Formaldehydhydrazodicarbonamid*- oder *Formaldehydphenolkondensationsprodd.*, in Ggw. von *Netzmitteln* imprägniert u. danach einer Wärmebehandlung unterworfen. Das Verf. gewährleistet einen gleichmäßigen Ausrichtungseffekt. Gewebe aus *Baumwolle* oder *Kunstseide* können so *knitterfest* gemacht werden. Bei Einlagerung größerer Mengen *Kondensationsprodd.* in das Fasergut werden beständige Steifeffekte erzielt. (F. P. 787 950 vom 27/3. 1935, ausg. 1/10. 1935. D. Prior. 27/3. 1934.)

R. HERBST.

Camille Dreyfus, New York, N. Y., übert. von: **George Schneider**, Montclair, N. J., V. St. A., *Veredeln von Celluloseester enthaltendem Textilmaterial*. Dasselbe wird mit einer Paste aus einem *Verdickungsmittel* u. einem *alkal. reagierenden Material* bestrichen, getrocknet u. sodann gedämpft. Durch diese Behandlung wird der *Kunstseidefaser* eine erhöhte *Bügelfestigkeit*, sowie eine veränderte *Anfärbbarkeit* erteilt. (Can. P. 345 098 vom 15/7. 1929, ausg. 2/10. 1934. A. Prior. 28/7. 1928.) R. HERBST.

Ufficio Brevetti Eug. G. B. Casetta Ing., Turin, *Einpressen (bzw. Überziehen) von Fasern, Fäden oder Geweben in (mit) Cellulosederivat- oder Gelatinefolien*. Die mit einem Lösungsm. angequollenen bzw. von der Herst. noch nicht völlig getrockneten

Folien werden auf eine weiche Unterlage gelegt u. der betreffende mit Aceton, Ä., CH_3COOH oder Butylacetat angefeuchtete Stoff, z. B. ein Baumwollnetz bei 50—60° aufgepreßt. (It. P. 314 223 vom 24/4. 1933.) SALZMANN.

Victor Robert Ullman und Thomas Me Lachlan, London, *Behandlung von Faserstoffen mit Desinfektionsmitteln*. Faserstoffe, wie Papier oder Textilien, werden mit einem fl., z. B. wss. Mittel, das ein oder mehrere Cd-Salze, vorzugsweise CdSO_4 , zusammen mit einem Bindemittel, wie Glycerin, Stärke, Gummi oder ein hygroskop. Salz (CaCl_2) enthält, überzogen oder imprägniert. (E. P. 412 168 vom 12/10. 1932, ausg. 19/7. 1934.) GRÄGER.

Deutsche Hydrierwerke Akt.-Ges., Rodleben, Anhalt, *Quaternäre Ammoniumsalze*. Piperidinbasen werden mit Alkylchloriden, die wenigstens 8 C-Atome enthalten, behandelt. Man erhitzt z. B. 86 kg Piperidin mit 130 kg Cetylchlorid 8 Stdn. auf 100 bis 120°. Die filtrierte M. wird dann mit 65 kg Dimethylsulfat langsam vermischt u. erhitzt, bis eine Probe in verd. NaOH l. ist. Das entstandene Cetylpyridiniummethylsulfat vermag Paraffin, Cetylalkohol, Olivenöl u. dgl. in wss. Emulsionen zu überführen, aus denen, besonders nach Zugabe von Na_2CO_3 , die Fette oder Wachs leicht auf Faserstoffe ziehen. (E. P. 433 356 vom 19/11. 1934, ausg. 12/9. 1935. D. Prior. 18/11. 1933.) ALTPETER.

Mario Mazzetti, Rom, *Degummieren von Textilfasern*. Man läßt natürliche oder zusammengesetzte Proteine, wie Eiweiß, Gelatine, Casein (z. B. in Mengen von 5—15% des verwendeten W.) in saurer (z. B. je Liter 0,1-n. HCl, 20 g Casein enthaltender Lsg.) oder alkal. Lsg. (die z. B. 1—5% NaOH neben entsprechenden Mengen Natriumcarbonatseife enthält) bei 130—160° u. entsprechendem Druck auf die Faserstoffe einwirken (z. B. ca. 40 Min. lang); statt der Proteine kann die Lsg. organ. Sulfonsäuren, z. B. einfache oder zusammengesetzte Sulforicinolsäuren, enthalten. Man kann auch Öl-, Stearin-, Palmitinsäure, Salze der Alkalien oder organ. Basen anwenden; ferner sind Gummiarten, Harze, Stärke verwendbar. Die Fasern werden bei der Behandlungstemp. mit W. nachgewaschen. (Ung. P. 113 012 vom 28/6. 1934, ausg. 1/10. 1935. It. Prior. 4/7. 1933.) MAAS.

Priamo Garetto, Strambino, Italien, *Gewinnung von Spinnfasern aus Hanf, Flachs u. dgl.* Durch Behandlung mit einer Lsg. (A) aus 80% Na_2CO_3 + 20% $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ u. einem Gemisch (B) aus 70% gesätt. oder ungesätt. KW-stoffen, 20% Fettstoffen u. 10% Alkali; je nachdem ob reife bzw. auf gutem Boden gewachsene Pflanzen oder grüne Pflanzen verarbeitet werden, erhöht man den Alkaligeh. u. die Temp. des Bades bzw. den der KW-stoffe u. erniedrigt die Temp. Hanfstengel werden 15—20 Min. in einem 2% der Lsg. A enthaltenden Bade bei 80—100° behandelt, gebrochen, gehechelt u. die Faserstengel in offenen Behältern oder im Autoklaven (1—3 at) 2—4 Stdn. in einem Bade, enthaltend 2—5% Lsg. A u. 3—6% Lsg. B von 100—130° gelegt. Die gewaschenen Fasern werden feucht zerfasert, getrocknet, geschlagen u. gekämmt. Die holzigen Stengel werden zu Cellulose aufgearbeitet, aus den Behandlungs- u. Waschbädern Düngemittel u. a. gewonnen, während die Saatöle durch Verseifen, Destillieren, Fraktionieren u. Vercracken zu Brennstoffen verarbeitet werden. (It. P. 319 002 vom 3/2. 1934.) SALZMANN.

Leo Nordmann, Berlin, *Gewinnung spinnfähiger Pflanzenfasern aus Bastfaserpflanzen* u. der im Rohfaserstoff inkrustierten Holzteile durch Behandeln trockner oder getrockneter Bastfaserpflanzen mittels O_3 oder ozonhaltiger Luft u. durch nachfolgende mechan. Bearbeitung, dad. gek., daß 1. der Rohfaserstoff oder das Reaktionsgas oder beide dauernd oder zeitweilig bewegt werden; — 2. daß die Temp. des die Aufschießung bewirkenden Gasstromes zeitweilig bis +2° herabgesetzt wird. (D. R. P. 621 115 Kl. 29b vom 22/9. 1931, ausg. 1/11. 1935.) SALZMANN.

R. W. Callaway, New York, und Alan M. Mann, Scarsdale, übert. von: Lois W. Woodford, New York, N. Y., V. St. A., *Verfahren zum Färben von Fasermaterial, insbesondere Holz*. Dieses wird zunächst in üblicher Weise mit einer Harzlg. überzogen. Anschließend wird ein Gemisch aus einem Gummi- oder künstlichen Harz u. einem Farbstoff u. nach dem Trocknen ein Firnis oder Lack aufgebracht. Gegebenenfalls wird noch ein Dispergiemittel, wie Kleber, Casein, Pflanzenprotein oder Seife, dem Farbstoffgemisch zugesetzt. — 1 Teelöffel Kleistermehl wird mit 2 Gallonen W. verrührt u. so lange gekocht, bis das Vol. 1 Gallone beträgt. Daneben wird eine Suspension aus 1½ Unzen Gummigutt u. 6 Unzen W. hergestellt, indem das Gemisch 24 Stdn. stehen bleibt u. dabei öfter umgerührt wird u. dann filtriert wird. 1,25 (Teile) der erhaltenen Suspension werden mit 1 der Stärkekleisterlg. gemischt, worauf eine

Anilinfarbstofflsg. zugesetzt wird. Damit wird z. B. eine Ahornholzplatte behandelt. (A. P. 2013 329 vom 20/2. 1933, ausg. 3/9. 1935.) M. F. MÜLLER.

Alfred G. Olsen, Elkhorn, Wis., V. St. A., *Pressen von Holz*. Das Holz wird durch Tauchen in ein Bad h. aber nicht kochenden Leinöls, das NaCl (1%) enthält, getränkt. Darauf wird das Öl aus dem Holz wieder herausgepreßt u. die Holzfasern zusammengepreßt unter gleichzeitiger Anwendung von Hitze u. Druck, der längs u. quer zur Faserichtung auf das Holz einwirkt. Der angewandte Preßdruck wird während der Abkühlung des Holzes aufrechterhalten. Das Holz kann so auf $\frac{2}{3}$ seines Volumens zusammengedrückt werden. (A. P. 1981 567 vom 20/6. 1932, ausg. 20/11. 1934.) GRÄGER.

Heinrich Albert Hellmers, Kiel, *Behandlung von Schälholz furnieren*. (Vgl. D. R. P. 584 253; C. 1933. II. 3512.) Nachzutragen ist, daß die Tauchlsg. zweckmäßig aus einem Gemisch von 3 Teilen Formalin, 1 Teil 14%ig. Lsg. von Chromalaun, 1 Gelatine, 10 Glycerin u. 85 W. besteht. (E. P. 435 334 vom 25/5. 1934, ausg. 17/10. 1935.) GRÄGER.

Milan Vanić, Agram, Jugosl., *Herstellung von Kunstholz*. (Vgl. Jugoslaw. P. 11 502; C. 1935. II. 576.) Es wird genau so wie bei der dort beschriebenen Herst. von Kunstmarmor verfahren, nur mit dem Unterschiede, daß an Stelle des dort verwendeten Sandes Holzstägemehl tritt. Das gewonnene Kunstholz hat porzellanähnliche Bigg. (Jugoslaw. P. 11 768 vom 29/1. 1934, ausg. 1/8. 1935. Zus. zu Jugoslaw. P. 11 502; C. 1935. II. 576.) FUHST.

Comolite Corp., Long Island City, übert. von: Paul H. Gugger und Walter E. Barentzen, New York, N. Y., V. St. A., *Kunstholz*, bestehend aus 42% Sägespänen, 14% Leim, etwa 40% W. u. geringen Mengen Alaun, Borax, Sulfid, Öl, Phenol u. Chromsäure. Beispiel: 44 lbs Sägespäne, 15 lbs Leim, 12 (oz) Alaun, 12 Borax, 12 ZnS, 10 fl. Phenol, 5 Leinol, 4 Na₂SiO₃ u. 4 Chromsäure, sowie 104 lbs 11 oz W., das in 3 Portionen zugegeben wird. (A. P. 1988 242 vom 5/5. 1934, ausg. 15/1. 1935.) BRAUNS.

V. Antoine, Lambermont, Belgien, *Herstellung von Papier und Karton*. Der in üblicher Weise hergestellte rohe Papierstoff wird in Breiform mit überschüssigen Mengen Al₂(SO₄)₃ angesäuert, durch anschließendes Alkalischemachen findet eine Koagulation der feinverteilten Stoffe statt, die unter gewöhnlichen Umständen durch das Sieb der Papiermaschine hindurchgehen. Dasselbe wird auch erreicht, wenn man in den Holländer einen Teil der Leimstoffe gibt u. den restlichen Teil vor dem Aufbringen des Stoffbreies auf das Sieb. — Zeichnung. (Belg. P. 378 831 vom 4/4. 1931, Auszug veröffent. 27/11. 1931.) M. F. MÜLLER.

Soc. Industrielle de la Cellulose und Urbain Gombault, Gent, Belgien, *Herstellung von durchsichtigem Klebpapier* durch Überziehen von durchsichtigem Papier aus regenerierter Cellulose mit einem Gemisch aus 45 (Teilen) Latex u. 55 venetian. Terpentin. (E. P. 431 261 vom 1/12. 1933, ausg. 1/8. 1935. Belg. Prior. 2/12. 1932.) M. F. MÜLLER.

Carlo Adamoli, Piero Adamoli und Szija Opatowski, Mailand, *Gewinnung von Cellulose* aus Hanfabfällen, Stroh, Jute, Espartogras, Flachsstengeln u. dgl., gek. durch eine Behandlung des Gutes mit 2,5%ig. NaOH beim Raumtemp. während 12 Stdn. Die von Lignin- u. Pektinstoffen befreite Cellulose wird nach einem der gebräuchlichen Verff. gebleicht. Die Lauge kann durch Zugabe von festem NaOH regeneriert werden. Empfehlenswerter ist es, den Prozeß nach dem Gegenstromprinzip durchzuführen. (It. P. 317 957 vom 5/12. 1933.) SALZMANN.

Patentaktiebolaget Gröndal Ramen, übert. von: Gustaf Haglund, Stockholm, Schweden, *Entfernung von Harz aus Sulfitcellulose* durch Verrühren mit einem Harzlösungsm. bei gewöhnlicher Temp. unter Vermeidung einer Zerstörung der Zellwände. Das Lösungsm. soll die Harzanteile versetzen u. emulgieren. Die Konz. der M. wird so gehalten, daß keine störende Schaumbldg. eintritt. Im Falle der Verwendung von NaOH werden nicht mehr als 1% auf die Zellstoffmenge berechnet angewandt. (Can. P. 346 544 vom 20/11. 1933, ausg. 4/12. 1934. Schwed. Prior. 6/7. 1933.) M. F. MÜLLER.

A. P. Sakoschtschikow, D. I. Tumarkin und M. P. Seliwanow, U.S.S.R., *Gewinnung gereinigter, niedrigviscoser Cellulose* durch Herstellung einfacher und gemischter Celluloseester. Die Cellulose wird in üblicher Weise, z. B. mit etwa 0,2—0,3% Chlorkalk, unter gleichzeitigem Zusatz von etwa 0,02—0,03% NH₃, Ammonsalze, HCHO, Hydrazin oder Harnstoff gebleicht. (Russ. P. 43 153 vom 8/12. 1933, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

Oreste dell'Avo, Mailand, *Herstellung von Mischestern aus Cellulose und Campher*. Man vermischt in einem Knetapp. 450 kg Eg., 100 Essigsäureanhydrid, 5 kg Campher u. 5 l HClO₄ (60%ig.) etwa 10 Min., bis aller Campher gel. ist, fügt 100 kg gebleichte Linters (Feuchtigkeitsgeh. 2%) zu, knetet 10 Min. durch u. gibt weitere 200 kg Essigsäureanhydrid zu. Die Cellulose ist nach 10 Stdn. (bei 15—30°) in Lsg. gegangen; diese wird 5 Min. auf 60° erwärmt. Man erhält ein Celluloseacetat mit einem Acetylgeh. von 40%, das in üblicher Weise verseift, ausgefällt u. getrocknet wird. Der Katalysator (HClO₄) kann fortgelassen werden, wenn statt des Camphers dessen Mineralsäure- bzw. alkylierte Mineralsäureverb. benutzt werden. Die Celluloseester zeichnen sich durch ihre Stabilität u. Feuchtigkeitsbeständigkeit aus. (It. P. 232 317 vom 23/8. 1929.) SALZMANN.

Gero Lindau, Dresden, und **Georg Frank**, Berlin-Dahlem, *Quellen und Lösen von Cellulosederivaten*, dad. gek., daß als Dispergierungsmittel wss. Lsgg. von Salzen organ. aromat. Oxy-carbonsäuren, gegebenenfalls in Ggw. von wasserlöslichen oder wasserunl. flüchtigen oder nichtflüchtigen Lösungs-, Quellungs- u. Verdünnungsmitteln verwendet werden. Beispiel: Eine klare Dispersion von Acetylcellulose erhält man durch Einbringen von 15 (Gewichtsteilen) acetonlöslicher Acetylcellulose in eine Lsg. von Na-Salicylat in 150 W. — Die Lsgg. dienen u. a. zur Herst. von Kunstseide u. Filmen. (D. R. P. 621 049 Kl. 39 b vom 17/3. 1933, ausg. 1/11. 1935.) BRAUNS.

W. E. Solowjew, U.S.S.R., *Wiedergewinnung des Kupfers bei der Fabrikation von Kupferammoniakseidenfäden*. Das etwa 2—3% H₂SO₄ enthaltende Bad wird so lange zum Fallen der Fäden benutzt, bis der Geh. des Bades an CuSO₄ 7—8% beträgt. Hierauf wird die Badfl. auf 60—70° erwärmt u. allmählich eine erwärmte Na₂CO₃-Lsg. zugegeben. Das ausgeschiedene bas. Cu-Sulfat wird abgetrennt u. zum Auflösen der Cellulose verwendet. (Russ. P. 43 124 vom 3/1. 1934, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

Vereinigte Glanzstoff-Fabriken Akt.-Ges., Wuppertal-Elberfeld (Erfinder: **Hugo Elling**, Wuppertal-Vohwinkel), *Nachbehandlung von Kunstseidefäden*, dad. gek., daß die auf poröse oder auf mit porösen Belägen versehene durchlochte Spulen aufgewickelte, frisch gesponnene Kunstseide auf diesen Spulen die erste Wasche, die weitere Nachbehandlung jedoch nach vorheriger Trocknung u. Umspulung unter Zwirnen auf der Zwirnspeule erhält. (D. R. P. 621 395 Kl. 29a vom 15/2. 1927, ausg. 6/11. 1935.) SALZMANN.

Celanese Corp. of America, Del., übert. von: **Camille Dreyfus**, New York, N. Y., und **George Schneider**, Montclair, N. J., V. St. A., *Herstellung von Zellwolle*. Die Seide, z. B. 3 Fäden Celluloseacetatseide vom Titer 150 den. wird unmittelbar im Anschluß an den Spinnprozeß, nach dem Befeuhten mit W. zwischen zwei mit verschiedener Geschwindigkeit laufenden Walzen um etwa 17,9% gestreckt u. in Stapel geschnitten. (A. P. 1 956 565 vom 21/5. 1930, ausg. 1/5. 1934.) SALZMANN.

Henry Dreyfus, London, übert. von: **Reginald Henry John Riley**, Spondon, und **Theodore Clifford Barnett**, Breadsall, *Textilstoff*. Eine Anzahl Kunstseidefäden werden, nachdem sie wechselweise mit einem Lösungs- oder Weichmachungsmittel behandelt worden sind, fortlaufend vereinigt u. unter Spannung über eine gebogene Fläche gezogen. Auf diese Weise erhält man ein einheitliches Gebilde von flachem, gegebenenfalls — abhängig von dem ausgeübten Reibungsdruck — veränderlichem Querschnitt. (Can. P. 337 732 vom 17/10. 1931, ausg. 5/12. 1933.) SALZMANN.

Dr. Alexander Wacker Ges. für elektrochemische Industrie G. m. b. H., München (Erfinder: **Wolfgang Gruber**, Burghausen), *Herstellung langer, wollartiger Fäden* nach Pat. 594 378, dad. gek., daß zwei oder mehrere in üblicher Weise gesponnene u. aufgespulte Kunstseidefäden unter so ungleicher Spannung auf einer Ringzwirnspeule zu einem Vorgarn verzwirnt werden, daß Schlingen u. Schlaufen entstehen, die bei der nachfolgenden Verzwirnung zu einem Hauptgarn zerschlagen werden, welches dann längere Zeit in einer wss. Lsg. von Seife, Salzen oder Säuren gekocht wird; — 2. daß die Fäden, welche zu einem Hauptgarn verzwirnt werden, aus Kunstfäden verschiedener Herkunft oder aus Naturfasern u. Kunstfäden bestehen. (D. R. P. 621 601 Kl. 29a vom 26/10. 1933, ausg. 9/11. 1935. Zus. zu D. R. P. 594 378; C. 1934. II. 687.) SALZMANN.

British Celanese Ltd., London, und **Percy Frederick Combe Sower**, Spondon b. Derby, *Herstellung einer Gespinnstnachahmung*. Ein Bündel glatter Cellulosefäden (Celluloseacetat bzw. sonstige organ. Ester der Cellulose) wird in erweichtem Zustand einer derartigen Streckbehandlung unterworfen, daß einzelne Fäden des Fadenbündels örtlich zerreißen u. die Enden dieser Fäden aus dem Fadenbündel hervorstehen. Nach

dieser Behandlung kann das Fadenbündel gezwirnt werden. Die Streckung soll mindestens 300% der ursprünglichen Länge betragen. (E. P. 415 055 vom 15/2. 1933, ausg. 13/9. 1934.) NITZE.

British Celanese Ltd., London, **William Alexander Dickie** und **George Crawford Tyce**, Spondon b. Derby, *Herstellung von Stapelfasergarn*. Man streckt die Fäden, z. B. aus Celluloseacetat, über ihre Elastizitätsgrenze hinaus in Ggw. eines Weichmachungsmittels, das die Streckung erleichtert, scheidet in Stapeln u. verspinn. Nach dem Verspinnen wird die Dehnbarkeit des Materials wieder hergestellt. (E. P. 418 453 vom 25/4. 1933, ausg. 22/11. 1934.) NITZE.

Henry Dreyfus, London, *Fäden, Bänder und Filme aus Viscose*. Verwendung eines wss. Fällbades mit einem Geh. von 20—30% NaCNS, Glycerin u. Zucker. — 70—80 Std. bei 17° gereifte Viscose wird in ein Bad folgender Zus. gesponnen (Düsen-durchmesser 0,08 mm: 6—8% konz. H₂SO₄, 20—30% NaCNS, 1% ZnSO₄ u. 10% Glucose; Temp. 10°. (A. P. 2 004 271 vom 28/10. 1930, ausg. 11/6. 1935. E. Prior. 5/11. 1929.) SALZMANN.

Eastman Kodak Co., übert. von: **Norman F. Beach** und **James G. Mc Nally**, Rochester, N. Y., V. St. A., *Feuchtigkeitsbeständige Acetylcellulosefolie*. Man überzieht den Celluloseacetatfilm mit einer 1%ig. Harzesterlsg. in einem Gemisch von 80% Toluol u. 20% Dichloräthylen, trocknet langsam bei 50—105° u. bringt auf die Harzschicht noch eine Lsg. von 1% Paraffin in Erdöl (Kp. 60—70°). Die Gesamtdicke des Gebildes beträgt 0,025 mm. (Can. P. 330 918 vom 2/6. 1932, ausg. 14/3. 1933.) SALZMANN.

XIX. Brennstoffe. Erdöl. Mineralöle.

G. A. Ssacharow, *Torfbriketts als ein holzersetzender Brennstoff*. (Torf-Ind. [russ.: Torfjanoje Djelo] 1935. Nr. 1. 36—37.) SCHÖNFELD.

J. L. Lewis, *Die Klärung des Kohlenwaschwassers und die Gewinnung des Kohlen-schlamms*. Beschreibung des bei den EMLYN ANTHRACIT-Gruben angewandten „Unifloc“-Verf. u. Mitteilung der damit erzielten Betriebsergebnisse. (Colliery Guard. J. Coal Iron Trades 151. 895—97. 15/11. 1935.) SCHUSTER.

I. Rapoport und **I. Timofejew**, *Tieftemperaturverkokung von Tscheljabinsk-kohlen*. Die Unters. zeigte, daß die Kohlen sich nicht zur Gewinnung von fl. Brennstoffen durch Tieftemp.-Verkokung eignen, dagegen zur Gewinnung eines Gases von hohem Heizwert dienen können. (Chem. festen Brennstoffe [russ.: Chimija twerdogo Topliwa] 4. 447—54.) KLEVER.

I. B. Rapoport und **S. J. Kossolapow**, *Tieftemperaturverkokung von Tscheljabinsk-Kohlen bei verschiedenen Temperaturen*. (Vgl. vorst. Ref.) Bilanz der Verkokung der Kohle im Drehofen bei 450, 500 u. 550°. Mit steigender Temp. nimmt die D., der NH₃- u. Phenolgeh. des Ammoniakwassers zu. (Chem. festen Brennstoffe [russ.: Chimija twerdogo Topliwa] 5. 702—10.) SCHÖNFELD.

V. J. Altieri, *Messung der Expansion von Kohle während der Verkokung*. Beschreibung eines Prüfgeräts u. seiner Arbeitsweise. (Amer. Gas J. 143. Nr. 5. 43. Nov. 1935. Everett, Mass., Massachusetts Gas Comp.) SCHUSTER.

R. Sabonadier, *Zur Reaktionsfähigkeit des Kokses*. Ausführliche Besprechung ausgewählter einschlägiger Arbeiten. (J. Usines Gaz 59. 546—59. 5/11. 1935.) SCHUST.

L. Winkler, *Die Probleme der Gaswirtschaft in der deutschen Energieversorgung*. Ausführliche Besprechung aller neuzeitlichen einschlägigen Fragen. (Gas- u. Wasser-fach 78. 845—49. 876—80. 16/11. 1935. Frankfurt a. M.) SCHUSTER.

Theodore Nagel, *Flashsystem zur Carburierung von Wassergas mittels Schweröl*. (Vgl. C. 1936. I. 245.) Einfluß der Cracktemp. Vergleich mit der üblichen Art des Carburierens. (Amer. Gas J. 143. Nr. 3. 11—12. Sept. 1935. New York, Carburetted Gas, Inc.) SCHUSTER.

P. T. Dashiell, *Fortschritte in der Behandlung von Schwerölteer und Emulsionen*. Mitteilung mehrjähriger Betriebserfahrungen über die Entwässerung von Teeremulsionen, die sich bei der Herst. von carburiertem Wassergas mit Hilfe von Schwerölen bilden. (Gas Age-Rec. 76. 437—40. 446. 16/11. 1935. Philadelphia, Pa., Gas Works Comp.) SCHUSTER.

A. Rettenmaier, *Fortschritte in der trocknen Gasentschwefelung*. Beschreibung eines neuen Verf., bei dem die Regeneration der mit H₂S gesätt. Reinigungsmasse für jeden Reiniger getrennt erfolgt unter Ausnutzung eines Umwälz-Gas-Luftgemischs

mit etwa 5% O₂-Geh. Ergebnisse einer techn. Vers.-Anlage. (Gas- u. Wasserfach **78**. 848—49. 9/11. 1935. Duisburg-Hamborn.) SCHUSTER.

D. F. Othmer, *Die Herstellung von Essigsäure mit Gewinn in der Holzdestillation*. Das Verf. der GRAY CHEMICAL CO. in Roulette, Pa., gestattet die Gewinnung von Essigsäure in Form von Eg. mit geringen Anlage- u. Betriebskosten durch Befreiung der Holzdest.-Prodd. von Methanol u. anschließende azeotrope Dest. mit W. (Chem. metallurg. Engng. **42**. 356—61. Juli 1935. Brooklyn, N. Y., Polytechn. Inst.) R. K. Mü.

Hilding Bergström und **Karl Cederquist**, *Versuch, in halbem Großmaßstab aus Kohleofengasen durch Waschen mit Kalkmilch direkt hochprozentiges Acetat zu gewinnen*. Das fast vollständige Auswaschen der Teerbestandteile aus den Holzsauredämpfen ist gut durchführbar u. das aus solcher Säure direkt erhaltene Acetat zeigt Gehh. von bis zu 80%. Der Formiatgeh. beträgt etwa 6—7% des Gesamtacetatgeh. (IVA 1935. 52—57. 1/7.) WILLSTAEDT.

V. Sihvonen, *Über die Hydrierung der Kohle*. Die in der Wassergastechnik auf-tretenden chem. Vorgänge werden mittels der Verbrennungstheorie des Vf. erklärt. (Suomen Kemistilehti [Acta chem. fenn.] **8**. A. 76—80. 25/9. 1935. Helsinki, Techn. Hochschule. [Orig.: finn.] ROUTALA.

Kenneth Gordon, *Die Entwicklung der Kohlehydrierung durch die Imperial Chemical Industries, Ltd.* Chemismus der Hydrierung. Techn. Entw. des in Billingham a m angewandten Verf., seine Beschreibung u. Ergebnisse. (Colliery Guard. J. Coal Iron Trades **151**. 985—88. Gas J. **212** (87.) 722—26. 1935.) SCHUSTER.

R. Fussteig, *Neue Versuche der Hydrierung einiger Mineralöle*. Nach der Näherungsformel von NERNST berechnete Gleichgewichtskonstanten zeigen, daß ungesätt. aliphat. KW-stoffe selbst bei 477° noch hydrierbar sind, während bei über 300° Hydroaromaten dehydriert werden. Bei Verss. mit verschiedenen Katalysatoren, insbesondere Mo-haltigen, an Erdöl wurden die Olefine aufhydriert, während die Aromaten fast unverändert blieben u. höhersd. gesätt. KW-stoffe aufgespalten wurden. Es wird ein Schema für eine Hydrieranlage mit mehreren Stufen u. für eine Anlage zur raffinierenden Hydrierung von Schmierölen gegeben. (Österr. Chemiker-Ztg. [N. F.] **38**. 170—74. 1/11. 1935.) WALTHER.

K. C. Sclater, *Grundlagen der angewandten Erdölgewinnung*. XXI., XXII., XXIII. (XX. vgl. C. 1936. I. 247.) Erläuterungen über die Verwendbarkeit von Verbrennungskraftmaschinen bei Ölbohrungen mit Pumpbetrieb. Reinigen von Ölbohrlöchern mit H. Öl u. überhitztem W.-Dampf, sowie mit Druckluft u. Naturgas. (Petrol. Engr. **6**. Nr. 11. 83—84. Nr. 12. 76—77. Nr. 13. 80—82. 1935.) WALTHER.

W. L. Nelson, *Grundlagen der angewandten Mineralölraffination*. XXI. (XX. vgl. C. 1936. I. 247.) Allgemeine Physik der Verdampfung u. Kondensation. Berechnung von Dampfdrucken u. dem bei der Dest. erforderlichen W.-Dampf. (Petrol. Engr. **6**. Nr. 11. 79—81. 1935.) WALTHER.

W. L. Nelson, *Grundbegriffe der angewandten Erdölverarbeitung*. XXII., XXIII. (XXI. vgl. vorst. Ref.) Die Ermittlung der bei der Gleichgewichtsverdampfung bei verschiedenen Temp. überdest. Mengen aus der A. S. T. M.-Dest.-Kurve mit Hilfe von Diagrammen wird besprochen. Weiterhin werden die Grundbegriffe der Fraktionierung von Öldämpfen, die Berechnung von Wärmebilanz u. des Durchmessers des Fraktionierturmes angegeben. (Petrol. Engr. **6**. Nr. 12. 84—86. Nr. 13. 84. 86. 89. 1935.) WALTHER.

F. Plenz, *Bericht über den Stand der Treibgasfrage*. Zusammenfassende Darst. der vom Treibgasausschuß gesammelten bisher vorliegenden Ergebnisse von Einzelverss. u. Einzelerfahrungen mit Treibgas. (Gas- u. Wasserfach **78**. 859—60. 9/11. 1935. Leipzig.) SCHUSTER.

E. O. Erkko, *Die flüssigen Brennstoffe*. Bericht über die synthet. Methoden zur Herst. von fl. Brennstoffen. (Suomen Kemistilehti [Acta chem. fenn.] **8**. A. 103 bis 108. 25/9. 1935. [Orig.: finn.] ROUTALA.

Ch. Berthelot, *Die Entwicklung der Tieftemperaturverkokung und Herstellung synthetischer Treibstoffe in Frankreich und Deutschland*. Übersicht. (Génie civil. **106**. (55.) 353—57. 384—87. 1935.) WALTHER.

V. N. Ipatieff und **Gustav Egloff**, *Polymerisationsbenzin aus Spaltgasen*. Inhaltlich ident. mit der C. 1935. II. 1477 ref. Arbeit. (Petroleum **31**. Nr. 29. 1—7. 17/7. 1935.) WALTHER.

E. L. Baldeschwieler, **G. M. Maverick** und **J. E. Neudeck**, *Abscheidungen in Weißmetallvergassern*. Korrosion in Vergassern, in denen Weißmetall verwandt wurde,

ist nicht auf Bzn. u. Bleitetraäthyl, sondern auf W. zurückzuführen. (S. A. E. Journal 37. Nr. 4. 17—23. Okt. 1935.) WALTHER.

Johann Brand, *Lagerung und Verteilung von Flüssiggas*. Übersicht über Fracht- u. Behälterkosten für Flüssiggas gegenüber anderen Treibstoffen sowie neuere Vorschläge zum Abfüllen von Flüssiggas u. für kleinere Behälter für diese. (Oel Kohle Erdoel Teer 11. 707. 22/9. 1935. Hannover.) J. SCHMIDT.

B. von Lengerke sen., *Neuartiger Baustoff für biegsame Leitungsrohre*. Es werden als aus einheim. Baustoffen hergestellte Zuleitungsrohre für Kraftstoffe, Öle, Bzn., Bzl., A., organ. Lösungsm., Ammoniak, CO₂ usw. biegsame sog. „Silberschläuche“ empfohlen, weil sie besonders bruchfest u. dauerhaft sowie unempfindlich gegen Harzndd. sind u. nicht altern. (Automobiltechn. Z. 38. 408. 20/8. 1935.) WALTHER.

—, *Sicherheitseinrichtungen im Groß-Tankbetrieb*. (Chemiker-Ztg. 59. 765. 18/9. 1935.) WALTHER.

—, *Anstrichschutz der Tankbehälter gegen Benzin, Benzol usw.* Allgemeine Angaben. (Seifensieder-Ztg. 62. 852—53. 9/10. 1935.) NEU.

Winkelmann, *Isolierverfahren für Teertanks*. (Asphalt u. Teer. Straßenbautechn. 35. 851—52. 9/10. 1935.) CONSOLATI.

Chas. J. Holland, *Herstellung, Verpackung und Schiffsversand von oxydierten Asphalten*. VII. VIII. (VI. vgl. C. 1936. I. 692.) Auf Grund der in den früheren Aufsätzen aufgestellten Richtlinien werden die Pumpen, Leitungen, Ventile, Luftbedarf, Kessel u. deren Ausrüstungen berechnet. (Petrol. Engr. 6. Nr. 12. 36—38. Nr. 13. 36—38. 40. Sept. 1935.) WALTHER.

Joseph Schäfer, *Sonderkonstruktionen bei der Abdichtung von Bauwerken mit bituminösen Stoffen*. Bei der Konstruktion von Bauwerken ist von vornherein Rücksicht auf die Abdichtungen zu nehmen, damit diese nicht nur lose an der Oberfläche liegen, sondern unter Druck der sie umgebenden Konstruktionsteile stehen. (Asphalt u. Teer. Straßenbautechn. 35. 836—39. 849—51. Okt. 1935. Berlin.) CONSOLATI.

A. Graf, *Erste Messungen mit einem neuen Gerät zur quantitativen Bestimmung brennbarer Gase in der Luft der obersten Erdschichten*. Das von LAUBMEYER entwickelte Gerät zur Best. von KW-stoffgasen in der Bodenluft wurde insofern abgeändert, als die durch katalyt. Verbrennung entwickelte Wärmemenge nunmehr bei ruhendem statt bei strömendem Gas gemessen wird. Es werden befriedigende Meßergebnisse mit Leuchtgas, CO u. Luft, je 25% mitgeteilt. (Oel Kohle Erdoel Teer 11. 644—48. 22/9. 1935. Berlin.) J. SCHMIDT.

H. A. J. Pieters und K. Penners, *Bestimmung von Cyanwasserstoff im Gas*. Beschreibung u. vergleichende experimentelle Nachprüfung der Polysulfid-, der Feld- u. der Schwefelsäure-Methode. (Het Gas 55. 402—04. 1/11. 1935. Limburg, Centrabell. d. Staatsgruben.) SCHUSTER.

C. Conrad, *Lagerbeständigkeit von Kraftstoffen*. Zur Prüfung der Lagerbeständigkeit von Kraftstoff ist der Kupferschalenabampfetest gänzlich unbrauchbar. Auch bei der Oxydation mit O₂ in der Bombe bei erhöhter Temp. kann aus O₂-Aufnahme, Druckabfall u. Induktionszeit nicht auf die Lagerbeständigkeit geschlossen werden. Am geeignetsten ist noch die gravimetr. Erfassung der gebildeten Harzmenge. Von größter Wichtigkeit ist die Innehaltung genau reproduzierbarer Vers.-Bedingungen (s. Original). Aber selbst dann werden nicht immer mit den Lagervers. übereinstimmende Ergebnisse erzielt. Für die Lagervers. wird eine genaue Vorschrift für 5 l Treibstoff angegeben. Bei der Abhängigkeit der Lagerbeständigkeit von der Zeit wurde gefunden, daß die Harzbdg. nicht immer proportional der Zeit verläuft, sondern bei einer Reihe von Proben nach einigen Monaten sprunghaft anstieg. (Oel Kohle Erdoel Teer 11. 728—34. 22/9. 1935. Berlin.) J. SCHMIDT.

Edward L. Newman und Eldon A. Means, *Molekulargewichtsmethoden*. Die Methode zur Best. von Mol.-Geww. nach VIKTOR MEYER, wie sie von BRUUN (J. Research 5 [1930].) verbessert wurde, wird in Kombination der Gasbürette von BOOTH (C. 1930. II. 1252) für die Best. von Mol.-Geww. von Benzinen angewandt. Diese Methode eignet sich für Benzine besser als die kryoskop. Methode. (Refiner natur. Gasoline Manufacturer 14. 432—35. Sept. 1935. Wichita, Kansas, Wichita Testing Lab.) JÜ. SCHMIDT.

C. W. Woolgar, *Ausgedehnte Untersuchung, um die Verfahren zum Prüfen von Schmierölen zu ermitteln*. Geschichtlicher Überblick über die Maschinen u. Verf. zur Best. des Schmierwertes von Ölen u. Fetten. (Oil Gas J. 34. Nr. 18. 34. 37. 39. 19/9. 1935.) WALTHER.

S. Iossifow, *Bestimmung des Potentials von Säureschlamm nach dem spezifischen Gewicht*. Zur Best. des „Potentials“, d. h. des H_2SO_4 - (Monohydrat-) Geh. des Goudrons bestimmt man die D. des Goudrons u. des Ausgangsrohstoffes (Destillats). Die D. des Destillats muß noch mit einem bestimmten Koeff. multipliziert werden, weil die D. der organ. Substanz des Goudrons um etwa 0,03—0,04 höher ist als die des Rohmaterials. Aus den beiden Dichtewerten berechnet man das „Potential“. Das Verf. setzt natürlich voraus, daß die H_2SO_4 -Konz. des Goudrons nur in engen Grenzen schwankt u. im Durchschnitt etwa 66% beträgt. (Petrol.-Ind. Aserbaidschan [russ.: Aserbaidschanskoje nefjtjanoe Chosjaistwo] 15. Nr. 4. 87—89. April 1935.) SCHÖNFELD.

I. L. Blum, *Untersuchungen über die Bestimmung der Asphalte in Rohölen*. Aus Rohölen werden die gesamten asphaltartigen Prodd. mehrmals mit Aceton ausgefällt. 2—3 g Rohöl werden unter Vermeidung von starkem Schütteln langsam mit 50 bis 60 ccm Aceton versetzt u. durch Dekantierung wird das Öl von dem Nd. abgezogen. Das Öl wird dann nochmals mit der gleichen Menge Aceton behandelt, die letzte Behandlung wird auf dem Wasserbad unter Verwendung eines Rückflußkühlers durchgeführt. Die Fällung aller asphaltartigen Prodd. soll quantitativ sein. (Bul. Chim. pura apl. Soc. rom. Ştiinţe 36. 39—43. 1933. [Orig.: franz.]) K. O. MÜLLER.

Alfred O. Vinz, Beaver Dam, Wis., V. St. A., *Staubfreimachen von Kohle, Koks u. dgl.* Man besprüht die Kohle mit angewärmten, hochsd. Ölen von hohem Flammpunkt, so daß sich ein dünner Film von Öl auf der Oberfläche der Kohle bildet. (A. P. 2 005 512 vom 18/1. 1934, ausg. 18/6. 1935.) DERSIN.

Aurelio Zavertanik und Stanislao Ternovec, Triest, Italien, *Gasförmiges Brennstoffgemisch*, bestehend aus N u. Luft (Verhältnis 14,2:31,8; 13,7:100; 12,1:36,8; 10,6:32 oder 10:41,8) gegebenenfalls mit einem geringen Zusatz eines Gases etwa folgender Formel $C_2H_2(NO_2H)_3$ (? der Referent), welches unter einem Druck von 2,5 at steht. (It. P. 319 967 vom 15/11. 1933.) SALZMANN.

Henry Wilmot Spencer, London, England, *Raffinieren von festen aromatischen Verbindungen, wie Naphthalin o. dgl.* Die festen Stoffe werden mit tonhaltiger Diatomenerde vermischt u. so stark erhitzt, daß die arom. Verb. schm. oder verdampft oder sublimiert. Die Dämpfe werden verdichtet. — Beispiel: Naphthalin wird mit 67—95% Moler vermischt. Hierbei setzt man genügend W. zu, um die M. plast. u. zum Verformen geeignet zu machen. Alsdann wird die verformte M. in einer Trockenkammer mit Dampf behandelt; die Temp. der M. soll hierbei 60—75° nicht übersteigen. Nach Abschluß der Dampfbehandlung leitet man w. Gase in die nunmehr an einen Kondensator angeschlossene Kammer. Das raffinierte Prod. weist einen Reinheitsgrad von etwa 94,3% auf. (Dän. P. 50 518 vom 23/7. 1934, ausg. 5/8. 1935.) DREWS.

Koppers Co. (Delaware), übert. von: **Joseph van Ackeren**, o'Hara Township, Allegheny County, Pa., V. St. A., *Gewinnung von Benzolkohlennwasserstoffen aus Waschöl*. Ein an *Bzl.-KW-stoffen* angereichertes Waschöl wird im indirekten Wärmeaustauschverf. mit h. entbenzoltem Waschöl erhitzt u. hierauf in einer Dest.-Kolonie mittels W.-Dampf von Leichtöl befreit. Das verdampfte Leichtöl u. der W.-Dampf übertragen ihre Hitze indirekt auf k. u. vorzugsweise gewaschenes Leichtöl. Die dabei verflüssigten Anteile gelangen in eine Entwässerungsvorr., der die dampfförmig gebliebenen Bestandteile erst nach weiterer Kühlung mittels W. zugeleitet werden. Nach der Abtrennung des W. wird das vereinigte Kondensat mit bestimmter Temp. durch eine kontinuierlich betriebene Waschanlage gepumpt, wo Behandlung mit verd. H_2SO_4 u. nach Verdünnung mit W. u. Abtrennung der verd. Säure Neutralisation mit Atzalkali stattfindet. Nach Abtrennung der Lauge u. indirekter Erwärmung durch die unmittelbar zuvor aus dem Waschöl mittels W.-Dampf abgetriebenen h. Leichtöldämpfe (siehe oben) wird in einer Fraktionierkolonne in ein hochsd. Rücklaufkondensat u. bestimmte niedriger sd. Fraktionen z. B. *Bzl.* u. Vorlauf, getrennt. Die höhersd. Anteile werden in einem Vorratsbehälter angesammelt u. von hier aus nach indirekter Aufheizung mit W.-Dampf in einer Fraktionierkolonne, in deren oberen Teil eine nochmalige Behandlung mit Sodalsg. vorgenommen wird, nacheinander in *Bzl.*, *Toluol* u. *Xylöl* getrennt. Das zunächst verdampfende *Bzl.* wird in einer besonderen Vorr. kondensiert u. solange als Rücklauf in die Kolonne gepumpt, bis das nächsthöher sd. *Toluol* zu dest. beginnt. Mit diesem wird in gleicher Weise verfahren, bis die *Xylöl* zu sd. beginnen. (A. P. 1 916 349 vom 22/7. 1930, ausg. 4/7. 1933.) PROBST.

I. P. Nichamow und D. A. Alexandrowitsch, U.S.S.R., *Abtrennung von Neutralölen aus Phenolatlösungen*. Die bei der alkal. Wäsche von Teerölen erhaltenen Phenolat-

lsgg. werden mit einer zur Ausscheidung der gesamten Neutralöle u. Phenole nicht ausreichenden Menge H_2SO_4 versetzt, die ausgeschiedenen Neutralöle abgetrennt u. erneut mit H_2SO_4 versetzt. — 100 ccm einer Phenolatlg., die 5,32 g Neutralöl u. 7,35 g Phenol enthält, werden mit 68% H_2SO_4 (16% ig.) versetzt. Es scheiden sich 71,2% der Neutralöle u. 14,6% hochmolekulare Phenole aus. Nach Abtrennung dieser wird erneut H_2SO_4 zugegeben. Hierbei scheidet sich die Hauptmenge der Phenole ab, die noch 22,5% der Neutralöle enthält. (Russ. P. 43 424 vom 14/5. 1934, ausg. 30/6. 1935.)

RICHTER.

I. T. Soldatow, U.S.S.R., Gewinnung von Phenol aus Teeren. Die Teere oder Fraktionen werden mit Ammoniakaten, d. h. Lsgg. von Ca, $Ca(NO_3)_2$, NH_4NO_3 , NH_4Cl u. dgl. in fl. NH_3 , insb. Ca-Ammoniakat bei etwa 60° extrahiert; der Extrakt wird in üblicher Weise aufgearbeitet. (Russ. P. 43 002 vom 25/6. 1934, ausg. 31/5. 1935.)

RICHTER.

P. A. Bobrow und S. P. Nassakin, U.S.S.R., Gewinnung von Essigsäure aus den wässrigen Produkten der trockenen Holzdestillation. Die wss. Prodd. werden zwecks Entfernung der Phenole, KW-stoffe, Teere u. dgl. mit flüchtigen Mineralöldestst. extrahiert. Nach Abtrennung des Extraktes wird aus dem wss. Rückstand mit CS_2 o. dgl. die Essig- u. Ameisensäure extrahiert. (Russ. P. 43 005 vom 11/7. 1934, ausg. 31/5. 1935.)

RICHTER.

International Hydrogenation Patents Co. Ltd., Liechtenstein, Kohlehydrierung. Braunkohle, Torf, Holz, besonders bituminöse Kohle, werden vor der Hydrierung mit Lsgg. von katalyt. u./oder sauer wirkenden Stoffen in Ggw. von vorzugsweise sauren Netzmitteln imprägniert. Als Katalysatoren kommen in Betracht: wss. Lsgg. von Ammoniumwolframat, -molybdat, Sulfosalzen von Mo, Wo, Vd, Sn, As, Sb, Cu, Rhe, in Ammoniumoxalat gel. Sn-Oxalat, ferner Verb., besonders Halogeniden von Metallen der 6. Gruppe, wie Mo, Wo, gel. in Naphthen-, Ölsäure, Phenolen oder Kohle-*verflüssigungsprodd.*, sowie Nitrate, Chloride, Phosphate anderer Metalle. Als Netzmittel werden verwendet: Öl, Ricinolsäure, Saponine, Sulfonsäuren gewisser KW-stoffe, wie Isopropyl-, Isobutyl-naphthalin, pflanzliche oder mineral. Öle, Paraffine, Wachse usw. in Mengen von 0,05—5% der Ausgangsstoffe. Zur sauren Behandlung, die die völlige Neutralisierung der in der Kohle vorhandenen bas. Stoffe bezweckt, eignen sich H_2SO_4 , HCl, HNO_3 , $H-COOH$, CH_3-COOH usw. Die Hydrierung, die mit H_2 mit Gemischen von H_2 u. N_2 oder CO_2 , W.-Gas, W.-Dampf, CH_4 , H_2S erfolgt, wird bei Temp. von 350—550°, vorzugsweise 380—480°, u. bei Drucken über 20, vorzugsweise bei 100, 200, 300, 500 oder 1000 at vorgenommen. Man verwendet 600, 1000, 2000, 3000 cbm H_2 , bezogen auf Normalbedingungen, pro Tonne Ausgangsstoff. Das Verf. wird im allgemeinen kontinuierlich, gegebenenfalls in mehreren Behältern mit verschiedenen Drucken, Temp. u. Katalysatoren durchgeführt. (F. P. 777 147 vom 13/8. 1934, ausg. 12/2. 1935. D. Prior. 18/8. 1933. E. P. 422 892 vom 8/8. 1934, ausg. 14/2. 1935. D. Prior. 18/8. 1933.)

DONLE.

International Hydrogenation Patents Co. Ltd., Liechtenstein, Katalytische Hydrierung von Kohle, Teer, Mineralölen, Dest., Zers.- u. Extraktionsprodd. derselben usw. mit 0,01—10% von Metallhalogeniden (z. B. von Li, Cu, Ag, Mg, Zn, Sn, Pb, Cd, Al, Ti, U, Mn, Re, Ni, Co, Fe, Vd, Mo, Cr, W) u. H_2 in Ggw. von 0,01—5% von Halogenen oder Halogenwasserstoffen bzw. solche liefernden Verb. (z. B. CCl_4 , $CHCl_3$, CHJ_3 , CH_2Cl , CH_2Br , CH_2J , CH_2Cl_2 , CH_2Br_2 , CH_2J_2 , C_2H_5Cl , C_2H_5Br , C_2H_5J , $C_2H_4Cl_2$, $C_2H_4Br_2$, $C_2H_4J_2$, Halogenide von Bzl., Toluol usw., NH_4Cl), wodurch die Zers. u. Inaktivierung der Katalysatoren verhindert wird. Die Halogenide werden je nach Beschaffenheit der Ausgangsstoffe mit diesen vermengt, oder in den Rk.-Behälter eingebracht. Man arbeitet in fl., gasförmiger oder gemischter Phase oder im krit. Zustand bei 200—600° u. z. B. 20, 50, 200, 500 at. Gegebenenfalls werden auch Oxyde, Sulfide, Phosphate der Metalle zugegeben. — Z. B. wird feingemahlene mitteldeutsche Braunkohle mit einer alkoh. Lsg. von Mo-Chlorid vermischt, dann im Verhältnis 1:1 mit einem aus der gleichen Kohle stammenden Öl (Kp. über 300°) verrührt, zusammen mit H_2 bei 250 at auf 455° erhitzt, im Rk.-Behälter mit HCl versetzt. Die Kohle ist zu 95% in KW-stoffe übergeführt, der Asphaltgeh. des Rückstandes hat sich um die Hälfte verringert. (F. P. 779 872 vom 18/10. 1934, ausg. 13/4. 1935. D. Prior. 24/11. 1933.)

DONLE.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Katalytische Kohlehydrierung. Weitere Ausbildg. des Verf. des Hauptpat., indem man den Katalysator auf Trägerstoffe (Kohle, Bauxit, Floridaerde u. dgl.), denen zuvor höchstens 10 g-Äquivalent Säure ein-

verleibt wurden, aufbringt. (F. P. 44 183 vom 17/10. 1933; ausg. 20/11. 1934. D. Prior. 18/10. 1932. Zus. zu F. P. 750 296; C. 1933. II. 3795.) DONLE.

International Hydrogenation Patents Co. Ltd., Vaduz, Liechtenstein, *Hydrierung flüssiger Kohlenwasserstoffe*. Niedrig-, mittel- oder hochsd. KW-stofffraktionen aus dem Siedebereich der Benzine werden zunächst einer milden Hydrierung in Ggw. von Katalysatoren (Oxyde, Phosphide, Nitride, Sulfide von Metallen der 2.—8. Gruppe, z. B. von Mo, W, Cr, Vd, Mn, Co, Ni, Fe, Zn, Re, U, Sn) zwischen 100 u. 275° u. 20—500 at, bei der nur Diölefine, Harze, Asphalte hydriert werden, dann bei höherer Temp. einer raffinierenden, spaltenden oder aromatisierenden Hydrierung oder Vererackung unterworfen. (E. P. 424 531 vom 15/1. 1934, ausg. 21/3. 1935. D. Prior. 13/1. 1933.) DONLE.

International Hydrogenation Patents Co. Ltd., Liechtenstein, *Apparat zur Hydrierung von insbesondere schwefelhaltigen Stoffen*, wie Kohle, Teer, Mineralölen, Phenolen, ungesätt. KW-stoffen. Der aus Cr-, Mo-, Al-, W-, Vd-, Co-, Mn- oder Ni-haltigem Stahl bestehende Rk.-Behälter wird durch Behandeln mit Zn-Dampf in Abwesenheit von O₂ u. in Ggw. eines inerten oder reduzierenden Gases (N₂, H₂) bei einer über dem F. von Zn gelegenen Temp. (600—900°) mit einer korrosionsbeständigen Zn-Schicht überzogen. (F. P. 775 202 vom 2/7. 1934, ausg. 21/12. 1934.) DONLE.

I. I. Lobus, W. F. Polosow und E. E. Feofilow, U.S.S.R., *Herstellung von Molybdänkatalysatoren für die Druckhydrierung schwerer Kohlenwasserstoffe*. Ammoniomolybdat wird bei 420—440° im O₂-Strom erhitzt u. dann mit einer Na₂S-Lsg. unter Zusatz von festem Na₂S behandelt. In die erhaltene Lsg. wird bis zur Nd.-Bldg. CO₂ eingeleitet, darauf mit H₂SO₄ angesäuert u. mit W. verd. Der abgetrennte Nd. wird mit H₂S-W. gewaschen, bei 60° getrocknet u. gegebenenfalls mit 5—20% Al-, Fe- oder Cr-Oxyd vermischt. In der gleichen Weise kann der erschöpfte Katalysator regeneriert werden. (Russ. P. 42 982 vom 19/8. 1934, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

Universal Oil Products Company, übert. von: **Vladimir Ipatieff**, Chicago, Ill., V. St. A., *Katalysatoren für Umsetzung organischer Verbindungen*. Phosphorsäure wird mit Kieselsäure o. dgl. (Kieselgur) vermischt u. zwischen 180° u. höchstens 300° calciniert. Die Katalysatoren sollen in erster Linie bei der Polymerisation von Olefinen verwendet werden, sind aber auch für andere Rkk. geeignet. Genannt werden Polymerisation von Aromaten mit Olefinen (Herst. von Isopropylbenzol aus Bzl. u. Isopropylen), Kondensation von Äthern oder Alkoholen mit Olefinen, Alkylierung von aromat. Oxyverb. (wobei besonders wirksame Stoffe für die Verhütung der Harzbdg. in Bzn. erhalten werden), Kondensation von Aldehyden u. Ketonen, Addition von Halogenwasserstoff an Olefine, Isomerisationsrkk. von Phenoläther u. Olefinen (Isopropylmethylen in Trimethyläthylen), Herst. von Estern aus Säuren u. Olefinen (Butylacetat aus Essigsäure u. Butylen), Herst. von Dioxan aus Äthylenglykol, Dehydratation von Alkoholen, W.-Anlagerung an Acetylen u. Acetaldehyd, Herst. von Butadien aus 1,3-Butylenglykol. Vgl. auch A. P. 1 993 513; C. 1935. II. 3338. (A. P. 2 018 065 vom 15/8. 1934, ausg. 22/10. 1935.) JÜ. SCHMIDT.

Universal Oil Products Company, übert. von: **Vladimir Ipatieff**, Chicago, Ill., V. St. A., *Behandlung von Kohlenwasserstoffölen*. Bei der Herst. von fl. KW-stoffen aus gasförmigen Olefinen über festen, Phosphorsäure enthaltenden Katalysatoren (vgl. A. P. 2 018 065; vorst. Ref.) werden 1—6 Vol.-% W.-Dampf (bezogen auf Vol. olefinhaltigen Gas) zur Verhinderung der W.-Abgabe aus dem Katalysator zugesetzt. (A. P. 2 018 066 vom 7/3. 1935, ausg. 22/10. 1935.) JÜ. SCHMIDT.

Aktis Akt.-Ges., Schaffhausen, Schweiz, *Spaltung von hochsiedenden Ölen und Teeren* bei Temp. von 200—500° u. unter einem Druck von 2—20 at unter Verwendung von Hochfrequenzfeldern von vorzugsweise höchstens 500 m Wellenlänge, wobei die Hochfrequenzfelder erzeugt werden mit Hilfe von Hochfrequenzspulen, die aus mittels Hochfrequenz gefritteten Metallen, im besonderen aus mittels Hochfrequenz gefritteten Legierungen aus Pulvern von mindestens zweien der Metalle Ag, Co, Cu, Fe, Mo, Ni, Pb, Ta, W bestehen. (D. R. P. 595 330 Kl. 23 b vom 12/6. 1931, ausg. 3/9. 1935.) BEIERSDORF.

Universal Oil Products Co., übert. von: **Gustav Egloff**, Chicago, Ill., V. St. A., *Mineralölspaltung*. Das zu spaltende Öl wird auf Spalttemp. erhitzt u. in eine Kammer geleitet, in der feste, bituminöse Brennstoffe auf Schweltemp. erhitzt sind. (Can. P. 341 368 vom 2/6. 1933, ausg. 1/5. 1934.) DERSIN.

Universal Oil Products Co., übert. von: **Jean Delattre Seguy**, Chicago, Ill., V. St. A., *Spaltverfahren*. Das Öl wird in fl. Phase unter Druck von etwa 13 at durch eine auf etwa 900° F erhitzte Spaltschlange u. in eine Spaltkammer geleitet, aus der

die Dämpfe zu einem Dephlegmator u. Kühler entweichen. Das Rückstandsöl der Spaltkammer wird in eine Dest.-Blase überführt u. hier unter Druckentlastung infolge der ihm eigenen hohen Temp. dest., wobei die Dämpfe zu einem zweiten Dephlegmator u. Kühler gehen. Der Dephlegmatorrücklauf wird mit dem gleichen Prod. des ersten Dephlegmators gemischt u. in der Dampfphase bei 1025° in einer zweiten Spaltschlinge unter Druck von etwa 14 at erneut gespalten. Die Spaltprodd. werden in die erstgenannte Spaltkammer eingeführt. Man erhält ein *Bzn.* von hohem Klopfwert. (A. P. 2004223 vom 24/7. 1930, ausg. 11/6. 1935.)

DERSIN.

Universal Oil Products Co., übert. von: **Joseph G. Alther**, Chicago, Ill., V. St. A., *Spaltverfahren*. Benzinhaltiges Rohöl wird durch Wärmeaustausch vorgewärmt u. in einer ersten Kolonne dest., so daß ein Destillat von *Bzn.* u. *Kerosin* erhalten wird. Dieses wird mit einem weiteren im Verf. erhaltenen leichten Rücklauföl einer dritten Fraktionierkolonne gemischt, in einer Spaltschlinge in fl. Phase unter etwa 21 at Druck auf etwa 950° F erhitzt u. in eine auf etwa 850° F gehaltene Spaltblase eingeführt, wobei es mit dem Rückstandsöl des Rohöles aus der ersten Kolonne gemischt u. anschließend in einer zweiten Kolonne fraktioniert dest. wird. Die hierbei erhaltenen Leichtöle werden in der genannten dritten Kolonne fraktioniert, u. es wird reines *Bzn.* mit hohem Klopfwert u. das oben erwähnte leichte Rücklauföl erhalten. Aus der zweiten Kolonne werden Schmieröldestst. verschiedener Viscosität in entsprechender Höhe der Kolonne abgezogen. In diese Kolonne wird bei der Dest. überhitzter W.-Dampf eingeführt. (A. P. 2005527 vom 19/12. 1931, ausg. 18/6. 1935.)

DERSIN.

Universal Oil Products Co., übert. von: **Jacob Benjamin Heid**, Chicago, Ill., V. St. A., *Spaltverfahren*. Ein Gemisch von Schweröl u. dem im Verf. erhaltenen Dephlegmatorrücklauf wird in zwei Spaltschlingen unter verschiedenen Bedingungen erhitzt u. darauf in einen gemeinsamen Verdampfer geführt. Das Öl wird z. B. in der ersten Spaltschlinge bei etwa 12 at Druck auf 850° F u. in der zweiten Spaltschlinge bei etwa 17,5 at Druck auf 930° F erhitzt, so daß ein wesentlicher Teil des Öles sich bereits in der Dampfphase befindet. Die Ölströme werden so gemischt, daß sie in den unter etwa 2 at Druck stehenden Verdampfer mit einer Temp. von etwa 875° F eintreten. Durch die Zumischung des kühleren Öles soll eine Überspaltung verhindert u. eine plötzliche Unterbrechung des Spaltvorganges bewirkt werden. Man erhält ein *Bzn.* von hohem Klopfwert. (A. P. 2008502 vom 26/12. 1926, ausg. 16/7. 1935.)

DERSIN.

Universal Oil Products Co., übert. von: **Gustav Egloff**, Chicago, Ill., V. St. A., *Spaltverfahren*. Zur Herst. von klopfstem *Bzn.* leitet man in den Strom der h. Dämpfe, die aus dem Verdampfer einer in fl. Phase unter Druck betriebenen Spaltanlage austreten, leichtsd. arom. KVV-stoffe ein u. führt das Gemisch durch eine Katalysator-kammer, in der als Kontaktmasse *Fullererde*, *Bentonit*, *AlCl₃* oder *ZnCl₂* auf Trägern angeordnet sind. Dadurch wird eine Rk. zwischen den gasförmigen Olefinen u. den Aromaten herbeigeführt. Es entstehen *Alkylbenzole*, z. B. aus *Propylen* u. *Bzl.* das *Isopropylbenzol*, die in dem Benzinkondensat verbleiben u. ihm hohe Klopfestigkeit verleihen. (A. P. 2009108 vom 8/2. 1933, ausg. 23/7. 1935.)

DERSIN.

Universal Oil Products Co., übert. von: **Edwin F. Nelson**, Chicago, Ill., V. St. A., *Spaltverfahren*. Zur Verbesserung des Klopfwertes von *Naturgas-* oder *Dest.-Bzn.* leitet man dieses bei Drucken bis zu 56 at u. bei Temp. von etwa 1000° F durch eine Heizschlinge u. anschließend in eine Spaltkammer, worauf das Prod. unter Entspannung auf etwa 7 at Druck fraktioniert dest. wird. Das Leicht- u. Schwerbenzin werden aus der Kolonne je einer Kühlanlage zugeführt, während eine mittlere *Bzn.*-Fraktion gesondert abgezogen u. zusammen mit dem Ausgangsbenzin erneut der Spaltschlinge zugeführt wird. (A. P. 2009119 vom 12/12. 1932, ausg. 23/7. 1935.)

DERSIN.

Universal Oil Products Co., übert. von: **Charles H. Angell**, Chicago, Ill., V. St. A., *Spaltverfahren*. Bei einer aus Heizschlange, Spaltkammer, Verdampfer u. Dephlegmator bestehenden Anlage wird das vorgewärmte, *Bzn.* u. leichte Öle enthaltende Rohöl in den unteren Teil der mit h., unter Druck stehendem Öl angefüllten Spaltkammer eingeführt u. mit diesem Öl in den unter niedrigerem Druck stehenden Verdampfer geleitet, wobei es von leichtsd. Anteilen befreit wird. Das Gemisch der Dämpfe tritt in den Dephlegmator, während der nicht verdampfte Anteil in den oberen Teil der Spaltkammer wieder eingeführt wird. Der Dephlegmatorrücklauf wird mit einem Teil des Rohöles vermischt u. in die Spaltschlinge eingeleitet. (A. P. 2009129 vom 11/1. 1932, ausg. 23/7. 1935.)

DERSIN.

Standard Oil Co., Whiting, Ind., übert. von: **Vanderveer Voorhees**, Hammond, Ind., V. St. A., *Dampfphasespaltverfahren*. Eine vollkommen verdampfbare hochsd. Ölfraktion wird verdampft, in Dampfform in einer Spaltsschleife unter 7—70 at Druck auf etwa 900° F erhitzt u. in eine Spaltkammer eingebracht, aus der die Dämpfe unter Druckverminderung in eine Kolonne treten, über deren Boden ein Teil des Ausgangsöles herunterrieselt. Dieses löst aus dem Dampfgemisch hochsd. u. teerige Anteile u. wird mit diesen in den Strom der h., von den Spaltrohren kommenden Dämpfe vor dem Eintritt in die Spaltkammer eingeführt. Hier erfolgt die Spaltung bis auf feste Rückstände. Die aus der ersten Kolonne austretenden Dämpfe werden in einer 2. Kolonne fraktioniert dest. (**A. P. 2 005 118** vom 14/2. 1930, ausg. 18/6. 1935.) DERS.

Planktokoll Chemische Fabrik G. m. b. H. und **Johannes Benedict Carpazov**, Deutschland, *Raffination von mineralischen, pflanzlichen oder tierischen Ölen, Paraffin, Wachsen, Harzen u. dgl.* Man behandelt die genannten Stoffe mit geringen Mengen (0,1—5%) verd. Säure, z. B. H₂SO₄ oder HCl, u. hierauf mit 5—20 Teilen eines Gemisches chem. akt. Siliciumverbb., das man aus Meeres- oder Süßwasserschlamm durch Sedimentation u. hierauf folgendes Trocknen u. Pulverisieren erhält. (**F. P. 788 239** vom 2/4. 1935, ausg. 7/10. 1935.)

BEIERSDORF.

Atlantic Refining Co., Philadelphia, übert. von: **William M. Malisoff**, Philadelphia, V. St. A., *Raffination von Kohlenwasserstoffölen*. Zwecks Entschwefelung verdampft man das Öl u. läßt auf die Dämpfe *Aluminiumsulfid* bei Temp. zwischen 300° u. der Spalttemp. des Öls einwirken. (**Can. P. 344 536** vom 7/12. 1931, ausg. 11/9. 1934. A. Prior. 9/12. 1930.)

BEIERSDORF.

N. V. de Bataafsche Petroleum Maatschappij, Holland, *Raffination von Kohlenwasserstoffen*. Die zu reinigenden KW-stoffe werden in der Dampfphase in Abwesenheit von H₂SO₄ mit einer Sulfonsäure eines einfachen, gegebenenfalls halogensubstituierten KW-stoffes (Benzol-, Naphthalinsulfonsäure u. dgl.) in Berührung gebracht u. dabei ständig mit W.-Dampf gemischt. Die Sulfonsäure soll dabei in einem inerten organ., bei der Arbeitstemp. fl. Mittel (Edeleanuextrakt, Gasöl, Schmieröl) gel. sein u. ihre Konz. in der Lsg. soll höchstens 10% vorzugsweise unter 5% betragen. Die Raffinationstemp. soll so hoch liegen, daß eine starke Hydratation der Sulfonsäure verhindert wird. (**F. P. 787 565** vom 20/3. 1935, ausg. 25/9. 1935.) BEIERSDORF.

Edeleanu-Ges. m. b. H., Berlin, *Raffinieren und Entparaffinieren von Kohlenwasserstoffölen*. Man behandelt das Öl unter Kühlung mit einem Gemisch von etwa 15—35 Teilen fl. SO₂ u. etwa 85—65 Teilen fl. aromat. KW-stoffen (Bzl. oder seinen Homologen) oder CHCl₃ oder Ä., worauf das ausgeschiedene Paraffin in üblicher Weise entfernt wird. Vor oder nach dem Entparaffinieren extrahiert man mit einem ähnlichen Lösungsmittelgemisch, jedoch von größerem SO₂-Geh., ohne zwischen den beiden Behandlungsstufen das Lösungsm. zu entfernen. Die erforderliche tiefe Temp. erzielt man durch teilweises Verdampfen des SO₂ aus dem Lösungsmittelgemisch bzw. der Öllsg., oder aber unmittelbar durch Verdampfen von SO₂ oder anderen niedrigsd. Stoffen, z. B. Propan. (**E. P. 432 168** vom 24/1. 1935, ausg. 15/8. 1935. **F. P. 784 596** vom 23/1. 1935, ausg. 22/7. 1935. D. Priorr. 24/1. u. 23/4. 1934.) BEIERSDORF.

Metallgesellschaft, Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Verarbeitung von Abfallschwefelsäure*, z. B. aus der Reinigung von Mineralölen. Die Abfall-H₂SO₄ wird gemeinsam mit C-haltigen M., z. B. Brennstoffen, Teerabfällen, gebrauchter Bleicherde in einem Drehrohrofen verbrannt. Zwecks Verbrennung wird die Abfall-H₂SO₄ mit der Maßgabe zerstäubt, daß Fl.-Teilchen die Wände des Drehrohrofens nicht erreichen, sondern vergast werden. Eine Zusatzheizung z. B. Ölheizung kann vorgesehen sein. Die Wärme der Abgase kann zum Vorwärmen der Ausgangsstoffe ausgenutzt werden. Die Gase enthalten SO₂. (**E. P. 432 714** vom 25/1. 1934, ausg. 29/8. 1935. D. Priorr. 15/3. u. 29/11. 1933.)

NITZE.

Standard Oil Development Co., New York, übert. von: **John C. Bird**, Philadelphia, Pennsylv., V. St. A., *Gewinnung von gereinigten Alkalisulfonaten aus Säureschlamm*, der bei der Behandlung von stark asphalthaltigem Petroleumöl mit starker H₂SO₄ anfällt. Der Schlamm wird zur Entfernung der H₂SO₄ mit W. gewaschen u. dann mit NH₃ oder Alkalien neutralisiert. Durch Verrühren mit mindestens 30%ig. *Isopropylalkohol* u. Absitzenlassen werden zwei Schichten gebildet, von denen die untere aus Teer u. abgeschiedenen anorgan. Salzen u. die obere aus der das Sulfonat enthaltenden alkoh. Lsg. besteht. Aus dieser wird das Sulfonat abgetrennt. Vgl. A. P. 1 963 257; C. 1934. II. 3885. (**Can. P. 347 756** vom 19/12. 1932, ausg. 22/1. 1935, A. Prior. 9/1. 1932.)

M. F. MÜLLER.

Rudolf Pawlikowski, Görlitz, *Herstellung eines Brennstoffes, insbesondere für Brennkraftmaschinen* mit harter Seele u. harten Ringen, bei dem Kohlenpulver in einer Fl. vermahlen wird, dad. gek., daß — 1. Kohlenpulver in an sich bekannter Weise innerhalb einer Fl. in aschearme u. aschereiche Teile zerlegt u. die aschearmen Anteile nach Entfernung der aschereichen Anteile in dieser oder einer anderen Fl. vermahlen werden, — 2. nach dem Vermahlen die Fl. zur Erzielung eines trockenen Brennpulvers ganz oder zur Erzielung eines Kohleflüssigkeitsgemisches teilweise entfernt oder durch eine andere brennbare Fl. ersetzt wird, so daß das Kohleflüssigkeitsgemisch noch pumpbar ist, — 3. zum Mahlen eine Fl. verwendet wird, die bei der Mahltemp. dünnfl. ist als das später in der Brennkraftmaschine angewendete Schmiermittel bei der Betriebstemp., — 4. man beim Mahlen als Zumischfl. W. nimmt, — 5. man zum Feinmahlen mit der Fl. solches aschearm gemachtes Kohlenpulver verwendet, welches zuvor in einer mit Sichtwrkg. arbeitenden Vormühle mit Hartkornschonung u. nachfolgender Hartkornausscheidung gemahlen wurde. (D. R. P. 620 259 Kl. 23 b vom 2/8. 1932, ausg. 17/10. 1935.)

BEIERSDORF.

Gesellschaft für Teerverwertung m. b. H., Duisburg-Meiderich, *Herstellung eines Treib- oder Heizöles aus Steinkohlenteer* gemäß Patent 612 810, wobei Rohteer bzw. einzelne Fraktionen desselben mit Ölen, deren Bestandteile im wesentlichen aus Verb. der aliphat. Reihe bestehen, erhitzt u. vom Asphalt getrennt werden, dad. gek., daß die Erhitzung des Teer-Ölgemisches in Ggw. von Katalysatoren, wie sie in der Spalt- u. Hydrierindustrie gebraucht werden, insbesondere eisenoxydhaltigen Massen, vorgenommen wird. (D. R. P. 617 147 Kl. 23 b vom 2/9. 1930, ausg. 13/8. 1935. Zus. zu D. R. P. 612 810; C. 1935. II. 1296.)

BEIERSDORF.

International Hydrogenation Patents Co. Ltd., Vaduz, Liechtenstein, *Nicht-klopfende Benzine* durch Überleiten von H₂-reichen, klopfenden, instabilen u. unreinen, insbesondere naphthenhaltigen (20—80%) Benzinen (I) in Dampfform zusammen mit H₂ oder H₂-haltigen Gasen über Katalysatoren (Sulfide u. Oxyde der Metalle der 5. u. 6., auch der 1. u. 8. Gruppe, wie Cu, Zr, Th, Ce, W, Mo, Ni, Fe) bei einem Partialdruck von 0,5—3 at für I u. 30—60 at für H₂. Hierbei werden die Naphthene ohne nennenswerte Zers. u. Bldg. von Olefinen zu aromat. KW-stoffen dehydriert, Paraffine mit geraden C-Ketten in verzweigte KW-stoffe übergeführt. Das Verf. eignet sich auch zur Reinigung H₂-armer Rohbenzine (aus Rückständen der Tieftemp.-Dest., Kokerei, Vererackung, katalyt. Teer-, Ölsplattung). — Z. B. wird 1 (l) Bzn. (aus deutschem Petroleum) verdampft u. mit 3000 H. (bezogen auf n. Druck u. Temp.) bei 450° u. 50 at über einen aus W- u. Ni-Sulfid bestehenden Katalysator geleitet. Das Prod. hat Geruchs- u. Farbverbesserung erfahren, der Geh. an aromat. KW-stoffen ist von 15 auf 30% gestiegen, der H-Geh. von 14 auf 13,3% gefallen. (F. P. 772 811 vom 3/5. 1934, ausg. 7/11. 1934. D. Prior. 5/5. 1933. E. P. 423 001 vom 24/4. 1934, ausg. 21/2. 1935. D. Prior. 5/5. 1933.)

DONLE.

Imperial Chemical Industries Ltd., London, *Herstellung eines Dieseltreibstoffes aus schweren Kohlenwasserstoffölen* mit mehreren zur Verbesserung der Zündung u. Verbrennung dienenden Zusätzen, von denen einer aus einem Alkylnitrat mit 2 bis 4 Kohlenstoffatomen im Molekül, insbesondere *Alylnitrat*, besteht, 1. dad. gek., daß der bzw. die weiteren Zusätze aus einer die Zündtemp. des Öles herabsetzenden nicht explosiven organ. Verb., die selbst keine niedrigere Zündtemp. als das Öl besitzt, nämlich einer Bromverb. oder bzw. u. einer sauerstoffhaltigen organ. Kupferverb., bestehen. — 2. dad. gek., daß das Alkylnitrat in nicht höherer Menge als 2% u. der bzw. die die Zündtemp. des Öles herabsetzenden Zusätze in einer Menge von ungefähr 0,1—0,5% angewendet werden. (D. R. P. 616 907 Kl. 23 b vom 17/6. 1933, ausg. 7/8. 1935. E. Prior. 21/6. u. 12/7. 1932.)

BEIERSDORF.

N. V. de Bataafsche Petroleum Maatschappij (Erfinder: **Egon Eichwald**), Haag, Holland, *Polymerisieren fetter Öle* zwecks Herst. von *Schmiermitteln*. Fette Öle wie Rapsöl, Sojabohnenöl u. Fischöl (Walöl) werden mit geeigneten Katalysatoren, z. B. den Halogeniden, insbesondere Fluoriden des Be, B oder Al auf Temp. von 200—100° erhitzt u. dann mit Schmierölen oder Schmierfetten gemischt. (Aust. P. 19 213/1934 vom 7/9. 1934, ausg. 12/9. 1935.)

BRAUNS.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Schmieröle*. Kohle u. dgl. wird ganz oder teilweise in fl. Prodd. übergeführt (in üblicher Weise, z. B. durch katalyt. Hydrierung mit H₂ bei 100, 200, 500 at in Ggw. von Katalysatoren, wie Oxyden u. Sulfiden der 4., 5. u. 6. Gruppe u. bei Temp. von 350—600°, besonders 400—550° oder durch Extraktion mit Bzl., Bzn., Mittel-, Schwerölen, Pyridin, halogenierten

KW-stoffen unter erhöhten Drucken u. Tempp.); die über 350° sd. Dest.-Rückstände werden mit Lsgg. von Alkalien in W. oder A. behandelt, wobei zwei Schichten entstehen, deren obere hauptsächlich die Schmierölfractionen enthält. Diese wird mit Phenolen, fl. SO₂, verflüssigten KW-stoffen, Anilin, Aceton, Lavulinsäure usw. allenfalls zusammen mit Bleicherde oder akt. Kohle, fraktioniert. Wenn die Dest.-Rückstände größere Mengen von Asphalt, Harzen usw. enthalten, empfiehlt sich deren vorherige Abtrennung. — Z. B. wird mitteldeutsche Braunkohle fein gemahlen, mit fl. SO₂ behandelt, neutralisiert, mit (NH₄)₂MoO₄ versetzt, zusammen mit Schmieröl, das aus derselben Kohle gewonnen wurde, bei 200 at u. 475° mittels H₂ zu 95% verflüssigt, die über 350° sd. Anteile werden 3 Stdn. mit alkoh. KOH am Rückfluß gekocht, im Scheidetrichter in 2 Schichten getrennt, deren obere mit W., das 5% H₂SO₄ enthält, gewaschen, dann dreimal bei 50° mit gleichen Gewichtsmengen Phenol behandelt wird. Das Prod. wird von Paraffinwachs durch Auflösen in Bzn. u. Abkühlen auf -15° befreit. Schwach gefärbtes Öl; D. 0,945; Viscosität bei 38°: 25° Engler, bei 99°: 2,02° Engler; Stockpunkt: -10°; Viscositätsindex: 20. (E. P. 427 042 vom 30/10. 1933, ausg. 16/5. 1935. F. P. 775 452 vom 7/7. 1934, ausg. 28/12. 1934. D. Prior. 23/8. 1933.)

DONLE.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., *Kondensieren von Kohlenwasserstoffen*. Höhere KW-stoffe, die teilweise oder ganz aus harten oder weichen Paraffinwachsen bestehen, werden vor oder nach der Halogenierung durch fraktionierte Dest. usw. in 2 oder mehr Fraktionen aufgespalten, diese dann nach FRIEDEL-CRAFTS mit AlCl₃ oder ZnCl₂ kondensiert. Stoffe wie hydrierte Mittelöle, Naphthalin, Olefine, Petroleum- u. Teerfraktionen können zugegen sein. Die Prodd. dienen zur Verbesserung von *Schmierölen*. — Z. B. wird ein Paraffinwachs mit Cl₂ behandelt, durch stufenweises Abkühlen auf 5, -2, -10, -20, -40°, vorzugsweise nach Behandlung mit Aceton, Pae., fl., chlorierten, cycl. KW-stoffen, hochmolekularen Alkoholen, Ketonen usw., in Fraktionen von verschiedenem Cl-Geh. zerlegt, diese kondensiert. Die Halogenierung kann unter Einw. von ultraviolettem Licht erfolgen. — Cl₂ wird bei 80° in Paraffinwachs (aus Braunkohlenteer) eingeleitet, bis eine D.⁶⁰ von 0,870—0,875 erreicht ist. Nach Entfernung unveränderten Wachses wird mit der doppelten Menge Aceton behandelt, auf 5° abgekühlt, wobei sich der größte Teil der Monochlorverb. (I) absetzt. Beim Abkühlen auf -15° erhält man eine Mischung von I u. Dichlorverb. (II). Bei -45° scheidet sich reine II aus, während höhere Cl-Prodd., insbesondere die Trichlorverb., in Lsg. bleiben. Bei der Kondensation der Mischung von I u. II mit AlCl₃ in Ggw. von Naphthalin, erhält man ein Prod., das, in einem Betrag von 0,1% einem Schmieröl zugesetzt, dessen Stockpunkt von +2° auf -23° erniedrigt. (E. P. 417 659 vom 5/4. 1933, ausg. 8/11. 1934. F. P. 766 516 vom 5/1. 1934, ausg. 29/6. 1934. D. Prior. 7/1. 1933.)

DONLE.

Orvall Smiley, Indianapolis, Ind., V. St. A., *Bitumenveredlung*. Um die Geschmeidigkeit u. die Klebkraft bituminöser Stoffe zu erhöhen, wird ihnen ein Gemisch aus 15 (Teilen) einer höheren aliphat. Fettsäure, 15 Seife u. 120 Tetralin o. dgl. Lösungsm. zugesetzt. (A. P. 2 005 113 vom 30/3. 1933, ausg. 18/6. 1935.) HOFFM.

Max Singher, Frankreich, *Herstellung eines bitumenähnlichen Bindemittels*. Bitumen, Hartpech u. Weichpech werden zu gleichen Teilen bei 120° gemischt u. der M. 7% Ozokerit, 1% Traubenzucker, 10% Damarharz oder Kautschuk u. 10% Fuselöl zugesetzt. Das Ganze wird etwa 1/2 Stde. gemischt u. abgekühlt. Beim Gebrauch wird die M. wieder erwärmt. (F. P. 786 216 vom 9/5. 1934, ausg. 29/8. 1935.) HOFFMANN.

Georges Marie Hart, Frankreich, *Zementhaltiges Bitumen*. Die in F. P. 766 512 beschriebenen Massen werden durch Zusatz eines vulkanisierbaren pflanzlichen Öles (künstliches Kautschuköl) verbessert. (F. P. 45 104 vom 2/6. 1934, ausg. 13/6. 1935. Zus. zu F. P. 766 512; C. 1934. II. 2934.)

HOFFMANN.

Giovanni Della Coletta, Udine, Italien, *Herstellung von Kunstasphalt* durch Vermischen von 100 (Teilen) Kalksteinpulver mit 25 W. u. 11,5 geschmolzenem Bitumen. (It. P. 233 609 vom 21/2. 1930.)

HOFFMANN.

Lincoln Oil Refining Co., übert. von: **Raymond Edward Luton**, Robinson, Ill., V. St. A., *Herstellung von Straßenbelägen*. Die Straßenbettung wird mit fl. Asphaltöl bedeckt u. mit Steinklein beschüttet. Hierauf wird zerkleinertes festes Bitumen gestreut, welches das Öl aufsaugt u. das Steinklein bindet. (Can. P. 336 627 vom 19/9. 1932, ausg. 24/10. 1933.)

HOFFMANN.

Soc. Abruzzese Minière Asfalto, Italien, *Herstellung von Straßendecken*. Auf die Straßenbettung wird ohne Anwendung von Wärme ein Gemisch aus Asphalt-

pulver, einem Lösungsm. für Bitumen, wie asphalt. oder Mineralöl u. körnigem Kalk aufgebracht. (F. P. 783 014 vom 19/12. 1934, ausg. 6/7. 1935 u. It. P. 315 911 vom 24/10. 1932.)
HOFFMANN.

Richard Wilhelmi, Stuttgart, *Herstellung einer Rauhidecke für Straßendecken*, dad. gek., daß 1. gemahlenes Asphaltgestein mit organ. Lösungsmm. k. oder w. zu einer teigartigen M. unter Zusatz von Gesteinsmasse gemischt wird u. diese Mischung auf die Straßfläche aufgebracht wird; — 2. den Lösungsmm. teer- oder asphaltartige Stoffe zugesetzt werden. (D. R. P. 620 914 Kl. 19 c vom 3/3. 1933, ausg. 30/10. 1935.)
HOFFMANN.

Handbuch der internationalen Petroleum-Industrie. Hrg. von Julius Mossner. 1935/36. Berlin: Finanz-Verl. (1935). (XXXI, 984 S.) 8°. Lw. M. 36.—

XX. Sprengstoffe. Zündwaren. Gasschutz.

Mario Tonegutti, *Untersuchung von Nitrocellulosen nach der Stabilitätsprüfung von Taliani*. (Ind. Chimica 9. 1334—42. — C. 1935. II. 4013.)
PANGRITZ.

Karl Justrow, *Die Entwicklung der deutschen Gasgranate im Weltkriege*. (Gasschutz u. Luftschutz 5. 291—92. Nov. 1935. Berlin.)
PANGRITZ.

Harcourt Tasker Simpson, Bilbao-Vizcaya, Spanien, *Sprengstoff*. bestehend aus 90 ($\frac{9}{10}$) NH_4NO_3 oder Na- oder KNO_3 , 6,5 Al u. 3,5 MnO_2 oder Fe_2O_3 oder Metalloxyden. Die Zus. kann auch je nach dem Verwendungszweck geändert werden. (E. P. 435 588 vom 19/10. 1934, ausg. 24/10. 1935.)
HOLZAMER.

Azienda Chimiche Nazionali Associate, Mailand, Italien, *Nitropentaerythrit-tetranitrat-sprengstoff*. Weniger schlagempfindliche, gießbare, als Geschosfüllungen geeignete Sprengstoffe werden durch Eintragen von Pentaerythrittetranitrat in eine Schmelze von Tri- oder Dinitrotoluol, Mononitronaphthalin oder Dinitrophenol, Mineralölen, pflanzlichen oder tier. Fetten hergestellt u. die homogenen Massen dann gepreßt. Beispiele: 1. 5 (Teile) Dinitrotoluol, 5 Paraffin werden bei 70—80° geschmolzen u. 90 Pentaerythrittetranitratpulver zugegeben. Nachdem die M. homogen u. plast. ist, wird sie bei 500 kg/qcm unter Erreichen einer D. von 1,6 gepreßt. 2. 10 Trinitrotoluol, 5 Dinitrotoluol u. 85 Pentaerythrit werden geschmolzen (80—85°) u. wie in Beispiel 1 gepreßt. (It. P. 233 951 vom 7/10. 1929.)
HOLZAMER.

Ditta Bombrini Parodi-Delfino, Rom, Italien, *Perchloratsprengstoff für Minen oder Bomben*. Der nitrolycerinfreie Sprengstoff besteht z. B. aus NH_4ClO_4 (70—90 $\frac{1}{10}$), Mono- oder Dinitronaphthalin (20—8), Öl (7—1) u. Al-Pulver (0—3). Dieser Sprengstoff ist brisant, stoßsicher, feuchtigkeitsunempfindlich u. pulverförmig. (It. P. 256 554 vom 23/2. 1927.)
HOLZAMER.

Ditta Bombrini Parodi-Delfino, Rom, Italien, *Perchloratsprengstoff*. Der Sprengstoff des It. P. 256 554 wird dadurch unempfindlicher gemacht, daß an Stelle der aromat. Nitro-KW-stoffe Alkalinitrate oder NH_4NO_3 verwendet werden. Beispiel: NH_4ClO_4 60—95 $\frac{1}{10}$, Nitrat 0—35, KW-stoffe 2—20 u. Al-Pulver 0—3. (It. P. 233 559 vom 12/7. 1929. Zus. zu It. P. 256 554; vgl. vorst. Ref.)
HOLZAMER.

James S. Simmons, Laboratory methods of the United States army; 4 th ed. Philadelphia: Lea & Febiger. 1935. (1110 S.) 12°. 6.50.

XXII. Leim. Gelatine. Klebmittel usw.

L. A. Sontag und A. J. Norton, *Phenolharze als Klebstoffe für Sperrholz (Furnierholz)*. Phenolharze geben wasserfeste Verleimungen u. werden neuerdings in Form einer wss. kolloiden Suspension angewendet. (Ind. Engng. Chem. 27. 1114—19. Okt. 1935.)
SCHEIFELE.

Carl Becher jun., *Kleister und Pflanzenleime, sowie Klebstoffe aus Dextrin, Casein, Gummiarten, Gelatine und Leim*. (Forts. zu C. 1935. II. 3047.) Klebstoffe aus Casein u. Gummiarten (Gummi arabicum). (Gelatine, Leim, Klebstoffe 3. 163—68. Okt. 1935.)
SCHEIFELE.

W. Bierhalter, *Erfahrungen mit bitumenhaltigen Klebemassen als Linoleumkitt*. Durch Verwendung bituminöser Klebmassen kann eine dauerhafte Bindung des Linoleums an die Unterlage unter Bedingungen erreicht werden, unter denen Harzkitt völlig

versagt. Die Bitumenklebmasse zeichnet sich durch große Feuchtigkeitsbeständigkeit aus. Bei Steinholzböden, die stark hygroskop. sind, muß das Aufbringen der Klebmasse unmittelbar nach dem Oberflächentrocknen erfolgen. Auf porösen Unterböden wird die Haftfähigkeit durch einen dünnen Voranstrich verbessert. (Asphalt u. Teer. Straßenbautechn. 35. 865—67. 16/10. 1935.) SCHEIFFELE.

—, *Säurefeste Kütte*. Als säurefeste Kütte kommen zur Verwendung Wasserglas (50° Bé) in Verb. mit Quarzsand, Schwerspat, Asbest, sowie Wachse, Schellack, Kautschuk, Asphalt. Rezeptmäßige Angaben. (Nitrocellulose 6. 146—47. 1935.) SCHEIFF.

Allied Mills Inc., Chicago, Ill., übert. von: **Louis J. Fuhrmann**, Peoria, Ill., V. St. A., *Herstellung von Leim*. Man behandelt 60 g pflanzliche Proteine, z. B. Sojabohnen, 15—20 Stdn. mit 100 g 10⁰/₁₀₀ig. NaOH, gibt 80 g 55⁰/₁₀₀ig. Phenol u. 60 g 40⁰/₁₀₀ig. CH₂O zu u. erhitzt 1 Stde. auf 90°. Es entsteht ein klarer leichtfl. Leim. (A. P. 2 006 736 vom 27/6. 1932, ausg. 2/7. 1935.) NOUVEL.

I. F. Laucks, Inc., Seattle, Wash., übert. von: **Theodore W. Dike**, Seattle, Wash., V. St. A., *Caseinleim*, bestehend aus einer Mischung aus Casein, Ca(OH)₂, Alkalimetallhydroxyd u. Kreide in Mengen von 24—62⁰/₁₀₀ der Caseinmenge. Z. B. verwendet man zum Verleimen von Holz einen Klebstoff folgender Zus.: 100 (Teile) Casein, 18,75 NaF, 1,25 ZnO, 30,62 Chinaclay, 30,63 kolloidaler Bentonit u. 43,75 Ca(OH)₂. Diese Mischung wird in 450 W. gel. (A. P. 2 016 707 vom 25/11. 1932, ausg. 8/10. 1935.) SEIZ.

Union Paste Co., Medford, Mass., übert. von: **Herbert W. Kelley**, Winchester, Mass., V. St. A., *Tierischer Leim*, gek. durch einen Geh. an AgNO₃. Der so hergestellte Leim dient zur Herst. von Packmaterial für Silberwaren, die von dem S-Geh. des Leimes durch den Geh. an AgNO₃ nicht mehr angegriffen werden. (A. P. 2 017 029 vom 20/12. 1933, ausg. 8/10. 1935.) SEIZ.

J. Aertgeerts, Antwerpen, *Kalleim*. Das Versetzen eines Leimstoffes mit Teer u. dgl. in wss. Lsg. wird durch die Ggw. eines geeigneten Salzes begünstigt. Beispiel: In 6 l W. werden 1200 g Casein, 100 g Borax u. eine kleine Menge Pech, Asphalt u. Teer gegeben. (Belg. P. 381 793 vom 5/8. 1931, Ausz. veröff. 26/4. 1932.) NITZE.

Sergei Uschakov und **Aron Eidlin**, Leningrad, U. S. S. R., *Verleimen von Furnierplatten* unter Anwendung von Druck u. Hitze, 1. gek. durch die Verwendung von fein pulverisierten Abfällen von pflanzlich gegerbtem Leder als Klebstoff, welchen gegebenenfalls noch bekannte Weichmachungsmittel u. die Wasserbeständigkeit erhöhende Mittel zugesetzt werden können. — 2. dad. gek., daß als Klebstoff fein pulverisierte Abfälle von pflanzlich gegerbtem Leder verwendet werden, die vor der Zerkleinerung durch Erwärmen mit W. behandelt worden sind. — Z. B. werden die bis zum dispersen Grade zerkleinerten Abfälle von pflanzlich gegerbtem Leder auf die feuchte Fläche der Furnierblätter in der Menge von 30 g pro qm mittels eines Siebes aufgetragen. Dann werden die einzelnen Furnierblätter übereinandergeschichtet u. in einer mehrstöckigen hydraul. Presse bei einer Temp. von 110—140° 15 Min. unter Druck gehalten. (D. R. P. 621 139 Kl. 22i vom 22/11. 1933, ausg. 2/11. 1935.) SEIZ.

Alfred Sidney Colling, London, England, *Klebmittel*. Um Kautschuk oder Gewebe fest mit einer Metallunterlage zu verbinden, wird als Klebmittel ein Gemisch aus 40 (Teilen) Pariser Weiß, 3 Harz (Kolophonium), 15 Damarharz, 15 Bzl., 23 Naphtha u. 1¹/₂ Kautschuk verwendet. Der Kautschuk u. die Harze werden zweckmäßig zuerst in den genannten Lösungsm. gelöst. (E. P. 432 493 vom 25/1. 1934, ausg. 22/8. 1935.) HOFFMANN.

Imperial Chemical Industries, Ltd., Millbank bei London, *Herstellung von Klebstoffen*. Man erhitzt eine Mischung von Latex mit einer starken Säure oder ein solche abgebendes Prod. u. kocht den Rückstand so lange, bis eine chem. Rk. zwischen den Verb. des nicht wss. Latex u. der Säure eingetreten ist. (Belg. P. 381 213 vom 9/7. 1931, Ausz. veröff. 30/3. 1932.) NITZE.

Johnson & Johnson (Gt. Britain) Ltd., Slough, England, übert. von: **Johnson & Johnson**, N. Y., V. St. A., *Klebestreifen*, bestehend aus einem Papier oder Gewebe als Träger mit Kautschukklebeschicht. Die Rückseite des Papiers erhält eine Kautschukschicht u. darüber eine weichmachungsmittelfreie Schicht aus Cellulosederiv., z. B. Äthylcellulose oder Benzylcellulose in Lösungsm., die auch für Kautschuk Lösungsm. sind event. mit Zusatz von anderen Fl., wie CH₂OH. (E. P. 435 782 vom 21/11. 1934, ausg. 24/10. 1935.) BRAUNS.

Celluloid Corp., Newark, übert. von: **James F. Walsh**, South Orange, **Harry E. Smith** und **Amerigo F. Caprio**, Newark, N. J., V. St. A., *Klebstreifen für Cellulosegebilde*, bestehend aus einem Cellulosederiv., einem Harz u. einem Alkylphthalat als Weichmachungsmittel. (**Can. P. 334 688** vom 4/4. 1931, ausg. 8/8. 1933.) SALZM.

N. W. Tschurakow, U.S.S.R., *Herstellung von Glaserkitt*. Schieferasche (62 Teile) wird mit Na₂SiO₃ (1 Teil) vermischt, mit einer konz. CuSO₄-Lsg. (2 Teile) angerührt u. mit so viel gepulvertem Kalk versetzt, daß die M. die erforderliche Konsistenz erhält. (**Russ. P. 43 325** vom 22/7. 1934, ausg. 31/5. 1935.) RICHTER.

Dorin Corp., Union City, N. J., übert. von: **George B. Jack jr.**, South Salem, N. Y., V. St. A., *Dichtungsmasse*, dad. gek., daß sie 5—75 Gew.-% fein gepulvertes metall. Sb (I) enthält. — Die M. besteht z. B. aus 12 (Pfund) Asbest, 45 (I), 12 Graphit u. 3 Gallonen Kautschukmischung, die 3 Pfund Parakautschuk, 2 Unzen Palmöl, 1½ Unzen Oxydationsverzögerer, 3 Unzen S, 4 Unzen ZnO, 1 Unze Piperidinpentamethylendithiocarbamat u. 12 Quarts Naphtha enthält. An Stelle der Kautschukmischung kann man auch Pech, schweres Mineralöl o. dgl. als Bindemittel verwenden. (**A. P. 1 987 109** vom 1/2. 1932, ausg. 8/1. 1935.) SARRE. †

Dorin Corp., Union City, N. J., übert. von: **Ewerts G. Loomis**, Newark, N. J., V. St. A., *Dichtungsmaterial*, dad. gek., daß es aus feinverteiltem Antifrikationsmetall, Fasern, wie z. B. Asbest, einem festen Schmiermittel, wie z. B. Graphit u. einem Bindemittel, wie Öl, Wachs oder Kautschuk besteht, u. durch eine Düse zu endlosen Schnüren, Bändern usw. ausgepreßt ist, wobei Längsverstärkungen in Form von Fäden u. Schnüren, z. B. aus Hanf, Baumwolle, Kunstseide, Draht usw. mit eingepreßt sind. (**A. P. 1 987 120** vom 5/2. 1930, ausg. 8/1. 1935.) SARRE.

Akt.-Ges. für Industriegasverwertung, Berlin-Britz, *Dichtungsmaterial*. Das für App. zur Aufbewahrung u. zum Transport sowie zur Behandlung von Gasen mit tiefliegendem Kp., wie O₂, N₂ od. dgl., aus imprägniertem Leder, Metall oder sonstigem Gewebe bestehende Dichtungsmaterial ist dad. gek., daß das Imprägniermittel aus einem Wachs mit hohem E. u. einer plast. machenden Substanz mit hohem Flammpunkt besteht. Dem Imprägniermittel, vorzugsweise Carnaubawachs, soll als plast. Substanz chloriertes Naphtha, chloriertes Diphenyl, ein Trikresylphosphat oder ein Triphenylphosphat beigemischt sein. (**D. R. P. 610 753** Kl. 17g vom 22/4. 1934, ausg. 15/3. 1935. A. Prior. 31/5. 1933.) E. WOLFF.

Matsuharu Hagino, Vancouver, Can., *Schlauchdichtungsmittel*, bestehend aus einer Mischung aus 10 (Teilen) Mineralöl u. 1 Gips, sowie Korkmehl. (**E. P. 434 630** vom 6/9. 1934, ausg. 3/10. 1935.) SEIZ.

XXIV. Photographie.

Walter Hofmann, *Untersuchungen über die Struktur des latenten Röntgenbildes*. Die Verss. des Vf. ergeben, daß innerhalb der Schicht u. des Kornes das latente Röntgenbild anders als das latente Lichtbild verteilt ist. Eine mechan. Zerstäubung des AgBr durch Röntgenstrahlen erscheint unwahrscheinlich. Bei der Belichtung mit Röntgenstrahlen werden 2 voneinander verschiedene latente Bilder (R I u. R II) gebildet. R I besteht wie das latente Lichtbild aus Ag-Keimen einer bestimmten Größenordnung. Es verhält sich bei der Entw. wie das n. latente Lichtbild. R II dagegen besteht aus feinsten Keimen, die sich chem. nicht entwickeln lassen. Primäre physikal. Entw. löst die Substanz des latenten Bildes R II auf. Wenn Lichtstrahlen R II treffen, so werden nicht nur n., kompakte Keime gebildet, sondern es entsteht ein Lichtkeimmaterial in feiner verteilter (aufgelockerter) Form. Diese Keimsubstanz verhält sich anders als das n., latente Lichtbild u. ist chem. u. primär physikal. nicht entwickelbar. Kurzes, primäres Fixieren aktiviert ein Keimmaterial, das eine sekundäre Entw. zu erhöhten Schwärzungen ermöglicht. Da das latente Röntgenbild R II bei der n. Entw. verloren geht, bleibt bei dem üblichen röntgenograph. Verf. ein Teil der durch die Strahlenwrkg. hervorgerufenen Veränderungen unausgenutzt. Durch Aktivierung des latenten Röntgenbildes R II für die Entw. wäre eine Empfindlichkeitssteigerung der Platte gegenüber Röntgenstrahlen zu erreichen. Dies wäre denkbar durch dosierte Nachbelichtung u. Überführung in das oben erwähnte latente Lichtbild, das nach primärem Fixieren zu hohen Schwärzungen entwickelt werden kann. (Z. wiss. Photogr., Photophysik Photochem. 34. 267—75. 277—92. Dez. 1935. Frankfurt a. M.) KU. MEY.

Helmut Borst, *Beitrag zur Frage weiterer Maxima der Schwärzungskurven photographischer Emulsionen nach Solarisationseintritt*. Vf. untersucht das wiederholte Auf-

treten der Solarisation unter gleichbleibenden Bedingungen in bezug auf Belichtung u. Temp. Der Anstieg der Schwärzungskurve zum 2. Maximum tritt aber nicht bei allen Plattensorten ein, ist also emulsionsbedingt. Durch Best. u. Vergleich der Schwärzungskurve u. der Direktschwärzungskurve einer bis zum Solarisationsantritt belichteten u. dann geteilten Platte wird festgestellt, daß die Direktschwärzung nicht die Ursache für den Eintritt des 2. u. 3. Maximums sein kann. (Photographische Ind. 33. 1056—58. 27/11. 1935.)

KU. MEYER.

Giovanni Semerano, Die Stabilität einiger Lösungen von Sensibilisatoren für Ultrarot. Die Beständigkeit alkoh. u. wss. Lsgg. von *Pinacyanol* (I), *Rubrocyanin* (II), *Neocyanin* (III) u. *Alloccyanin* (IV) mit u. ohne NH₃ oder Säuren, im Dunkeln u. im Licht, wurde untersucht. Am stabilsten sind alkoh. Lsgg. Eine Mischung gleicher Teile W. u. A. kann Lsgg. geben, die mehr als einen Monat lang verwendbar sind. Zweckmäßig werden diese Lsgg. in so gut wie vollen u. geschlossenen Gefäßen aufbewahrt, um die Entfärbung durch die CO₂ der Luft zu vermeiden. Die Stabilität der Lsgg. nimmt ab in der Reihenfolge: I, III, IV, II. NH₃ stabilisiert die wss. Lsgg., besonders die von II. Aus sauren Lsgg. entstehen am Licht neue farbige Substanzen. (Ann. Chim. applicata 25. 473—81. 1935. Padua, Univ.)

BEHRLE.

Bela Gaspar, Brüssel, Herstellung und Verarbeitung photographischer lichtempfindlicher Materialien, welche bereits vor der Belichtung Farbstoffe oder farbbildende Substanzen in der Schicht enthalten u. bei denen das Farbstoffbild durch nachträgliche Maßnahmen wie Zerstörung oder Bldg. eines Farbstoffs, hergestellt wird, dad. gek., 1. daß man diese Materialien vor oder nach der Kopierung oder Entw. mit der Lsg. eines zusätzlichen farbkorrigierenden Farbstoffes oder einer wirkungsgleichen farbstoffbildenden Substanz imprägniert, worauf die Bilderzeugung dadurch erfolgt, daß der zusätzliche Farbstoff zusammen mit dem in der Schicht bereits vorhandenen zerstört oder gebildet wird. — Die nachträgliche Behandlung kann nur an einzelnen Bildstellen, z. B. dem Tonstreifen, vorgenommen werden, u. zwar mit einem Farbstoff, der im Vergleich zu den in der Schicht vorhandenen Farbstoffen eine unterschiedliche chem. Widerstandsfähigkeit gegen Lösungs- oder farbstoffzerstörende Mittel aufweist. Beispielsweise kann die Verwendung von farbstoffbildenden Stoffen, wie Leukoestern oder Diazoniumverbb., als Entw.- oder Kupplungskörper erfolgen. (D. R. P. 621 804 Kl. 57 b vom 24/6. 1932, ausg. 14/11. 1935.)

GROTE.

I. G. Farbenindustrie Akt.-Ges., Frankfurt a. M., Kopieren von Linsengerasterfilmen. Um die beim Kontaktkopieren durch die Linsengerasterelemente entstehende Konvergenz der Lichtstrahlen auszugleichen, wird der Originalfilm zunächst auf einen Zwischenfilm u. dieser, Raster gegen Raster, auf den vorzuleitenden Film kopiert. (E. P. 436 457 vom 11/4. 1934, ausg. 7/11. 1935. D. Prior. 11/4. 1933.)

GROTE.

Kenway Corp., übert. von: **Kenneth L. Mc Lellan**, Los Angeles, Calif., V. St. A. Herstellen von Koptervorlagen für photomechanischen Druck. Zur photomechan. Wiedergabe einer schattierten Strichzeichnung werden die erforderlichen Schattierungen auf der Zeichnung mittels eines oder mehrerer sogenannter Tangierfelle, d. h. Schablonen mit Linien- oder Netzstruktur, aufgebracht. Hierzu wird eine photograph. durchlässige Farbe benutzt, die entwickelbare Chemikalien, z. B. Ag-Salze, enthält u. nach dem Aufbringen auf die Zeichnung zu Schwarz entwickelt wird. Von der so schattierten Zeichnung wird dann photograph. ein Negativ hergestellt. (A. P. 2 009 586 vom 11/6. 1932, ausg. 30/7. 1935.)

GROTE.

Richard Spelling, Berlin-Grünau, Aufarbeiten von gebrauchten Photo- und Kinfilmern durch Auflösen der Celluloidträgersubstanz in einem mit gelochten Wandungen versehenen Behälter, dad. gek., daß 1. die Auslaugung unter beständigem Wechsel der Strömungsrichtung des organ. Lösungsm. erfolgt, worauf die Lsg. zum Entfernen der letzten Verunreinigung in bekannter Weise filtriert wird. — Die Ansprüche 2—4 kennzeichnen die dazugehörige Vorr. Auf diese Weise ist die Gewinnung von hochkonz. Lsgg. von Cellulosederiv. in organ. Lösungsmm. (Aceton) möglich. (D. R. P. 621 703 Kl. 39b vom 11/4. 1931, ausg. 12/11. 1935.)

BRAUNS.

Fritz Schmidt, Kompendium der praktischen Photographie. 16. Aufl. Leipzig: E. A. Seemann, 1935. (XII, 525 S.) gr. 8°. Lw. M. 7.50.